

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

Superplasticidade de um Aço Inoxidável Duplex

Autora: Débora Pulino Sagradi
Orientadora: Ana M. M. Nazar
Co-orientador: Ricardo E. Medrano

11/96

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL
DA TESE DEFENDIDA POR Débora Pulino
Sagradi E APROVADA PELA
COMISSÃO JULGADORA EM 18/11/96


ORIENTADOR

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

Superplasticidade de um Aço Inoxidável Duplex

Autora: Débora Pulino Sagradi ← Autora
Orientadora: Ana M. M. Nazar
Co-orientador: Ricardo E. Medrano

Curso: Engenharia Mecânica
Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Tese de doutorado apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Campinas, 1996 → Autor
S.P. - Brasil

92/19 5/9

UNIDADE	BAE/FEM
N.º CHAMADA:	UNICAMP
	Sal8s
V.	28/11/96
TOMBO BC/	29483
PROC.	281/97
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	2811,00
DATA	17/01/97
N.º OPD	

CM-00098126-3

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

Sal8s Sagradi, Débora Pulino
Superplasticidade de um aço inoxidável duplex /
Débora Pulino Sagradi.--Campinas, SP: [s.n.], 1996.

Orientadores: Ana M. M. Nazar, Ricardo E. Medrano.
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas
Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Aço inoxidável. 2. Conformação de metais. 3.
Metais - Propriedades mecânicas. 4. Metais - Deformação
5. Metais - Formabilidade. I. Nazar, Ana M. M. II.
Medrano, Ricardo E. III. Universidade Estadual de
Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. IV.
Título.

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

TESE DE DOUTORADO

**Superplasticidade de um
Aço Inoxidável Duplex**

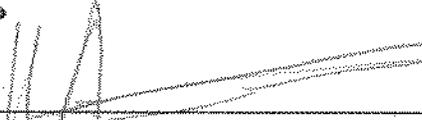
Autor: **Débora Pulino Sagradi**
Orientador: **Ana M. M. Nazar**
Co-orientador: **Ricardo E. Medrano**



Prof.^a Dr.^a Ana Maria Martinez Nazar
FEM/UNICAMP



Prof. Dr. Itamar Ferreira
FEM/UNICAMP



Dr. Jean-Jacques Ammann
FEM/UNICAMP



Dr. Alain Jean Isoré
XTAL Fibras Ópticas



Prof. Dr. Ivan Gilberto Sandoval Falleiros
POLI/USP

Campinas, 18 de novembro de 1996

Dedicatória

A Marcello e a meus pais.

Agradecimentos

Aos professores Ana Maria M. Nazar e Ricardo E. Medrano pela permanente e valiosa orientação e, principalmente, pela dedicação e amizade inestimáveis.

Ao Dr. Oscar A. Ruano pela doação do material e pelo apoio.

Ao colega Cláudio José da Rocha pela colaboração nas várias etapas do trabalho, especialmente na confecção dos corpos-de-prova.

À Eletrometal - Metais Especiais S/A pela análise química e doação de materiais de apoio.

Ao pesquisador Jean-Jacques Ammann pelas inúmeras discussões, sugestões e pela indispensável contribuição dada à análise da cavitação.

Aos técnicos Rita, Cláudia, José Luiz, Laerte e Paulo e aos funcionários do Departamento Daniel e Maria do Carmo pela cooperação nas várias etapas do trabalho.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, FAPESP, pelo suporte financeiro.

Sumário

RESUMO	
ABSTRACT	
LISTA DE FIGURAS	
LISTA DE TABELAS	
1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS1
2. A SUPERPLASTICIDADE3
2.1. Conceituação da superplasticidade3
2.2. A superplasticidade estrutural4
2.2.1. Requisitos para a superplasticidade estrutural5
2.3. Escoamento plástico6
2.3.1. Características gerais do escoamento6
2.3.2. O coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação (m)12
2.3.3. Características de cada região da curva $\log \sigma$ x $\log \dot{\epsilon}$13
2.4. Modelos para a deformação superplástica do tipo estrutural17
2.4.1. Modelos propostos que levam ao escorregamento de grãos19
2.4.2. Cavitação21
2.5. Superplasticidade de aços inoxidáveis duplex22
2.5.1. Introdução aos aços inoxidáveis duplex22
2.5.2. O comportamento superplástico de aços inoxidáveis duplex30
3. TÉCNICAS EXPERIMENTAIS PARA O ESTUDO DA SUPERPLASTICIDADE33
3.1. Ensaio de tração a quente33
3.1.1. Descrição do ensaio33
3.1.2. Informações que podem ser obtidas do ensaio33
3.2. Ensaio de mudança de taxa de deformação35
3.2.1. Descrição do ensaio35
3.2.2. Informação que pode ser obtida dos ensaios36
3.3. Ensaio de relaxação de tensões40

3.3.1. Descrição do ensaio40
3.3.2. Análise do ensaio41
3.3.3. Informações que podem ser obtidas do ensaio42
4. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS43
4.1. Material43
4.1.1. Composição química43
4.1.2. Caracterização microestrutural44
4.2. Equipamentos e dispositivos50
4.2.1. Confeccção dos dispositivos de fixação50
4.2.2. Confeccção dos corpos-de-prova52
4.2.3. Controle da temperatura do corpo-de-prova53
5. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL54
5.1. Ensaio preliminares54
5.2. Ensaio de tração a quente54
5.2.1. O ensaio54
5.2.2. Análise do material imediatamente antes do início da deformação56
5.2.3. Análise dos corpos-de-prova após os ensaios56
5.3. Ensaio de mudança de taxa de deformação58
5.3.1. Ciclos múltiplos59
5.3.2. Mudanças contínuas60
5.4. Ensaio de relaxação de tensões61
5.4.1. O ensaio61
5.4.2. Programa de análise de dados62
6. RESULTADOS E DISCUSSÃO64
6.1. Caracterização pelo alongamento64
6.1.1. Curvas experimentais de carga <i>versus</i> deslocamento65
6.1.2. Curvas de tensão verdadeira <i>versus</i> deformação logarítmica73
6.2. Caracterização pelo coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação m78
6.2.1. Tração a quente78
a) Estimativa de m por $S_{m\acute{a}x} \times \dot{\epsilon}$78
b) Estimativa de m por $\sigma_{\epsilon=cte} \times \dot{\epsilon}$84
c) Comparação entre os dois tipos de análises89
6.2.2. Ensaio de mudança de taxa de deformação91
a) Ciclos Múltiplos91
b) Mudanças contínuas	..103
6.2.3. Relaxação de tensões	..108
a) Forma das curvas	..108
b) Estimativa de m	..112

6.2.4. Resumo dos valores de m	..115
6.3. Caracterização pela uniformidade da deformação	..118
6.3.1. Deformação ao longo da região útil do corpo-de-prova	..118
a) Alongamento pela variação do comprimento	..118
b) Alongamento pela variação da área da seção transversal	..120
6.3.2. Microestrutura do material imediatamente antes do início do ensaio	..125
6.3.3. Microestrutura do material ensaiado	..128
6.3.4. Cavitação	..135
a) Efeito da taxa de deformação	..136
b) Efeito da temperatura	..143
7. CONCLUSÕES	..152
8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	..155
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	..156
ANEXO 1: Programa para análise das curvas de relaxação de tensões	
ANEXO 2: Obtenção da equivalência entre \dot{S} ($\text{kgf.mm}^{-2}.\text{min}^{-1}$) e $\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	
APÊNDICE: Efeito da temperatura sobre o sistema de fixação do corpo-de-prova na máquina	

Abstract

SAGRADI, Débora Pulino, *Superplasticity of a duplex stainless steel*, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1996. 163 p. Tese (Doutorado)

Superplasticity is the ability of certain materials to deform homogeneously with high elongations (several hundreds or thousands percent) at elevated temperatures and low strain rates. This subject of scientific and technological interest is not well established yet.

The purpose of present work is to characterize and to study the superplastic behavior of a 22.5%Cr-6.4%Ni-3.0%Mo-0.16%N duplex stainless steel. Therefore, samples from sheets of the material were examined at 950°C and 980°C by means of tensile, strain rate change and stress relaxation tests. Moreover, microstructures and cavitation process under main conditions were also analyzed.

Tensile tests provided informations about elongation and deformation homogeneity. On the other hand, the strain rate change and stress relaxation tests were more suitable to determine the strain rate sensitivity. The superplastic behavior analysis was based on whole results from elongation, strain rate sensitivity and deformation uniformity.

According to these criteria, the material exhibits superplastic deformation at 980°C with strain rates ranging from 10^{-4} s^{-1} to 10^{-3} s^{-1} . Under these conditions the deformation was homogeneous (without necking), the strain rate sensitivity coefficient attained 0.7 and elongation achieved 900%.

During deformation: (i) the initial microstructure composed of oriented phases change to an equiaxed stable structure and (ii) cavitation process occurs. These observations suggest the grain boundary sliding as the main superplastic deformation mechanism.

Key Words: superplasticity, duplex stainless steel, tensile test, strain rate change test, stress relaxation

Lista de Figuras

- Figura 2.1. Curva de tensão nominal (S) em função da deformação nominal (e) de uma liga eutética superplástica Sn-Pb deformada à temperatura ambiente em condições de velocidade de deslocamento constante, com uma taxa de deformação nominal de $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.⁽⁹⁾7
- Figura 2.2. Esquema da instabilidade do “Tipo I”, onde a partir de uma amostra inicialmente uniforme (a) há formação de vários pescoços (b-d), que concorrem entre si no crescimento (adaptado de Wray⁽¹⁹⁾).7
- Figura 2.3. Esquema da instabilidade do “Tipo II”. Até (a) os pescoços crescem a uma taxa semelhante. Em seguida, ocorre crescimento preferencial de um único pescoço (adaptado de Wray⁽¹⁹⁾).8
- Figura 2.4. Curva esquemática verdadeira de tensão (σ) em função da deformação (ϵ) para um material superplástico.9
- Figura 2.5. (a) Tensão em função da taxa de deformação e (b) alongamento até a fratura para uma liga de Zn-22%Al testada em três temperaturas diferentes.⁽¹⁾11
- Figura 2.6. Influência da temperatura e do tamanho de grão sobre (a) o comportamento superplástico e (b) sobre o valor do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação m .⁽²²⁾13
- Figura 2.7. Representação esquemática para a relação entre σ e $\dot{\epsilon}$.⁽⁵⁾14
- Figura 2.8. Representação esquemática do mecanismo de deformação por difusão de lacunas induzida por tensão.⁽⁸⁾15
- Figura 2.9. Tensão (σ) versus taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) para ligas Al-33%Cu com tamanhos de grão iniciais de 1,5 a 10 μm testados a 743 K.⁽²⁴⁾16
- Figura 2.10. Taxa de deformação versus tensão (ambos de cisalhamento) para uma liga Zn-22%Al de (a) pureza comercial e (b) alto grau de pureza.⁽²⁵⁾17

Figura 2.11. Ilustração esquemática do escorregamento de contorno de grão entre os grãos 1 e 2: S é o vetor escorregamento; u , v e w são três componentes do escorregamento; e θ e ψ e são ângulos que definem a orientação do contorno em relação ao eixo da tensão aplicada σ . ⁽²⁷⁾18
Figura 2.12. Esquema do modelo de Ashby e Verral para o rearranjo dos grãos por difusão. ⁽³¹⁾19
Figura 2.13. Caminhos de difusão associados ao rearranjo dos grãos. ⁽³¹⁾20
Figura 2.14. Caminhos de difusão não inclusos no modelo original. ⁽²⁾20
Figura 2.15. Seções do sistema Fe-Cr-Ni para vários teores de Fe. ⁽³⁷⁾24
Figura 2.16. Seções isotérmicas do sistema Fe-Cr-Ni-Mo-N para teores de 4%Mo e 0,3%N. (a) 1000°C e (b) 900°C. ⁽³⁸⁾ Nota: a fase denominada por ϵ , neste caso, representa nitretos do tipo Cr_2N25
Figura 2.17. Tipos de fases que podem ocorrer nos aços duplex. ⁽³⁹⁾26
Figura 2.18. Diagrama de tempo-temperatura-transformação para a precipitação de fase σ de um aço de composição típica 22%Cr-5,3%Ni-3%Mo-0,16%N. ⁽⁴¹⁾27
Figura 2.19. Representação esquemática do efeito do Cr e Mo sobre a precipitação da fase σ . ⁽⁴²⁾28
Figura 2.20. Representação esquemática do efeito do Ni sobre a precipitação da fase σ . ⁽⁴²⁾28
Figura 2.21. Exemplos de tratamentos termomecânicos usados na obtenção de aços inoxidáveis microduplex superplásticos. ⁽³⁷⁾31
Figura 3.1. Variação do alongamento com a temperatura de deformação para uma amostra do aço 25%Cr-7%Ni-3%Mo-0,14%N deformado a uma taxa de deformação de $4 \times 10^{-3} s^{-1}$. ⁽⁴⁴⁾34
Figura 3.2. Curva esquemática obtida em um ensaio de mudança de taxa de deformação com uma velocidade V_1 até o ponto D onde esta velocidade é aumentada para V_2 e em D' novamente reduzida para V_1 . ⁽⁹⁾35
Figura 3.3. Curva tensão-deformação típica e curva de relaxação obtida a partir do ponto $\sigma_0 \epsilon_0$. ⁽⁵⁹⁾40
Figura 4.1. Identificações adotadas para cada uma das seções da chapa.44
Figura 4.2. Micrografias do material como recebido. Ataque: 10% KOH (eletrolítico). Nota: fotomicrografia obtida com filtro azul.45

Figura 4.3. Detalhe da microestrutura do material como recebido. Ataque: 10% KOH (eletrolítico).46
Figura 4.4. Esquema da metodologia empregada na determinação da fração volumétrica de fase σ no material como recebido.48
Figura 4.5. Esquema da metodologia empregada na determinação da fração volumétrica de austenita e de ferrita.49
Figura 4.6. Desenho de uma das garras de fixação empregadas nos ensaios realizados na máquina MTS. Medidas em mm.51
Figura 4.7. Esquema da montagem utilizada para as garras.52
Figura 4.8. Geometria utilizada para os corpos-de-prova de tração a quente. Comprimento útil de (a) 5,2 mm e (b) 3,2 mm. Medidas em mm.53
Figura 5.1. Exemplo de uma imagem digitalizada mostrando as cavidades (regiões escuras) presentes na matriz metálica (fundo claro).58
Figura 5.2. Exemplo da identificação das cavidades por meio de bordas.58
Figura 6.1. Curvas experimentais de carga em função do deslocamento obtidas para cada ensaio de tração a quente realizado nas temperaturas de 900 e 950°C. Nota: os valores da legenda correspondem respectivamente ao número do ensaio, temperatura (°C), taxa de deformação nominal (s^{-1}), comprimento útil do corpo-de-prova (mm) e orientação da amostra com relação à direção de laminação (L, longitudinal e T, transversal).65
Figura 6.2. Alongamento total em função da taxa de deformação nominal (ϵ) obtido para cada ensaio a 950°C.67
Figura 6.3. Curvas experimentais de carga em função do deslocamento obtidas para cada ensaio de tração a quente realizado na temperatura de 980°C. Nota: os valores da legenda correspondem respectivamente ao número do ensaio, temperatura (°C) e taxa de deformação nominal (s^{-1}).68
Figura 6.4. Alongamento total em função da taxa de deformação nominal obtido para os ensaios a 980°C.70
Figura 6.5. Alongamento total em função da taxa de deformação nominal obtido para os ensaios a 950°C e 980°C.70
Figura 6.6. Alongamento em função da taxa de deformação nominal para o aço 21,9%Cr-5,5%Ni-2,8%Mo-0,14%N ensaiado a 900°C. ⁽⁴⁶⁾71

Figura 6.7. Curvas de tensão verdadeira em função da deformação logarítmica de cada ensaio de tração a quente realizado nas temperaturas de (a) 950°C e (b) 980°C. Nota: os valores da legenda correspondem respectivamente ao número do ensaio e taxa de deformação nominal (s^{-1}).75
Figura 6.8. Curvas de tensão verdadeira em função da deformação logarítmica para os ensaios realizados com a taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} s^{-1}$77
Figura 6.9. Esquema do procedimento adotado para a estimativa de m através de curvas $S_{máx} \times \dot{\epsilon}$. Nota: "S" é a tensão nominal, "e" a deformação nominal e "T", a temperatura.79
Figura 6.10. Curvas de tensão nominal máxima em função da taxa de deformação nominal utilizadas para a estimativa de m80
Figura 6.11. Variação de $\dot{\epsilon}_n / \dot{\epsilon}$ em função de Δl_n82
Figura 6.12. Curvas de tensão nominal máxima ($S_{máx}$) em função da taxa de deformação no ponto de máxima tensão ($\dot{\epsilon}_{em S_{máx}}$) utilizadas para a estimativa de m83
Figura 6.13. Esquema do procedimento adotado para estimativa de m_i para uma dada deformação ϵ_i através de curvas $\sigma \times \dot{\epsilon}$85
Figura 6.14. Curvas de tensão versus taxa de deformação considerando os valores nominais e reais.86
Figura 6.15. Curvas de tensão verdadeira (σ) versus taxa de deformação nominal ($\dot{\epsilon}$) para cada uma das deformações fixadas: (a) 33%, (b) 52%, (c) 67% e (d) 81%.87
Figura 6.16. Valores de m obtidos por curvas do logaritmo da tensão verdadeira em função do logaritmo da taxa de deformação nominal para determinados valores de deformação.88
Figura 6.17. Curva esquemática de carga em função do deslocamento para o ensaio de mudança de taxa de deformação por "ciclos múltiplos". Nota: $V_{i+1} > V_i$91
Figura 6.18. Curva experimental de carga em função do deslocamento para um dos ensaios de mudança de taxa de deformação pelo método dos "ciclos múltiplos" obtida a 980°C (ensaio 20, tabela 5.2)92
Figura 6.19. Valores médios de m em função da taxa de deformação nominal para cada um dos métodos de análise empregados nos ensaios de mudança de taxa de deformação a 950°C. (a) ensaio 22 e (b) ensaio 23.96

- Figura 6.20. Valores médios de m em função da taxa de deformação nominal para cada um dos métodos de análise empregados nos ensaios de mudança de taxa de deformação a 980°C. (a) ensaio 14, (b) ensaio 19 e (c) ensaio 20.97
- Figura 6.21. Valores médios de m obtidos para cada taxa de deformação nominal pelo método dos “ciclos múltiplos” para os ensaios realizados a (a) 950°C e (b) 980°C.99
- Figura 6.22. Linhas de tendência do valor de m com a taxa de deformação nominal para os ensaios de mudança de taxa de deformação por “ciclos múltiplos” para as temperaturas de 950°C e 980°C. ...101
- Figura 6.23. Variação do alongamento (%) e do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação (m) em função da taxa de deformação nominal para as temperaturas de 950°C e 980°C. ...101
- Figura 6.24. Curva esquemática de carga em função do deslocamento para o ensaio de mudança de taxa de deformação por “mudanças contínuas”. Nota: $V_{i+1} > V_i$103
- Figura 6.25. Valores de m em função da taxa de deformação nominal obtida pela aplicação do método 6 à curva experimental da técnica “mudanças contínuas” a 980°C. ...105
- Figura 6.26. Valores de m em função da taxa de deformação para comparação dos métodos de “ciclos múltiplos” com o de “mudanças contínuas” para 980°C. ...105
- Figura 6.27. Tensão verdadeira máxima em função da taxa de deformação nominal para a curva de “mudanças contínuas” (980°C). ...107
- Figura 6.28. Curva experimental esquemática de carga em função do tempo para o ensaio de relaxação de tensões. Nota: $V_{i+1} > V_i$108
- Figura 6.29. Curvas esquemáticas de relaxação de tensões para uma mesma temperatura. Nota: (i) P_i é a carga máxima atingida na tração conduzida a uma velocidade de deslocamento V_i com $V_1 > V_2 > V_3$ e (ii) t_i é tempo inicial de relaxação ($t=0$) para a tração conduzida a uma velocidade de deslocamento V_i109
- Figura 6.30. Curva experimental de carga em função do tempo para um dos ensaios de relaxação de tensões obtida a 950°C. ...109

- Figura 6.31. Curvas de relaxação obtidas em diferentes temperaturas após carregamento do material com uma taxa de deformação nominal de $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. (a) Valores de carga (P) em função do tempo (t) e (b) Valores normalizados pelas respectivas cargas iniciais (P_0). Nota: os valores da legenda correspondem, respectivamente ao número do ensaio, temperatura ($^{\circ}\text{C}$) e taxa de deformação nominal (s^{-1}). ...110
- Figura 6.32. Linhas esquemáticas para vários níveis constantes de dureza.⁽⁶²⁾ ...111
- Figura 6.33. Curvas de $\log S$ versus $\log (-\dot{S})$ obtidas para os ensaios de relaxação de tensões nas temperaturas de 950° e 980°C113
- Figura 6.34. Variação do alongamento ao longo da região útil do corpo-de-prova estimada a partir da variação da distância entre dois riscos consecutivos feitos previamente aos testes. Nota: os valores da legenda correspondem, respectivamente, ao número do ensaio, temperatura e taxa de deformação nominal. ...119
- Figura 6.35. Comparação entre os alongamentos estimados pelo método das áreas e pelo método dos riscos. ...121
- Figura 6.36. Variação do alongamento ao longo da região útil do corpo-de-prova estimada a partir da variação da área da seção transversal. Ensaio realizado a (a) 900°C e 950°C e (b) 980°C . Nota: os valores da legenda correspondem, respectivamente, ao número do ensaio, temperatura ($^{\circ}\text{C}$) e taxa de deformação nominal (s^{-1}). ...122
- Figura 6.37. Microestrutura do material imediatamente antes do início dos ensaios a (a) 950°C e (b) 980°C . Ataque: 10N KOH eletrolítico. ...126
- Figura 6.38. Detalhes da microestrutura do material imediatamente antes do início dos ensaios a (a) 950°C (seção longitudinal menor) e (b) 980°C (seção transversal). Ataque: 10N KOH eletrolítico. ...127
- Figura 6.39. Microestrutura da seção longitudinal maior do material ensaiado a 980°C e com uma taxa de deformação nominal de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Direção de tração: horizontal. Ataque: 10N KOH eletrolítico.⁽⁶⁴⁾ ...129
- Figura 6.40. Microestrutura da seção longitudinal maior do material ensaiado a 980°C com uma taxa de deformação nominal de $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Ataque: KOH + Marble⁽⁸²⁾. ...129
- Figura 6.41. Microestrutura na região da fratura da seção longitudinal maior do material ensaiado a 980°C e taxa de deformação nominal de $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Ataque: KOH eletrolítico.⁽⁶⁴⁾ ...130

- Figura 6.42. Microestrutura da seção longitudinal maior do material ensaiado a 950°C e com uma taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Direção de tração: horizontal. Ataque KOH eletrolítico.⁽⁶⁴⁾ ...131
- Figura 6.43. Detalhes da seção longitudinal maior do corpo-de-prova ensaiado a 980°C com uma taxa de deformação nominal de $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Ataque: (a) Marble e (b) Marble + KOH eletrolítico. ...134
- Figura 6.44. Detalhe da seção longitudinal maior do corpo-de-prova ensaiado a 980°C com uma taxa de deformação nominal de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Ataque: Marble + KOH eletrolítico. ...135
- Figura 6.45. Micrografias da superfície polida da seção longitudinal menor das amostras (na região da fratura), ensaiadas a 980°C e com taxas de deformação nominais de: (a) $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, (b) $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (c) $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (d) $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (e) $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$137
- Figura 6.46. Fração volumétrica das cavidades encontradas na região da fratura de corpos-de-prova ensaiados a 980°C em diferentes taxas de deformação nominais. ...138
- Figura 6.47. Coalescimento de cavidades em altas taxas de deformação. ...139
- Figura 6.48. Frequência relativa da distribuição de cavidades em função do logaritmo das áreas das mesmas (em m^2) para os ensaios realizados a 980°C e com taxas de deformação de (a) $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, (b) $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (c) $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (d) $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (e) $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$141
- Figura 6.49. Curvas normais relativas às distribuições de cavidades em função do logaritmo de (m^2) suas áreas, para a região da fratura de corpos-de-prova ensaiados a 980°C. ...142
- Figura 6.50. Micrografias da superfície polida da seção longitudinal menor ao longo da região útil dos corpos-de-prova ensaiados com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e na temperatura de (a) 950°C e (b) 980°C. ...144
- Figura 6.51. Fração volumétrica das cavidades encontradas ao longo do comprimento útil de corpos-de-prova ensaiados com taxas de deformação nominais de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ nas temperaturas de 950°C e 980°C. ...145
- Figura 6.52. Alongamento e fração volumétrica de cavidades ao longo do comprimento útil dos corpos-de-prova ensaiados com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e nas temperaturas de (a) 950°C e (b) 980°C. ...147

Figura 6.53. Frequência relativa da distribuição de cavidades em função do logaritmo das áreas das mesmas (em m^2) para o ensaio realizado a $950^\circ C$ e com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} s^{-1}$, ao longo do comprimento útil. Distância da superfície de fratura: (a) 1,0 mm; (b) 2,7 mm; (c) 4,4 mm e (d) 6,6 mm. ...148

Figura 6.54. Frequência relativa da distribuição de cavidades em função do logaritmo das áreas das mesmas (em m^2) para o ensaio realizado a $980^\circ C$ e com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} s^{-1}$, ao longo do comprimento útil. Distância da superfície de fratura: (a) 1,0 mm; (b) 2,7 mm; (c) 4,4 mm; (d) 6,2 mm; (e) 9,0 mm; (f) 11,4 mm e (g) 13,3 mm. ...149

Figura 6.55. Curvas normais relativas às distribuições de cavidades em função de suas áreas ao longo do comprimento útil dos corpos-de-prova ensaiados com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} s^{-1}$ nas temperaturas de (a) $950^\circ C$ e (b) $980^\circ C$150

Lista de Tabelas

Tabela 4.1. Composição química (% em peso) do material em estudo e de um material comercialmente equivalente.44
Tabela 4.2. Valores médios para o tamanho das fases nas três seções da amostra. As direções L1, T1, T2 estão definidas na figura 4.1.47
Tabela 4.3. Frações volumétricas da fase σ ($V_{V_{\sigma}}$) e da austenita + ferrita ($V_{V_{(\sigma+\gamma)}}$) encontradas no material como recebido.48
Tabela 4.4. Frações volumétricas de ferrita e de austenita quando a fração de fase σ é desprezada.49
Tabela 4.5. Frações volumétricas das fases presentes no material como recebido.50
Tabela 5.1. Resumo das condições experimentais utilizadas nos ensaios de tração a quente.55
Tabela 5.2. Velocidades utilizadas no ensaio de mudança de taxa de deformação (“ciclos múltiplos”). As regiões assinaladas com x correspondem aos ciclos utilizados em cada ensaio.60
Tabela 5.3. Velocidades utilizadas no ensaio de mudança de taxa de deformação (“mudanças contínuas”).61
Tabela 6.1. Valores de tensão nominal máxima e alongamento encontrados para cada ensaio a 900°C e 950°C.66
Tabela 6.2. Valores de tensão nominal máxima e alongamento total encontrados para cada ensaio a 980°C.69
Tabela 6.3. Estimativas do coeficiente m por curvas de tensão nominal máxima x taxa de deformação.83
Tabela 6.4. Estimativas do coeficiente m por curvas de tensão verdadeira x taxa de deformação nominal.88

Tabela 6.5. Alguns valores de m encontrados na literatura para aços inoxidáveis duplex.89
Tabela 6.6. Valores médios de m para cada intervalo de taxas de deformação para os ensaios a 950°C. O subíndice indica o método utilizado para a determinação do valor de m (item 3.2.2).94
Tabela 6.7. Valores médios de m para cada intervalo de taxas de deformação para ensaios a 980°C. O subíndice indica o método utilizado para a determinação do valor de m (item 3.2.2).95
Tabela 6.8. Valores médios de m para cada um dos intervalos de taxas de deformação nominais obtidos para os vários ensaios realizados em diferentes temperaturas.98
Tabela 6.9. Valores de m obtidos através do método 6 para o ensaio de “mudanças contínuas” conduzido a 980°C. Nota: os trechos 1º, 2º e 3º referem-se a cada uma das três partes da curva esquemática experimental (figura 6.24).	...104
Tabela 6.10. Valores de σ_{\max} obtidos. Nota: os trechos 1º, 2º e 3º referem-se a cada uma das três partes da curva experimental como mostrado esquematicamente na figura 6.24).	...106
Tabela 6.11. Valores de m pelo método gráfico.	...107
Tabela 6.12. Valores de m obtidos para cada temperatura pelos ensaios de relaxação de tensões.	...113
Tabela 6.13. Resumo dos valores de m obtidos pelas várias técnicas.	...117

CAPÍTULO 1

Introdução e Objetivos

A superplasticidade é a capacidade que certos materiais apresentam de se deformar homogeneamente (sem estrição localizada) em grande escala (alongamentos de centenas a milhares por cento).

Para que um material exiba o comportamento superplástico são necessários alguns requisitos externos (altas temperaturas e baixas taxas de deformação) e internos (a microestrutura do material deve ser fina). Este último requisito, entretanto, torna-se uma restrição à obtenção da superplasticidade em determinados materiais.

No caso dos aços inoxidáveis duplex a microestrutura caracteriza-se por ser bifásica, onde cada uma das fases, além de serem inoxidáveis, aparecem em grandes volumes e proporções próximas. Este tipo de microestrutura facilita a obtenção de uma estrutura refinada, viabilizando a obtenção do comportamento superplástico.

O estudo da superplasticidade em aços inoxidáveis duplex começou no início da década de setenta e continua até hoje. Contudo, não foi ainda possível a elucidação de todos os aspectos necessários para a compreensão da superplasticidade destes materiais.

A caracterização do comportamento superplástico dos aços inoxidáveis duplex é feito pelo alongamento total obtido em função da temperatura e taxa de deformação impostas bem como em função do tamanho de grão inicial do material. Alguns autores caracterizam ainda a superplasticidade do ponto de vista mecânico, pelo estudo da sensibilidade da tensão à taxa de deformação que o material pode apresentar. Entretanto, não existe ainda um consenso da

forma pela qual a superplasticidade deva ser avaliada (tipo de ensaio, geometria do corpo-de-prova, etc).

Outro ponto a ser esclarecido diz respeito aos mecanismos de deformação que levam ao comportamento superplástico dos aços inoxidáveis duplex.

Embora estes pontos demonstrem a relevância do tema do ponto de vista científico, a importância do assunto não pára aí. O comportamento superplástico permite a obtenção de peças com geometrias complexas em poucas etapas de processamento. Isto aliado à boa resistência mecânica e à boa resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex revelam a relevância do tema do ponto de vista tecnológico.

Os tópicos acima expostos e o fato da escassa literatura existente sobre a superplasticidade do aço inoxidável duplex 22,5%Cr-6,4%Ni-3,0%Mo-0,16%N motivaram o estudo deste aço.

Visando explorar os vários aspectos da superplasticidade deste aço, o trabalho foi estruturado da seguinte forma:

- no capítulo 2 é apresentada a revisão bibliográfica sobre a superplasticidade, os aços inoxidáveis duplex e a superplasticidade nestes casos;
- no capítulo 3 faz-se uma revisão sobre as técnicas experimentais empregadas no estudo da superplasticidade e as informações que elas proporcionam;
- no capítulo 4 são descritos os materiais e equipamentos utilizados na realização do trabalho;
- o capítulo 5 descreve os tipos de ensaios (tração, mudança de taxa de deformação e de relaxação de tensões) e de procedimentos experimentais adotados;
- no capítulo 6 são apresentados os resultados obtidos com as respectivas discussões. Neste capítulo, a caracterização do material é feita de três formas distintas e complementares: caracterização pelo alongamento, pelo coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação e finalmente pela uniformidade da deformação. Esta última análise é feita tanto em seus aspectos macroscópicos quanto nos microscópicos;
- finalmente, o capítulo 7 traz as principais conclusões do trabalho, seguido pelo capítulo 8, onde são sugeridos temas gerais para pesquisas futuras.

CAPÍTULO 2

A Superplasticidade

2.1. Conceituação da superplasticidade

A superplasticidade é normalmente definida como sendo o fenômeno no qual alguns materiais policristalinos apresentam, geralmente de maneira isotrópica⁽¹⁾, grandes alongamentos (da ordem de centenas a milhares por cento)^(2,3) sob certas condições de taxa ou velocidade de deformação ($\dot{\epsilon}$), temperatura (T) e microestrutura.^(4,5)

Porém, este fenômeno não ocorre apenas quando o material é solicitado em tração como sugere esta conceituação geral. Segundo Johnson⁽⁶⁾, uma definição mais ampla seria a de que deformação superplástica é aquela caracterizada por uma ductilidade, sob tração, compressão ou torção, que excede o comportamento convencional do material.

Os materiais metálicos que podem apresentar a superplasticidade são geralmente ligas de : Al, Bi, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mg, Ni, Ag, Sn, Ti, W, Zn, Zr e Fe.⁽⁴⁾ Dentre estas, as ligas de Ni, Ti e Al são as que têm sido mais exploradas comercialmente.⁽⁷⁾

A deformação superplástica pode ocorrer, segundo o material, de diferentes formas. Em 1969, Hayden et al⁽⁸⁾ classificaram a superplasticidade em dois tipos:

- **superplasticidade isotérmica:** obtida quando o material de microestrutura refinada é levado a uma temperatura maior que a metade da temperatura absoluta de fusão e submetido a um carregamento sob certas condições de taxa de deformação;

- **superplasticidade por transformação:** obtida quando um material que apresenta uma transformação alotrópica é sujeito a uma carga enquanto a temperatura é ciclada acima e abaixo da temperatura de transformação.

Mais recentemente^(1,4) esta classificação foi redefinida e ampliada:

- **superplasticidade estrutural:** termo associado à superplasticidade isotérmica,^(1,4)
- **superplasticidade por transformação de fase:** o efeito da superplasticidade é induzido por uma ciclagem da temperatura ao redor da temperatura de uma transformação de fase, na presença de uma pequena carga (muito menor que o limite de escoamento).^(1,4,9) A literatura apresenta casos deste fenômeno em ligas de Fe^(9,10), Ti⁽⁹⁾ e Zr⁽⁹⁾.
- **superplasticidade por ciclagem térmica:** quando a superplasticidade é induzida por uma ciclagem da temperatura sob uma pequena carga em um material (como o U e o Zn)^(4,9) onde há um alto grau de anisotropia nos coeficientes de expansão térmica.^(1,4,9)

Esses tipos de superplasticidade diferem basicamente nos mecanismos responsáveis pelo fenômeno. Na superplasticidade por transformação de fase bem como na superplasticidade por ciclagem térmica, propõe-se que a deformação plástica ocorre para acomodar a variação de volume associada ou à transformação de fase ou à presença de diferentes dilatações nas diferentes direções cristalográficas.^(9,11) Segundo Sherby e Wadsworth⁽⁷⁾, tanto durante a transformação de fase quanto durante a ciclagem térmica são geradas tensões internas no material devido, respectivamente, à variação de volume e à presença de diferentes dilatações nas diversas direções cristalográficas. Estas tensões somadas à tensão externa aplicada ultrapassam o limite de escoamento do material, resultando na deformação plástica do mesmo. Já, na superplasticidade estrutural a deformação ocorre principalmente por um mecanismo de escorregamento de grãos. Sendo este último tipo de superplasticidade aquele que se apresenta na maioria dos metais e ligas, o mesmo será tratado em detalhes no item a seguir.

2.2. A superplasticidade estrutural

Em termos tecnológicos, os esforços se concentram no desenvolvimento e estudo da superplasticidade estrutural^(1,12), já que, como mencionado anteriormente, a grande maioria dos metais apresenta este tipo de superplasticidade. Alguns exemplos de ligas que apresentam

superplasticidade estrutural desenvolvidas para a aplicação na indústria aeroespacial são principalmente ligas à base de Ti.⁽¹³⁾ Outras tais como o Inconel 718⁽¹⁴⁾, que é uma liga à base de Ni, também estão sendo estudadas para este fim.

A principal vantagem dos materiais que apresentam este comportamento é que podem ser conformados com muitos detalhes com um mínimo de energia.⁽¹⁵⁾ Além disso, a estrutura refinada garante melhores propriedades do produto tais como tenacidade e resistência. (porém, em componentes que trabalham em temperaturas elevadas isto já não é vantagem, pois o refino da estrutura favorece os mecanismos de fluência).

Entretanto, comercialmente a utilização da capacidade que alguns metais têm de serem superplásticos ainda é restrita devido às baixas taxas de deformação necessárias, que podem chegar a ser de até mil vezes menores do que aquelas empregadas em processos usuais de conformação ($0,1 - 1 \text{ s}^{-1}$).^(7,15,16)

2.2.1. Requisitos para a superplasticidade estrutural

A superplasticidade estrutural depende de requisitos externos (processo) e internos (estruturais) do material.

Requisitos externos

Como já mencionado, o comportamento superplástico somente é possível em condições bem determinadas de processo: taxa de deformação e temperatura.

A temperatura normalmente é igual ou maior que a metade da temperatura absoluta de fusão.^(2,5) Isto sugere que o processo de deformação superplástica depende de difusão pela estrutura do material.⁽⁸⁾

As taxas de deformação necessárias variam principalmente com o tipo de liga, mas são tipicamente da ordem de 10^{-6} a 10^{-2} s^{-1} .⁽¹⁷⁾

Esses requisitos externos são necessários, porém não suficientes. É importante ainda que o material apresente certas características microestruturais bem específicas.

Requisitos microestruturais

A principal característica estrutural que o material deve apresentar para ser superplástico é a de possuir *grãos pequenos*. A literatura^(1-3,5,15,17) cita como um limite

superior um tamanho de grão de 10 μm . Entretanto, Liu et al.⁽¹⁸⁾ afirmam que para uma liga bifásica Ti-5,8%Al-4,1%V, um tamanho de grão de cerca de 90 μm é suficiente para induzir a superplasticidade.

Além de pequenos, os grãos devem: (i) *resistir à separação por tração*^(7,15), (ii) *ser de alto ângulo*^(7,15) (mobilidade maior do que os de baixo ângulo) e principalmente (iii) *ser equiaxiais*⁽⁷⁾.

Os contornos de grão, entretanto, são defeitos de alta energia. Sendo assim, ao aquecer o material nas temperaturas em que a superplasticidade ocorre, há uma tendência ao crescimento de grão (a fim de diminuir a energia associada a estes defeitos), comprometendo o comportamento superplástico deste material. Por outro lado, Chokshi et al.⁽¹⁾ e Suery et al.⁽¹⁷⁾ lembram que, simultaneamente a este processo, pode ocorrer em alguns sistemas uma recristalização dinâmica devido à deformação, o que tenderia a refinar o grão. Para manter a estrutura fina na temperatura de deformação, as ligas superplásticas devem apresentar *partículas de segunda fase*. Por este motivo, usam-se ligas eutetóides, eutéticas, duplex, etc.⁽¹⁵⁾ Além de ter uma morfologia apropriada, estas partículas devem ter uma resistência semelhante a da matriz para evitar a formação de cavidades na interface partícula/matriz durante a deformação.⁽¹⁵⁾ Caso as partículas de segunda fase sejam mais resistentes que a matriz, estas partículas devem ser finas e estarem uniformemente distribuídas, pois, assim, a formação de cavidades é evitada pelos vários processos de recuperação que ocorrem nas vizinhanças das partículas.⁽⁷⁾

2.3. Escoamento plástico

2.3.1. Características gerais do escoamento

Para esta análise considera-se uma curva típica de *tensão nominal (S) versus deformação nominal (e)* (que é proporcional à curva *carga versus deslocamento*) que descreve a deformação superplástica em tração. Isto é ilustrado através da figura 2.1 relativa a uma liga eutética Sn-Pb tracionada em condições de velocidade de deslocamento constante.

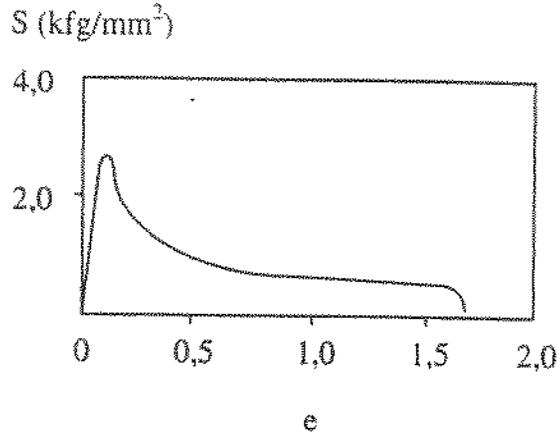


Figura 2.1. Curva de tensão nominal (S) em função da deformação nominal (e) de uma liga eutética superplástica Sn-Pb deformada à temperatura ambiente em condições de velocidade de deslocamento constante, com uma taxa de deformação nominal de $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.⁽⁹⁾

O ponto de máxima carga corresponde à primeira instabilidade plástica, denominada por Wray⁽¹⁹⁾ como sendo do “Tipo I”. Neste ponto inicia-se a formação de vários pescoços ao longo da amostra. Porém, ao contrário do que ocorre em condições não-superplásticas (onde um dos pescoços cresce preferencialmente até a fratura), neste caso os pescoços concorrem entre si, crescendo de forma estável. Como resultado, a deformação ocorre de forma homogênea (figura 2.2).

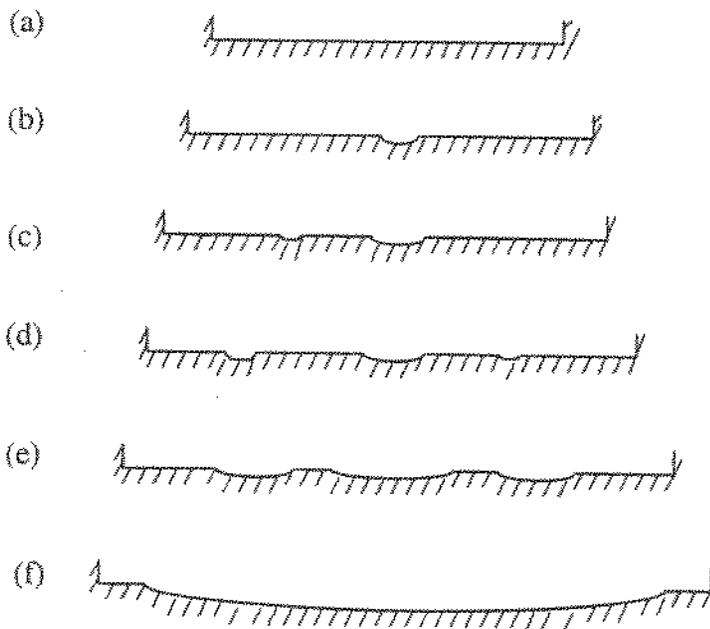


Figura 2.2. Esquema da instabilidade do “Tipo I”, onde a partir de uma amostra inicialmente uniforme (a) há formação de vários pescoços (b-d), que concorrem entre si no crescimento (adaptado de Wray⁽¹⁹⁾).

Já, a *queda brusca da carga* no final do ensaio corresponde, segundo Wray⁽¹⁹⁾, a uma instabilidade do “Tipo II”. Neste caso, um dos pescoços que estavam crescendo a taxas semelhantes torna-se mais ativo que os demais. Como resultado, este pescoço cresce instavelmente levando à ruptura da amostra. (figura 2.3).

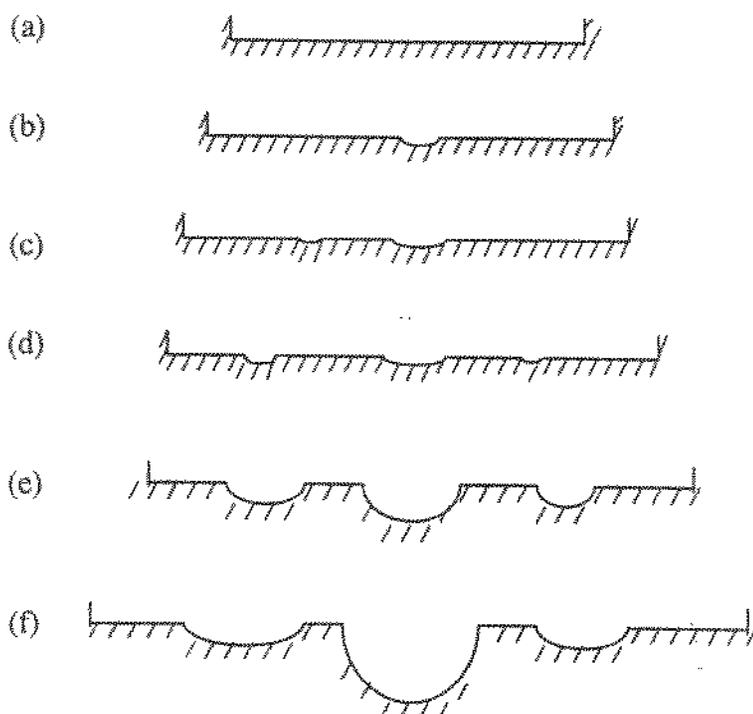


Figura 2.3. Esquema da instabilidade do “Tipo II”. Até (a) os pescoços crescem a uma taxa semelhante. Em seguida, ocorre crescimento preferencial de um único pescoço (adaptado de Wray⁽¹⁹⁾).

Em relação à *região intermediária da curva*, no trecho entre o ponto de máxima carga e o ponto final do ensaio, observa-se na figura 2.1 uma tendência de diminuição contínua da carga com o deslocamento. Isto ocorre por causa da redução da seção transversal da amostra com a deformação e também devido à redução da taxa de deformação efetiva durante o ensaio, já que este se realizou em condições de velocidade de deslocamento constante. Aqui vale lembrar que como a velocidade de deslocamento é o produto do comprimento útil da amostra pela taxa de deformação, e como o comprimento útil vai aumentando com a deformação, a taxa de deformação deve diminuir para manter a velocidade de deslocamento constante.

Um outro aspecto interessante do escoamento superplástico é o fato de não ocorrer encruamento do material durante a deformação, ou seja, a tensão não depende da deformação, sendo unicamente uma função da taxa de deformação.⁽²⁰⁾ A figura 2.4 apresenta esquematicamente uma curva idealizada de **tensão verdadeira** (σ) *versus* **deformação logarítmica** (ϵ) (ou “verdadeira”, como é normalmente denominada) para um material superplástico.

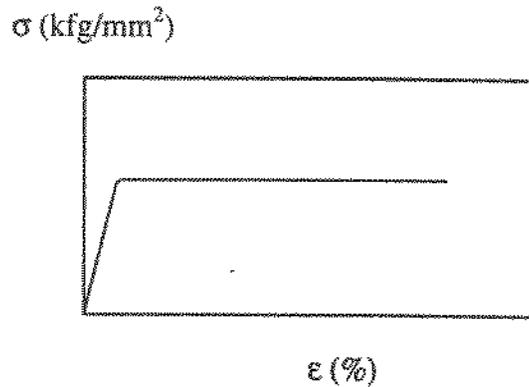


Figura 2.4 . Curva esquemática verdadeira de tensão (σ) em função da deformação (ϵ) para um material superplástico.

Porém, na prática, este comportamento nem sempre é observado em materiais superplásticos, basicamente pelos dois motivos detalhados a seguir.

O primeiro deles refere-se à *taxa de deformação*. Em ensaios de velocidade de deslocamento constante, a taxa de deformação diminui durante o ensaio, como já mencionado anteriormente. Como consequência, há uma redução da tensão com a deformação.⁽⁹⁾

O segundo motivo refere-se à *microestrutura*. No escoamento superplástico, a relação de Hall-Petch não é verificada, ou seja, nos materiais superplásticos a tensão é diretamente proporcional ao tamanho de grão.^(5,9) Pela relação de Hall-Petch, a tensão é inversamente proporcional à raiz quadrada do tamanho de grão, já que o mecanismo de deformação a que se refere envolve a movimentação de discordâncias dentro dos grãos e, portanto, quanto menor o tamanho de grão, maior deve ser a tensão necessária para que as discordâncias vençam a barreira exercida pelo maior número de contornos de grão existentes. Por outro lado, a deformação dos materiais superplásticos ocorre por um mecanismo de escorregamento de contornos de grão que será detalhado posteriormente. Como nos materiais superplásticos o tamanho de grão é pequeno, o número de contornos de grão existentes será maior para um

mesmo volume de material, favorecendo este mecanismo e diminuindo, portanto, a tensão necessária para a deformação. Desta forma, os casos de materiais superplásticos onde a tensão aumenta com a deformação podem ser explicados em termos do aumento do tamanho de grão durante o ensaio.

Observa-se, então, que os parâmetros que caracterizam o escoamento superplástico são, além da temperatura, a taxa de deformação e a microestrutura. De fato, a **descrição do escoamento plástico** tem sido feita através de expressões que tentam relacionar a tensão aplicada (σ) com a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$), temperatura (T) e microestrutura:

$$\sigma = f(\dot{\epsilon}, T, \text{microestrutura})$$

No caso dos materiais superplásticos, quando a deformação é induzida por tração, encontra-se uma curva sigmoideal (em forma de S) para a relação entre $\log \sigma$ e $\log \epsilon$, dividindo o comportamento do material em três regiões diferentes, tal como ilustrado na figura 2.5.a. A região II corresponde ao comportamento superplástico do material, como pode-se observar pelo máximo alongamento (figura 2.5.b).

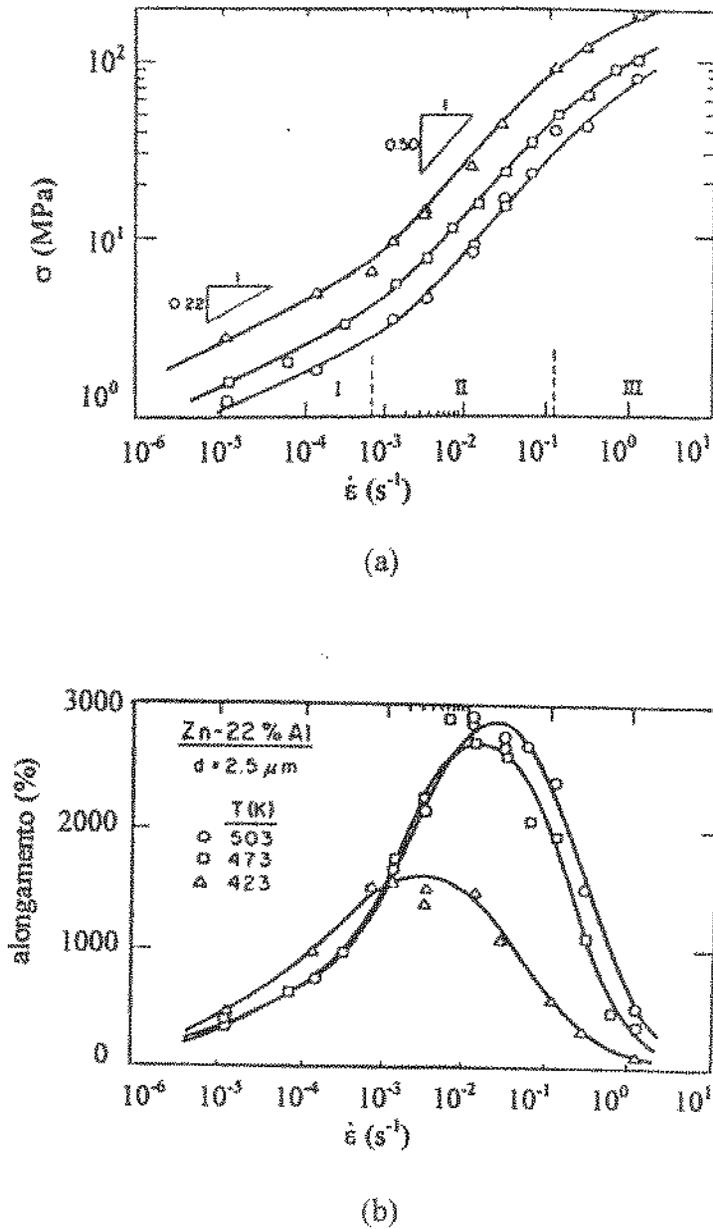


Figura 2.5. (a) Tensão em função da taxa de deformação e (b) alongamento até a fratura para uma liga de Zn-22%Al testada em três temperaturas diferentes.⁽¹⁾

Cada uma das regiões normalmente é modelada por uma linha reta representada pela equação:^(1,5,6)

$$\log \sigma = \kappa + m \log \dot{\epsilon} \quad [2.1]$$

onde κ é uma constante que incorpora a dependência com a temperatura e a microestrutura e m é o coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação que caracteriza o tipo de região, revelando o comportamento do material.

Esta equação pode ainda ser reescrita de uma forma inversa e mais explícita:^(2,17)

$$\dot{\epsilon} = [(AGbD / kT) \cdot (b/d)^p \cdot (1/G)^n] \cdot \sigma^n \quad [2.2]$$

onde,

$D = D_0 \exp(-Q/RT)$: coeficiente de difusão

D_0 : fator de frequência

Q : energia de ativação (em J/mol)

R : constante dos gases

T : temperatura absoluta

G : módulo de cisalhamento

b : vetor de Burgers

k : constante de Boltzmann

A : constante dependente da microestrutura

$n = 1/m$

p : constante, que para os materiais superplásticos vale normalmente 2 ou 3 ⁽²¹⁾

d : tamanho de grão

2.3.2. O coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação (m)

O coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação, m , é um parâmetro importante, uma vez que revela o comportamento superplástico e pode ser determinado experimentalmente.

O coeficiente m é definido por:

$$m = \partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon}$$

Experimentalmente, tem-se demonstrado que, para o comportamento superplástico, m é aproximadamente igual ou maior que 0,5.⁽¹⁵⁾

Graficamente, o valor de m fica representado pela inclinação das retas para cada um dos trechos da curva $\log \sigma$ x $\log \dot{\epsilon}$. Como cada região está associada a um determinado comportamento, então estas regiões também estarão associadas a um mecanismo de deformação pelo que se conclui que o valor de m caracterizaria o comportamento predominante de cada região.

Por estar relacionado com o mecanismo de deformação, o valor de m é afetado pela variação da temperatura e da microestrutura, como resultado da influência desses parâmetros sobre o comportamento superplástico. A figura 2.6 apresenta de forma esquemática a influência da temperatura e do tamanho de grão sobre a curva de tensão versus taxa de deformação e, conseqüentemente, sobre o valor de m .⁽²²⁾

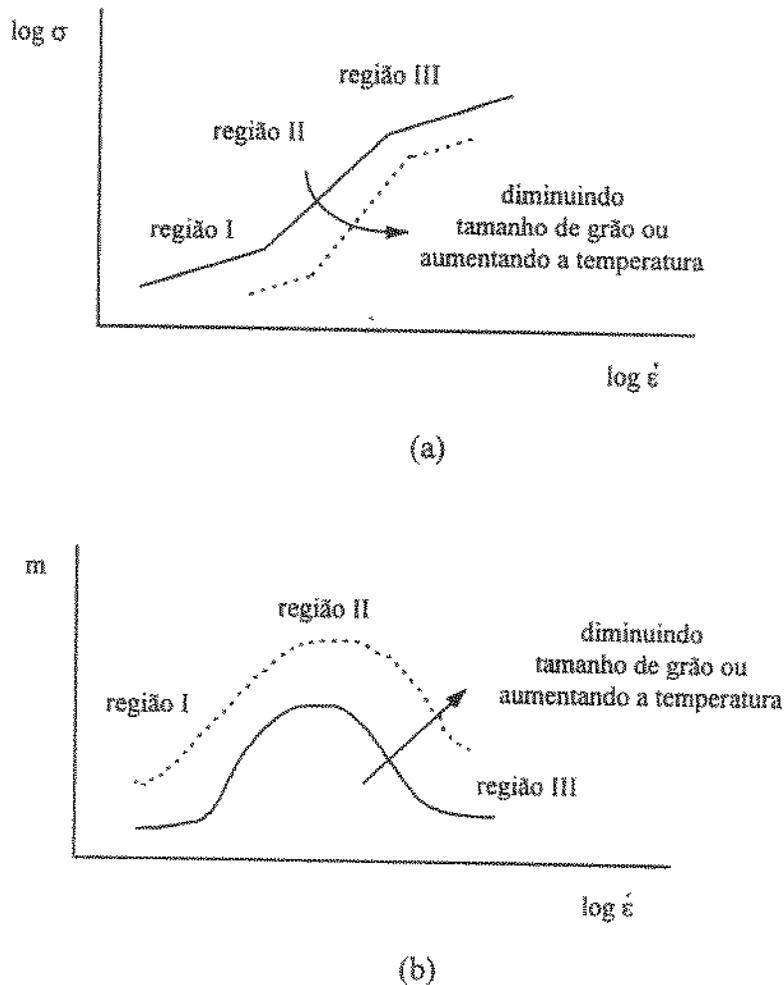


Figura 2.6. Influência da temperatura e do tamanho de grão sobre (a) o comportamento superplástico e (b) sobre o valor do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação m .⁽²²⁾

2.3.3. Características de cada região da curva $\log \sigma$ x $\log \dot{\epsilon}$

A relação entre σ e $\dot{\epsilon}$ pode ser representada como esquematizado na figura 2.7.

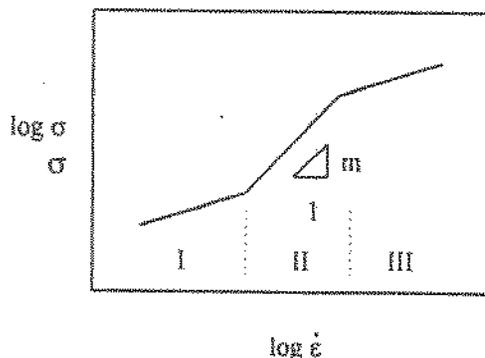


Figura 2.7. Representação esquemática para a relação entre σ e $\dot{\epsilon}$.⁽⁵⁾

O significado geral de cada uma das regiões é apresentado a seguir.

Região III

Para as condições de taxa de deformação e tensões da região III, o valor de m normalmente é de $0,2^{(5,17)}$ ou até menor^(15,17) e o mecanismo predominante de deformação é a movimentação de discordâncias.^(1,5,17) Este mecanismo envolve não só as próprias discordâncias (por exemplo, no escorregamento com desvio - "cross slip"), mas também o movimento de átomos e lacunas (por exemplo, durante a ascensão - "climb").

Por microscopia eletrônica, observa-se intensa atividade de discordâncias nesta região III, que se manifesta em termos de formação de uma estrutura de subgrãos durante a deformação.^(5,8)

Apesar da movimentação de discordâncias ser o mecanismo predominante mais provável, existem algumas evidências que o escorregamento de contorno de grão também ocorra.^(5,17)

Região II

A região II está associada com a máxima ductilidade e com um valor de m ao redor de $0,5$.^(2,5,15,17)

Segundo Langdon⁽⁵⁾ existem evidências microscópicas sobre a atividade de discordâncias nesta região. Entretanto, o mecanismo predominante de deformação parece ser

o escorregamento de contorno de grão.^(3,5,15,17,23) De forma simplificada pode-se dizer que este mecanismo consiste no deslocamento de um grão em relação a outro.⁽⁸⁾

Maiores detalhes de alguns modelos propostos serão discutidos posteriormente.

Região I

A caracterização da região I em termos, por exemplo, do valor do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação m e dos mecanismos de deformação atuantes, ainda é polêmica, pois muitas são as dúvidas não só sobre sua forma mas também sobre sua definição.

A literatura associa à região I:

- i) Como sendo consequência de um outro mecanismo de deformação ligado à difusão de lacunas induzida por tensão^(6,8,15)

Este mecanismo envolve o movimento de átomos e de lacunas dentro dos grãos ou por seus contornos, tal como esquematizado na figura 2.8.

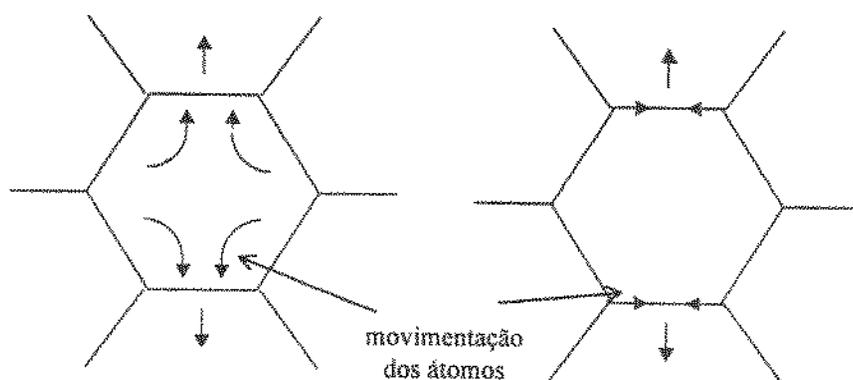


Figura 2.8. Representação esquemática do mecanismo de deformação por difusão de lacunas induzida por tensão.⁽⁸⁾

O mecanismo de movimentação pelo interior do grão é conhecido como mecanismo de Nabarro-Herring e pelo contorno, de Cobble.^(6,8)

Segundo Sherby e Wadsworth⁽¹⁵⁾, a deformação por difusão de lacunas induzida por tensão é teoricamente caracterizada por um coeficiente $m = 1$. Entretanto, Langdon⁽⁵⁾ mostra uma série de resultados diferentes para o valor de m , que variam de 0,2 a 1.

ii) Crescimento de grão:

As ligas superplásticas possuem uma estrutura fina e, portanto, instável, ou seja, ao serem submetidas não só a altas temperaturas mas também a tensões, há uma tendência de crescimento de grão ou de fases presentes.⁽⁵⁾ Como resultado, a curva $\log \sigma \times \log \dot{\epsilon}$ tende a assumir uma inclinação menor do que na região II, porque, como já citado anteriormente, na deformação superplástica a tensão é diretamente proporcional ao tamanho de grão e com o aumento deste, o valor da tensão fica super-estimado. Este efeito pode ser observado na figura 2.9 referente a uma liga de Al-33%Cu⁽²⁴⁾, na qual o grão cresceu de um tamanho inicial de 1,5 μm para 6 μm em baixas taxas de deformação, aproximando-se do comportamento observado em ensaios feitos com tamanho de grão de 7 μm .

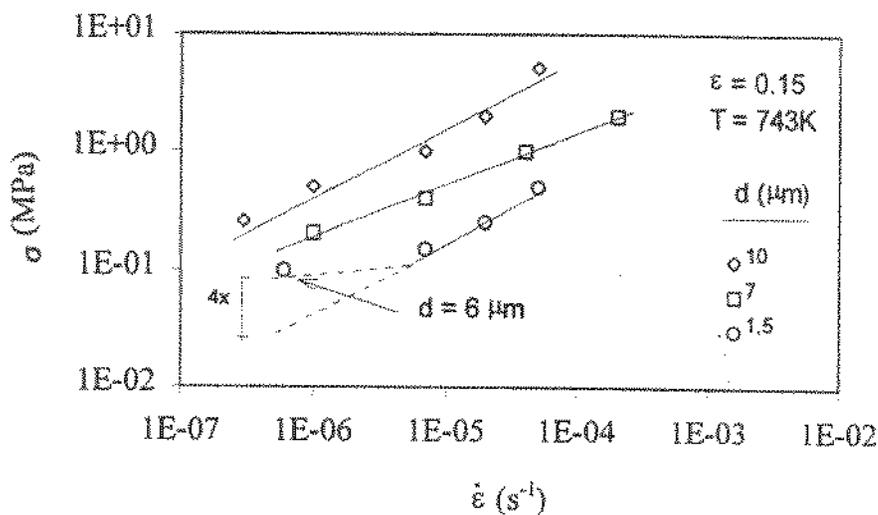


Figura 2.9. Tensão (σ) versus taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) para ligas Al-33%Cu com tamanhos de grão iniciais de 1,5 a 10 μm testados a 743 K.⁽²⁴⁾

iii) Presença de impurezas:

A existência da região I pode estar associada à presença de impurezas nas ligas superplásticas.⁽¹⁾ Isso é evidenciado nos trabalhos de Chaudhury et al.^(25,26) onde a região I foi completamente eliminada em uma liga Zn-22%Al de alto grau de pureza (cerca de 6 ppm de impurezas) ao contrário das ligas de pureza comercial (>100 ppm de impurezas), onde a região I foi constatada (figura 2.10).

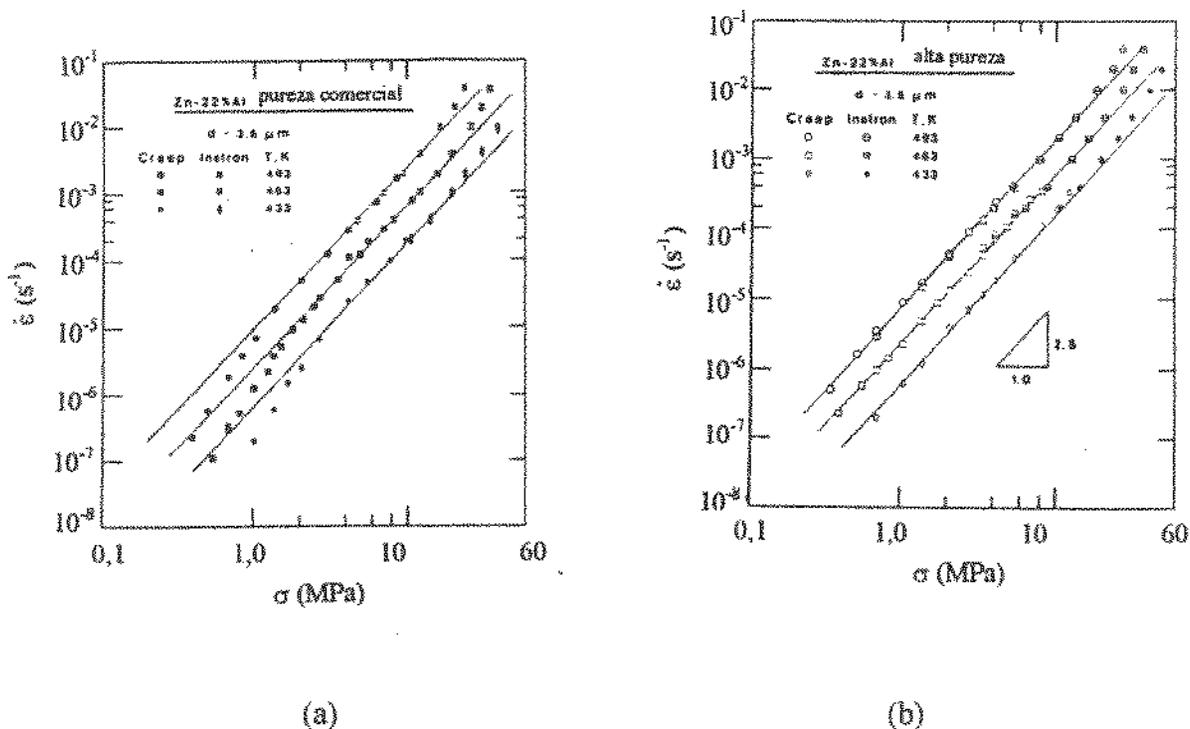


Figura 2.10. Taxa de deformação versus tensão (ambos de cisalhamento) para uma liga Zn-22%Al de (a) pureza comercial e (b) alto grau de pureza.⁽²⁵⁾

Os autores^(25,26) atribuem o efeito dos átomos de impureza a sua interação com as discordâncias presentes em contornos. Desta interação surge uma tensão limite (σ_0), a qual significa que não é a tensão aplicada (σ) a responsável pela taxa de deformação, mas sim, uma tensão efetiva $\sigma_e = \sigma - \sigma_0$ (inclusive, esta tensão limite tende a diminuir com o aumento da temperatura).

2.4. Modelos para a deformação superplástica do tipo estrutural

O **escorregamento de contorno de grão** é o mecanismo no qual um grão se desloca em relação a um outro grão adjacente através do contorno comum entre ambos sem que haja mudança sensível da forma e do tamanho do grão.⁽¹⁾

A ocorrência deste fenômeno pode, inclusive, ser constatada experimentalmente.^(27,28) A figura 2.11 esquematiza o escorregamento de contorno de grão e os parâmetros envolvidos neste mecanismo.

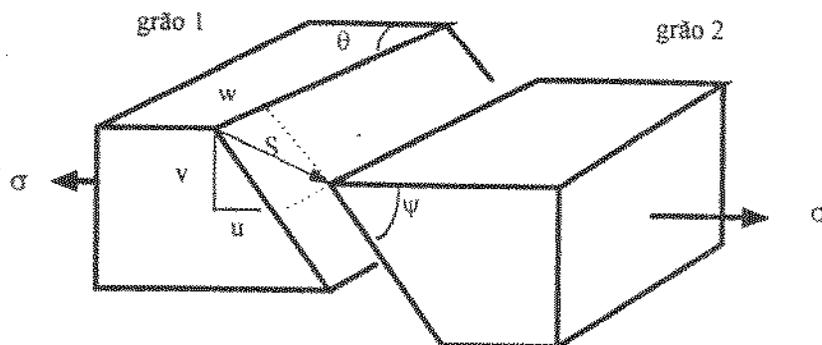


Figura 2.11. Ilustração esquemática do escorregamento de contorno de grão entre os grãos 1 e 2: S é o vetor escorregamento; u , v e w são três componentes do escorregamento; e θ e ψ são ângulos que definem a orientação do contorno em relação ao eixo da tensão aplicada σ .⁽²⁷⁾

Os valores de u , v , w , θ e ψ estão relacionados geometricamente entre si e através deles é possível estimar a fração da deformação causada pelo escorregamento de contorno de grão⁽²⁷⁾ (que, para a região II, normalmente é máxima com uma contribuição de 50 a 70% da deformação)⁽²⁾. Em algumas condições, os valores de u , v ou w podem ser medidos experimentalmente com o auxílio de linhas feitas no material antes da deformação.^(9,27)

Há evidências também que a fração de escorregamento é uma função do tipo de interface presente no material.^(5,27,29) Segundo Shariat et al.⁽²⁹⁾, o máximo escorregamento ocorre em interfaces de maiores valores de δD_{gb} , onde δ é a largura do contorno e D_{gb} é o coeficiente de difusão por contorno de grão.

Apesar de existir algumas evidências experimentais de que o escorregamento de contorno de grão é o mecanismo de deformação predominante no comportamento superplástico, ainda não existe um modelo único que o descreva completamente, já que os processos que levam à acomodação dos grãos não estão bem definidos.^(17,30) A seguir são descritos alguns dos modelos propostos.

Deve-se salientar também que associado ao escorregamento de contorno de grão está o fenômeno de **cavitação**, que, de forma simplificada, pode ser definida como a formação de cavidades durante a deformação dos materiais superplásticos.⁽¹⁵⁾ Este tópico também será descrito posteriormente.

2.4.1. Modelos propostos que levam ao escorregamento de grãos

Segundo Suery e Mukherjee⁽¹⁷⁾, o rearranjo dos grãos durante o escorregamento de contorno de grão é mantido por vários processos de acomodação que ocorrem simultaneamente: migração dos contornos de grão^(1,17) e rotação dos grãos^(1,17) como consequência de difusão^(30,31) e movimentação de discordâncias^(32,33). Os modelos propostos para estes processos são vários⁽¹⁷⁾. Dentre estes, os mais discutidos serão mencionados a seguir.

Difusão

Um dos modelos baseados em difusão mais citados na literatura é o de Ashby e Verrall⁽³¹⁾. Segundo estes autores, para se manter a morfologia dos grãos durante a deformação, estes sofrem uma mudança de forma transitória entre um estado inicial sem deformação e um estado final deformado (figura 2.12), através de um processo de difusão bem definido (figura 2.13). Neste processo, grãos vizinhos permanecem próximos e suas formas praticamente não se alteram.

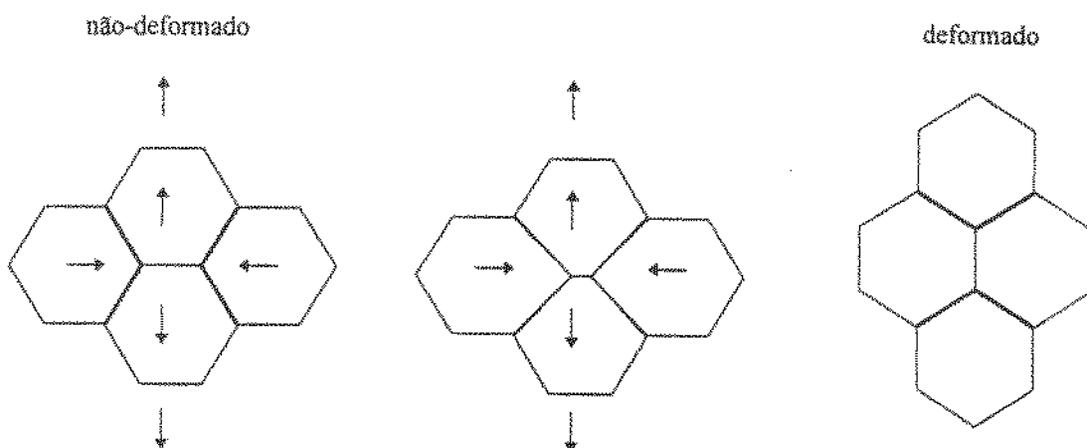


Figura 2.12. Esquema do modelo de Ashby e Verrall para o rearranjo dos grãos por difusão.⁽³¹⁾

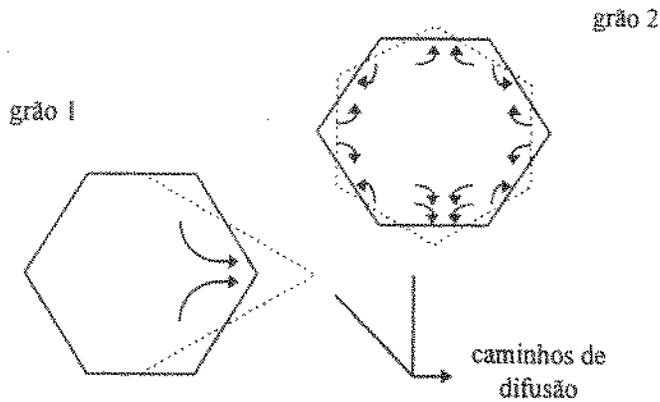


Figura 2.13. Caminhos de difusão associados ao rearranjo dos grãos.⁽³¹⁾

Apesar de ser um modelo interessante do ponto de vista da manutenção do tamanho e da forma dos grãos, ele apresenta algumas falhas.^(2,17) Segundo Langdon⁽²⁾, os autores excluíram, por exemplo, outros caminhos de difusão, como os assinalados por A e B na figura 2.14, que são necessários, já que a área relativa ao triângulo hachurado inferior nesta figura é maior do que a soma das áreas dos dois triângulos adjacentes.

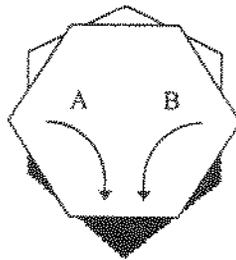


Figura 2.14. Caminhos de difusão não inclusos no modelo original.⁽²⁾

Movimentação de discordâncias

Gifkins⁽³²⁾ propôs um modelo através do qual a acomodação dos grãos durante o escorregamento ocorre pela movimentação de discordâncias nos contornos de grão e regiões adjacentes. De acordo com o autor, as discordâncias próximas aos contornos de grão acumulam-se nos pontos triplos durante o escorregamento, gerando uma concentração de tensões nestas regiões. Para aliviar estas tensões, estas discordâncias se dissociam e se

movimentam por escorregamento e ascensão (“climb”) pelos contornos vizinhos ou pelas regiões a eles adjacentes até encontrarem outras discordâncias com as quais se aniquilem ou se combinem. Como resultado de sucessivos eventos, ocorre a rotação dos grãos. A ocorrência da rotação de grãos em alguns casos pode ser verificada após a deformação por estudos metalográficos de riscos feitos no material antes do ensaio.^(1,17)

Ball e Hutchison⁽³³⁾ sugeriram um modelo semelhante, porém o controle da deformação é feito pela movimentação de discordâncias no interior dos grãos.

Entretanto, segundo Perevezentsev et al.⁽³⁾, esses modelos baseados na acumulação de discordâncias contradizem resultados experimentais.

2.4.2. Cavitação

O termo cavitação está associado à formação de cavidades no material durante a deformação superplástica e é muitas vezes responsável pela fratura prematura e pela degradação das propriedades do material.^(1,17,21,34,35)

As cavidades formam-se ao longo da região útil do corpo-de-prova e podem ser observadas por técnicas metalográficas.⁽⁹⁾ Este fenômeno, entretanto, não ocorre em ensaios de compressão realizados nas mesmas condições de temperatura e taxa de deformação dos ensaios de tração.⁽⁹⁾

O fenômeno tem sido observado em muitos materiais superplásticos, entre os quais algumas ligas de Al⁽⁹⁾, ligas de Zr⁽⁹⁾ e alguns aços^(9,10).

O processo de cavitação é composto pela nucleação, crescimento e eventual coalescimento de cavidades.⁽¹⁾ A nucleação ocorre em locais onde se concentram tensões devido ao escorregamento de contornos de grão, tais como pontos triplos, interfaces entre fases ou em partículas de segunda fase.^(1,9,34,35) Segundo Sherby e Wadsworth⁽⁷⁾, a diferença entre a resistência da matriz e das partículas de segunda fase é um fator importante no controle da cavitação durante a deformação superplástica. Por exemplo, algumas ligas de Al e Cu são susceptíveis à cavitação devido à grande diferença de resistência da matriz e das partículas de segunda fase; já, ligas de Ti-6Al-4V não apresentam cavitação provavelmente porque a resistência entre a matriz e as partículas de segunda fase de ambas as ligas seja semelhante nas temperaturas onde a deformação superplástica é observada.⁽⁷⁾ Nucleada a cavidade, esta crescerá basicamente por dois mecanismos: difusão de lacunas em direção à cavidade ou por

deformação plástica do material ao redor da cavidade.^(1,9,34,36) As cavidades nucleadas podem crescer e *coalescer*, ocasionando a fratura do material.⁽¹⁾

Como a cavitação é considerada como sendo consequência do escorregamento de contorno de grão, espera-se que nas condições superplásticas, onde o escorregamento de grãos é predominante, o número de cavidades seja máximo. De fato, Edington et al⁽⁹⁾ citam um estudo realizado em latão α - β contendo 3%Fe, onde o número de cavidades foi máximo no centro da região II. Entretanto, por observações experimentais adicionais, os pesquisadores salientam que este número foi reduzido pelo aumento da temperatura de deformação, apesar do material ainda apresentar comportamento superplástico.

2.5. Superplasticidade de aços inoxidáveis duplex

2.5.1. Introdução aos aços inoxidáveis duplex

Uma liga duplex é aquela que possui uma microestrutura bifásica. Porém, o termo duplex normalmente é reservado para as ligas bifásicas cujas fases estão separadas em grandes volumes em proporções próximas, ao invés de aparecerem como pequenos precipitados.^(37,38)

Um aço inoxidável duplex é um tipo de liga duplex na qual as duas fases são inoxidáveis, ou seja, possuem no mínimo 12%Cr.^(37,38)

A maioria dos aços inoxidáveis duplex é constituída de austenita-ferrita. Entretanto, são possíveis ainda aços inoxidáveis duplex austenita-martensita e ferrita-martensita.⁽³⁷⁾

A presença de microestrutura bifásica nos aços inoxidáveis duplex é determinada principalmente pelos teores de Fe, Cr e Ni no material.⁽³⁹⁾ Na maioria dos aços inoxidáveis duplex o teor de Fe é de cerca de 70%.⁽³⁷⁾ Nestes casos, a microestrutura ferrítico-austenítica ocorre para teores de Cr entre 22% e 28% e de Ni entre 2% e 8%.⁽³⁹⁾

Esses aços podem conter ainda outros elementos de liga tais como C, N, Si, Mn, Mo, Co, Nb, Cu, W, Ti e Al, além de residuais de S, P, O e B. Os elementos de liga C, N, Ni, Mn, Co, Cu e Al concentram-se preferencialmente na austenita, enquanto o P, Cr, Si, Mo, Nb e Ti, na ferrita. Esses elementos são normalmente adicionados visando melhorar propriedades mecânicas e resistência à corrosão.⁽³⁹⁾

Dessa forma, os aços inoxidáveis duplex são caracterizados por uma combinação favorável de propriedades mecânicas (resistência mecânica e tenacidade) e resistência à corrosão (corrosão sob tensão, corrosão por pite, etc)⁽³⁸⁾, ocupando uma posição de destaque entre as ligas inoxidáveis.

São empregados normalmente em indústrias petroquímicas (por exemplo, em tubulações para meios contendo Cl ou HCl), indústria de papel (por exemplo, em digestores, pré-aquecedores e evaporadores), na geração de energia (por exemplo, em trocadores de calor e sistemas em condições salinas), em extração de petróleo e gás (por exemplo, em bombas de injeção de água salgada), em processamentos químicos (por exemplo, em tanques de produtos químicos), etc.⁽³⁹⁾

A seguir serão discutidos em detalhes os aços inoxidáveis duplex austenita-ferrita.

Fases de equilíbrio em altas temperaturas

As fases de equilíbrio presentes nos aços inoxidáveis duplex podem ser considerados inicialmente em termos do sistema Fe-Cr-Ni. Segundo Solomon e Devine⁽³⁷⁾, este sistema pode ser facilmente entendido através de uma série de diagramas pseudo-binários de Cr e Ni para diferentes teores de Fe. A figura 2.15 mostra que à medida que o teor de Fe na liga aumenta, ocorre uma mudança na forma dos campos da ferrita (α) e da austenita (γ) até que com 90% Fe o campo da austenita se expande e separa a ferrita de alta e de baixa temperatura. Solomon e Devine⁽³⁷⁾ salientam que a ferrita de alta temperatura é denotada por δ , embora tenha uma estrutura cúbica de corpo-centrado idêntica à ferrita α de baixa temperatura. Porém, segundo esses autores, muitas vezes há uma confusão na nomenclatura utilizada na literatura: pesquisadores que trabalham principalmente com soldagem e fusão usam o termo ferrita δ para qualquer tipo de ferrita mesmo quando há continuidade do campo da ferrita formada em altas temperaturas e em baixas temperaturas, como ocorre, por exemplo, na figura 2.15 para teores de até 80 % Fe.

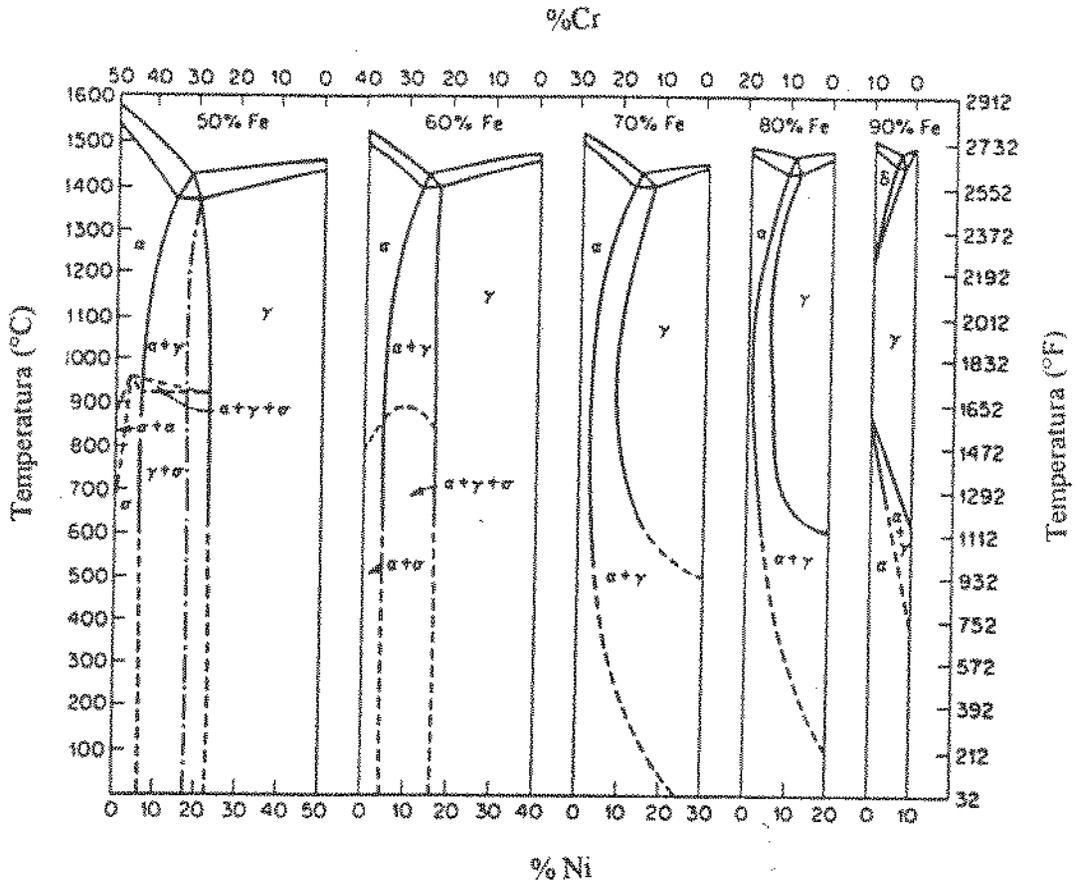


Figura 2.15. Seções do sistema Fe-Cr-Ni para vários teores de Fe.⁽³⁷⁾

Mais recentemente Nilsson⁽³⁸⁾ estudou as fases de equilíbrio de um sistema mais complexo, Fe-Cr-Ni-Mo-N, através de uma sequência de seções ternárias para diferentes temperaturas, obtidas usando um programa que calcula o equilíbrio das fases presentes, fixados os teores de Mo e N em 4% e 0,3%, respectivamente (figura 2.16). Contudo, o autor ressalta que tais diagramas fornecem apenas informações gerais sobre as ligas, uma vez que descrevem condições de equilíbrio não encontradas normalmente em situações reais.

A figura 2.17 mostra as fases secundárias possíveis de serem formadas, bem como o efeito dos elementos de liga sobre os campos de ocorrência (temperatura e tempo) das mesmas.

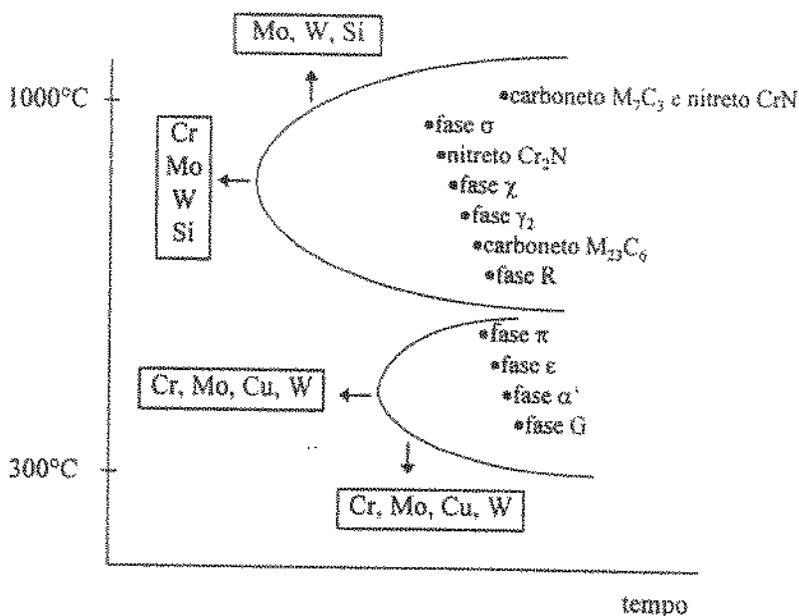


Figura 2.17. Tipos de fases que podem ocorrer nos aços duplex.⁽³⁹⁾

A seguir são comentadas algumas das fases secundárias possíveis nos aços duplex, dentre as quais a fase σ ocupa um papel de destaque devido às grandes frações volumétricas normalmente observadas e sua influência sobre as propriedades mecânicas e resistência à corrosão.

a) Fase σ

A fase σ , cuja fórmula química é representada por Fe-Cr-Mo,⁽⁴⁰⁾ ocorre em temperaturas entre 600°C e 1000°C nos aços inoxidáveis duplex.⁽³⁸⁾ É provavelmente o intermetálico mais importante por causa das grandes frações volumétricas normalmente observadas e sua influência sobre a resistência à corrosão e propriedades mecânicas.⁽⁴⁰⁾ Por ser uma fase frágil, a fase σ diminui a ductilidade e a tenacidade do material.⁽⁴¹⁾

Esta fase nucleia preferencialmente em pontos triplos ou nos contornos ferrita/austenita^(38,42) e cresce em direção à ferrita adjacente na forma de uma decomposição eutetóide da ferrita em austenita + fase σ .⁽⁴²⁾

A figura 2.18 apresenta o diagrama de tempo-temperatura-transformação (TTT) para a precipitação da fase σ de um aço inoxidável duplex do tipo WNr 1.4462 (22%Cr-5,3%Ni-3%Mo-0,16%N). O cotovelo da curva encontra-se em temperaturas ao redor de 850°C para a qual o início da precipitação se dá após cerca de 20 min. Acima de 950°C, o tempo para o início da precipitação de σ é, aproximadamente, superior a três horas.

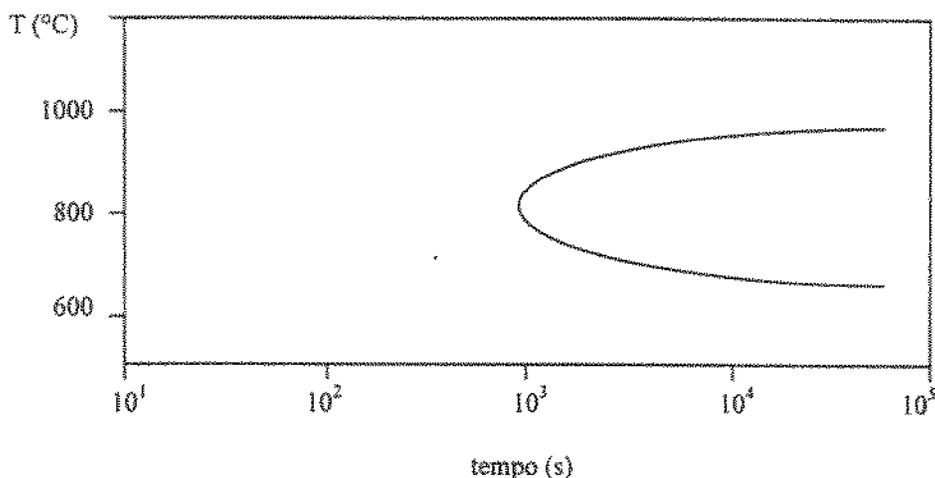


Figura 2.18. Diagrama de tempo-temperatura-transformação para a precipitação de fase σ de um aço de composição típica 22%Cr-5,3%Ni-3%Mo-0,16%N.⁽⁴¹⁾

Contudo, a nucleação e cinética de crescimento da fase σ é influenciada pela composição química do aço, pela conformação e pelo tratamento térmico, como mencionado a seguir.

A conformação mecânica favorece a precipitação da fase σ .⁽⁴⁰⁾ Por exemplo, a deformação a quente de 50% no intervalo de 800°C a 900°C de um aço inoxidável duplex 25%Cr-7%Ni-3%Mo pode reduzir o tempo de formação da fase em uma ordem de grandeza, ou seja, para a formação de 10% de fase σ nestas condições, o tempo passa de 100 min para 10 min, aproximadamente.⁽⁴³⁾ Este efeito é ainda mais acentuado com a conformação a frio.⁽⁴³⁾

O efeito dos elementos de liga foi estudado em diversos aços inoxidáveis duplex por Maehara et al.⁽⁴²⁾ Segundo estes autores, o aumento dos teores de Cr e Mo aumenta a velocidade de precipitação da fase σ e a fração de σ total formada (figura 2.19). Este efeito

foi explicado pelos autores pela partição dos elementos na ferrita onde a reação ferrita \rightarrow austenita + fase σ ocorre: como o Cr e o Mo são elementos estabilizadores da ferrita, um aumento em seus teores acarreta não só um enriquecimento destes elementos na ferrita presente antes do envelhecimento, mas também um aumento na fração volumétrica desta ferrita. Sendo assim, a precipitação de σ é favorecida.

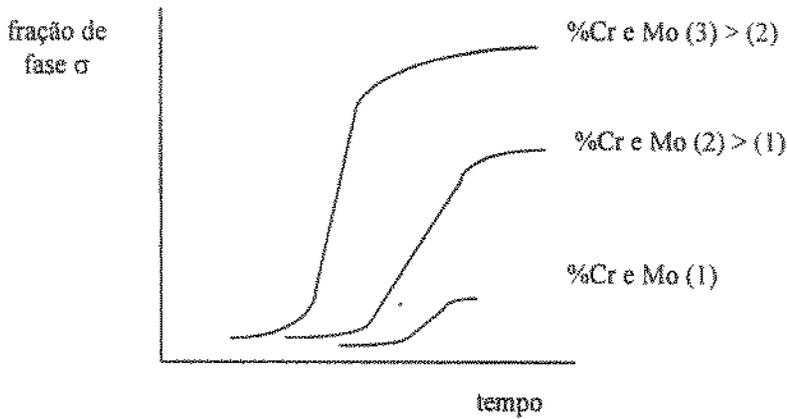


Figura 2.19. Representação esquemática do efeito do Cr e Mo sobre a precipitação da fase σ .⁽⁴²⁾

Outra influência importante verificada é a do Ni. Segundo Maehara et al⁽⁴²⁾, o aumento do teor de Ni aumenta a velocidade de precipitação de σ , porém diminui a fração total formada (figura 2.20). Este efeito foi explicado pelos autores como sendo uma consequência da diminuição da fração de ferrita presente antes do envelhecimento, o que resulta em um enriquecimento desta ferrita em elementos formadores de σ .

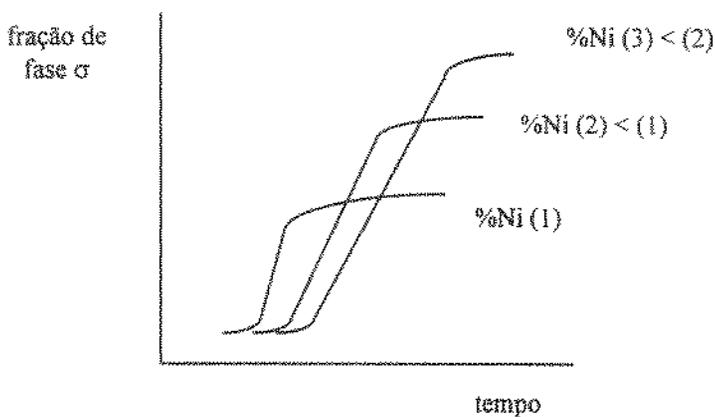


Figura 2.20. Representação esquemática do efeito do Ni sobre a precipitação da fase σ .⁽⁴²⁾

Em relação ao tipo de tratamento térmico: a temperatura de solubilização tem uma grande influência sobre a precipitação da fase σ . O aumento desta temperatura reduz a velocidade de precipitação de fase σ sem, entretanto, alterar significativamente a máxima fração formada.⁽⁴²⁾ O aumento da fração de ferrita com o aumento da temperatura de solubilização dilui as concentrações de Cr e Mo presentes na ferrita antes do envelhecimento, retardando a precipitação de σ .⁽⁴²⁾

b) Austenita secundária (γ_2)

A fração de ferrita presente na temperatura onde a estrutura duplex é estabilizada (por exemplo, durante o trabalho a quente) geralmente é maior do que a fração de equilíbrio em temperaturas mais baixas (inferiores a 900°C).^(37,38) Dessa forma, é possível a decomposição desta ferrita em um intervalo amplo de temperaturas.

São propostos três mecanismos através dos quais a austenita precipita na ferrita:⁽³⁸⁾

- reação eutetóide ferrita \rightarrow austenita + fase σ : tipicamente ocorre em temperaturas de 700°C a 900°C, onde a ferrita é desestabilizada pela precipitação de fase σ , reduzindo o Cr e o Mo presentes na ferrita e favorecendo, portanto, a formação de austenita.
- precipitados de Widmanstätten: ocorre acima de 650°C, pois a difusão é mais rápida.
- transformação martensítica: ocorre em temperaturas abaixo de 650°C, onde a ferrita se transforma em austenita por um mecanismo que apresenta semelhanças com a formação de martensita. Esta austenita que precipita isotermicamente não apresenta diferenças de composição com a ferrita prévia, indicando ser uma transformação sem difusão em relação aos elementos substitucionais.

c) Carbonetos

Em aços inoxidáveis duplex relativamente ricos em C pode ocorrer a precipitação de carbonetos do tipo M_7C_3 em temperaturas de 950°C e 1050°C e do tipo $M_{23}C_6$ em temperaturas abaixo de 950°C.^(37,38) Em aços de baixo C (0,010-0,020 %) estes carbonetos são de pouca importância.⁽³⁸⁾

d) Nitretos de Cr⁽³⁸⁾

Os nitretos de Cr (Cr_2N) ocorrem entre temperaturas de 700°C e 900°C em condições de resfriamento rápido. Isto porque, nestes casos, há supersaturação de N na ferrita.

e) Fase χ

A fase χ ($\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$)⁽³⁸⁾ resulta do envelhecimento em temperaturas de 600°C a 700°C por mais de 6h.⁽³⁷⁾ Tal como a fase σ , a fase χ também é frágil, apesar de normalmente estar presente em quantidades muito menores que aquelas correspondentes à fase σ .⁽³⁸⁾

f) Fase R

A fase R pode ser encontrada em temperaturas de 550°C a 700°C.⁽³⁸⁾ É um intermetálico rico em Mo que também reduz a tenacidade bem como a resistência à corrosão por pite.^(37,38)

g) Fase π

A fase π é um composto de Fe, Mo e N encontrada em materiais envelhecidos a 600°C.⁽³⁸⁾ Analogamente aos casos anteriores, esta fase também contribui para a fragilização do material e diminuição da resistência à corrosão.

h) Fase α'

A fase α' ocorre em temperaturas abaixo de 500°C e é favorecida pela presença de Cr, Mo e Cu. Esta fase é responsável pelo fenómeno conhecido por “fragilização dos 475°C”, caracterizado pela fragilização da ferrita e pelo endurecimento do material.⁽³⁸⁾

i) Fase ϵ (Cu)

É uma fase menos comum e que pode ser observada apenas em aços duplex ricos em Cu.⁽³⁸⁾

2.5.2. O comportamento superplástico dos aços inoxidáveis duplex

Alguns aços inoxidáveis duplex têm uma composição química que os coloca no campo das fases ferrita + austenita em temperaturas elevadas (tipicamente de 1000°C a 1200°C) onde podem ser trabalhados. Este trabalho a quente gera uma estrutura caracterizada por bandas de ferrita e austenita alongadas na direção da deformação. Cada uma das bandas é policristalina.⁽³⁷⁾

A presença destas fases é importante não só por melhorar as propriedades do aço resultante, mas também porque pode causar um comportamento superplástico nestas ligas.^(37,38)

Tem sido evidenciado em alguns trabalhos^(4,44-48) que a superplasticidade em aços inoxidáveis duplex ocorre quando estes apresentam uma estrutura microduplex, ou seja, uma estrutura duplex fina (de tamanho de grão da ordem de grandeza de alguns μm , cerca de 5 a 10 vezes menor do que uma estrutura convencional).⁽³⁷⁾

Para obter a estrutura microduplex é necessário que a precipitação da austenita ocorra antes ou durante a recristalização do material, a fim de se evitar o crescimento dos grãos da ferrita.⁽³⁷⁾ A figura 2.21 ilustra alguns dos tratamentos termomecânicos utilizados para a produção de uma microestrutura duplex. O trabalho a quente no campo ferrita + austenita (ciclos a e b, figura 2.21) resulta na precipitação da austenita durante a recristalização. No caso do trabalho a frio prévio ao trabalho a quente (ciclo b, figura 2.21), a precipitação da austenita no campo austenita + ferrita ocorre antes da recristalização.⁽³⁷⁾

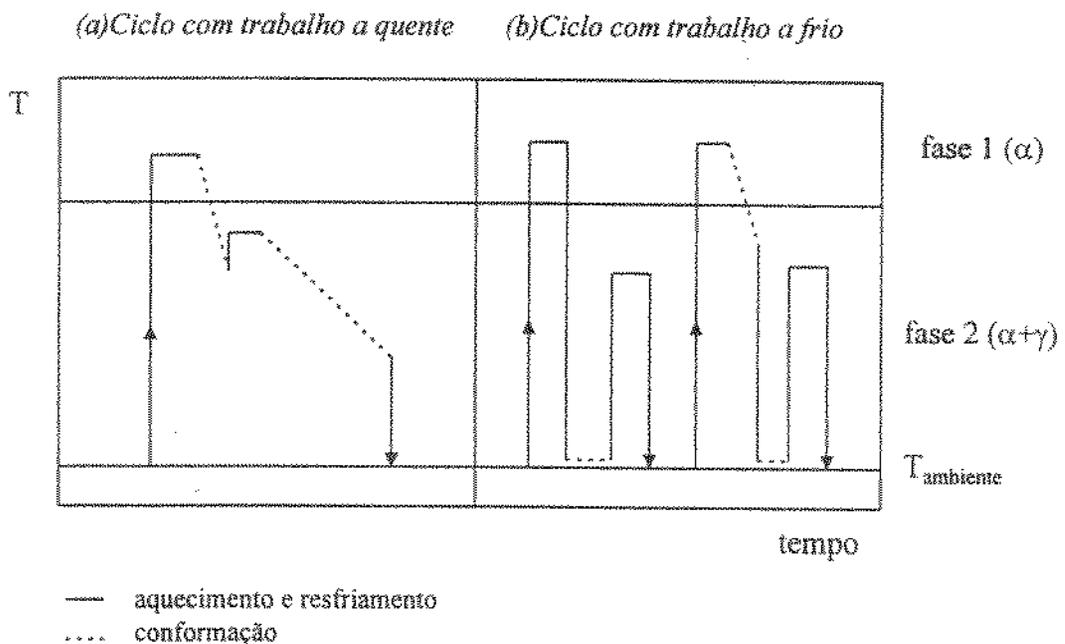


Figura 2.21. Exemplos de tratamentos termomecânicos usados na obtenção de aços inoxidáveis microduplex superplásticos.⁽³⁷⁾

Um exemplo ilustrativo do comportamento superplástico é o do aço inoxidável duplex austenita/ferrita de composição 25%Cr-7%Ni-3%Mo-0,14%N. Segundo Maehara et al⁽⁴³⁻⁴⁶⁾,

este aço apresenta dois picos de ductilidade (alongamentos maiores que 2000%), um ao redor de 1050⁰C e outro ao redor de 900⁰C, ambos para uma taxa de deformação da ordem de 10⁻³ s⁻¹. Os autores associam estes picos a uma alteração microestrutural durante a deformação. Em temperaturas mais altas de deformação (temperatura do primeiro pico de ductilidade) há a formação de austenita na matriz de ferrita, enquanto que nas temperaturas mais baixas (temperatura do segundo pico de ductilidade), a matriz de ferrita decompõe-se em fase σ e austenita. No caso da microestrutura duplex ferrita/austenita, as partículas de austenita são mais duras que a matriz, concentrando a deformação ao seu redor com conseqüente endurecimento do material. Sugere-se⁽⁴⁴⁾, então, que esta concentração de deformação cria um potencial para a recristalização dinâmica e, dessa forma, há um amolecimento do material. Como resultado da ocorrência deste processo repetidas vezes, há a formação contínua de uma estrutura microduplex equiaxial ferrita/austenita. Raciocínio análogo é feito para a microestrutura duplex austenita/fase σ , onde a fase dura é a fase σ .⁽⁴⁴⁾

CAPÍTULO 3

Técnicas Experimentais para o Estudo da Superplasticidade

A superplasticidade pode ser estudada basicamente através de três tipos de ensaios a quente: ensaio de tração, ensaio de mudança de taxa de deformação e ensaio de relaxação de tensões.

Cada um destes ensaios é comentado a seguir.

3.1. Ensaio de tração a quente

3.1.1. Descrição do ensaio

O ensaio de tração a quente é uma das técnicas mais simples para o estudo da superplasticidade.

Os testes consistem em tracionar o material até a fratura em condições de temperatura e taxa de deformação constantes e bem definidas (item 2.2) para que o fenômeno da superplasticidade aconteça. Os resultados destes ensaios são fornecidos como curvas de carga em função do deslocamento.

3.1.2. Informações que podem ser obtidas dos ensaios

A partir dos ensaios de tração a quente é possível obter *curvas de alongamento* até a fratura em função ou da taxa de deformação (a uma temperatura constante) ou da temperatura de deformação (a uma taxa de deformação constante), como exemplificado na

figura 3.1. Desse modo, é possível determinar os picos de ductilidade e definir as condições de temperatura e taxa de deformação características do comportamento superplástico.

O alongamento, entretanto, não é nem o melhor nem o mais reprodutível parâmetro para a caracterização do comportamento superplástico. Isto porque o alongamento depende de muitos fatores externos ao material tais como, por exemplo, as variações de temperatura ao longo do corpo-de-prova,⁽¹⁰⁾ mudanças estruturais daí decorrentes⁽¹⁰⁾ e geometria da amostra.^(10,49,50)

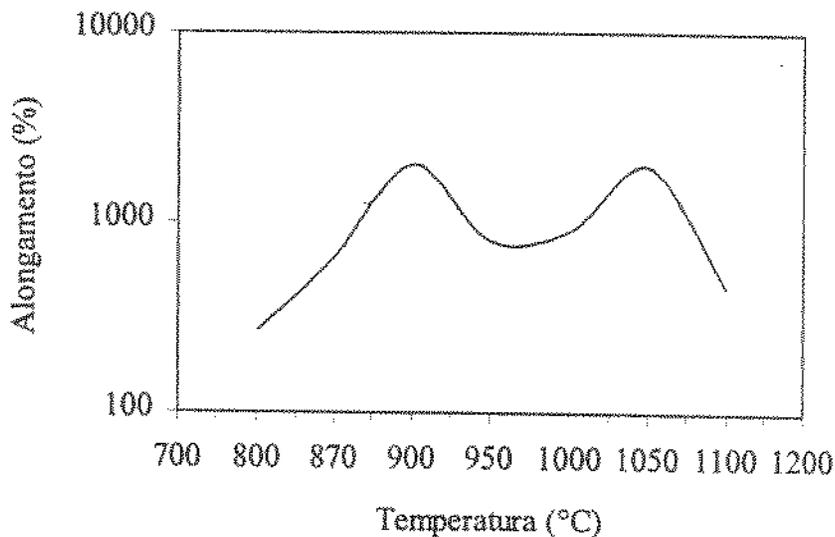


Figura 3.1. Variação do alongamento com a temperatura de deformação para uma amostra do aço 25%Cr-7%Ni-3%Mo-0,14%N deformado a uma taxa de $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.⁽⁴⁴⁾

Os ensaios de tração a quente permitem ainda estimar o *valor do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação*, m ⁽⁹⁾, definido por:

$$m = \partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon} \quad [3.1]$$

o valor de m pode ser determinado por meio de curvas logarítmicas de tensão em função da taxa de deformação. Para isso, selecionam-se inicialmente as tensões relativas a uma mesma deformação ou as tensões nominais máximas de cada ensaio. O logaritmo destas tensões são, então, graficadas em função do logaritmo das respectivas taxas de deformação iniciais adotadas para cada um dos ensaios. A inclinação da reta resultante corresponde ao valor de m .⁽⁹⁾

3.2. Ensaio de mudança de taxa de deformação

3.2.1. Descrição do ensaio

O ensaio de mudança de taxa de deformação⁽⁵¹⁾ é a principal técnica utilizada no estudo da superplasticidade.

Os testes consistem em deformar o material a uma velocidade de deslocamento V_1 até um determinado instante no qual a velocidade é alterada (aumentada ou diminuída) para um valor V_2 .⁽⁹⁾

A figura 3.2 mostra esquematicamente o tipo de curva carga-deslocamento obtida na maioria dos casos para velocidade de deslocamento V_1 e V_2 .⁽⁹⁾

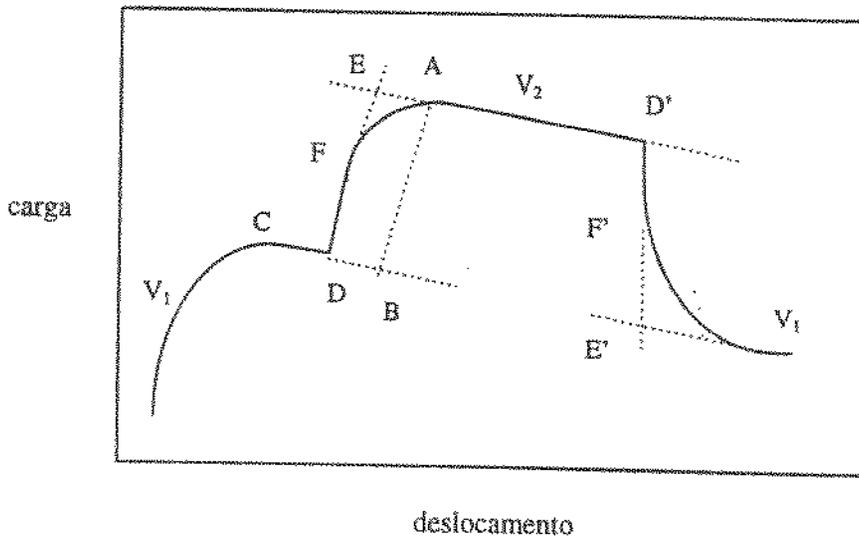


Figura 3.2. Curva esquemática obtida em um ensaio de mudança de taxa de deformação com uma velocidade V_1 até o ponto D onde esta velocidade é aumentada para V_2 e em D' novamente reduzida para V_1 .⁽⁹⁾

Normalmente este ensaio é feito sob tração⁽⁹⁾ onde o material é pré-deformado até um valor de deformação superior ao correspondente à máxima carga.⁽⁵²⁾ Por exemplo, Lee et al⁽¹³⁾, em seu trabalho com uma liga de Ti-Al, empregaram uma pré-deformação de 10% como sendo suficiente para ultrapassar a máxima carga e estabelecer um ponto comum de início para os ensaios; já, Taleff et al⁽⁵³⁾ empregaram para uma liga Mg-9%Li uma pré-deformação de 15% com o objetivo de se obter uma "condição isoestrutural", representada por um tamanho de grão constante e estável. Edington et al⁽⁹⁾ generalizam estes valores de pré-deformação, afirmando serem usualmente de 20 a 50%.

Em relação à mudança de taxa de deformação, esta é geralmente alterada (aumentada ou diminuída) por um fator que varia de 2 a 2,5.^(9,51)

Em relação à quantidade de deformação entre uma mudança e outra, não existe um valor geral que defina um intervalo de deformação ideal. Lee et al⁽¹³⁾ utilizaram um intervalo de 5% de deformação, enquanto que Taleff et al⁽⁵³⁾, um intervalo de 2% entre uma mudança de taxa de deformação e outra.

3.2.2. Informação que pode ser obtida dos ensaios

As curvas resultantes desta técnica permitem a determinação do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação m .

Existem basicamente sete métodos^(9,52) propostos de análise dos dados experimentais. Todos baseiam-se numa aproximação para a equação [3.1]:

$$m = \partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon} \approx \Delta \ln \sigma / \Delta \ln \dot{\epsilon} = \log(\sigma_2/\sigma_1) / \log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)$$

Porém, diferem no ponto onde a carga ou a tensão são consideradas.

Esses métodos são descritos a seguir com base nos pontos assinalados na figura 3.2.

Método 1

Neste caso,^(9,52)

$$m_1 = \log(P_A/P_B) / \log(V_2/V_1)$$

onde,

P_i é a carga no ponto i ;

V_i é a velocidade de deslocamento i ;

A é o ponto de máxima carga obtida para a velocidade V_2 ;

B é o ponto resultante da extrapolação da curva levantada com a velocidade V_1 e até o ponto de mesma deformação plástica de A.

Método 2

Neste caso, ^(9,52)

$$m_2 = \log(\sigma_A/\sigma_C) / \log(\dot{\epsilon}_A/\dot{\epsilon}_C)$$

onde,

σ_i é a tensão verdadeira no ponto i;

$\dot{\epsilon}_i$ é a taxa de deformação no ponto i;

A e C são pontos de máxima carga obtidos com velocidade V_2 e V_1 , respectivamente.

Método 3

Neste caso, ^(9,52)

$$m_{3a} = \log(P_E/P_D) / \log(V_2/V_1)$$

onde,

P_i é a carga no ponto i;

V_i é a velocidade de deslocamento i;

D é o ponto onde a velocidade de deslocamento é alterada;

E é o ponto resultante da extrapolação da curva levantada com V_2 até o ponto de mesma deformação plástica de D.

Existe uma variante deste método: ⁽⁵²⁾

$$m_{3b} = \log(P_{D'}/P_{E'}) / \log(V_2/V_1)$$

onde,

D' é o ponto onde a velocidade de deslocamento é alterada;

E' é o ponto resultante da extrapolação da curva levantada com V_1 até o ponto de mesma deformação plástica de D'.

Método 4

Neste caso, ^(9,52)

$$m_{4a} = \log(P_F/P_D) / \log(V_2/V_1)$$

onde,

P_i é a carga no ponto i ;

V_i é a velocidade de deslocamento i ;

D é o ponto onde a velocidade de deslocamento é alterada;

F é o limite da região linear da curva levantada com V_2 após a mudança de velocidade para este valor.

Existe uma variante deste método.⁽⁵²⁾

$$m_{4b} = \log(P_{D'}/P_F) / \log(V_2/V_1)$$

onde,

P_i é a carga no ponto i ;

V_i é a velocidade de deslocamento i ;

D' é o ponto onde a velocidade de deslocamento é alterada;

F' é o limite da região linear da curva levantada com V_1 após a mudança de velocidade para este valor.

Método 5

Neste caso,⁽⁹⁾

$$m_5 = \log(\sigma_A/\sigma_D) / \log(\dot{\epsilon}_A/\dot{\epsilon}_D)$$

onde,

σ_i é a tensão verdadeira no ponto i ;

$\dot{\epsilon}_i$ é a taxa de deformação no ponto i ;

A é o ponto de máxima carga obtido para a velocidade V_2 ;

D é o ponto onde a velocidade é alterada.

Método 6

Neste caso,⁽⁵⁴⁾

$$m_6 = \log(\sigma_{D'}/\sigma_D) / \log(\dot{\epsilon}_{D'}/\dot{\epsilon}_D)$$

onde,

σ_i é a tensão verdadeira no ponto i ;

$\dot{\epsilon}_i$ é a taxa de deformação no ponto i ;

D e D' como definidos anteriormente.

Método 7

Neste método, sugerido por Arieli e Rosen⁽⁵²⁾, pares (tensão verdadeira, taxa de deformação) são calculados em vários pontos escolhidos aleatoriamente ao longo da curva experimental. Estes valores são colocados em um gráfico de tensão verdadeira em função da taxa de deformação. A inclinação da reta resultante é o coeficiente m .

Alguns comentários sobre os métodos

Em termos de análise dos dados experimentais, Edington et al⁽⁹⁾ salientam que: (i) os métodos 1 e 3 têm a desvantagem de possíveis erros de extrapolação; (ii) já, o método 2 não apresenta este problema, porém para sua utilização é necessário ultrapassar uma carga máxima antes de outra mudança de velocidade; (iii) finalmente, o método 4 apresenta a dificuldade de determinação exata dos pontos F e F', pois requer uma resposta rápida da máquina.

De todas as técnicas de análise, os métodos 1, 2, 3 e 5 permitem que a estrutura de defeitos da amostra se estabilize com as novas condições de taxa de deformação e de nível de tensões atingidas durante cada mudança de velocidade.⁽⁹⁾

Em termos dos resultados obtidos para m , Edington et al⁽⁹⁾ concluem, com base em trabalhos com ligas de Al-Cu, que os métodos 1, 2, 3 e 5 fornecem os mesmos valores.

Arieli e Rosen⁽⁵²⁾ acrescentam ainda que estes valores de m dependem do intervalo de taxa de deformação utilizado no cálculo. Porém, concluem que no método 7 por eles proposto esta dependência de m com o intervalo de taxa de deformação utilizado não existe, ou seja, segundo os autores, pelo método 7 o valor de m é constante com as várias taxas de deformação empregadas. Contudo, a análise deste método permitiu verificar que o valor de m não é constante como sugerido, mas sim um valor médio para as várias taxas de deformação utilizadas.

3.3. Ensaios de relaxação de tensões

3.3.1 Descrição do ensaio

A relaxação de tensões é uma técnica normalmente usada na determinação de parâmetros que caracterizam os mecanismos envolvidos na deformação, ^(55,56) com os quais é possível posteriormente determinar as equações constitutivas do processo. ⁽⁵⁷⁾

O ensaio consiste em deformar uma amostra, sob tração ou compressão, ⁽⁵⁸⁾ a uma certa velocidade até que se atinja um ponto (σ_0, ϵ_0) da curva tensão-deformação (figura 3.3). Neste instante, considerado como $t = 0$, o movimento do pistão é detido. Quando o movimento do pistão é detido, a deformação total da amostra, composta por uma parcela elástica e outra plástica, permanece constante (considerada uma máquina com rigidez infinita). Porém, a deformação plástica continua a ocorrer, provocando uma relaxação (diminuição) da deformação elástica a fim de se manter a deformação total constante. A diminuição da deformação elástica produz uma correspondente diminuição da tensão. Simultaneamente a amostra continua a se deformar com velocidades cada vez menores. Durante o ensaio, registra-se a variação da tensão com o tempo, obtendo-se uma curva $\sigma = \sigma(t)$. ⁽⁵⁹⁾

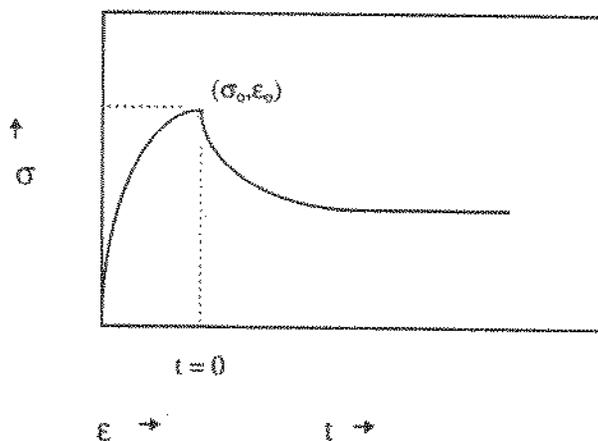


Figura 3.3. Curva tensão-deformação típica e curva de relaxação obtida a partir do ponto (σ_0, ϵ_0) . ⁽⁵⁹⁾

Neste teste é assumido que a subestrutura permanece constante durante a relaxação porque os incrementos de deformação plástica da amostra são pequenos apesar da grande variação na taxa de deformação. ^(56,58)

Outro ponto importante a ser salientado é o tipo de máquina utilizada na execução dos ensaios. A relaxação da máquina pode acabar interferindo nos resultados da relaxação da amostra, caso seu efeito não seja isolado. Segundo Penna e Medrano⁽⁶⁰⁾, este problema pode ser evitado utilizando-se uma máquina servohidráulica (do tipo MTS). Os autores observaram que neste tipo de máquina não ocorria uma variação da carga com o tempo ao se ensaiar um bloco de um material de alta rigidez, indicando que esta máquina não apresentava nenhum tipo de deformação anelástica (dependente do tempo), tanto em controle de carga quanto em controle de deslocamento. Entretanto, se a relaxação da própria máquina não puder ser evitada, ela deverá pelo menos ser quantificada, permitindo que sua influência seja avaliada.⁽⁵⁹⁾

3.3.2. Análise do ensaio

Durante o carregamento da amostra, o deslocamento total pode ser descrito da seguinte forma:^(60,61)

$$\int V_d dt = (S L_0 / E + e_p L_0) + (S A_0 / K + e_a L_0) \quad [3.2]$$

onde,

V_d = velocidade de deslocamento do pistão (atuador) da máquina,

t = tempo,

S = tensão nominal,

K = rigidez da máquina,

A_0 = área da seção transversal do corpo-de-prova inicial,

E = módulo de Young do material,

L_0 = comprimento útil do corpo-de-prova inicial,

e_p = deformação plástica nominal,

e_a = deformação anelástica (dependente do tempo) da máquina.

Neste tratamento, assume-se que o deslocamento total em um certo instante é composto de duas parcelas: uma relativa à deformação plástica e elástica do material e outra relativa à contribuição elástica e anelástica (dependente do tempo) da máquina. Em geral, esta contribuição anelástica da máquina é desprezível para as máquinas servohidráulicas.⁽⁶¹⁾

Derivando a equação [3.2] em relação ao tempo, pode-se relacionar a taxa de deformação plástica do material ($\dot{\epsilon}_p$) com a taxa de tensão (\dot{S}). Antes, porém, é interessante notar que durante a relaxação $V_d = 0$, pois o pistão permanece parado. Assim:

$$\dot{\epsilon}_p = - M \dot{S} \quad [3.3]$$

onde

$$M = (1/E + A_0/L_0 K)$$

3.3.3. Informações que podem ser obtidas do ensaio

A importância maior do ensaio reside na possibilidade de determinar parâmetros da deformação, tais como o coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação.

Além disso, o ensaio de relaxação de tensões permite obter informações relativas às características da máquina para a determinação de sua rigidez (K).⁽⁶⁰⁾

O coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação (m), como citado anteriormente, é definido por:

$$m = (\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon}) \quad [3.1]$$

O valor deste coeficiente m pode ser obtido de ensaios de relaxação de tensões,⁽⁶²⁾ o que pode ser entendido através da seguinte relação decorrente das equações [3.1] e [3.3]:

$$m = [\partial \ln \sigma / \partial \ln(-\dot{\sigma})] \quad [3.4]$$

Portanto, o coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação pode ser determinado a partir de curvas $\log \sigma$ x $\log(-\dot{\sigma})$.

CAPÍTULO 4

Materiais e Equipamentos

4.1. Material

Estudou-se um aço inoxidável de microestrutura duplex, fabricado no Japão e cedido pelo Prof. Oscar A. Ruano do Centro Nacional de Investigações Metalúrgicas de Madrid (CENIM), Espanha. O material encontra-se na forma de chapa de 3 mm de espessura e com uma dureza de (235 ± 6) HB (Brinell, esfera com diâmetro de 2,5 mm e carga de 187,5 kgf).

A composição química e a caracterização microestrutural são descritas a seguir.

4.1.1. Composição química

A composição química do material em estudo é apresentada na tabela 4.1. Esta tabela ainda mostra a especificação de um aço comercialmente equivalente.

Tabela 4.1. Composição química (% em peso) do material em estudo e de um material comercialmente equivalente.

Elemento	Material em estudo	AVESTA 2205 ⁽⁶³⁾ (*)	
		típica	tolerância ASTM
C	0,0177	0,025 máx.	0,030 máx.
Si	0,606	0,45	1,00 máx.
Mn	1,356	1,45	2,00 máx.
P	0,0395	0,025	0,030 máx.
S	0,0067	0,001	0,020 máx.
Cr	22,481	22,1	21,0 - 23,0
Mo	3,048	3,1	2,50 - 3,50
Ni	6,421	5,6	4,50 - 6,50
N	0,16	0,16	0,08 - 0,20
Co	0,106	-	-
V	0,045	-	-
W	0,028	-	-
Cu	0,103	-	-
Ti	0,002	-	-
Nb	0,029	-	-

(*) especificações equivalentes: UNS S31803 ou DIN WNr 1.4462

4.1.2. Caracterização microestrutural

Para a observação da microestrutura do material como recebido, foi feita a metalografia de cada uma das três seções da chapa (figura 4.1).

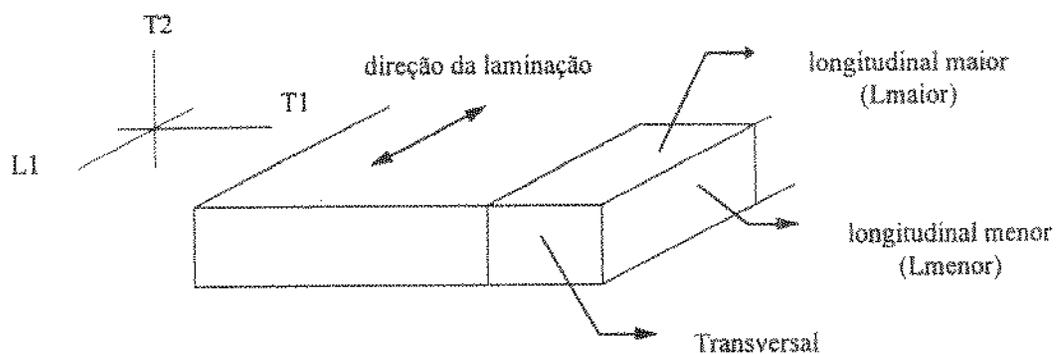


Figura 4.1. Identificações adotadas para cada uma das seções da chapa.

O material foi inicialmente recortado de acordo com as três seções da chapa e embutido a quente em baquelite. Em seguida, foi lixado até a grana 1200 (lixa de SiC) e posteriormente polido com pasta de diamante de até 1 μm . A superfície polida foi, então, atacada eletroliticamente em solução aquosa 10% KOH⁽⁶⁴⁾. As micrografias obtidas estão apresentadas na figura 4.2.

Observa-se que a microestrutura é orientada e apresenta três fases: austenita (fase clara), ferrita (fase marrom) e σ (fase escura nos contornos). A fase σ pode ser melhor visualizada na figura 4.3.

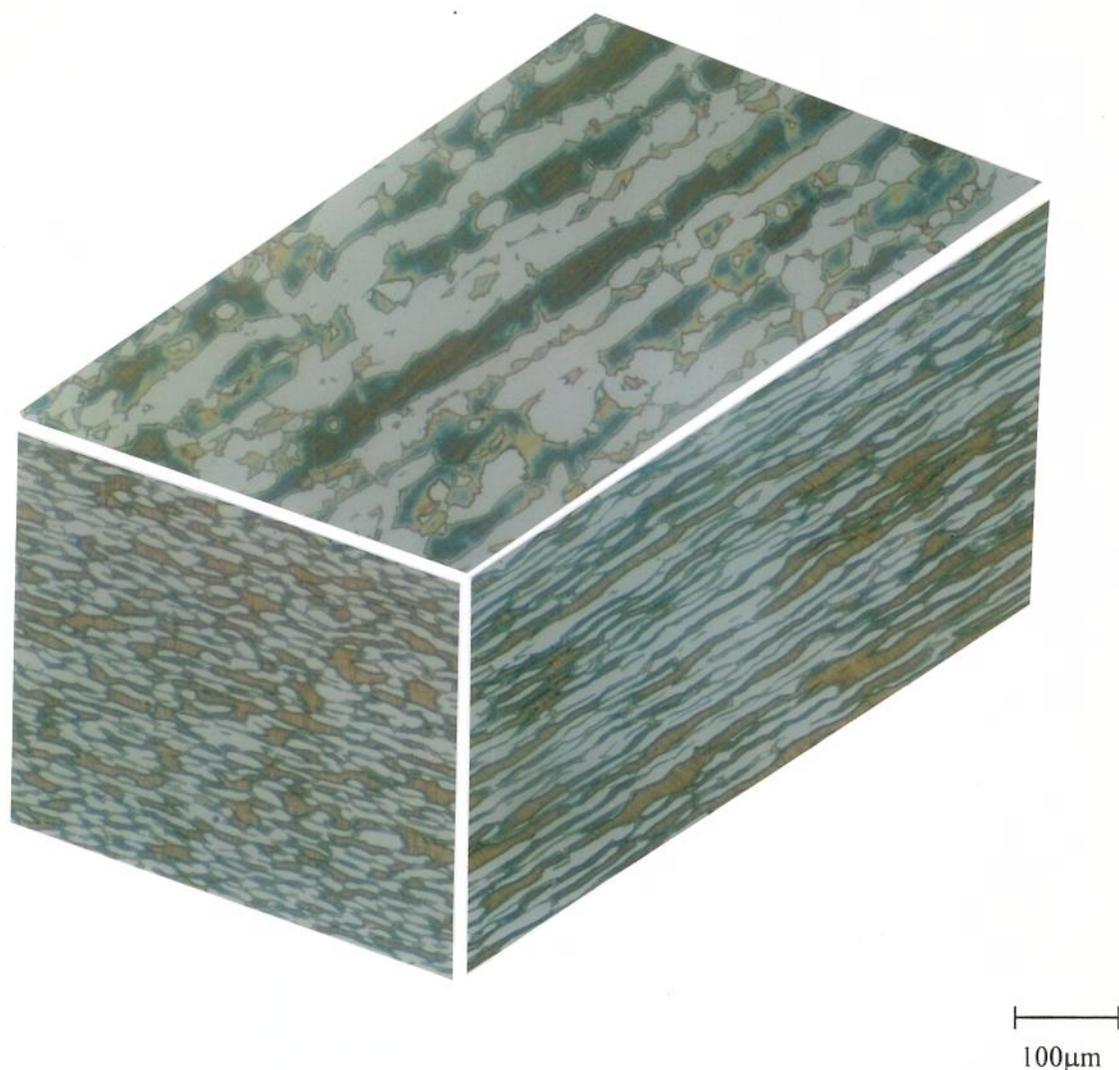


Figura 4.2. Micrografias do material como recebido. Ataque: 10% KOH (eletrolítico). Nota: fotomicrografia obtida com filtro azul.



Figura 4.3. Detalhe da microestrutura do material como recebido. Ataque: 10% KOH (eletrolítico).

Tamanho das fases presentes

Mediu-se o tamanho das fases presentes nas três seções do material. Para as medidas empregou-se o método das intersecções com uma linha teste.⁽⁶⁵⁾

Sendo L_t o comprimento total da linha teste e P_i o número de intersecções dos contornos das fases com a linha teste, o tamanho das fases, d , será dado por:

$$d = L_t / P_i$$

Como a estrutura é orientada, foram utilizados dois tipos de linhas-teste: um círculo e uma reta. O círculo foi utilizado com o intuito de se obter uma estimativa de um valor médio do tamanho das fases. Já, a reta foi utilizada para quantificar o tamanho das fases na direção paralela (L_1 , figura 4.1) e nas direções transversais (T_1 e T_2 , figura 4.1) à laminação nas três

seções do material. Em todos os casos foram analisadas 10 regiões de cada face. Os resultados obtidos são apresentados na tabela 4.2.

Tabela 4.2. Valores médios para o tamanho das fases nas três seções da amostra. As direções L1, T1, T2 estão definidas na figura 4.1.

Linha teste		d (μm)		
Tipo	L_t (μm)	Longitudinal menor	Transversal	Longitudinal maior
círculo	1225	$9,2 \pm 0,3$	$10,3 \pm 0,3$	$26,8 \pm 2,5$
reta paralela à direção L1	390	$43,4 \pm 9,8$	-	$39,6 \pm 12,7$
reta paralela à direção T1	390	-	$24,5 \pm 4,4$	$20,3 \pm 2,7$
reta paralela à direção T2	390	$6,1 \pm 0,3$	$7,1 \pm 0,4$	-

Fração volumétrica

Além do tamanho das fases, mediu-se ainda a fração volumétrica das mesmas por técnicas de metalografia quantitativa.

Como já visto, o material é composto de três fases: a austenita, a ferrita e a fase σ . A ferrita e a austenita aparecem em proporções semelhantes entre si, porém maiores que a fração de fase σ . Por este motivo, optou-se primeiramente pela determinação da fração volumétrica da fase σ , através da análise de campos do material ampliados 1000x. Em seguida, determinou-se a fração de austenita e ferrita pela análise de campos ampliados 500x.

Para a determinação da fração volumétrica da fase σ ($V_{V\sigma}$), escolheu-se inicialmente um campo do material com uma ampliação de 1000 x. Neste campo foram traçadas 15 linhas de comprimentos iguais e conhecidos (L_T) perpendiculares à direção da orientação da microestrutura. Em seguida, em cada uma dessas linhas era medido o comprimento da fase σ (L_σ). Dessa forma, a fração linear desta fase ($L_{L\sigma}$) em cada uma das linhas era determinada como sendo:

$$L_{L\sigma} = (\sum L_\sigma) / L_T$$

A figura 4.4 exemplifica a metodologia empregada.

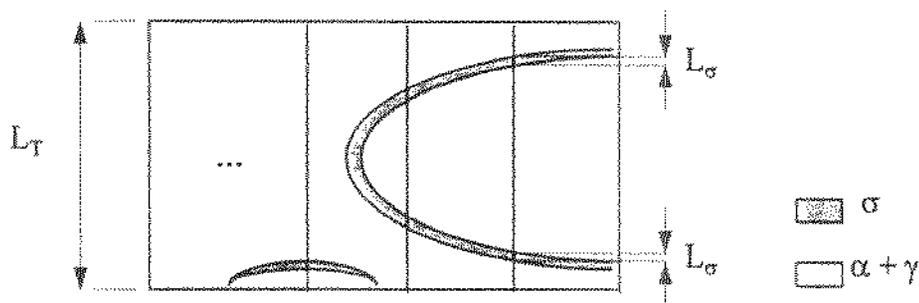


Figura 4.4. Esquema da metodologia empregada na determinação da fração volumétrica de fase σ no material como recebido.

Porém a fração linear assim estimada ($L_{L\sigma}$) é igual à fração em volume (Vv_{σ}):⁽⁶⁶⁾

$$L_{L\sigma} = Vv_{\sigma}$$

E conseqüentemente, a fração volumétrica de austenita + ferrita ($Vv_{(\alpha+\gamma)}$) será dada por:

$$Vv_{(\alpha+\gamma)} = 1 - Vv_{\sigma}$$

Os valores médios obtidos por este procedimento para as frações volumétricas de fase σ e de austenita + ferrita são apresentados na tabela 4.3.

Tabela 4.3. Frações volumétricas de fase σ (Vv_{σ}) e de austenita + ferrita ($Vv_{(\alpha+\gamma)}$) encontradas no material como recebido.

fase	Vv (%)
σ	$5,1 \pm 1,4$
$\alpha+\gamma$	$94,9 \pm 1,4$

Determinada a fração volumétrica de σ , passou-se à estimativa da fração de austenita (Vv_{γ}) e de ferrita (Vv_{α}).

Neste caso, empregou-se uma rede com um número de pontos conhecido (N_T) em campos do material ampliados 500 x. Contavam-se, então, os pontos que caíam sobre uma mesma fase, austenita (N_{γ}) ou ferrita (N_{α}). Nesta contagem, os pontos sobre os contornos foram computados como valendo 0,5 e a fase σ foi desprezada, ou seja, considerou-se inicialmente que a fração de austenita somada à da ferrita valia 100%. Desta forma, a fração em pontos da austenita (Pp'_{γ}) e da ferrita (Pp'_{α}) eram determinados:

$$Pp'_\gamma = (\sum N_\gamma) / N_T$$

e

$$Pp'_\alpha = (\sum N_\alpha) / N_T$$

A figura 4.5 exemplifica a metodologia empregada.

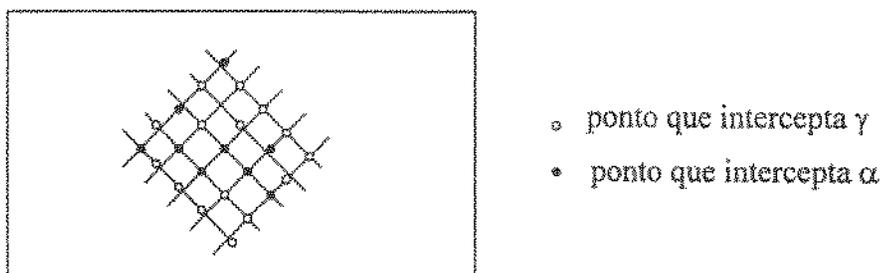


Figura 4.5. Esquema da metodologia empregada na determinação da fração volumétrica de austenita e de ferrita.

Entretanto, a fração em pontos assim estimada (Pp'_γ e Pp'_α) é igual à fração em volume (Vv'_γ e Vv'_α):⁽⁶⁶⁾

$$Pp'_\gamma = Vv'_\gamma$$

e

$$Pp'_\alpha = Vv'_\alpha$$

Os resultados assim obtidos são apresentados na tabela 4.4.

Tabela 4.4. Frações volumétricas de ferrita e de austenita quando a fração de fase σ é desprezada.

fase	Vv' (%)
γ	$52,8 \pm 5,0$
α	$47,2 \pm 5,0$

No entanto, estes valores de Vv'_γ e Vv'_α não correspondem ao valor real, já que a fase σ foi desprezada. Assim, considerando-se o fato de que a fração de austenita somada à da ferrita é de $(94,9 \pm 1,4)$ % (tabela 4.3), obtém-se por proporcionalidade os valores verdadeiros da fração volumétrica de austenita (Vv_γ) e de ferrita (Vv_α). Os valores finais encontrados são resumidos na tabela 4.5.

Tabela 4.5. Frações volumétricas das fases presentes no material como recebido.

fase	V _v (%)
σ	5,1 ± 1,4
γ	50,1 ± 4,8
α	44,8 ± 4,9

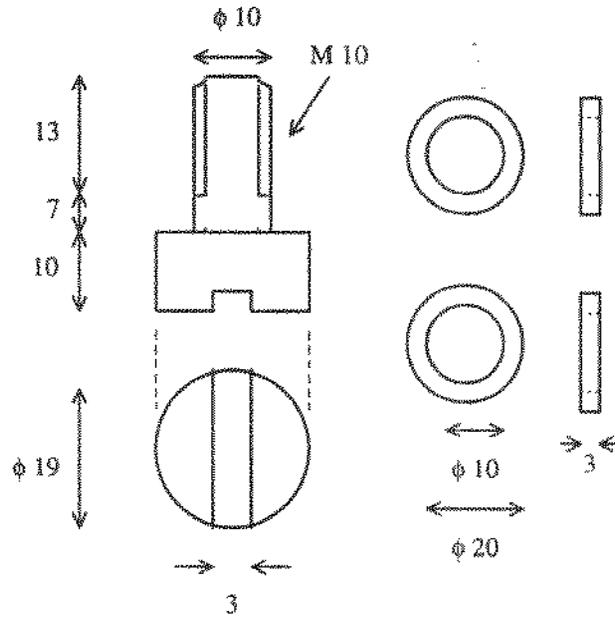
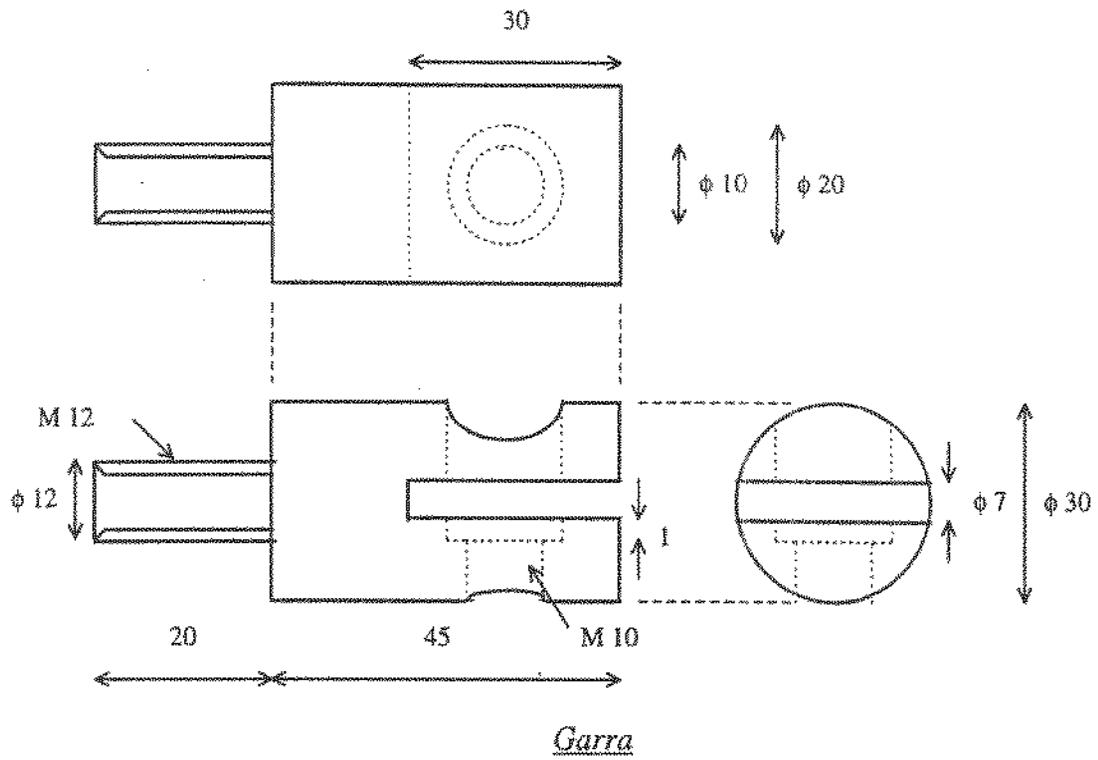
4.2. Equipamentos e dispositivos

Para a execução dos ensaios, utilizou-se uma máquina universal de ensaios MTS-810, na qual era acoplado um forno a resistência para operação em altas temperaturas (máximo de 1000 °C).

4.2.1. Confeção de dispositivo de fixação

Como a geometria dos corpos-de-prova não é normalizada (como será apresentado posteriormente), tornou-se necessária a confecção de garras adequadas a esta geometria. O material da garra, cedido pela Eletrometal S.A. - Metais Especiais, é uma superliga à base de Ni, comercialmente conhecida como Waspaloy, adequada ao trabalho em altas temperaturas (superiores a 900 °C). A usinagem das garras foi feita de acordo com o projeto apresentado na figura 4.6. Depois de prontas, as peças ainda tiveram que passar por dois tratamentos térmicos de envelhecimento antes do uso final.

A montagem utilizada é mostrada na figura 4.7.



Parafuso e arruelas de fixação do material na garra

Figura 4.6. Desenho de uma das garras de fixação empregadas nos ensaios realizados na máquina MTS. Medidas em mm.

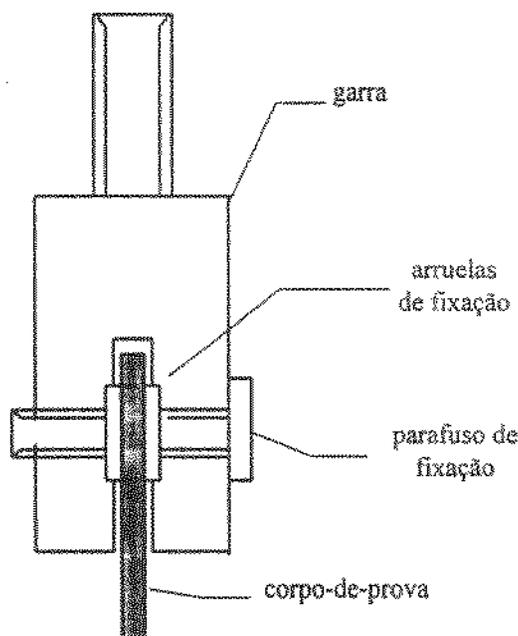


Figura 4.7. Esquema da montagem utilizada para as garras.

4.2.2. Confeção dos corpos-de-prova

A geometria escolhida para os corpos-de-prova está baseada naquela utilizada no trabalho de Osada et al.⁽⁴⁷⁾ É interessante ressaltar que ainda não existe um corpo-de-prova com geometria normalizada para a avaliação da superplasticidade.⁽⁶⁷⁾

Para a confecção dos corpos-de-prova, foram utilizados dois processos. Inicialmente empregou-se a eletroerosão e depois, o corte a laser.

Pela eletroerosão foram usinados seis corpos-de-prova, dos quais três com comprimento útil de 5,2 mm (figura 4.8.a) e os outros três menores, com comprimento útil de 3,2 mm (figura 4.8.b). Em apenas um dos corpos-de-prova (de comprimento útil de 5,2 mm) a usinagem foi feita na direção paralela à laminação, enquanto que os demais foram usinados na direção perpendicular. Entretanto, este tipo de usinagem não foi utilizada nos demais corpos-de-prova, pois, embora as variações de geometria dos mesmos tenham sido pequenas, ainda foram maiores do que aquelas encontradas pelo corte a laser, descrito a seguir.

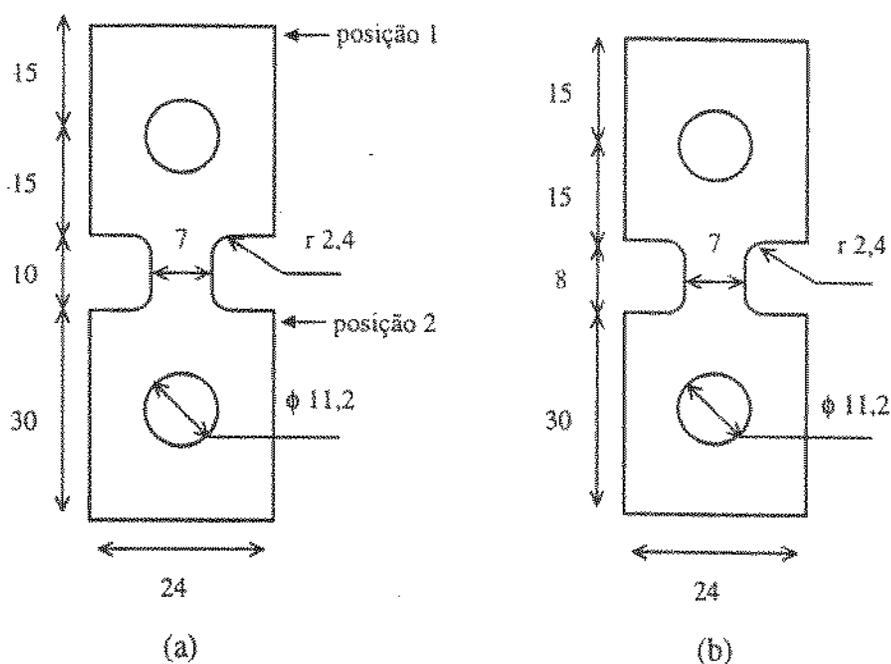


Figura 4.8. Geometria utilizada para os corpos-de-prova de tração a quente. Comprimento útil de (a) 5,2 mm e (b) 3,2 mm. Medidas em mm.

Pelo corte a laser, foram confeccionados todos os demais corpos-de-prova com a mesma geometria da figura 4.8.a. Em todos os casos, as variações de geometria foram desprezíveis. Os corpos-de-prova foram cortados numa direção paralela à laminação. O efeito do corte a laser na microestrutura é muito pequeno. A região afetada pelo calor apresenta uma microestrutura mais refinada e tem uma espessura de aproximadamente $60 \mu\text{m}$, o que representa menos de 2% da largura do corpo-de-prova na região útil.

4.2.3. Controle da temperatura do corpo-de-prova

O forno utilizado possui três zonas de aquecimento, onde cada uma delas é controlada de forma independente. Para o controle da zona superior, utilizou-se um termopar inserido no corpo-de-prova na região de sua cabeça (posição 1 da figura 4.8). Já, o controle da zona intermediária foi feito por outro termopar inserido também no corpo-de-prova, porém próximo à região útil (posição 2 da figura 4.8). Finalmente, a zona inferior do forno foi controlada através de um termopar posicionado junto ao refratário desta zona, fora do corpo-de-prova.

Desta forma foi possível garantir a uniformidade da temperatura ao longo do corpo-de-prova.

CAPÍTULO 5

Procedimento Experimental

A avaliação da superplasticidade do material foi feita por ensaios a quente de tração, de mudança de taxa de deformação e de relaxação de tensões.

5.1. Ensaios preliminares

Previamente aos ensaios no material de interesse, foram realizados ensaios preliminares com um aço inoxidável austenítico do tipo AISI 304 objetivando testar as garras de fixação fabricadas e, principalmente, elaborar a rotina de trabalho na MTS. No caso dos ensaios de relaxação de tensões, esses resultados prévios ainda serviram para testar um programa de computador elaborado para a análise dos dados resultantes deste tipo de teste.

5.2. Ensaios de tração a quente

5.2.1. O ensaio

Inicialmente, os corpos-de-prova eram segmentados com riscos perpendiculares à direção de tração e igualmente espaçados objetivando posterior medida do alongamento em função da posição no corpo-de-prova. Em seguida, o corpo-de-prova era fixado à máquina e aquecido até a temperatura desejada. Depois de cerca de 10 minutos nesta temperatura (tempo de estabilização), o mesmo era tracionado com uma velocidade de deslocamento constante, calculada a partir de uma taxa de deformação nominal (idêntica à taxa de deformação

verdadeira inicial) desejada. Durante o ensaio, registrava-se a carga em função do deslocamento. Simultaneamente, era ainda registrada a temperatura do corpo-de-prova com o tempo durante o aquecimento e durante o ensaio. O término do ensaio era marcado pela queda da carga a um valor nulo, associada à ruptura do material.

A tabela 5.1 mostra um resumo das condições experimentais utilizadas em cada ensaio.

Os valores de temperatura e de taxa de deformação nominal foram escolhidos com base nos resultados obtidos por Machara⁽⁴⁶⁾ para um material de composição química 25%Cr-7%Ni-3%Mo-0.14%N, semelhante, embora não equivalente, à composição do material em estudo (tabela 4.1). Este autor encontrou valores máximos de alongamento para as seguintes condições de temperatura e taxa de deformação nominal: (i) 950°C e $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e (ii) 900°C e 1050°C, ambas com $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Já, a direção do corpo-de-prova em relação à direção de laminação foi escolhida visando verificar o efeito da orientação da microestrutura sobre o comportamento superplástico do material.

Analogamente, diferentes valores de comprimento útil do corpo-de-prova foram empregados objetivando verificar possíveis efeitos sobre as medidas do alongamento.

Tabela 5.1. Resumo das condições experimentais utilizadas nos ensaios de tração a quente.

ensaio	comprimento útil do c.p. (mm)	direção do c.p. em relação à laminação	temperatura (°C)	taxa de deformação nominal (s^{-1})
1	3,2	Transversal	900	4×10^{-3}
2	3,2	Transversal	950	4×10^{-3}
3	5,2	Longitudinal		4×10^{-3}
4	3,2	Transversal		2×10^{-3}
5	5,2	Transversal		8×10^{-4}
6	5,2	Transversal		8×10^{-3}
7	5,2	Longitudinal		980
8			8×10^{-4}	
9			4×10^{-4}	
12			2×10^{-4}	
13			3×10^{-4}	

5.2.2. Análise do material imediatamente antes do início da deformação

Como mencionado, o corpo-de-prova era aquecido até a temperatura desejada e mantido na mesma por 10 min para estabilização. Somente após este procedimento iniciava-se a tração da amostra.

Visando verificar a microestrutura do material imediatamente antes do início da deformação, amostras do material como recebido foram submetidas a um processo de aquecimento (de cerca de 30°C/min) seguido por uma estabilização de temperatura (por 10 min) idêntico ao sofrido pelos corpos-de-prova e, em seguida, resfriados em água.

Efetuuou-se, então, a metalografia do material. Para isso, as três seções da chapa foram embutidas a quente em baquelite. As superfícies foram lixadas até lixa de grana 1200 (lixa de SiC) e, em seguida, polidas com pasta de diamante até 1 µm. Estas superfícies foram atacadas e posteriormente observadas em microscópio óptico e fotografadas.

5.2.3. Análise dos corpos-de-prova após os ensaios

Os corpos-de-prova resultantes dos ensaios de tração foram analisados em relação a suas dimensões e em relação à microestrutura final. Para tanto, foram empregados os procedimentos descritos a seguir.

Dimensões dos corpos-de-prova

A fim de determinar o grau de deformação, as dimensões finais dos corpos-de-prova foram medidas.

Nos casos onde foi possível, mediu-se a distância entre riscos consecutivos feitos previamente aos ensaios ao longo da região útil dos corpos-de-prova, visando determinar o grau de homogeneidade da deformação.

Efetuuou-se ainda para todos os casos a medida das dimensões da seção transversal dos corpos-de-prova em função da distância da superfície de fratura.

Análise microestrutural

Para a análise da microestrutura dos corpos-de-prova ensaiados, utilizaram-se técnicas de metalografia.

A metalografia foi feita na seção longitudinal ao longo de toda região útil do corpo-de-prova fraturado objetivando não só a visualização da estrutura das fases e dos grãos presentes, mas também para a quantificação das cavidades formadas. Para isso a região útil de cada corpo-de-prova foi cortada e embutida a quente em baquelite. A superfície foi lixada até lixa de grana 1200 (lixa de SiC) e, em seguida, polida com pasta de diamante até 1 μm . A superfície do corpo-de-prova era observada em microscópio óptico e fotografada para a análise das cavidades. Posteriormente, estas superfícies polidas eram atacadas para a revelação das fases e dos grãos presentes.

Caracterização das cavidades

As superfícies polidas dos corpos-de-prova foram empregadas na caracterização das cavidades presentes no material. Para isso, as fotomicrografias dessas superfícies foram digitalizadas e posteriormente analisadas por um programa de análise de imagens desenvolvido dentro do sistema de imagens *Khoros*⁽⁶⁸⁾, especialmente para esta finalidade.

O princípio básico desta técnica de processamento de imagens consiste na separação precisa dos objetos de interesse na imagem (neste caso, as cavidades). Para isto, o programa implementado utiliza o algoritmo “watershed”.⁽⁶⁹⁾ Nas imagens utilizadas, as cavidades apresentam-se em tons que variam de cinza escuro a preto, enquanto que a matriz metálica polida apresenta-se em tons que variam de cinza claro ao branco (figura 5.1). Dessa forma, é possível definir regiões na imagem correspondentes a cada uma das cavidades (figura 5.2). Cada região pode, então, ser caracterizada. Para isso foram medidas as áreas de cada uma das cavidades, através das quais foi possível a determinação de parâmetros globais (fração volumétrica das cavidades) e específicos (tamanho e distribuição das cavidades).

Para estas análises consideraram-se campos representativos da amostra com áreas de aproximadamente 2 mm².

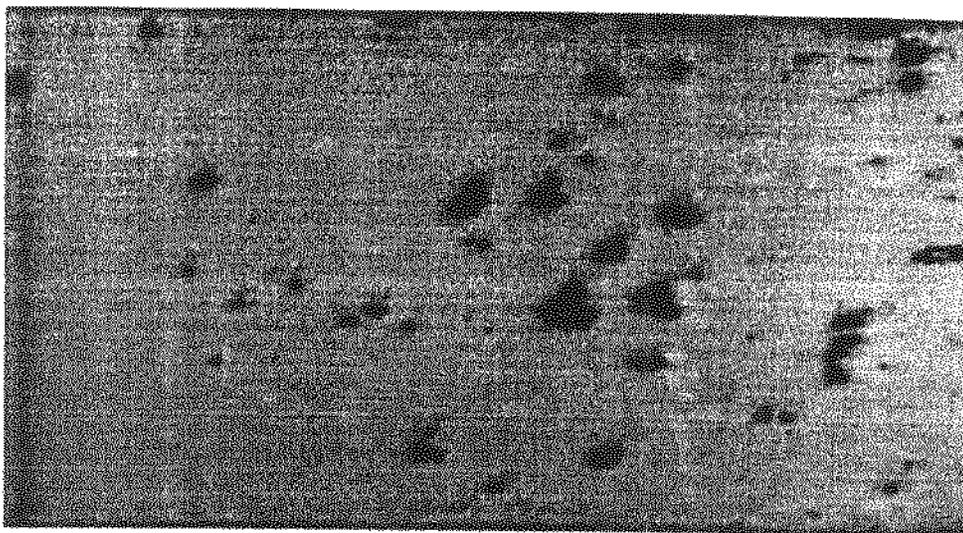


Figura 5.1. Exemplo de uma imagem digitalizada mostrando as cavidades (regiões escuras) presentes na matriz metálica (fundo claro).

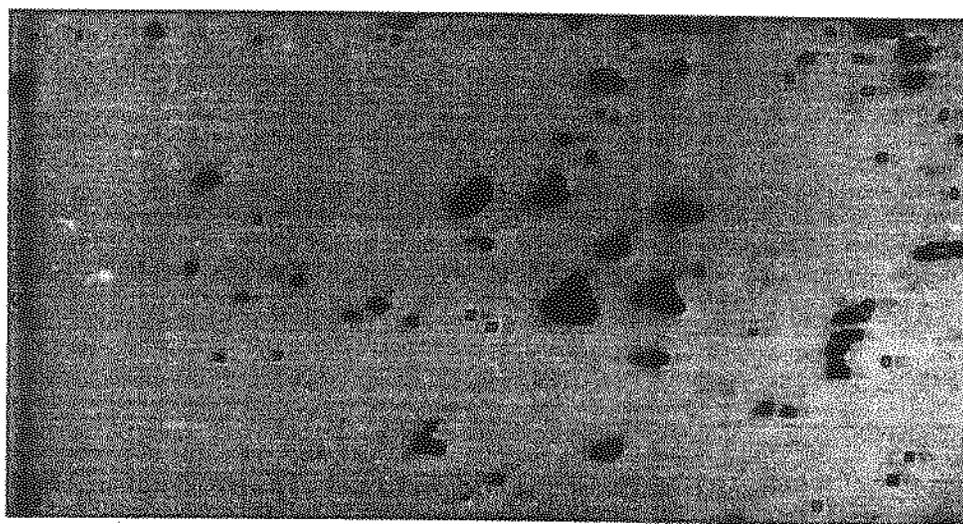


Figura 5.2. Exemplo da identificação das cavidades por meio de bordas.

5.3. Ensaio de mudança de taxa de deformação

Foram realizados dois tipos de ensaios de mudança de taxa de deformação. Em ambos, o corpo-de-prova era inicialmente fixado à máquina e aquecido até a temperatura escolhida (950°C ou 980°C). Depois de um tempo de estabilização de cerca de 10 min na temperatura, o corpo-de-prova era tracionado com uma determinada velocidade de deslocamento constante

(calculada em função de uma taxa de deformação nominal desejada) até se atingir um deslocamento equivalente a uma deformação nominal de 50%. A partir daí, iniciava-se a primeira mudança de velocidade de deslocamento. As mudanças posteriores eram feitas em intervalos de deslocamento equivalentes a 5% de deformação nominal.

A pré-deformação de 50% foi escolhida com base nas curvas de tração a quente. Este valor já é suficiente para se ultrapassar o ponto de máxima carga para todas as taxas de deformação nominais utilizadas.

O intervalo de 5% de deformação nominal entre uma mudança e outra foi escolhida com base nos trabalhos de Lee et al⁽¹³⁾ e Arieli e Rosen⁽⁵²⁾, que usaram, respectivamente, intervalos de 5% e 2%. O intervalo de 5% permite definir de forma clara os valores de carga e de deformação utilizados nos métodos de cálculo de m (item 3.2.2)

Os pontos de deslocamento nos quais as mudanças deveriam ser feitas eram programados previamente no módulo de controle da máquina juntamente com a respectiva velocidade de deslocamento a ser empregada.

As mudanças de velocidade de deslocamento foram realizadas de duas formas distintas, descritas a seguir.

5.3.1. Ciclos múltiplos

Realizou-se uma variação do ensaio de mudança de taxa de deformação, aqui denominado por "ciclos múltiplos", na qual as mudanças de velocidade de deslocamento eram feitas em ciclos.

Cada ciclo era composto por um aumento da velocidade de deslocamento V_1 para um valor V_2 seguido por uma diminuição de V_2 para V_1 a cada 5% de deformação nominal, como descrito anteriormente. Após a repetição de um mesmo ciclo por 5 vezes consecutivas, um novo ciclo era iniciado utilizando, agora, velocidades de deslocamento V_2 e $V_3 > V_2$. E assim sucessivamente.

Os ciclos empregados em cada ensaio são apresentados na Tabela 5.2. Cada ciclo era repetido cinco vezes antes de se passar ao seguinte.

Tabela 5.2. Velocidades utilizadas no ensaio de mudança de taxa de deformação (“ciclos múltiplos”). As regiões assinaladas com x correspondem aos ciclos utilizados em cada ensaio.

Ciclo em termos de		980°C			950°C	
taxa de deformação nominal (s^{-1})	Velocidade de deslocamento correspondente (mm/s)	Ensaio			Ensaio	
		14	19	20	22	23
$2 \times 10^{-4} \rightarrow 3 \times 10^{-4}$	$1.04 \times 10^{-3} \rightarrow 1.56 \times 10^{-3}$	x				x
$3 \times 10^{-4} \rightarrow 2 \times 10^{-4}$	$1.56 \times 10^{-3} \rightarrow 1.04 \times 10^{-3}$	x				x
$3 \times 10^{-4} \rightarrow 4 \times 10^{-4}$	$1.56 \times 10^{-3} \rightarrow 2.08 \times 10^{-3}$	x	x		x	
$4 \times 10^{-4} \rightarrow 3 \times 10^{-4}$	$2.08 \times 10^{-3} \rightarrow 1.56 \times 10^{-3}$	x	x		x	
$4 \times 10^{-4} \rightarrow 8 \times 10^{-4}$	$2.08 \times 10^{-3} \rightarrow 4.16 \times 10^{-3}$	x	x		x	
$8 \times 10^{-4} \rightarrow 4 \times 10^{-4}$	$4.16 \times 10^{-3} \rightarrow 2.08 \times 10^{-3}$	x	x		x	
$8 \times 10^{-4} \rightarrow 2 \times 10^{-3}$	$4.16 \times 10^{-3} \rightarrow 1.04 \times 10^{-2}$	x	x	x	x	x
$2 \times 10^{-3} \rightarrow 8 \times 10^{-4}$	$1.04 \times 10^{-2} \rightarrow 4.16 \times 10^{-3}$	x	x	x	x	x
$2 \times 10^{-3} \rightarrow 3 \times 10^{-3}$	$1.04 \times 10^{-2} \rightarrow 1.56 \times 10^{-2}$		x	x	x	x
$3 \times 10^{-3} \rightarrow 2 \times 10^{-3}$	$1.56 \times 10^{-2} \rightarrow 1.04 \times 10^{-2}$		x	x	x	x
$3 \times 10^{-3} \rightarrow 4 \times 10^{-3}$	$1.56 \times 10^{-2} \rightarrow 2.08 \times 10^{-2}$		x	x		x
$4 \times 10^{-3} \rightarrow 3 \times 10^{-3}$	$2.08 \times 10^{-2} \rightarrow 1.56 \times 10^{-2}$		x	x		x
$4 \times 10^{-3} \rightarrow 8 \times 10^{-3}$	$2.08 \times 10^{-2} \rightarrow 4.16 \times 10^{-2}$		x	x		x
$8 \times 10^{-3} \rightarrow 4 \times 10^{-3}$	$4.16 \times 10^{-2} \rightarrow 2.08 \times 10^{-2}$		x	x		x
$8 \times 10^{-3} \rightarrow 2 \times 10^{-2}$	$4.16 \times 10^{-2} \rightarrow 1.04 \times 10^{-1}$		x	x		x
$2 \times 10^{-3} \rightarrow 8 \times 10^{-3}$	$1.04 \times 10^{-1} \rightarrow 4.16 \times 10^{-2}$		x	x		x

5.3.2. Mudanças contínuas

Uma outra variação realizada do ensaio de mudança de taxa de deformação, aqui denominada de “mudanças contínuas”, consistia em mudar-se continuamente de uma velocidade de deslocamento V_i para outra $V_{i+1} > V_i$ a cada 5% de deformação nominal, conforme o procedimento descrito anteriormente.

Neste caso, após um certo número de mudanças de velocidade de deslocamento, a velocidade era reduzida ao valor inicial a partir do qual repetiam-se as mudanças feitas de forma contínua anteriormente. Esse procedimento foi repetido três vezes em um único ensaio realizado a 980°C.

As taxas de deformação nominais utilizadas neste ensaio são apresentadas na Tabela 5.3. Cada conjunto de mudanças contínuas era repetido três vezes.

Tabela 5.3. Velocidades utilizadas no ensaio de mudança de taxa de deformação ("mudanças contínuas").

980°C	
Ensaio 18	
taxa de deformação nominal (s ⁻¹)	Velocidade de deslocamento correspondente (mm/s)
1 x 10 ⁻⁴ → 2 x 10 ⁻⁴	5,2 x 10 ⁻⁴ → 1,04 x 10 ⁻³
2 x 10 ⁻⁴ → 3 x 10 ⁻⁴	1,04 x 10 ⁻³ → 1,56 x 10 ⁻³
3 x 10 ⁻⁴ → 4 x 10 ⁻⁴	1,56 x 10 ⁻³ → 2,08 x 10 ⁻³
4 x 10 ⁻⁴ → 8 x 10 ⁻⁴	2,08 x 10 ⁻³ → 4,16 x 10 ⁻³
8 x 10 ⁻⁴ → 2 x 10 ⁻³	4,16 x 10 ⁻³ → 1,04 x 10 ⁻²
2 x 10 ⁻³ → 3 x 10 ⁻³	1,04 x 10 ⁻² → 1,56 x 10 ⁻²
3 x 10 ⁻³ → 4 x 10 ⁻³	1,56 x 10 ⁻² → 2,08 x 10 ⁻²
4 x 10 ⁻³ → 8 x 10 ⁻³	2,08 x 10 ⁻² → 4,16 x 10 ⁻²

5.4. Ensaio de relaxação de tensões

5.4.1. O ensaio

O corpo-de-prova era fixado à máquina e aquecido até a temperatura desejada (no caso, 950°C e 980°C). Depois de um tempo de estabilização de cerca de 10 min na temperatura, o corpo-de-prova era tracionado com uma determinada velocidade de deslocamento constante até se atingir um deslocamento equivalente a uma deformação nominal de 50%. Neste instante, considerado como sendo um tempo $t = 0$, cessava-se o movimento do atuador da máquina por 10 minutos, período de relaxação durante o qual era feito o registro da carga com o tempo. Após este tempo, novamente o corpo-de-prova era tracionado com a mesma velocidade de deslocamento por um intervalo de deslocamento equivalente, agora, a uma variação de deformação nominal de 5%. Neste instante, o movimento do atuador era detido por 10 min e nova relaxação se iniciava. Este último procedimento (tração do corpo-de-prova, com uma determinada velocidade de deslocamento constante por um intervalo de deformação de 5%, seguida de 10 min de relaxação) era repetido três vezes para cada velocidade de deslocamento (escolhida com base nas taxas de deformação nominais desejadas). Assim, em um único ensaio a uma dada temperatura, obtinha-se um número de curvas de relaxação três vezes maior do que o número de

velocidades de deslocamento utilizadas para o carregamento do material. No caso, o material foi carregado com velocidades de deslocamento equivalentes a taxas de deformações nominais de: $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Os dados daí obtidos de tensão nominal em função do tempo eram, então, analisados por um programa especialmente elaborado para este fim e descrito a seguir.

5.4.2. Programa de análise de dados

Para a análise das curvas de relaxação de tensões, elaborou-se um programa de computador executável dentro do aplicativo *Mathematica*. A listagem do programa bem como um exemplo de aplicação são apresentados no Anexo 1.

Neste programa, os dados de entrada correspondem a pares (tempo, tensão nominal) relativos ao período da relaxação. Como saída, o programa fornece o valor do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação m . Para tanto, o programa executa as seguintes rotinas básicas:

a) *Leitura dos dados*

Inicialmente os dados experimentais relativos à relaxação são lidos na forma de pares (tempo, tensão nominal).

b) *Ajuste dos dados experimentais por um polinômio de grau k*

Os pares (tempo, tensão nominal) são ajustados linearmente por um polinômio da forma:

$$\log S = a + b \log t + c(\log t)^2 + \dots + n(\log t)^k$$

onde, S representa a tensão nominal; t , o tempo; a , b , c, \dots, n , os coeficientes do ajuste; e k , o grau do polinômio.

O grau k do polinômio é escolhido com base em critérios estatísticos. Através da distribuição $F^{(70)}$, comparam-se sucessivamente os coeficientes dos ajustes resultantes de polinômios de grau k e grau $k+1$. O grau k do polinômio será, então, o maior valor a partir do qual não ocorre melhorias significativas nos coeficientes do ajuste a um nível de 95% de confiança.

c) *Cálculo de m*

Como já mencionado anteriormente, nos ensaios de relaxação de tensões o valor do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação m corresponde à inclinação da reta $\log \sigma \times \log (-\dot{\sigma})$ (equação [3.4]) ou de forma equivalente:

$$m = d \ln S / d \ln (-\dot{S})$$

Os valores de S são obtidos pela relação:

$$\dot{S} = d S / dt = (S/t) \cdot [d (\ln S) / d (\ln t)] = (S/t) \cdot [d (\log S) / d (\log t)]$$

Derivando-se em relação a t a função $\log S = f(\log t)$ obtida na rotina (b) anterior, obtém-se uma outra função $\dot{S} = f(t, S)$. Para cada par (t, S) existirá, então, um \dot{S} respectivo.

Com os vários pares $(-\dot{S}, S)$ formados obtém-se outros, de $(\log (-\dot{S}), \log S)$. Estes são colocados em um gráfico e ajustados por uma reta, cujo coeficiente angular representa o valor de m .

CAPÍTULO 6

Resultados e Discussão

A caracterização da superplasticidade foi dividida em três grandes partes. Na primeira delas, o comportamento do material é estudado basicamente pelo alongamento obtido nos ensaios de tração. Em seguida, o coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação m é determinado através das três técnicas experimentais utilizadas (tração, mudança de taxa de deformação e relaxação de tensões). Finalmente, a caracterização da superplasticidade é completada com o estudo da uniformidade da deformação, incluindo seus aspectos macroscópicos e microscópicos resultantes dos ensaios de tração.

6.1. Caracterização pelo alongamento

A caracterização do comportamento superplástico do material em termos de alongamento foi feita por meio da avaliação dos ensaios de tração.

Inicialmente são discutidas as curvas experimentais de carga em função do deslocamento. Em seguida, são feitas algumas considerações sobre os valores verdadeiros da tensão e da deformação.

Em todos os casos, é feita uma avaliação do efeito da temperatura e da taxa de deformação sobre o comportamento superplástico do material.

6.1.1. Curvas experimentais de carga *versus* deslocamento

Ensaio preliminares

Estes ensaios tiveram como finalidade definir as condições do ensaio (temperatura e taxa de deformação) e dos corpos-de-prova (tamanho e orientação em relação à direção de laminação). Para isto efetuaram-se inicialmente ensaios a 900°C e 950°C em diferentes taxas de deformação nominais utilizando corpos-de-prova com diferentes comprimentos úteis (5,2 e 3,2 mm) e diferentes orientações em relação à direção de laminação do material (transversal e longitudinal). As curvas de carga em função do deslocamento obtidas para cada um destes ensaios são apresentados na figura 6.1.

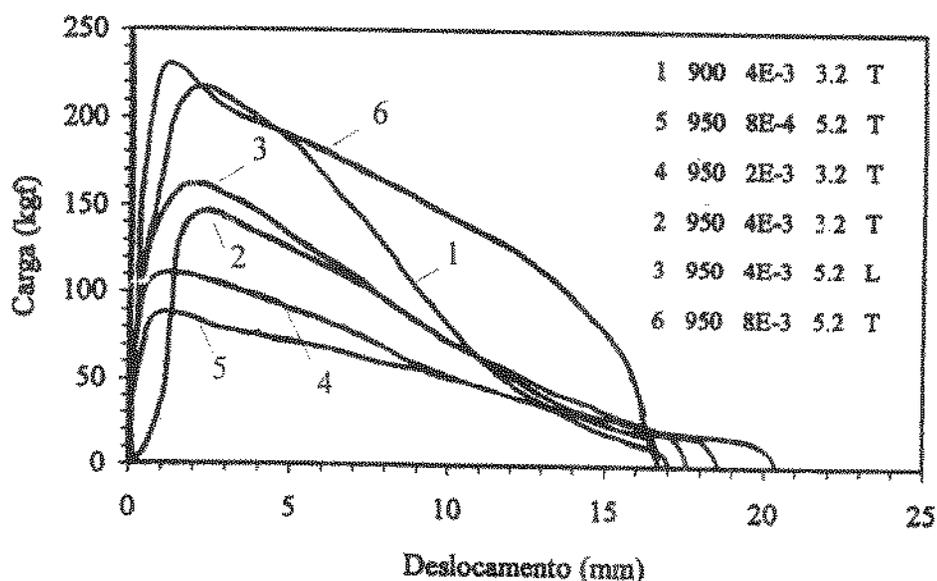


Figura 6.1. Curvas experimentais de carga em função do deslocamento obtidas para cada ensaio de tração a quente realizado nas temperaturas de 900 e 950°C. Nota: os valores da legenda correspondem respectivamente ao número do ensaio, temperatura (°C), taxa de deformação nominal (s^{-1}), comprimento útil do corpo-de-prova (mm) e orientação da amostra com relação à direção de laminação (L, longitudinal e T, transversal).

Deve-se ressaltar inicialmente que o ensaio 2 (950°C, $4 \times 10^{-3} s^{-1}$, 3,2 mm e transversal) apresentou uma descontinuidade da carga no início do teste, provavelmente devido a um

escorregamento do corpo-de-prova dentro da garra (este problema foi posteriormente resolvido com a troca do material do parafuso de fixação da garra, tal como apresentado no Apêndice).

Desta figura pode-se extrair os valores característicos da curva, tais como a tensão nominal máxima (razão entre a carga máxima e a área da seção inicial) e a deformação nominal na fratura, normalmente denominada de alongamento⁽⁴⁹⁾ (razão entre o deslocamento total e o comprimento útil inicial), como mostrado na tabela 6.1.

Tabela 6.1. Valores de tensão nominal máxima e alongamento encontrados para cada ensaio a 900°C e 950°C.

ensaio	temp. (°C)	taxa de deformação nominal (s ⁻¹)	tensão nominal máxima (kgf/mm ²)	alongamento total (%)
1	900	4 x 10 ⁻³	11,0	531
2	950	4 x 10 ⁻³	7,4	539
3		4 x 10 ⁻³	7,8	317
4		2 x 10 ⁻³	5,2	562
5		8 x 10 ⁻⁴	4,3	385
6		8 x 10 ⁻³	11,0	317

O efeito da orientação pode ser estudado comparando-se os ensaios 2 e 3, ambos realizados a 950°C e uma taxa de deformação nominal de 4x10⁻³ s⁻¹, porém com corpos-de-prova de diferentes geometrias e orientações. Apesar das diferenças entre as orientações e geometrias, as tensões nominais máximas encontradas em ambos são próximas: 7,4 kgf/mm² para o ensaio 2 (3,2 mm de comprimento útil e orientação transversal à direção de laminação) e de 7,8 kgf/mm² para o ensaio 3 (5,2 mm de comprimento útil e longitudinal). Além disso, as curvas de carga versus deslocamento para estes ensaios apresentaram comportamentos semelhantes. Isto mostra que não há um efeito significativo da orientação.

Como o alongamento do material excede o comportamento convencional dos materiais, possíveis diferenças resultantes da orientação poderiam ser visualizadas provavelmente apenas no início da deformação, onde as microestruturas estão dispostas com diferentes orientações em relação ao eixo de tração. À medida que a tração é efetuada, a microestrutura orientada tende a assumir uma configuração equiaxial.⁽¹⁾ Assim, a orientação

prévia do material no início do ensaio deixa de ter um papel importante na deformação subsequente.

O efeito da geometria do corpo-de-prova pode ser estudado através da análise dos alongamentos obtidos em cada ensaio a 950°C. A figura 6.2 resume os resultados da tabela 6.1.

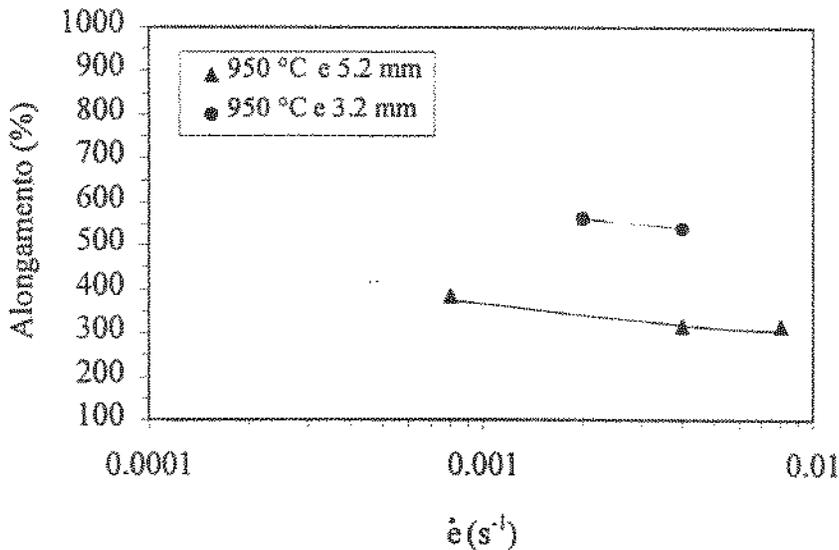


Figura 6.2. Alongamento total em função da taxa de deformação nominal ($\dot{\epsilon}$) obtido para cada ensaio a 950°C.

Observa-se inicialmente que existe uma tendência ao aumento do alongamento com a diminuição da taxa de deformação nominal tanto nos ensaios realizados com corpos-de-prova de 3,2 mm de comprimento útil quanto naqueles com 5,2 mm. Porém, nos ensaios realizados com corpos-de-prova de comprimento útil de 5,2 mm esta tendência é acompanhada por valores de alongamentos finais menores do que nos ensaios com corpos-de-prova de comprimento útil de 3,2 mm. Esta diferença é simplesmente devido a uma concentração da deformação, já que em ambos os casos houve sensível formação de pescoço no material.

Nos corpos-de-prova maiores, a deformação total medida engloba uma área maior do que aquela que contém o pescoço, porém nos corpos-de-prova menores a deformação total medida se relaciona quase que exclusivamente com a região do pescoço, cujo alongamento é maior do que a média.⁽³⁴⁾ Assim, em corpos-de-prova de comprimento útil suficientemente pequeno para conter somente a região do pescoço, o alongamento total medido equivale

àquele do pescoço.⁽⁷¹⁾ Por este motivo abandonou-se o comprimento útil de 3,2 mm nos ensaios subsequentes.

Após verificar que a orientação do material não apresenta efeito sobre a deformação e que corpos-de-prova de comprimento útil pequeno podem representar grandes alongamentos devido apenas a um maior alongamento na região do pescoço, optou-se para a continuidade do trabalho com orientação longitudinal e como comprimento útil, 5,2 mm.

Em seguida, são apresentados e discutidos os resultados dos ensaios feitos com corpos-de-prova na temperatura de 980°C em diferentes taxas de deformação nominais.

Ensaio a 980°C

As curvas de carga em função do deslocamento obtidas para este grupo de ensaios (realizados com corpos-de-prova de 5,2 mm de comprimento útil e de orientação longitudinal a 980°C em diferentes taxas de deformação nominais) são apresentados na figura 6.3.

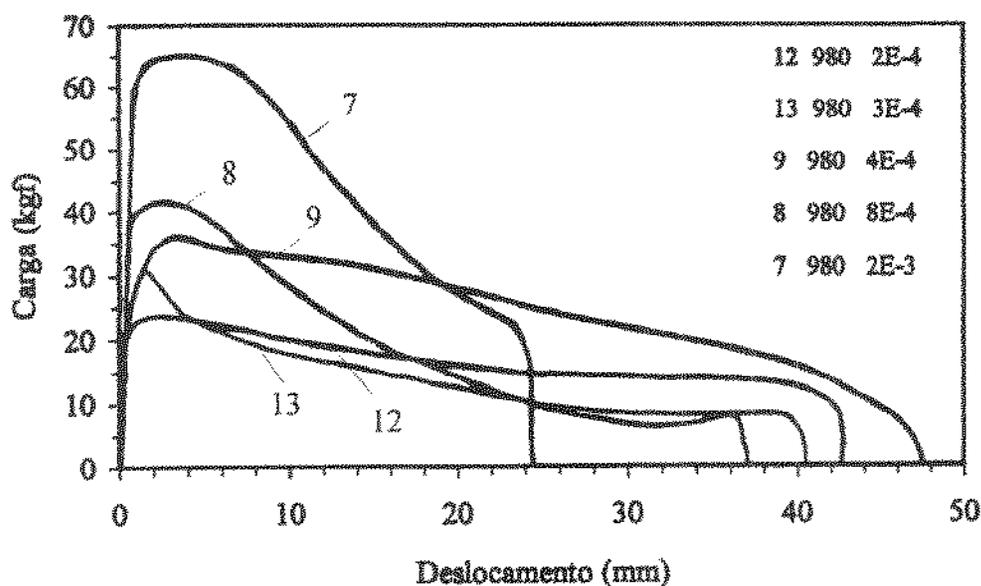


Figura 6.3. Curvas experimentais de carga em função do deslocamento obtidas para cada ensaio de tração a quente realizado na temperatura de 980°C. Nota: os valores da legenda correspondem respectivamente ao número do ensaio, temperatura (°C) e taxa de deformação nominal(s⁻¹).

Tal como feito anteriormente, extraíram-se desta figura os valores de tensão nominal máxima e de alongamento. Os resultados são apresentados na tabela 6.2.

Tabela 6.2. Valores de tensão nominal máxima e alongamento total encontrados para cada ensaio a 980°C.

ensaio	temp. (°C)	taxa de deformação nominal (s^{-1})	tensão nominal máxima (kgf/mm^2)	alongamento total (%)
7	980	2×10^{-3}	3,0	471
8		8×10^{-4}	1,9	711
9		4×10^{-4}	1,7	914
13		3×10^{-4}	1,5	780
12		2×10^{-4}	1,1	820

Observa-se inicialmente que para a mesma temperatura, quanto menor a taxa de deformação nominal, menor é a tensão nominal máxima. A relação entre estes valores permite estabelecer para o material sua sensibilidade à taxa de deformação que, como já mencionado, é um parâmetro importante para a superplasticidade. A estimativa deste parâmetro será feita posteriormente.

A variação do alongamento com a taxa de deformação nominal pode ser melhor visualizada na figura 6.4. A figura mostra que há uma tendência inicial de se aumentar o alongamento à medida que se diminui a taxa de deformação. Porém, este comportamento se verifica apenas até a taxa de deformação nominal de $4 \times 10^{-4} s^{-1}$. Para taxas menores, há uma tendência de diminuição do alongamento com a redução da taxa de deformação.

Assim, a 980°C foi determinado que a taxa de deformação nominal correspondente ao máximo alongamento está próxima de $4 \times 10^{-4} s^{-1}$.

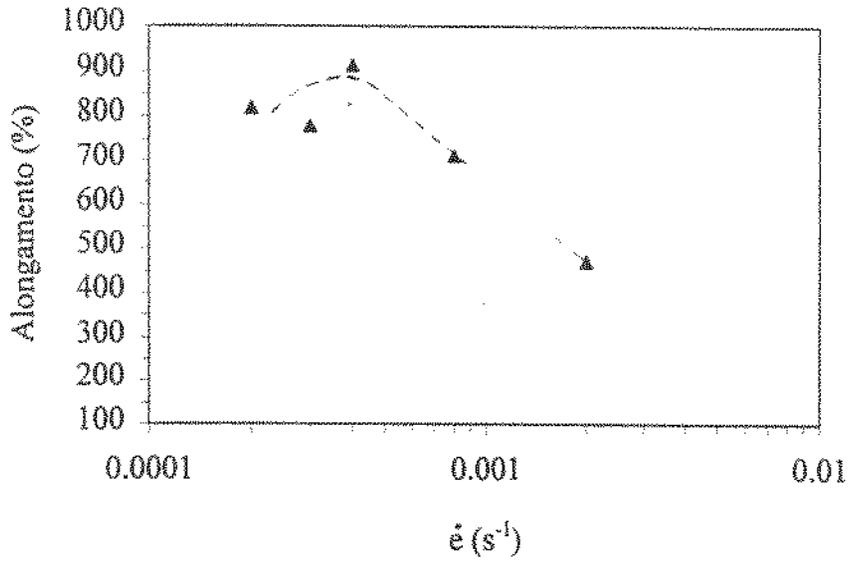


Figura 6.4. Alongamento total em função da taxa de deformação nominal obtido para os ensaios a 980°C.

Efeito da taxa de deformação e temperatura

A título de comparação, os valores de alongamento em função da taxa de deformação nominal para cada grupo de ensaios realizados a 950°C e 980°C são apresentados na figura 6.5.

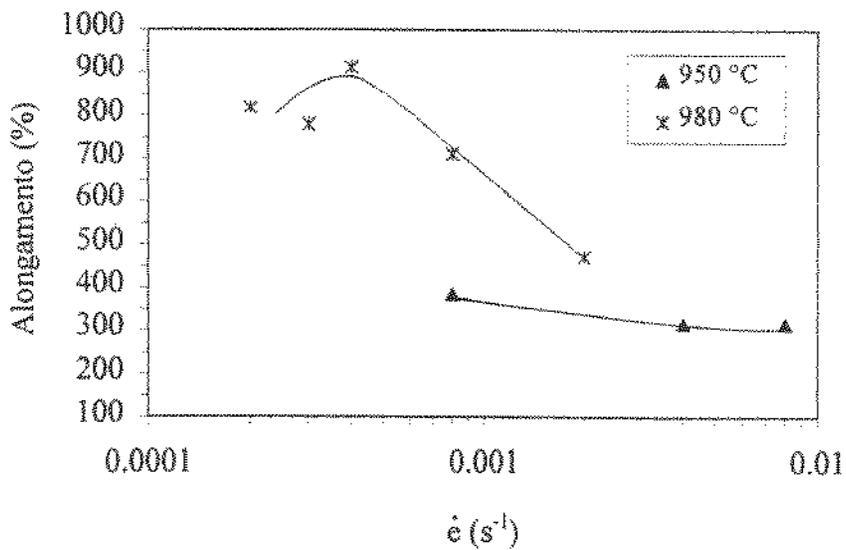


Figura 6.5. Alongamento total em função da taxa de deformação nominal obtido para os ensaios a 950°C e 980°C.

A figura 6.5 mostra inicialmente o efeito da taxa de deformação sobre o alongamento. A 980°C um máximo de ductilidade foi encontrado, ao passo que a 950°C os alongamentos obtidos foram bem menores, inviabilizando encontrar uma taxa de deformação associada a um pico de ductilidade, já que implicaria velocidades extremamente baixas, muito menores do que aquelas utilizadas nos ensaios a 980°C, de difícil realização experimental.

Maehara⁽⁴⁶⁾ estudou o grau de superplasticidade de alguns aços duplex, entre os quais um de composição 21,9%Cr-5,5%Ni-2,8%Mo-0,14%N, equivalente ao material do presente trabalho (tabela 4.1), porém usando corpos-de-prova cilíndricos (comprimento útil de 8 mm e diâmetro de 4 mm). O autor encontrou para 900°C alongamentos crescentes de 100% a cerca de 1000% para taxas de deformação nominais decrescentes, de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ até $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, respectivamente (figura 6.6).

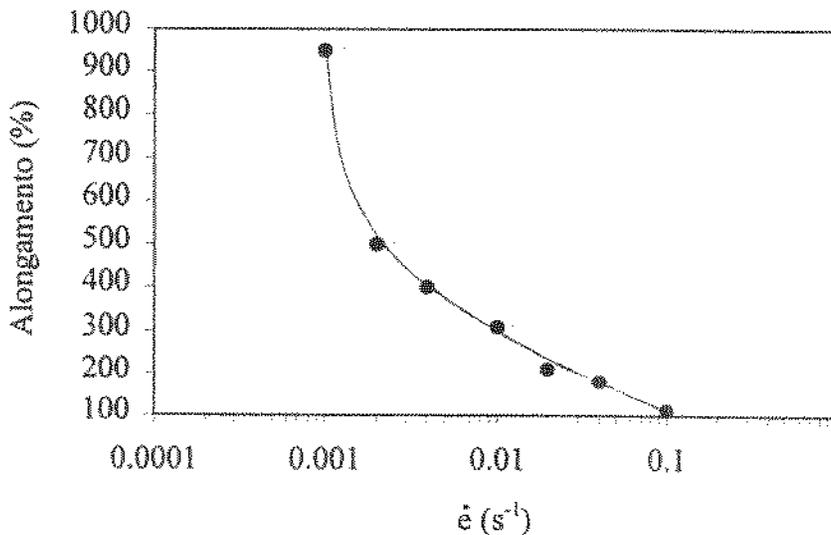


Figura 6.6. Alongamento em função da taxa de deformação nominal para o aço 21,9%Cr-5,5%Ni-2,8%Mo-0,14%N ensaiado a 900°C.⁽⁴⁶⁾

No entanto, a figura 6.6 mostra que não foi obtido um pico de máximo alongamento, ou seja, uma taxa de deformação abaixo da qual o alongamento diminui. Porém, este resultado indica que a tendência nesta temperatura é de se ter um máximo alongamento para taxas de deformação inferiores a $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, tal como observado no presente trabalho.

Deve-se salientar, contudo, que, apesar da menor temperatura utilizada por Maehara⁽⁴⁶⁾, os valores de alongamento por ele encontrados são maiores que os aqui obtidos tanto a 950°C quanto a 980°C, consideradas as mesmas taxas de deformação ($8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$). Isto se deve, provavelmente, a diferenças na microestrutura de origem utilizada no

presente trabalho e no de Maehara⁽⁴⁶⁾ (embora a mesma não tenha sido apresentada pelo autor), e conseqüentemente a diferenças na evolução da microestrutura durante a deformação.

Segundo o próprio autor⁽⁴⁶⁾, as condições de temperatura e taxa de deformação que resultam no comportamento superplástico são influenciadas pelos trabalhos prévios dados ao material (conformação a quente e a frio, temperatura de solubilização, etc). Assim, diferentes materiais de partida resultam em diferentes comportamentos superplásticos.

Além disso, as alterações microestruturais durante a deformação também não são as mesmas nas diferentes temperaturas, levando a diferentes comportamentos na deformação. Propõe-se⁽⁴⁵⁾ que a deformação superplástica está intimamente relacionada com a recristalização dinâmica induzida pela presença de partículas de segunda fase, no caso, a fase σ (como mencionado no item 2.5.2). Entretanto, o início da precipitação da fase σ ocorre a diferentes velocidades de acordo com a temperatura, tal como anteriormente apresentado na figura 2.18. Esta figura mostra que a 950°C o tempo de início da precipitação da fase σ é quase uma ordem de grandeza maior que a 900°C (supondo que ambos os materiais tenham a mesma estrutura inicial). Já, a 980°C a precipitação dessa fase é praticamente nula. Dessa forma, é provável que a fração volumétrica de fase σ formada a 900°C seja muito maior que a 950°C e 980°C, favorecendo os mecanismos de deformação superplástica, o que contribuiria para justificar os maiores alongamentos encontrados por Maehara⁽⁴⁶⁾ na menor temperatura.

O efeito da temperatura pode ser verificado principalmente pelos ensaios realizados a uma taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. A figura 6.5 mostra que há uma tendência de aumento do alongamento quando se aumenta a temperatura de 950°C para 980°C. O aumento do alongamento até a fratura com o aumento da temperatura para uma certa taxa de deformação também foi observado por Rai e Grant⁽²⁴⁾ para uma liga eutética 67%Al-33%Cu. Segundo Mohamed et al⁽⁷²⁾, este comportamento é o normalmente encontrado e pode ser associado à influência da cavitação no tempo de ruptura do material. Segundo os autores⁽⁷²⁾, em temperaturas mais altas a formação de cavidades é menos provável, uma vez que a concentração de tensões gerada em pontos tripos ou em contornos de grão devido ao seu escorregamento durante a deformação é aliviada mais facilmente por difusão localizada, retardando a fratura e, conseqüentemente, conduzindo a maiores valores de alongamento.

Por outro lado, os resultados obtidos por Maehara⁽⁴⁶⁾ e Maehara e Ohmori⁽⁴⁴⁾ para um aço inoxidável duplex 25%Cr-6,5%Ni-3%Mo-0,14%N mostram que a tendência de aumento

da ductilidade com a temperatura nem sempre ocorre. Maehara e Ohmori⁽⁴⁴⁾ encontraram para a liga em questão, em uma taxa de deformação nominal de $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, máximos de alongamento de cerca de 2000% tanto a 900°C quanto a 1050°C , mas valores de alongamento inferiores para temperaturas intermediárias entre as duas (figura 3.1). Como já mencionado anteriormente (item 2.5.2), isto é atribuído a alterações microestruturais no material durante a deformação.⁽⁴⁴⁾

Entretanto, deve-se novamente ressaltar que o alongamento, embora determine o grau de superplasticidade, nem sempre é o melhor parâmetro para estabelecer se o material apresenta comportamento superplástico ou não (item 3.1.2). Por isso, posteriormente serão apresentados outros critérios, tais como o coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação e o tipo de deformação sofrida pelo material (homogênea ou com estricção localizada).

6.1.2. Curvas de tensão verdadeira *versus* deformação logarítmica

As curvas de tensão verdadeira *versus* deformação logarítmica foram obtidas através do tratamento das curvas experimentais de carga *versus* deslocamento. Esta conversão é feita de forma convencional, como será descrito a seguir, pelas expressões $\sigma = S(1 + e)$ e $e = \ln(1 + e)$, que assumem a hipótese de constância de volume. Isto pode ser feito porque nos materiais superplásticos a deformação ocorre de forma homogênea,^(9,16) e se considera que para valores de m entre 0,3 e 0,8, o material apresenta uma grande resistência à estricção localizada.⁽²²⁾ Este fato é bem conhecido e até se constitui em um importante fator para a caracterização da superplasticidade.⁽³⁴⁾ Se a houver estricção, esta ocorrerá apenas em um estágio avançado da deformação.^(45,53)

Sendo P a carga, ΔL o deslocamento, A_0 a área da seção transversal inicial e L_0 o comprimento útil inicial do corpo-de-prova, tem-se que a tensão nominal, S , e a deformação nominal, e , em um determinado instante são dadas por:

$$S = P / A_0 \quad [6.1]$$

$$e = \Delta L / L_0 \quad [6.2]$$

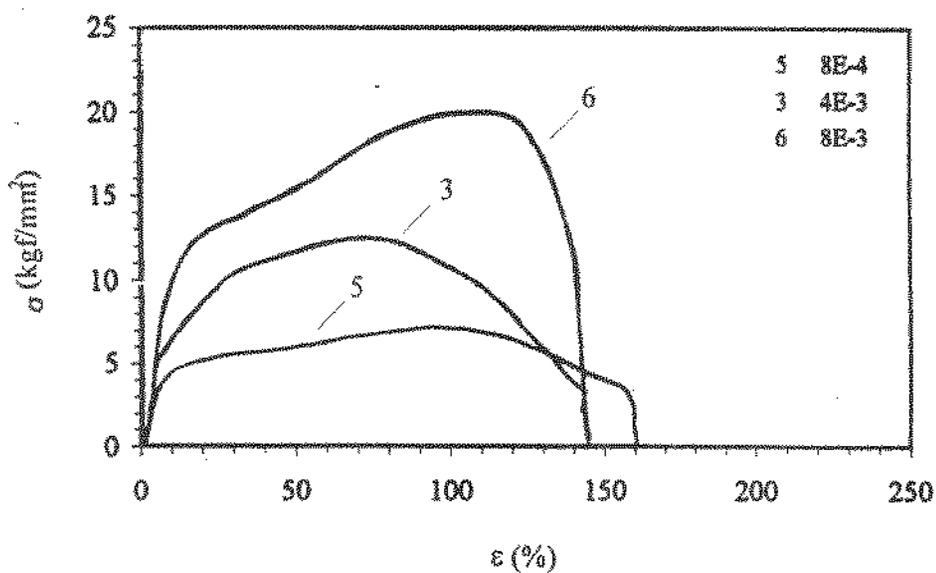
Fazendo-se a hipótese de volume constante, com esses valores é possível, então, calcular a tensão verdadeira σ e a deformação logarítmica ε .⁽⁴⁹⁾

$$\sigma = S (1 + e) \quad [6.3]$$

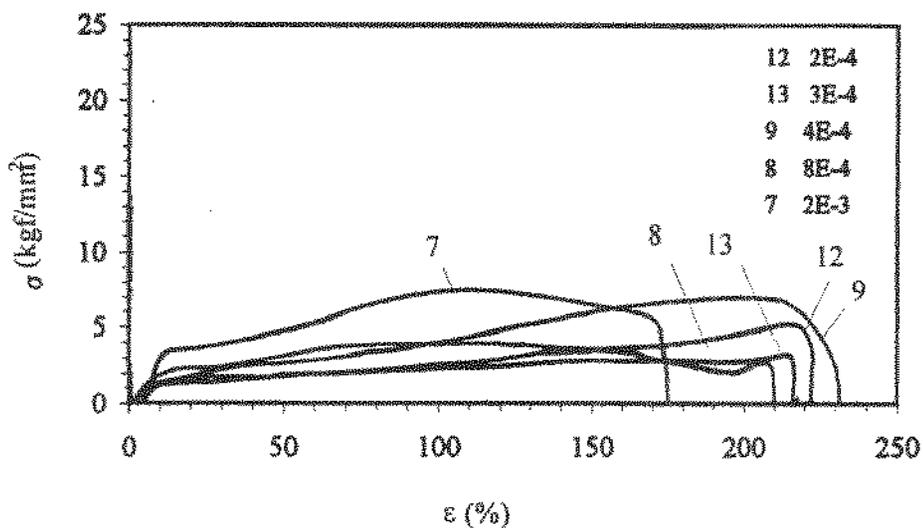
$$\varepsilon = \ln (1 + e) \quad [6.4]$$

Assim, para cada par $(\Delta L, P)$ da curva experimental existe um par (ε, σ) . Dessa forma, é possível levantar curvas σ *versus* ε para cada curva experimental P *versus* ΔL .

As curvas assim obtidas são apresentadas na figura 6.7.



(a)



(b)

Figura 6.7. Curvas de tensão verdadeira em função da deformação logarítmica de cada ensaio de tração a quente realizado nas temperaturas de (a) 950°C e (b) 980°C. Nota: os valores da legenda correspondem respectivamente ao número do ensaio e taxa de deformação nominal (s^{-1}).

A figura 6.7 mostra comportamentos distintos das curvas tensão verdadeira *versus* deformação logarítmica entre os ensaios realizados a 950°C (figura 6.7.a) e a 980°C (figura 6.7.b). Tanto a 950°C quanto a 980°C observa-se que a tensão não é constante com a deformação. Observa-se também que esta variação da tensão com a deformação é muito maior a 950°C do que a 980°C.

Como mencionado anteriormente, em um escoamento superplástico ideal a tensão não depende da deformação (figura 2.4). A variação da tensão com a deformação em materiais superplásticos pode ocorrer basicamente por dois motivos (item 2.3.1):

- pela redução da taxa de deformação real durante o ensaio (já que os mesmos são feitos com velocidade de deslocamento constante) o que acarretaria uma redução da tensão com a deformação e
- pelo aumento do tamanho de grão que induziria um aumento da tensão, uma vez que em materiais superplásticos este tipo de relação direta entre o tamanho de grão e a tensão é verificada.

No caso, observa-se que independente da temperatura a tensão aumenta com a deformação. Isto indicaria um efeito preponderante do aumento do tamanho de grão sobre a redução da taxa de deformação real ao longo do ensaio.

Entretanto, como será apresentado posteriormente, a 950°C houve um refino acentuado da microestrutura. Assim, a 950°C o efeito do aumento da tensão com a deformação pode ser entendido como sendo resultado de um encruamento⁽⁴⁴⁾ por deformação plástica envolvendo movimentação de discordâncias, já que as taxas de deformação utilizadas nestes ensaios devem ter sido altas o suficiente para que o escorregamento de grãos não atuasse como principal mecanismo de deformação. De fato, nestes ensaios a deformação mostrou-se heterogênea, inclusive com tendência à formação de estrição localizada (como será visto posteriormente). Além disso, os alongamentos encontrados, apesar de terem sido superiores a 300%, não foram tão altos quanto aqueles obtidos a 980°C.

Deve-se lembrar ainda que para a construção das curvas de tensão verdadeira *versus* deformação logarítmica apresentadas utilizou-se a hipótese de volume constante. Porém, constatou-se a presença de cavidades, associada ao processo de deformação e à homogeneidade do mesmo, inclusive a 980°C, e que será analisado em detalhes posteriormente. A cavitação pode fazer com que a deformação não aconteça a volume constante. Este fato, portanto, pode contribuir para que não se observe uma curva ideal de tensão *versus* deformação, na qual a deformação seria independente da tensão (item 2.3.1).

A figura 6.7 mostra ainda que em algumas das curvas obtidas a 980°C como, por exemplo, as curvas relativas aos ensaios 8 e 13 realizados com taxas de deformação nominais de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, respectivamente, há um aumento mais pronunciado da tensão imediatamente antes da fratura final. Comportamento análogo é reportado na literatura⁽⁹⁾ para uma liga de latão α - β contendo 3%Fe. Neste material, que forma cavidades uniformemente ao longo do comprimento útil do corpo-de-prova, este comportamento é atribuído ao rápido crescimento de cavidades na região da estrição. Provavelmente, esta explicação pode ser aplicada ao caso do material em estudo, pois como será detalhado posteriormente, também foram observadas cavidades distribuídas de maneira uniforme nos ensaios 8 e 13 citados acima.

O efeito da temperatura pode ser constatado comparando-se os ensaios realizados com uma mesma taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ para as temperaturas de 950°C (ensaio 5) e 980°C (ensaio 8), figura 6.8. Nota-se que para uma mesma taxa de deformação nominal, há uma tendência de se ter uma tensão menor e aproximadamente constante com a deformação à medida que se aumenta a temperatura. Novamente, tal como visto no efeito da temperatura sobre o alongamento, isto indica que ao se aumentar a temperatura, o mecanismo que leva ao comportamento superplástico tende a ser predominante nesta taxa de deformação.

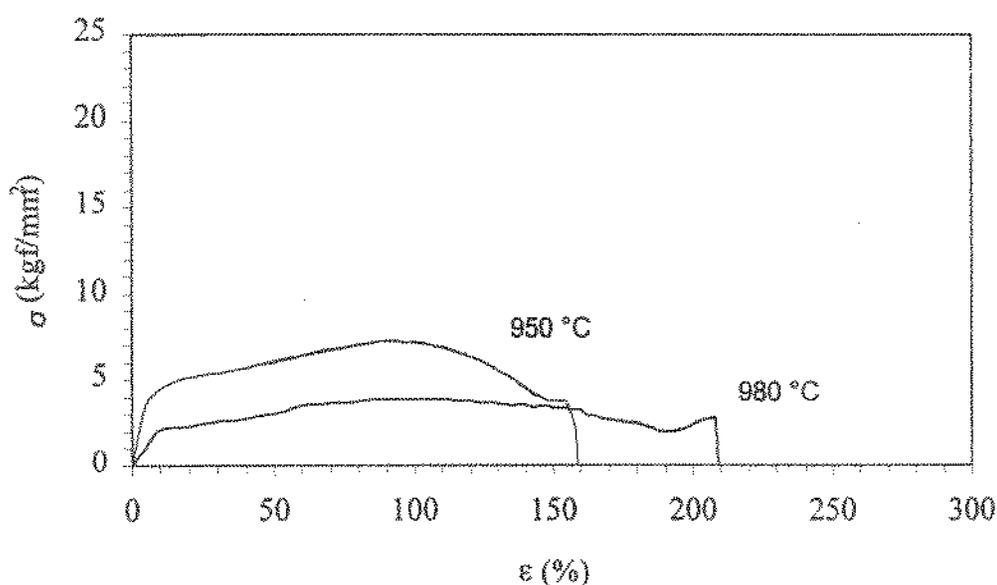


Figura 6.8. Curvas de tensão verdadeira em função da deformação logarítmica para os ensaios realizados com a taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

6.2. Caracterização pelo coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação m

O alongamento sozinho não é capaz de caracterizar o comportamento superplástico de um material. Outro importante parâmetro na descrição da superplasticidade é o coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação m .

O valor de m foi determinado pelos três tipos de técnicas experimentais adotadas: tração, mudança de taxa de deformação e relaxação de tensões.

6.2.1. Ensaio de tração

Para uma estimativa dos valores de m utilizaram-se dois métodos de análise das curvas experimentais de tração. Em ambos, consideraram-se apenas os ensaios feitos a 950°C e 980°C com corpos-de-prova de 5,2 mm de comprimento útil.

Inicialmente, m foi calculado com base nas curvas de tensão nominal máxima em função da taxa de deformação usada em cada ensaio ($S_{m\acute{a}x} \times \dot{\epsilon}$).⁽⁹⁾ O outro tipo de cálculo baseou-se em curvas de tensão verdadeira em função da taxa de deformação ($\sigma_{e-vv} \times \dot{\epsilon}$).⁽²⁴⁾ Ambos os cálculos e suas respectivas análises são descritos em detalhes a seguir.

a) Estimativa de m por $S_{m\acute{a}x} \times \dot{\epsilon}$

A estimativa de m pode ser feita com base na curva do logaritmo da tensão nominal máxima em função do logaritmo da taxa de deformação.⁽⁹⁾ No caso, esta estimativa foi feita de duas formas: primeiramente esta taxa de deformação representa a taxa de deformação nominal ($\dot{\epsilon}$) e, em seguida, a taxa de deformação verdadeira ($\dot{\epsilon}$).

Para traçar esta curva, seleciona-se o ponto de máxima tensão nominal da curva tensão nominal versus deformação nominal (obtida a partir da curva experimental carga versus deslocamento). Esta tensão nominal máxima está associada à taxa de deformação com a qual o ensaio de tração foi realizado. Assim, com os pares (tensão nominal máxima, taxa de deformação) é possível traçar uma curva, cuja inclinação corresponde ao valor de m . Um resumo esquemático do procedimento adotado é apresentado na figura 6.9.

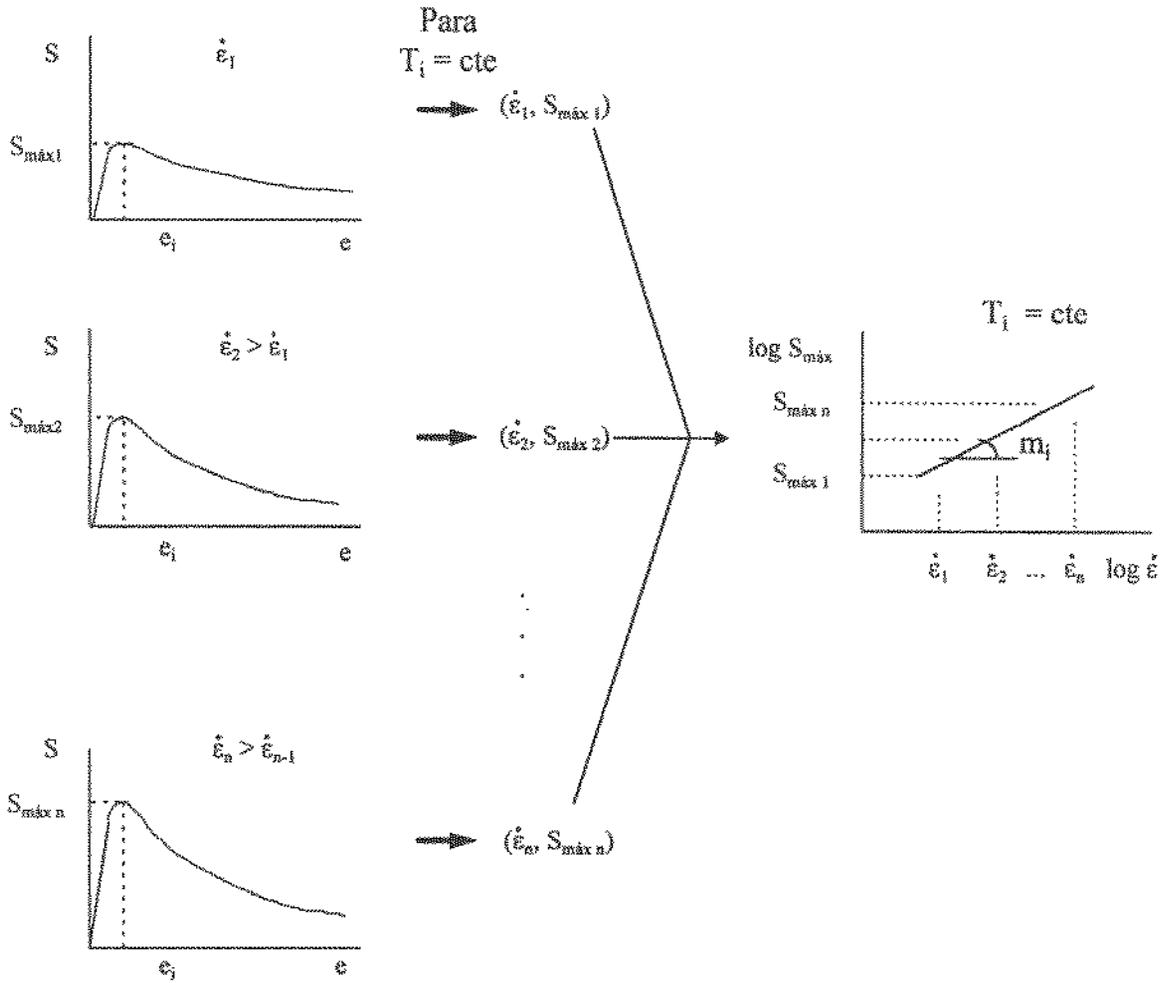


Figura 6.9. Esquema do procedimento adotado para a estimativa de m através de curvas $S_{\text{máx}} \times \dot{\epsilon}$.
Nota: "S" é a tensão nominal e "e", a deformação nominal e "T", a temperatura.

Essa estimativa de m por curvas de $S_{\text{máx}} \times \dot{\epsilon}$ baseia-se no fato de que, de acordo com a equação [3.1], o coeficiente é dado por:

$$m = d \ln \sigma / d \ln \dot{\epsilon}$$

Porém, fazendo-se a hipótese de volume constante, a equação [6.3] mostrou que:

$$\sigma = S (1 + e)$$

Aplicando-se a função logaritmo a esta última equação, obtém-se que:

$$\log \sigma = \log S + \log (1 + e)$$

Assim, pares $(\log \sigma, \log \dot{\epsilon})$ representam também pares $(\log S + \log (1 + e), \log \dot{\epsilon})$.

Agora, considerando-se que a deformação na qual a carga máxima $S_{\text{máx}}$ ocorre é constante,

independentemente da taxa de deformação, tem-se que a reta relativa aos pares $(\log \sigma, \log \dot{\epsilon})$ será paralela àquela obtida com pares $(\log S_{\max}, \log \dot{\epsilon})$.

Logo, o valor de m será o mesmo em ambos os casos. Daí ser possível tal estimativa.

Primeiramente, utilizou-se como taxa de deformação a taxa de deformação inicial, que é igual à nominal, com a qual se calculou a velocidade de deslocamento utilizada durante cada ensaio.

Os pares (taxa de deformação nominal, tensão nominal máxima) obtidos para cada temperatura são apresentados na figura 6.10.

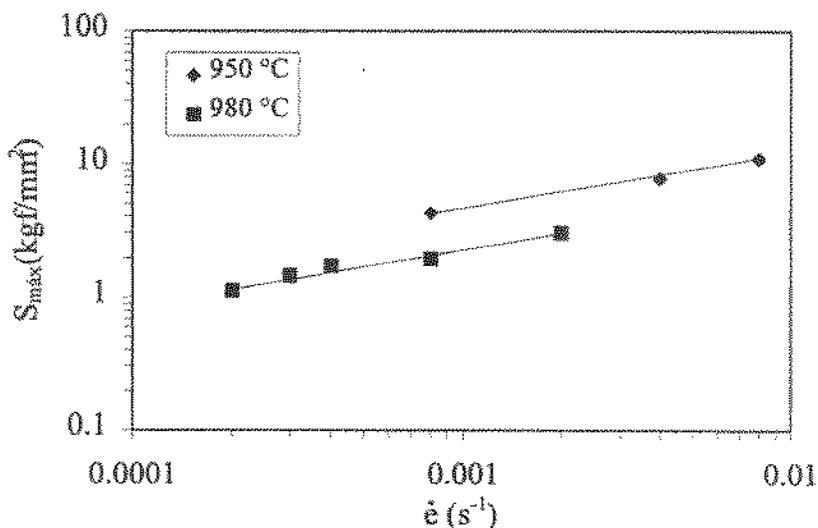


Figura 6.10. Curvas de tensão nominal máxima em função da taxa de deformação nominal utilizadas para a estimativa de m .

Entretanto, deve-se salientar que na realidade a carga máxima (ϵ , portanto, a tensão nominal máxima) é atingida em valores de deslocamento ligeiramente diferentes (ϵ , portanto, em diferentes deformações) para condições de taxa de deformação nominal distintas. Por este motivo este método, embora seja utilizado por alguns autores^(9,44), devido a esta restrição apresenta dúvidas quanto a sua precisão.

Além disso, nos ensaios conduzidos com velocidade de deslocamento constante, a taxa de deformação não se mantém durante o ensaio. Esta diminui à medida que o material se deforma.

Assim, uma melhor aproximação pode ser conseguida se forem traçadas curvas de tensão nominal máxima em função da taxa de deformação no ponto de máxima tensão.

A tensão nominal máxima é obtida como descrito anteriormente. Já, a taxa de deformação no ponto de máxima tensão pode ser estimada através do seguinte procedimento.

Sendo v_0 a velocidade de deslocamento correspondente a uma taxa de deformação nominal é escolhida para o ensaio e l_0 o comprimento útil inicial do corpo-de-prova, tem-se que:

$$\dot{\epsilon} = v_0 / l_0 \quad [6.5]$$

Porém, após uma variação de comprimento do corpo-de-prova de Δl_1 , o corpo-de-prova assumirá um novo comprimento, $l_0 + \Delta l_1$, e a taxa de deformação média neste instante será:

$$\dot{\epsilon}_1 = v_0 / (l_0 + \Delta l_1)$$

já que v_0 é constante durante o ensaio.

E assim sucessivamente, de modo que, para uma variação genérica de comprimento Δl_n do corpo-de-prova, a taxa de deformação média neste instante será:

$$\dot{\epsilon}_n = v_0 / (l_0 + \Delta l_n) \quad [6.6]$$

Substituindo-se o valor de v_0 de [6.5] em [6.6] obtém-se:

$$\dot{\epsilon}_n = (\dot{\epsilon} \cdot l_0) / (l_0 + \Delta l_n) \quad [6.7]$$

onde,

$\dot{\epsilon}_n$ = taxa de deformação real no instante n;

$\dot{\epsilon}$ = taxa de deformação nominal escolhida para o ensaio;

l_0 = comprimento útil inicial do corpo-de-prova;

Δl_n = variação do comprimento do corpo-de-prova após um tempo n.

É interessante notar que $\dot{\epsilon}_n$ é um valor médio da taxa de deformação, ou seja, seria a taxa de deformação em cada ponto do corpo-de-prova se a deformação fosse a mesma em cada um desses pontos (deformação homogênea).

A variação de $\dot{\epsilon}_n$ com o deslocamento pode ser vista na figura 6.11, onde $\dot{\epsilon}_n / \dot{\epsilon}$ é graficado em função de Δl_n , para $l_0 = 5,2$ mm. Observa-se que, de fato, a taxa de deformação verdadeira diminui ao longo da deformação feita em condições de velocidade de deslocamento constante.

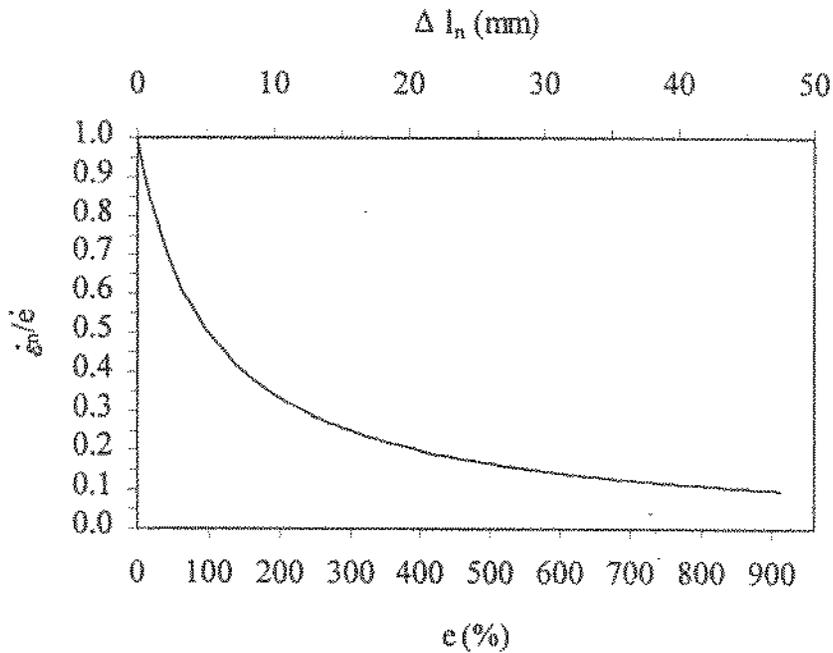


Figura 6.11. Variação de $\dot{\epsilon}_n / \dot{\epsilon}$ em função de Δl_n .

Assim, calculando-se $\dot{\epsilon}_n$ para o instante que a tensão nominal é máxima, obtém-se pares (tensão nominal máxima, taxa de deformação no ponto de máxima tensão nominal). Os pontos obtidos para cada temperatura são apresentados na figura 6.12.

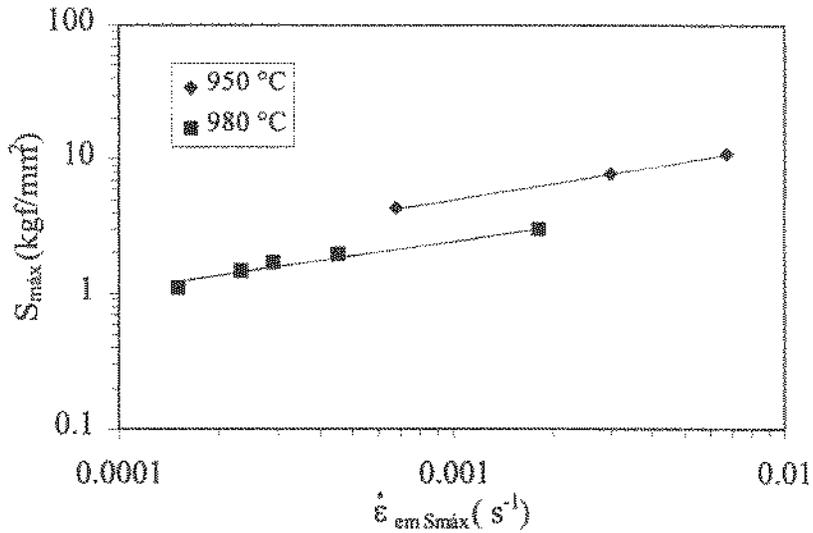


Figura 6.12. Curvas de tensão nominal máxima ($S_{máx}$) em função da taxa de deformação no ponto de máxima tensão ($\dot{\epsilon}_{em S_{máx}}$) utilizadas para a estimativa de m .

De posse das figuras 6.10 e 6.12, foi possível, então, estimar o valor de m para cada temperatura a partir da regressão linear dos pontos apresentados. Os resultados conseguidos são apresentados na tabela 6.3.

Tabela 6.3. Estimativas do coeficiente m por curvas de tensão nominal máxima x taxa de deformação nominal.

Tipo de análise	T (°C)	m
(a) $S_{máx} \times \dot{\epsilon}$	950	$0,40 \pm 0,03$
	980	$0,40 \pm 0,04$
(b) $S_{máx} \times \dot{\epsilon}_{em S_{máx}}$	950	$0,41 \pm 0,01$
	980	$0,38 \pm 0,04$

Constatou-se inicialmente que, para uma mesma temperatura e ao nível de 95% de confiança, não existem diferenças nos valores de m encontrados a partir da taxa de deformação nominal e da taxa de deformação no ponto de máxima carga. Provavelmente isto se deve ao fato de que a tensão nominal máxima ocorre em deformações baixas o suficiente para que a taxa de deformação seja ainda muito próxima à inicial.

A tabela 6.3 mostra ainda que, considerando-se um mesmo tipo de análise, os valores de m encontrados a 950°C são iguais àqueles relativos a 980°C a um nível de 95% de confiança. Isto contradiz aquilo que já foi mencionado anteriormente (item 2.3.2), ou seja, que o aumento da temperatura acarreta um aumento do valor de m .⁽²²⁾ Além disso, os valores de alongamento encontrados a 950°C foram inferiores àqueles a 980°C , o que indicaria diferentes valores de m nas diferentes temperaturas. Assim, estes dois fatos sugerem que a estimativa de m feita por estes tipos de análises não são sensíveis o suficiente para distinguir os diferentes comportamentos encontrados a 950° e 980°C .

b) Estimativa de m por $\sigma_{e_{\text{cte}}} \times \dot{\epsilon}$

O valor de m pode ainda ser estimado, para uma dada deformação, com base em curvas do logaritmo da tensão verdadeira em função do logaritmo da taxa de deformação.⁽²⁴⁾ Analogamente ao caso anterior, a inclinação da reta resultante fornece o valor de m .

Como procedimento, fixou-se um valor de ϵ e se extraiu de cada curva $\sigma \times \epsilon$ calculada anteriormente (figura 6.7) o respectivo valor de σ . Porém, cada curva está associada a uma certa taxa de deformação $\dot{\epsilon}$. Assim, tomando-se os pares $(\sigma, \dot{\epsilon})$ pode-se traçar uma curva $\log \sigma \times \log \dot{\epsilon}$ para uma dada temperatura e deformação. A inclinação da reta proporciona o valor de m , já que:

$$m = d(\log \sigma) / d(\log \dot{\epsilon})$$

Um resumo esquemático do procedimento adotado é apresentado na figura 6.13.

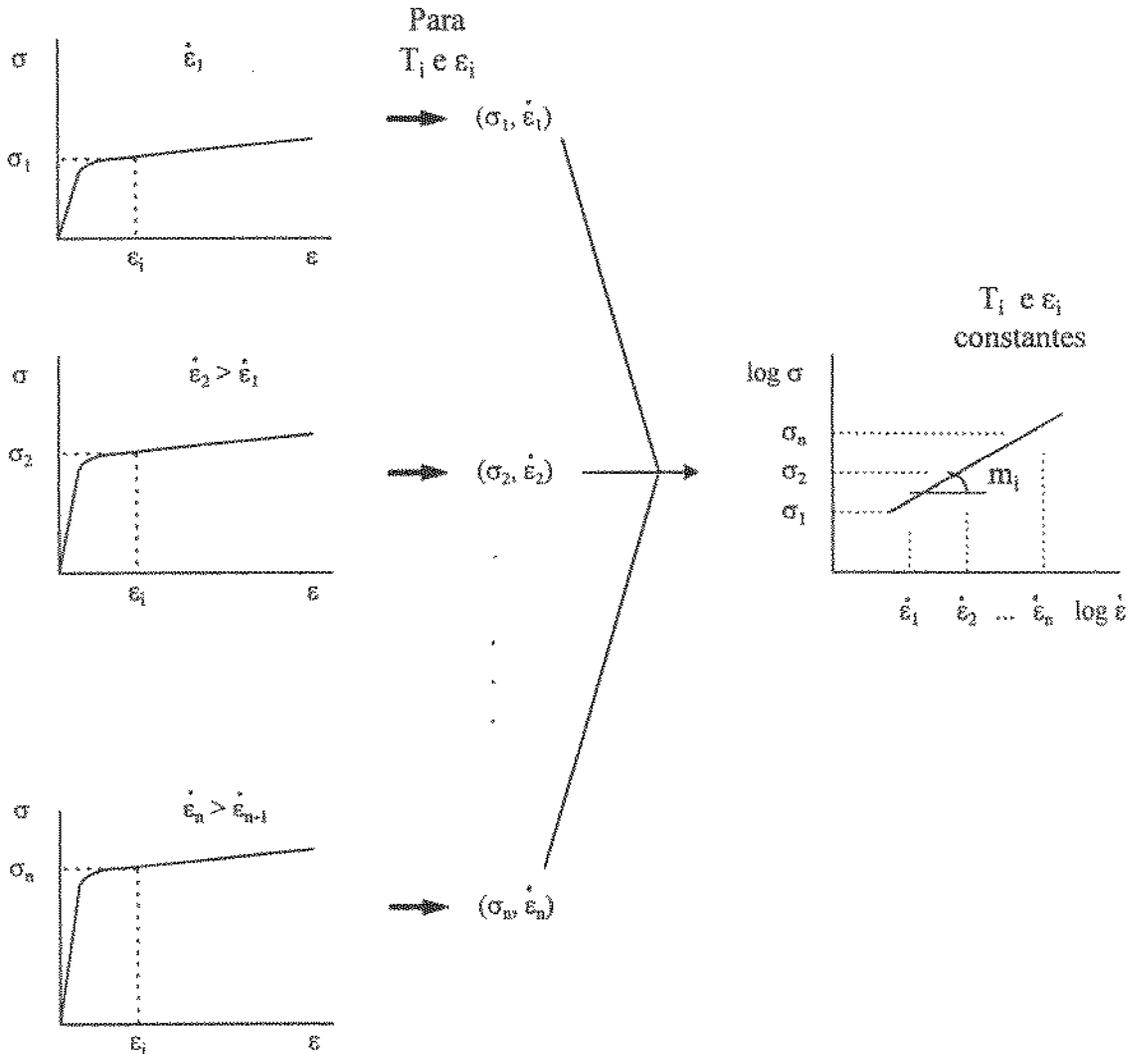


Figura 6.13. Esquema do procedimento adotado para estimativa de m_i para uma dada deformação ϵ_i através de curvas σ x $\dot{\epsilon}$.

Neste caso, tanto os cálculos feitos com a taxa de deformação nominal quanto aqueles feitos com a taxa de deformação no ponto onde a tensão é considerada devem resultar em valores idênticos de m . Aplicando-se a função logaritmo nos dois membros da equação [6.7] obtém-se:

$$\log \dot{\epsilon}_n = \log \dot{\epsilon} + \log l_0 - \log (l_0 + \Delta l_n)$$

onde os termos $\log l_0$ e $\log (l_0 + \Delta l_n)$ são constantes, porque para cada ϵ_n constante escolhido para a leitura da tensão, Δl_n será o mesmo (o que não ocorria na estimativa (a) $S_{m\max}$ x $\dot{\epsilon}$, onde a tensão máxima nominal ocorria para diferentes valores de Δl_n).

Então, para a deformação ϵ_n escolhida para a leitura de σ , a taxa de deformação será:

$$\log \dot{\epsilon}_n = \log \dot{\epsilon} + \text{constante}$$

Os pares $(\sigma, \dot{\epsilon}_{\text{no ponto de deformação } \epsilon})$ resultam, assim, em uma reta paralela àquela obtida com pares $(\sigma, \dot{\epsilon})$. Isso ocorre sem alteração da inclinação das retas, o que significa que o valor de m correspondente também será o mesmo (figura 6.14). Isso justifica o fato da literatura normalmente empregar a taxa de deformação nominal como um parâmetro de referência.

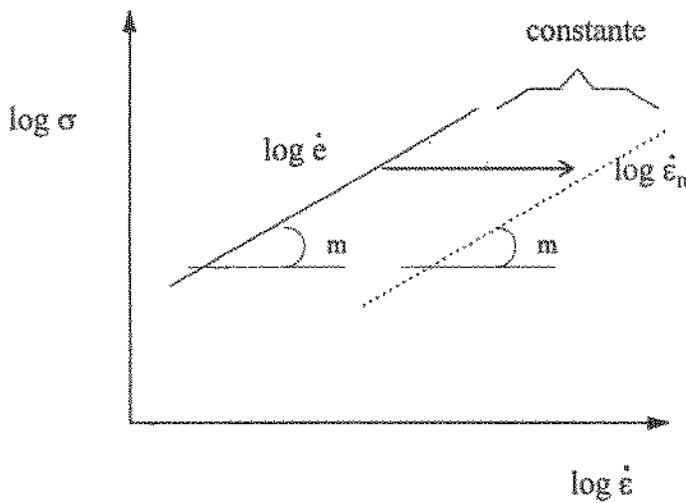


Figura 6.14. Curvas de tensão versus taxa de deformação considerando os valores nominais e reais.

Por isso, como referência utilizou-se a taxa de deformação nominal.

Empregando o procedimento acima mencionado, traçou-se um total de quatro curvas de tensão verdadeira *versus* taxa de deformação nominal para as temperaturas de 950°C e de 980°C, cada uma das quais associada a uma determinada deformação logarítmica escolhida. Estes valores de deformação logarítmica escolhidos foram: 33%, 52%, 67% e 81%. Deformações logarítmicas inferiores a cerca de 30% correspondem a deslocamentos ainda não suficientes para se ultrapassar o ponto de máxima carga em todas as condições utilizadas (a 950°C, figura 6.1 e a 980°C, figura 6.3). Por outro lado, para deformações logarítmicas maiores que 80%, as curvas obtidas não mais permitem uma estimativa precisa de m uma vez que as curvas de tensão verdadeira versus deformação logarítmica a partir das quais são

levantadas começam a apresentar instabilidades relacionadas a deformação localizada (a 950°C) e à cavitação, como já discutido no item 6.1.2.

As curvas de tensão verdadeira versus taxa de deformação nominal obtidas para cada uma das deformações escolhidas são apresentadas na figura 6.15.

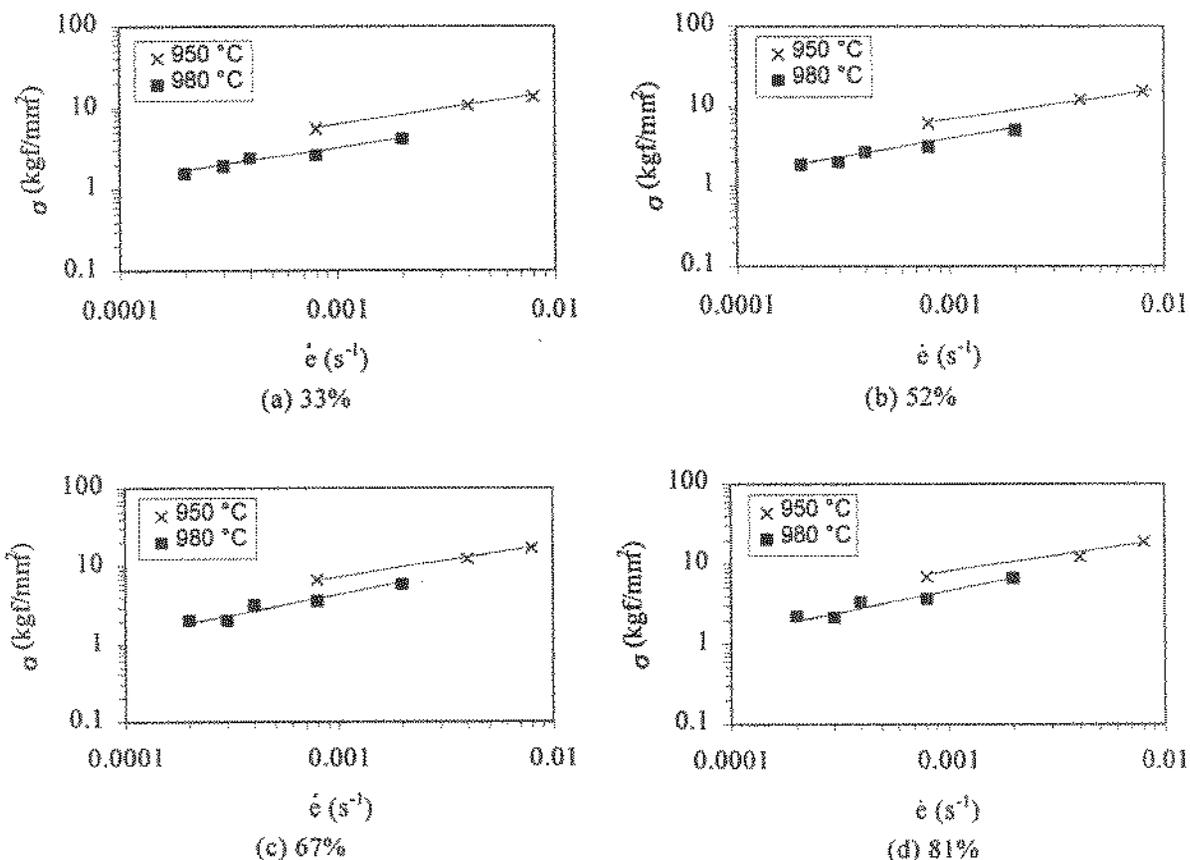


Figura 6.15. Curvas de tensão verdadeira (σ) versus taxa de deformação nominal ($\dot{\epsilon}$) para cada uma das deformações fixadas: (a) 33%, (b) 52%, (c) 67% e (d) 81%.

De posse da figura 6.15 foi possível, então, para cada temperatura e deformação logarítmica escolhida, estimar o valor de m a partir da regressão linear dos pontos apresentados.

A tabela 6.4 apresenta os valores de m determinados em função da deformação respectiva escolhida em cada caso.

Tabela 6.4. Estimativas do coeficiente m por curvas de tensão verdadeira x taxa de deformação nominal.

Temperatura (°C)	ϵ (%)	m
950	33	$0,40 \pm 0,01$
	52	$0,41 \pm 0,01$
	67	$0,41 \pm 0,03$
	81	$0,42 \pm 0,07$
980	33	$0,40 \pm 0,05$
	52	$0,44 \pm 0,04$
	67	$0,47 \pm 0,07$
	81	$0,48 \pm 0,08$

Os pontos da tabela 6.4 podem ser melhor visualizados na figura 6.16.

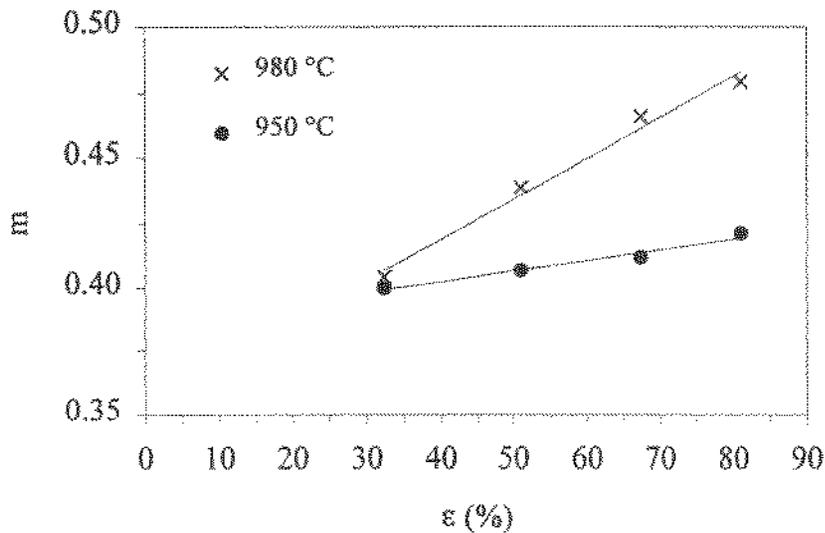


Figura 6.16. Valores de m obtidos por curvas do logaritmo da tensão verdadeira em função do logaritmo da taxa de deformação nominal para determinados valores de deformação.

A figura 6.16 mostra que, apesar de pequena, existe uma tendência ao aumento do valor médio de m com o aumento da deformação em ambas as temperaturas. Além disso, esta tendência é mais acentuada a 980°C.

Edington et al⁽⁹⁾ citam casos onde variações de m com a deformação são atribuídas a mudanças microestruturais, tais como crescimento de grão. Porém, o crescimento de grão tenderia a diminuir o valor de m ^(20,73) e não aumentá-lo.

Assim, provavelmente este efeito se deve ao fato de que, para deformações maiores, a hipótese de volume constante utilizada para a construção das curvas de tensão verdadeira

versus deformação logarítmica fica comprometida pela heterogeneidade da deformação (formação de cavidades e de estrição), como mencionado anteriormente.

c) Comparação entre os dois tipos de análises

De forma geral, pode-se dizer que o valor de m estimado é coerente com aqueles encontrados para aços inoxidáveis duplex superplásticos^(44,47,48,73). Entretanto, a comparação com dados da literatura não é trivial, pois, ao contrário dos resultados aqui apresentados, m depende da temperatura e da taxa de deformação. A tabela 6.5 resume alguns valores de m encontrados na literatura para aços inoxidáveis duplex superplásticos.

Tabela 6.5. Alguns valores de m encontrados na literatura para aços inoxidáveis duplex.

	composição química (%)											T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	m	ref.
	Cr	Ni	Mo	N	C	Si	Mn	Cu	Ti	P	S				
A	26	6,5	-	-	0,05	0,5	0,5	-	0,4	0,04	0,03	700	10 ⁻⁴ a 10 ⁻¹	0,35	73
												750		0,38	
												800		0,43	
												850		0,44	
												900		0,42	
												1020		0,54	
B	24,8	6,36	3,10	0,12	0,014	0,57	0,74	-	-	0,028	0,002	850	10 ⁻³	0,08	47
												900	a	0,05	
												950	10 ⁻²	0,24	
												1000		0,46	
C	24,7	6,82	2,79	0,143	0,017	0,48	0,85	0,46	-	0,025	0,001	900	10 ⁻²	0,40	46
												950	a	0,37	
												1000	10 ⁻²	0,45	
												1050		0,47	
D	23,0	7,08	1,47	0,147	0,033	0,60	0,51	1,03	-	0,006	0,006	825	5x10 ⁻³	0,17	10
												925	a	0,19	
												1025	4x10 ⁻⁴	0,42	
E	21,9	5,50	1,47	0,138	0,015	0,40	1,57	0,06	-	0,022	0,001	900	10 ⁻³ a 10 ⁻²	0,30	46
F	23,6	5,12	1,48	-	0,030	0,63	0,59	1,03	-	0,006	0,007	825	5x10 ⁻³	0,18	10
												925	a	0,21	
												1025	4x10 ⁻⁴	0,50	

Para os materiais desta tabela, ao contrário do material aqui estudado, estes valores de m não se mantiveram constantes ao longo de vários intervalos de taxa de deformação, pois para todos os materiais (com exceção de B) os autores encontraram uma relação sigmoideal entre a tensão e a taxa de deformação.

No presente trabalho, esta relação não foi constatada neste material pelos ensaios de tração. Para tal estimativa seria necessária a utilização de taxas extremamente baixas.

O efeito da temperatura sobre m também pode ser inferido da tabela 6.5. De forma geral, como citado anteriormente (figura 2.6), o aumento da temperatura tende a aumentar o valor de m . Além disso, Smith et al⁽⁷³⁾ salientam ainda que, com o aumento da temperatura, a região II superplástica se desloca para taxas de deformações maiores. Em ambos os casos, o efeito pode ser atribuído ao fato de que em temperaturas maiores se favorece o mecanismo de escorregamento de grão através do qual ocorre a deformação superplástica.

Porém, no presente trabalho os valores de m estimados com base em ensaios de tração a quente não apresentaram diferenças muito significativas, principalmente pela análise (a) $S_{máx} \times \dot{\epsilon}$ (tabela 6.3).

Já, a análise (b) $\sigma_{cte} \times \dot{\epsilon}$ resultou em valores próximos, porém com a tendência de crescimento de m com a temperatura.

Entretanto, é difícil avaliar de fato qual é o tipo de dependência que existe entre m e a temperatura, uma vez que apenas duas delas (950°C e 980°C) foram estudadas. Uma análise mais completa só poderia ser feita se outras temperaturas fossem avaliadas.

Conclui-se aqui que a análise das curvas de tração a quente (tanto pela análise (a) quanto pela análise (b)) exige um número de ensaios grande o suficiente para não só estimar m , mas também para acompanhar o comportamento da tensão com a taxa de deformação. Estes ensaios devem incluir não apenas variações de temperatura, mas principalmente de taxa de deformação. Neste último caso, a técnica torna-se demorada e trabalhosa, pois quanto menores as taxas de deformação utilizadas, maiores serão os tempos de ensaios, além de aumentar as dificuldades experimentais principalmente com respeito ao controle e homogeneidade da temperatura ao longo de todo corpo-de-prova à medida que o alongamento do material se torna cada vez maior.

Estas dificuldades experimentais aliadas ao fato da imprecisão na estimativa de m justificam o fato de se utilizar outras técnicas experimentais para determinação deste parâmetro.

Assim, para uma análise mais completa do comportamento do material através da determinação de m , optou-se por outros métodos, cujos resultados são apresentados a seguir.

6.2.2. Ensaio de mudança de taxa de deformação

Os resultados dos ensaios de mudança de taxa de deformação obtidos pelo método dos “ciclos múltiplos” e pelo método das “mudanças contínuas” são apresentados a seguir.

a) Ciclos múltiplos

As curvas de carga em função do deslocamento obtidas pela técnica de mudança de taxa de deformação por “ciclos múltiplos” são apresentadas de forma esquemática na figura 6.17.

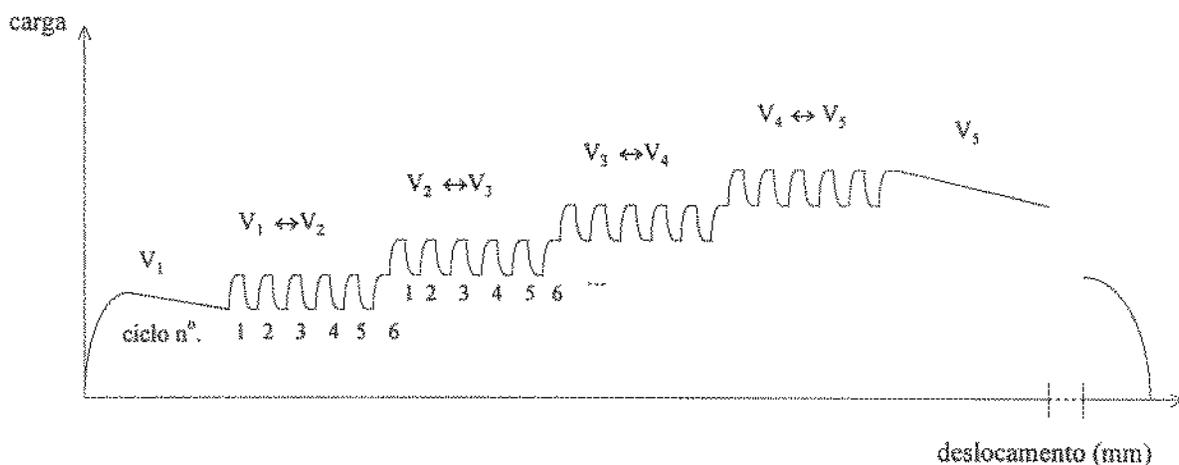


Figura 6.17. Curva esquemática de carga em função do deslocamento para o ensaio de mudança de taxa de deformação por “ciclos múltiplos”. Nota: $V_{i+1} > V_i$.

Embora os fundamentos da análise utilizada neste tipo de ensaio seja efetuada com base nesta curva esquemática, inclui-se também a título de ilustração uma das curvas experimentais obtidas durante um ensaio a 980°C (figura 6.18).

Carga (kgf)

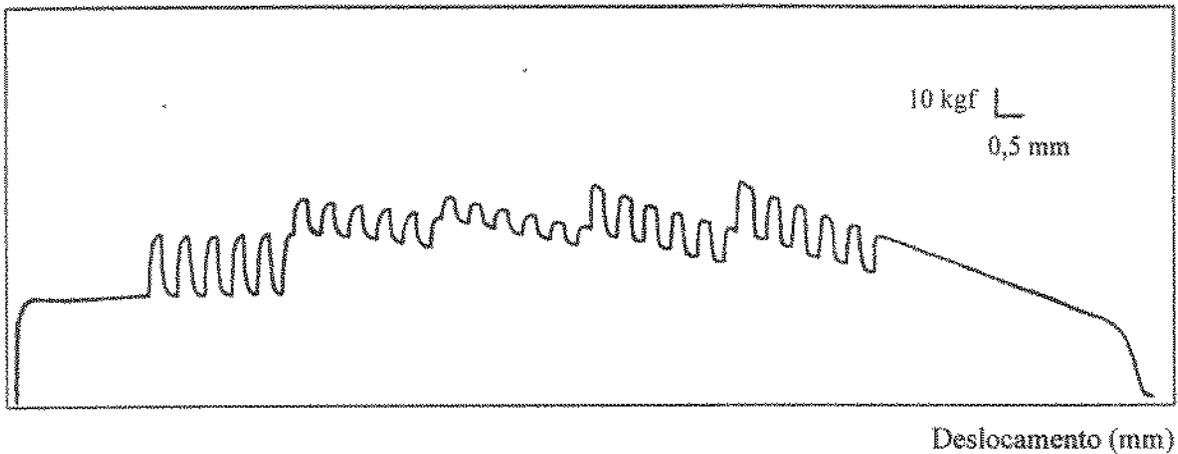


Figura 6.18. Curva experimental de carga em função do deslocamento para um dos ensaios de mudança de taxa de deformação pelo método dos “ciclos múltiplos” obtida a 980°C (ensaio 20, tabela 5.2)

Para cada intervalo $V_i \leftrightarrow V_{i+1}$ foram obtidos, então, cinco ciclos completos (n° 1 a 5, figura 6.17) e um ciclo (n° 6, figura 6.17) composto por uma mudança $V_i \rightarrow V_{i+1}$. Cada um desses ciclos de cada intervalo de velocidades foi analisado pelos métodos 1 a 6 descritos anteriormente (item 3.2.2). Deve-se ressaltar que os valores verdadeiros de taxa de deformação utilizados nos métodos 2, 5 e 6 foram aqui aproximados pelos valores de taxa de deformação nominal, uma vez que os intervalos de 5% de deformação nominal utilizados entre uma mudança e outra são curtos o suficiente para se assumir que não ocorrem alterações significativas do valor da taxa de deformação inicial (para 5% de deformação nominal, há uma redução de cerca de 5% da taxa de deformação inicial).

Os valores de m calculados por cada um dos métodos para os diferentes ciclos (n° 1 a 6) de um mesmo intervalo de velocidades de deslocamento ($V_i \leftrightarrow V_{i+1}$) mostraram-se independentes da deformação. Sob este aspecto, um único ciclo relativo a um determinado intervalo de taxas de deformação já seria suficiente para a estimativa de m para aquele intervalo por qualquer um dos métodos. Por outro lado, a presença de vários ciclos para um mesmo intervalo de taxas de deformação facilitaram a análise pelos métodos 1 e 3, porque ambos dependem de extrapolações das curvas (pontos E e E' para o método 3 e ponto B para o método 1, figura 3.2, rerepresentada a seguir). Estas extrapolações tornaram-se mais precisas e menos subjetivas com um maior número de ciclos, permitindo verificar a real tendência das curvas em cada uma das taxas de deformação utilizadas em cada intervalo.

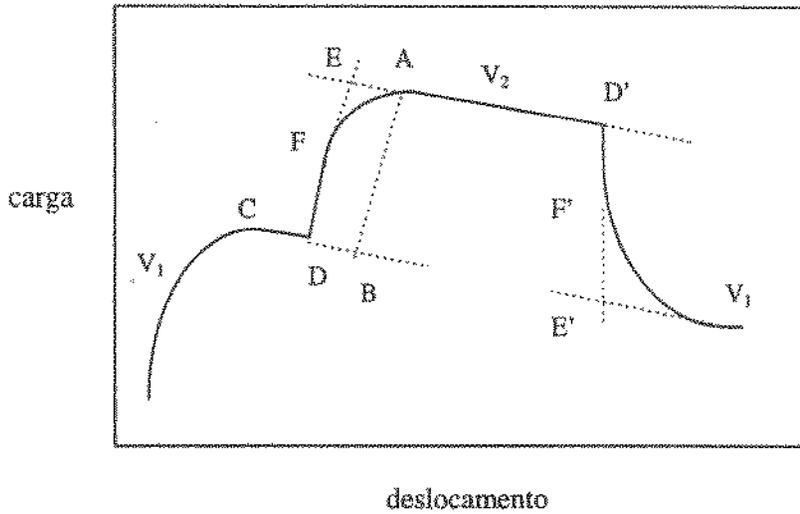


Figura 3.2. Curva esquemática obtida em um ensaio de mudança de taxa de deformação com uma velocidade V_1 até o ponto D onde esta velocidade é aumentada para V_2 e em D' novamente reduzida para V_1 .⁽⁹⁾

Em vista da tendência descrita acima e a fim de se fazer uma avaliação representativa do valor de m para cada intervalo de taxa de deformação, efetuou-se uma média desses valores obtidos nos vários ciclos de um mesmo intervalo. Os resultados encontrados são apresentados nas tabelas 6.6 e 6.7 relativas aos ensaios realizados, respectivamente, a 950°C e 980°C .

Tabela 6.6. Valores médios de m para cada intervalo de taxas de deformação para os ensaios a 950°C.
O subíndice indica o método utilizado para a determinação do valor de m (item 3.2.2).

método	ensaio	intervalos de taxa de deformação nominal(s^{-1})							
		2×10^{-3} 3×10^{-4}	3×10^{-4} 4×10^{-4}	4×10^{-4} 8×10^{-4}	8×10^{-4} 2×10^{-3}	2×10^{-3} 3×10^{-3}	3×10^{-3} 4×10^{-3}	4×10^{-3} 8×10^{-3}	8×10^{-3} 2×10^{-2}
m_1	22	-	0,46 ^(c)	0,46±0,01	0,43±0,01	0,37±0,01	-	-	-
	23	0,47±0,01	-	-	0,42±0,01	0,37±0,01	0,35±0,02	0,33±0,01	0,28±0,01
$m_2^{(a)}$	22	-	-	0,53	0,44	0,38	-	-	-
	23	^(b)	-	-	0,45	0,40	0,35	0,30	0,26
m_{3a}	22	-	0,49 ^(b)	0,47±0,01	0,43±0,01	0,38±0,01	-	-	-
	23	0,47±0,02	-	-	0,42±0,01	0,37±0,01	0,36±0,01	0,33±0,01	0,28±0,01
m_{3b}	22	-	0,45 ^(c)	0,46±0,02	0,44±0,01	0,40±0,01	-	-	-
	23	0,45±0,01	-	-	0,42±0,01	0,39±0,01	0,38±0,01	0,34±0,01	0,30±0,01
m_{4a}	22	-	0,34 ^(c)	0,33±0,02	0,31±0,03	0,28±0,02	-	-	-
	23	0,32±0,02	-	-	0,30±0,02	0,28±0,01	0,26±0,03	0,26±0,02	0,21±0,02
m_{4b}	22	-	0,28 ^(b)	0,36±0,04	0,31±0,05	0,32±0,02	-	-	-
	23	0,35±0,02	-	-	0,31±0,02	0,30±0,02	0,27±0,02	0,27±0,04	0,27±0,01
m_5	22	-	0,51 ^(c)	0,48±0,01	0,42±0,01	0,36±0,01	-	-	-
	23	0,53±0,02	-	-	0,43±0,01	0,33±0,01	0,33±0,02	0,32±0,01	0,27±0,01
m_6	22	-	0,57 ^(c)	0,49±0,01	0,43±0,01	0,35±0,01	-	-	-
	23	0,53±0,01	-	-	0,43±0,01	0,38±0,02	0,33±0,02	0,31±0,01	0,26±0,01

(a) valores relativos a um único resultado;

(b) não foi possível o cálculo em função de problemas com o registro;

(c) valores relativos à média dos dois últimos ciclos deste intervalo.

Tabela 6.7. Valores médios de m para cada intervalo de taxas de deformação para ensaios a 980°C. O subíndice indica o método utilizado para a determinação do valor de m (item 3.2.2).

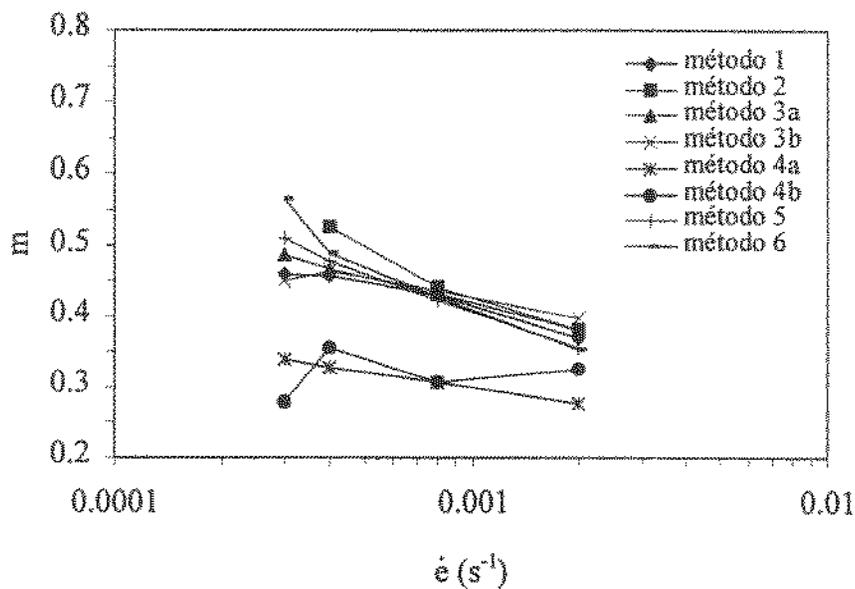
método	ensaio	intervalos de taxa de deformação nominal (s^{-1})							
		2×10^{-3} 3×10^{-4}	3×10^{-3} 4×10^{-4}	4×10^{-3} 8×10^{-4}	8×10^{-3} 2×10^{-3}	2×10^{-3} 3×10^{-3}	3×10^{-3} 4×10^{-3}	4×10^{-3} 8×10^{-3}	8×10^{-3} 2×10^{-2}
m_1	14	0,68±0,04	0,65±0,03	0,58±0,01	0,47±0,01	-	-	-	-
	19	-	0,62±0,03	0,59±0,01	0,49±0,01	0,41±0,02	0,37±0,01	0,33±0,01	0,27±0,01
	20	-	-	-	0,49±0,01	0,46±0,01	0,41±0,01	0,36±0,01	0,30±0,01
$m_2^{(a)}$	14	0,72	0,69	0,59	0,47	-	-	-	-
	19	-	0,69	0,57	0,50	0,37	0,35	0,31	0,25
	20	-	-	-	0,52	0,54	0,41	0,36	0,29
m_{3a}	14	0,67±0,06	0,66±0,02	0,60±0,01	0,47±0,01	-	-	-	-
	19	-	0,63±0,03	0,58±0,01	0,50±0,01	0,41±0,02	0,38±0,01	0,33±0,01	0,27±0,01
	20	-	-	-	0,50±0,01	0,47±0,02	0,42±0,02	0,36±0,01	0,30±0,01
m_{3b}	14	0,66±0,03	0,65±0,03	0,58±0,01	0,47±0,01	-	-	-	-
	19	-	0,59±0,05	0,58±0,01	0,49±0,01	0,40±0,03	0,39±0,01	0,33±0,01	0,28±0,01
	20	-	-	-	0,50±0,01	0,46±0,01	0,43±0,01	0,34±0,01	0,31±0,01
m_{4a}	14	0,43±0,01	0,38±0,03	0,42±0,01	0,34±0,02	-	-	-	-
	19	-	0,40±0,04	0,40±0,02	0,38±0,02	0,30±0,02	0,32±0,04	0,27±0,01	0,23±0,01
	20	-	-	-	0,36±0,02	0,32±0,02	0,30±0,02	0,30±0,02	0,24±0,02
m_{4b}	14	0,42±0,01	0,39±0,03	0,38±0,02	0,35±0,01	-	-	-	-
	19	-	0,40±0,04	0,40±0,02	0,37±0,01	0,31±0,01	0,33±0,03	0,31±0,01	0,26±0,02
	20	-	-	-	0,34±0,03	0,33±0,01	0,39±0,02	0,30±0,02	0,25±0,02
m_5	14	0,73±0,03	0,68±0,02	0,60±0,05	0,47±0,01	-	-	-	-
	19	-	0,64±0,04	0,59±0,02	0,49±0,01	0,39±0,03	0,35±0,01	0,31±0,01	0,25±0,01
	20	-	-	-	0,52±0,01	0,48±0,03	0,40±0,02	0,34±0,01	0,29±0,01
m_6	14	0,74±0,03	0,67±0,04	0,60±0,01	0,47±0,01	-	-	-	-
	19	-	0,60±0,03	0,58±0,02	0,49±0,01	0,38±0,03	0,34±0,02	0,29±0,02	0,24±0,01
	20	-	-	-	0,53±0,01	0,49±0,02	0,43±0,02	0,35±0,01	0,28±0,01

(a) valores relativos a um único resultado;

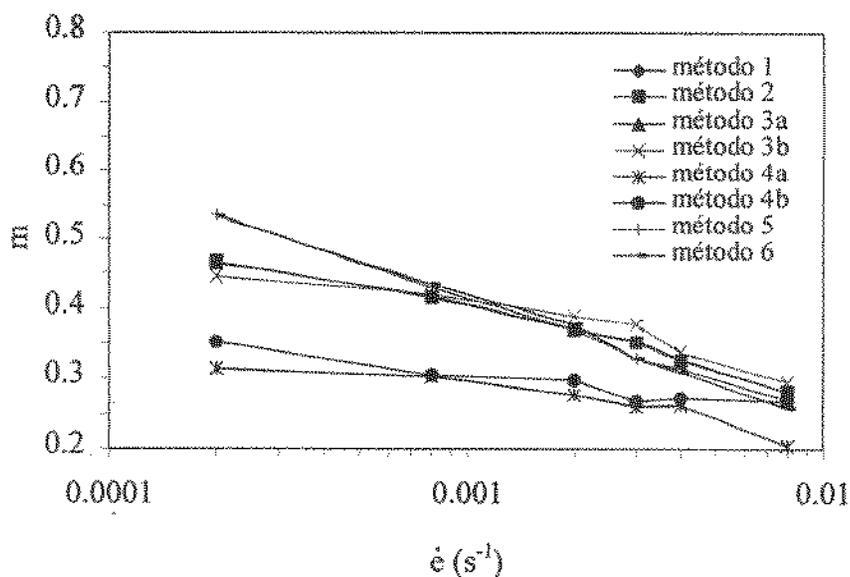
Em ambas as tabelas, os valores de m_2 são relativos a um único resultado, posto que este método m_2 só é aplicável ao primeiro ciclo de cada um dos intervalos, nos quais é possível a determinação de um ponto C (figura 3.2). Já, os valores de m_{3b} e m_{4b} representam a média de cinco ciclos (de n^o 1 a 5), pois no ciclo n^o 6 não há redução da taxa de deformação e os pontos utilizados nestes métodos não podem ser obtidos, impossibilitando a análise nesta condição. Nos demais métodos (m_1 , m_{3a} , m_{4a} , m_5 e m_6) os valores representam a média de todos os ciclos (n^o 1 a 6).

A fim de efetuar uma comparação dos métodos, os resultados das tabelas 6.6 e 6.7 podem ser melhor visualizados, respectivamente, nas figuras 6.19 e 6.20, onde o valor de m_1

para cada método "i" é colocado em função da menor taxa de deformação nominal utilizada em cada intervalo ($V_i \leftrightarrow V_{i+1}$).



(a)



(b)

Figura 6.19. Valores médios de m em função da taxa de deformação nominal para cada um dos métodos de análise empregados nos ensaios de mudança de taxa de deformação a 950°C. (a) ensaio 22 e (b) ensaio 23.

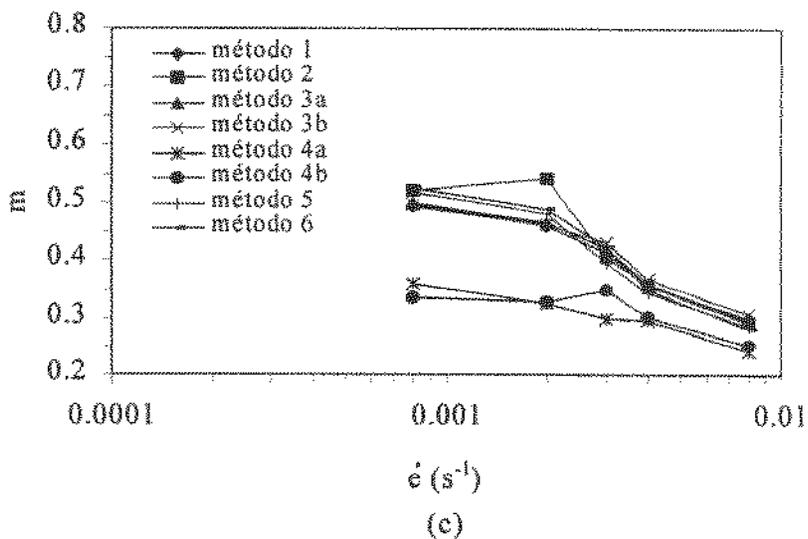
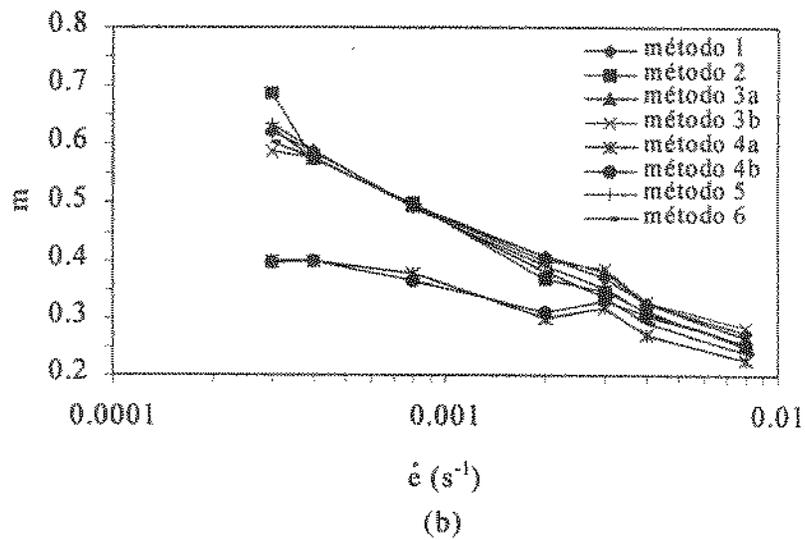
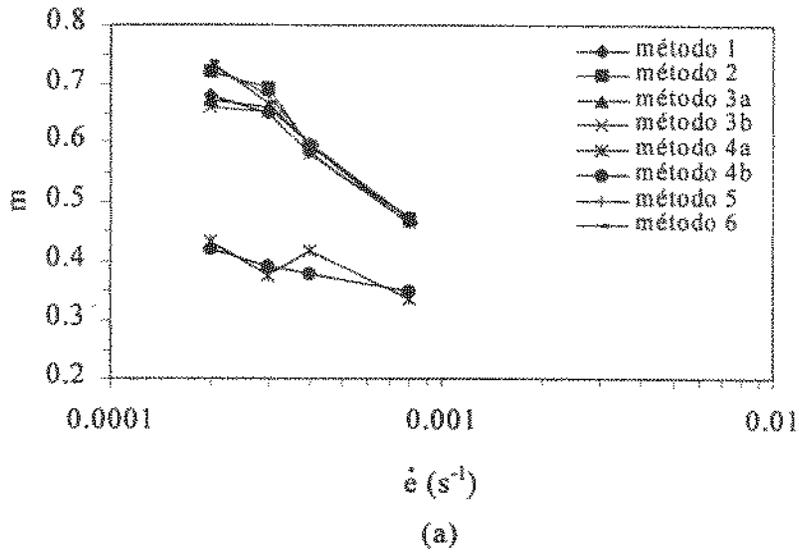


Figura 6.20. Valores médios de m em função da taxa de deformação para cada um dos métodos de análise empregados nos ensaios de mudança de taxa de deformação a 980°C. (a) ensaio 14, (b) ensaio 19 e (c) ensaio 20.

Em relação aos **métodos de análise**, nota-se inicialmente que os métodos 1, 2, 3 (a e b), 5 e 6 resultaram em valores de m equivalentes. Isto é decorrente da própria metodologia. Como visto no item 3.2.2, a análise para a obtenção dos valores de m pelos métodos 1, 2, 3 (a e b), 5 e 6 considera a relação entre os pontos (A e B), (A e C), (E e D), (D' e E'), (A e D) e (D' e D), respectivamente (figura 3.2). Contudo, a relação entre esses pontos é aproximadamente a mesma, justificando este resultado.

Deve-se ressaltar nesse ponto que o método 2 resulta em um único valor de m , pois só pode ser aplicado ao primeiro ciclo de cada um dos intervalos de deformação, uma vez que somente neste ciclo é possível obter a relação entre máximos de tensão (pontos A e C, figura 3.2).

Já, os métodos 4a e 4b fornecem valores próximos entre si, mas inferiores aos demais métodos 1, 2, 3 (a e b), 5 e 6. Como mencionado no item 3.2.2, os métodos 4a e 4b baseiam-se, respectivamente, nos pontos (F e D) e (D' e F') (figura 3.2), cujas relações são inferiores às dos demais métodos.

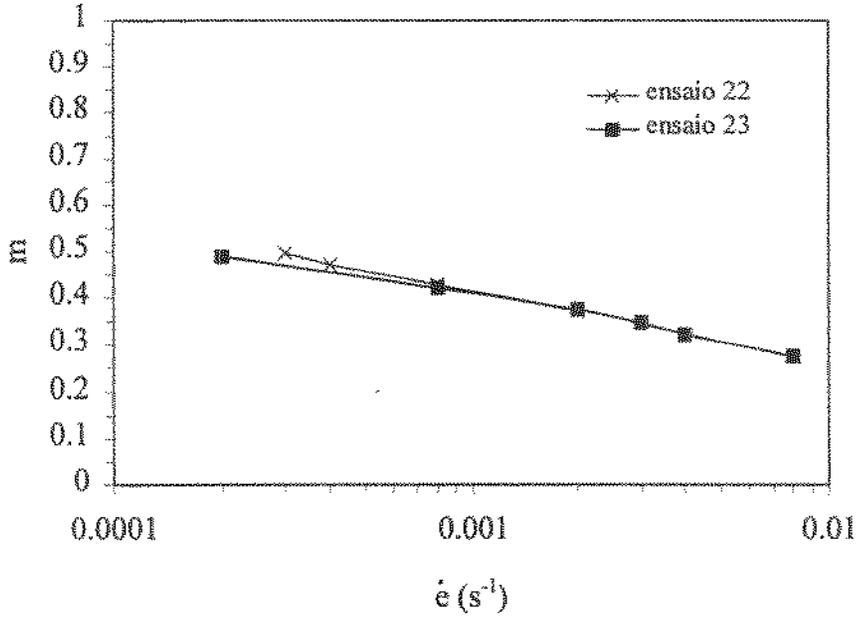
Por estes motivos, os valores calculados pelos métodos 4 (m_{4a} e m_{4b}) e 2 (m_2) serão descartados para as considerações que seguem.

A fim de verificar o efeito da taxa de deformação utilizada para se atingir a deformação prévia de 50% antes do início das mudanças de velocidade, efetuou-se uma média dos diferentes valores de m encontrados pelos distintos métodos para cada uma das taxas de deformação. Os resultados são apresentados na tabela 6.8.

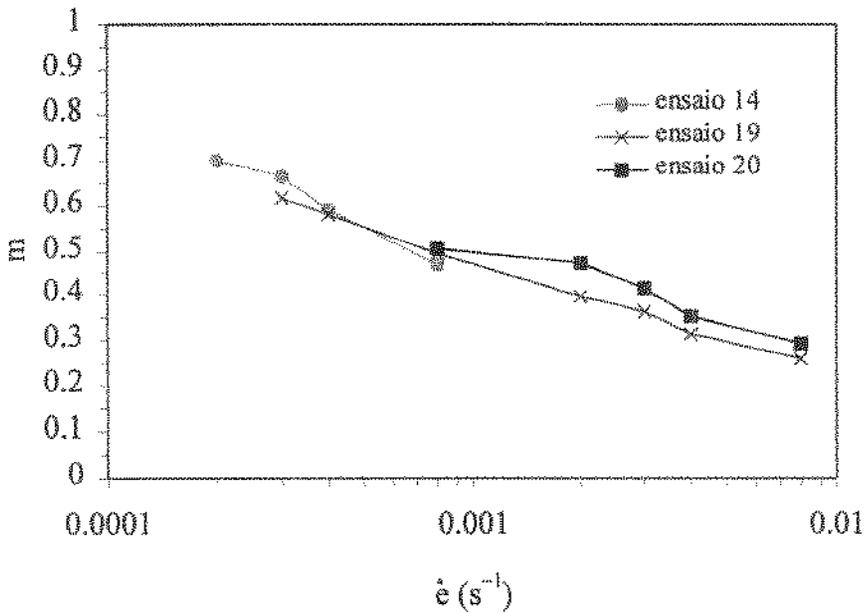
Tabela 6.8. Valores médios de m para cada um dos intervalos de taxas de deformação nominais obtidos para os vários ensaios realizados em diferentes temperaturas.

		valores médios de m							
T (°C)	ensaio	intervalos de taxa de deformação nominal (s^{-1})							
		2×10^{-3} 3×10^{-4}	3×10^{-4} 4×10^{-4}	4×10^{-4} 8×10^{-4}	8×10^{-4} 2×10^{-3}	2×10^{-3} 3×10^{-3}	3×10^{-3} 4×10^{-3}	4×10^{-3} 8×10^{-3}	8×10^{-3} 2×10^{-2}
950	22	-	0,50±0,05	0,47±0,02	0,43±0,01	0,37±0,02	-	-	-
	23	0,49±0,04	-	-	0,42±0,01	0,38±0,03	0,35±0,03	0,32±0,02	0,28±0,02
980	14	0,70±0,05	0,62±0,05	0,58±0,03	0,47±0,01	-	-	-	-
	19	-	0,62±0,04	0,58±0,02	0,49±0,01	0,40±0,03	0,37±0,02	0,32±0,02	0,26±0,02
	20	-	-	-	0,51±0,02	0,47±0,02	0,42±0,02	0,35±0,01	0,29±0,02

Os dados da tabela 6.8 foram reunidos em gráficos de m em função da menor taxa de deformação nominal utilizada em cada intervalo, figura 6.21.



(a)



(b)

Figura 6.21. Valores médios de m obtidos para cada taxa de deformação nominal pelo método dos “ciclos múltiplos” para os ensaios realizados a (a) 950°C e (b) 980°C.

A figura 6.21 mostra que para uma mesma temperatura não existem diferenças significativas nos valores de m para os distintos ensaios que se iniciam com diferentes taxas de deformação. Resultado semelhante foi obtido por Tandon e Murty⁽⁷⁴⁾. Estes autores⁽⁷⁴⁾ estudaram uma liga comercial eutetóide Zn-Al através do ensaio de mudança de taxa de deformação⁽⁵¹⁾, onde previamente ao início da primeira mudança de taxa de deformação, as amostras foram pré-deformadas até uma deformação logarítmica de 40% (equivalente a uma deformação nominal de cerca de 50%) em duas diferentes taxas de deformação: uma típica da região I (da ordem de 10^{-2} - 10^{-3} s⁻¹) e outra típica da região II superplástica (duas ordens de grandeza maior). Verificou-se que o valor de m encontrado no trecho superplástico não era afetado pela taxa de deformação utilizada para atingir a deformação prévia de 50% sofrida pelo material.

Porém, no caso do presente trabalho as taxas de deformação utilizadas na deformação prévia de 50% (deformação nominal) são praticamente da mesma ordem de grandeza. Isto sugere que, provavelmente, após a deformação inicial de 50% (imposta antes do início das mudanças de velocidade, item 5.3) a microestrutura do material fica estável e se encontra em um regime homogêneo de superplasticidade. Isto implicaria que todas as mudanças de velocidade ocorreriam sobre uma mesma estrutura, justificando os valores equivalentes de m para as mesmas taxas de deformação nominais estudadas nos diferentes ensaios.

Entretanto, a rigor, esta hipótese de mesma estrutura só poderia ser verificada através de um estudo sistemático da evolução da mesma com a deformação para as várias taxas de deformação e temperaturas.

Como não foi observada uma influência do tipo de pré-deformação sobre o valor de m , as duas retas relativas às duas temperaturas da figura 6.21 foram reunidas em um só gráfico (figura 6.22) a fim de facilitar a análise dos resultados e obter uma **tendência geral do valor de m** com as várias taxas de deformação.

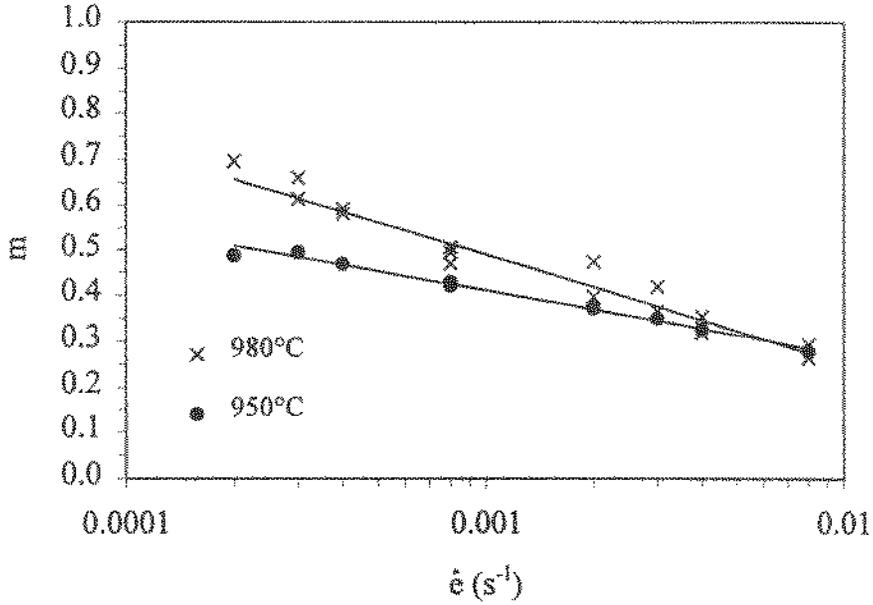


Figura 6.22. Linhas de tendência do valor de m com a taxa de deformação nominal para os ensaios de mudança de taxa de deformação por “ciclos múltiplos” para as temperaturas de 950°C e 980°C.

De forma geral, observa-se que tanto a 980°C quanto a 950°C, m tende a diminuir com o aumento da taxa de deformação.

Como o valor de m está diretamente relacionado com o alongamento, ambos são apresentados em função da taxa de deformação nominal na figura 6.23, a fim de facilitar a discussão a seguir.

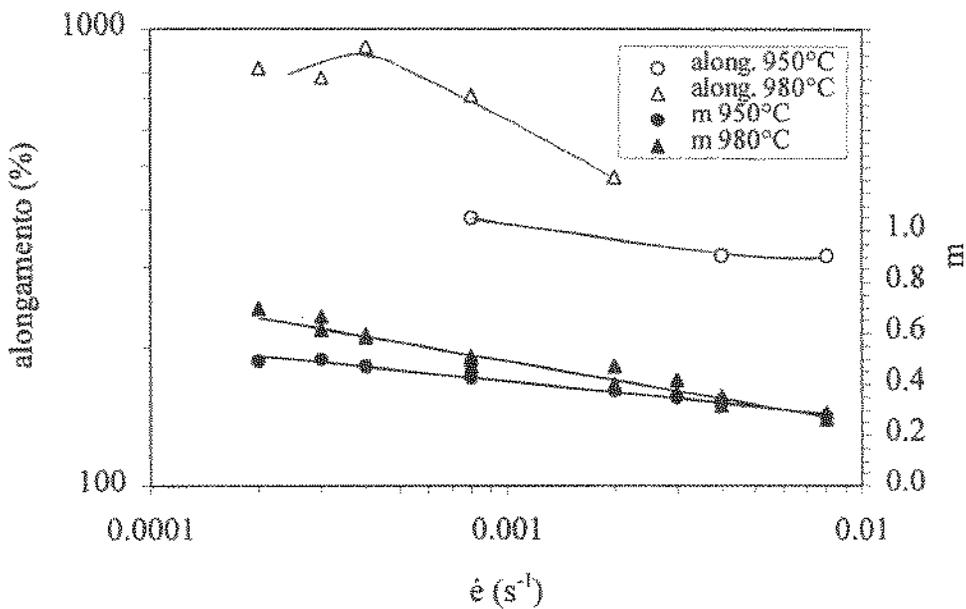


Figura 6.23. Variação do alongamento (%) e do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação (m) em função da taxa de deformação nominal para as temperaturas de 950°C e 980°C.

A figura 6.23 mostra que a 980°C m é maior do que a 950°C e esta diferença se acentua em baixas taxas de deformação, ou seja, a transição de valores de m correspondente à região III ($m \sim 0,3$) para a região II ($m \geq 0,5$) ocorre em taxas de deformação mais altas para 980°C do que para 950°C . Isto é coerente com o fato dos alongamentos a 980°C terem sido maiores do que a 950°C nos ensaios de tração.

A figura 6.23 mostra ainda que um máximo de alongamento nos ensaios de tração foi encontrado (item 6.1.1) a 980°C para uma taxa de deformação nominal de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e não em $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, para a qual o valor de m é maior.

Este mesmo comportamento de m com a taxa de deformação foi encontrado por Lee et al⁽¹³⁾ para uma liga TiAl testada em um intervalo de temperaturas de 1180°C a 1300°C e em uma faixa de taxas de deformação nominais de $4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ a $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Neste trabalho, o pico de máximo alongamento também foi obtido não para a menor taxa de deformação, mas sim, para um valor intermediário ($8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) dentro do intervalo utilizado.

Por outro lado, Maehara e Ohmori⁽⁴⁴⁾ testaram um aço duplex 25%Cr-6,5%Ni-3%Mo-0,14%N em duas temperaturas, 1050°C e 900°C , em um intervalo de taxas de deformação nominais de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ e encontraram picos de máximo alongamento em taxas de deformação nominais entre $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ para as quais o valor de m também foi máximo.

O resultado obtido por Maehara e Ohmori⁽⁴⁴⁾ é coerente se for considerado o fato que em condições superplásticas o material apresenta elevada sensibilidade à taxa de deformação.⁽⁷⁵⁾ Porém, tanto no presente trabalho quanto no de Lee et al⁽¹³⁾ não se detectou uma diminuição de m para velocidades imediatamente inferiores ao pico de máximo alongamento.

Entretanto, deve-se salientar que os picos de alongamento e de m obtidos por Maehara e Ohmori⁽⁴⁴⁾ se encontram em taxas de deformação da mesma ordem de grandeza, mas não exatamente idênticos. Se tanto no presente trabalho quanto no de Lee et al⁽¹³⁾ fossem testadas taxas ainda menores, provavelmente o valor máximo de m poderia ser determinado.

Finalmente, a transição da região III para a região II, em termos de taxa de deformação, não é simples de ser definida, pois os valores de m crescem com a redução da

taxa de deformação. Se esta transição for definida como aquela onde o valor de m se torna maior que 0,5, então, pode-se dizer que a mesma se encontra em uma taxa de deformação nominal ao redor de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ para 980°C e de $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ para 950°C .

b) Mudanças contínuas

A curva de carga em função do deslocamento obtida pela técnica de mudança de taxa de deformação por “mudanças contínuas” para a temperatura de 980°C é apresentada de forma esquemática na figura 6.24.

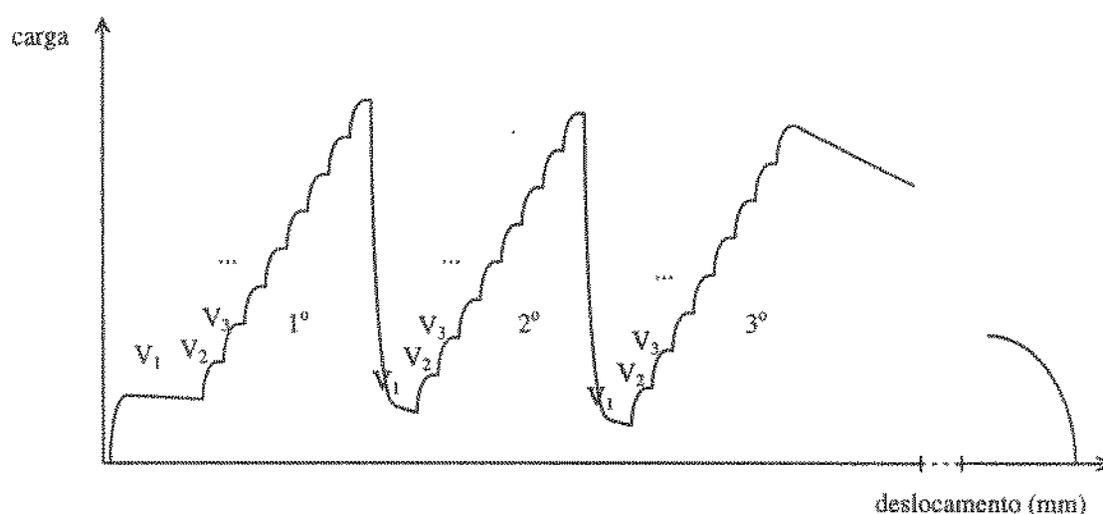


Figura 6.24. Curva esquemática de carga em função do deslocamento para o ensaio de mudança de taxa de deformação por “mudanças contínuas”. Nota: $V_{i+1} > V_i$.

Esta curva foi analisada de duas formas distintas. Na primeira delas, o valor de m foi estimado analiticamente pelo método 6 (item 3.2.2) de maneira análoga àquela utilizada em “ciclos múltiplos” e na segunda, o valor de m foi estimado graficamente por curvas de tensão *versus* taxa de deformação. Ambas são descritas em detalhes a seguir.

Estimativa de m por método analítico

Inicialmente, cada uma das três partes da curva obtida (1º, 2º e 3º, figura 6.24) foi estudada de forma analítica pelo método 6 (item 3.2.2):

$$m_6 = \log (\sigma_D / \sigma_D) / \log (\dot{\epsilon}_D / \dot{\epsilon}_D)$$

onde

$\sigma_{D'}$ é a máxima tensão verdadeira obtida com a taxa de deformação $\dot{\epsilon}_{D'}$.

σ_D é a máxima tensão verdadeira obtida com a taxa de deformação $\dot{\epsilon}_D < \dot{\epsilon}_{D'}$.

Tal como no método dos “ciclos múltiplos”, aqui o valor de $\dot{\epsilon}_{D'}$ e $\dot{\epsilon}_D$ foram aproximados pelos respectivos valores de taxa de deformação nominal. Os resultados obtidos são apresentados na tabela 6.9.

Tabela 6.9. Valores de m obtidos através do método 6 para o ensaio de “mudanças contínuas” conduzido a 980°C. Nota: os trechos 1º, 2º e 3º referem-se a cada uma das três partes da curva esquemática experimental (figura 6.24).

ensaio		m_6								
		trecho	intervalos de taxa de deformação nominal (s^{-1})							
			1×10^{-4} 2×10^{-4}	2×10^{-4} 3×10^{-4}	3×10^{-4} 4×10^{-4}	4×10^{-4} 8×10^{-4}	8×10^{-4} 2×10^{-3}	2×10^{-3} 3×10^{-3}	3×10^{-3} 4×10^{-3}	4×10^{-3} 8×10^{-3}
18	1º	0,73	0,66	0,70	0,51	0,39	0,29	0,21	0,26	
980°C	2º	0,46	0,63	0,58	0,57	0,58	0,50	0,39	0,29	
	3º	0,52	0,68	0,61	0,62	0,51	0,40	0,34	0,28	
	média	$0,57 \pm 0,12$	$0,65 \pm 0,02$	$0,63 \pm 0,05$	$0,57 \pm 0,05$	$0,49 \pm 0,08$	$0,40 \pm 0,09$	$0,31 \pm 0,07$	$0,28 \pm 0,01$	

Observa-se que há uma dispersão maior dos valores de m_6 obtidos por esta técnica em relação àqueles encontrados pela técnica dos “ciclos múltiplos”. No método dos “ciclos múltiplos” discutido anteriormente o valor de m_6 para cada intervalo de taxas de deformação representa uma média entre vários ciclos, ao passo que pelas “mudanças contínuas”, cada um dos intervalos de taxas de deformação de cada trecho da curva (1º, 2º e 3º) fornece um único valor de m .

Os valores médios de m em função da taxa de deformação nominal inferior da tabela 6.9 de cada intervalo de mudança de taxa de deformação nominal (correspondente às velocidades de deslocamento $V_i \rightarrow V_{i+1}$) podem ser visualizados na figura 6.25.

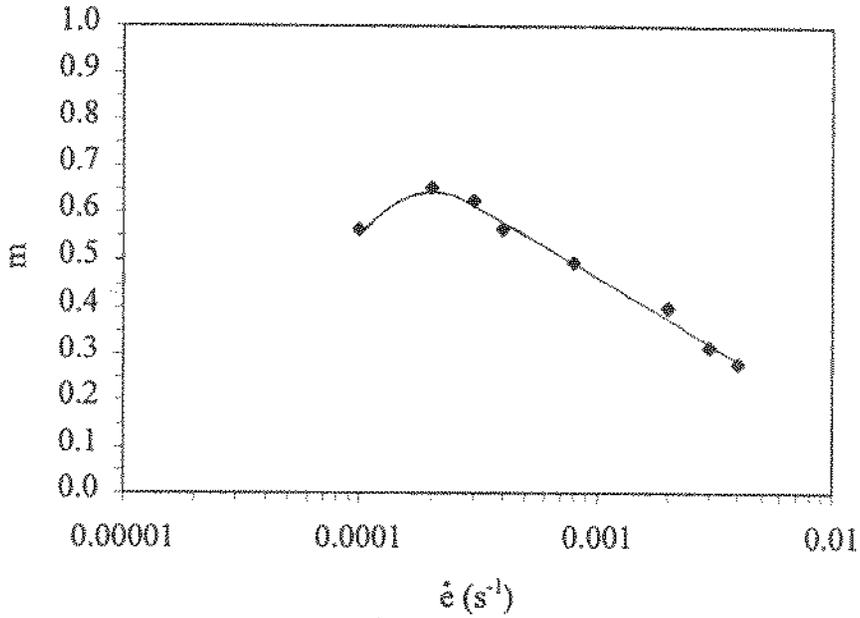


Figura 6.25. Valores de m em função da taxa de deformação nominal obtida pela aplicação do método 6 à curva experimental da técnica “mudanças contínuas” a 980°C.

Nota-se que o valor de m aumenta com a diminuição da taxa de deformação até um valor de $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. A partir daí, observa-se uma queda de m .

A figura 6.26 compara este resultado com aqueles encontrados a 980°C pelo método dos “ciclos múltiplos”.

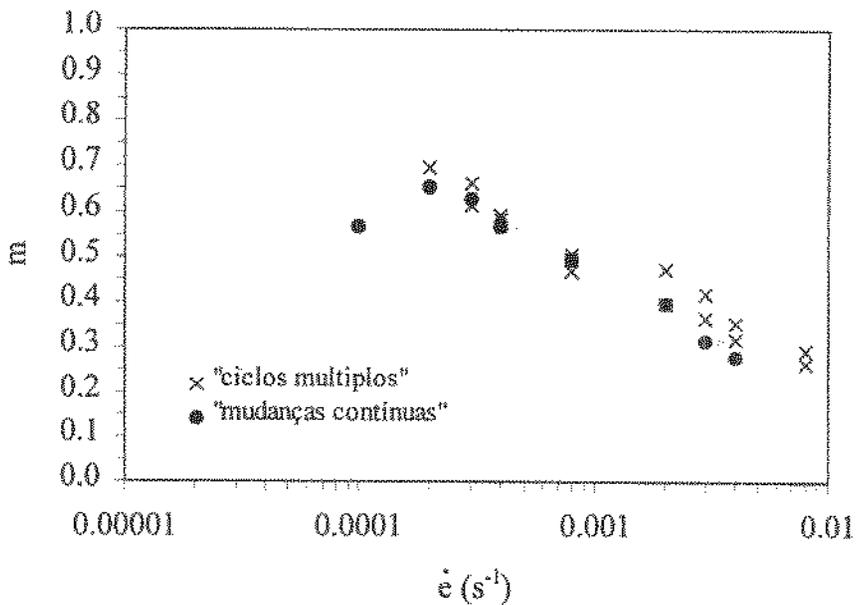


Figura 6.26. Valores de m em função da taxa de deformação nominal para comparação dos métodos de ciclos múltiplos com o de “mudanças contínuas” para 980°C.

Observa-se que ambos os métodos resultam em valores de m equivalentes para o intervalo de taxas de deformação nominais de $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Contudo, o uso de uma taxa de deformação ainda mais baixa ($1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) no método das mudanças contínuas resultou em uma queda do valor de m . Como discutido no tópico anterior, este resultado era, de fato, esperado para taxas de deformação inferiores àquelas utilizadas no método dos “ciclos múltiplos”. Isto, portanto, sugere que a transição da região II para a região I tem início em taxas de deformação nominal ao redor de $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Deve-se salientar, entretanto, que o valor de m correspondente a essa taxa de deformação é um valor médio cujo desvio padrão é maior que os demais, provavelmente porque em baixas velocidades de deslocamento a resposta do equipamento fica comprometida.

Estimativa de m por método gráfico

Neste caso, o valor de m é estimado graficamente através de curvas de tensão em função da taxa de deformação.

Para cada taxa de deformação nominal empregada, extrai-se o ponto de máxima tensão verdadeira (figura 6.24). Assim, com os pares $(\sigma_{\text{máx}}, \dot{\epsilon})$ é possível traçar uma reta cuja inclinação representa o coeficiente m .

Os pares $(\sigma_{\text{máx}}, \dot{\epsilon})$ obtidos são apresentados na tabela 6.10.

Tabela 6.10. Valores de $\sigma_{\text{máx}}$ obtidos. Nota: os trechos 1º, 2º e 3º referem-se a cada uma das três partes da curva experimental como mostrado esquematicamente na figura 6.24).

ensaio	trecho	$\sigma_{\text{máx}}$ (kgf/mm ²)								
		taxas de deformação nominais (s ⁻¹)								
		1×10^{-4}	2×10^{-4}	3×10^{-4}	4×10^{-4}	8×10^{-4}	2×10^{-3}	3×10^{-3}	4×10^{-3}	8×10^{-3}
18 980°C	1º	1,05	1,74	2,27	3,94	5,64	6,35	6,75	6,75	8,11
	2º	1,05	1,45	1,87	2,20	3,28	5,59	6,85	7,66	9,40
	3º	1,11	1,58	2,08	2,48	3,81	6,05	7,12	7,85	9,52
	média	1,07 ± 0,03	1,59 ± 0,12	2,07 ± 0,17	2,49 ± 0,23	3,68 ± 0,29	5,76 ± 0,21	6,77 ± 0,32	7,42 ± 0,48	9,01 ± 0,78

Os valores médios de tensão verdadeira máxima foram colocados em função da taxa de deformação nominal e o resultado encontrado é mostrado na figura 6.27.

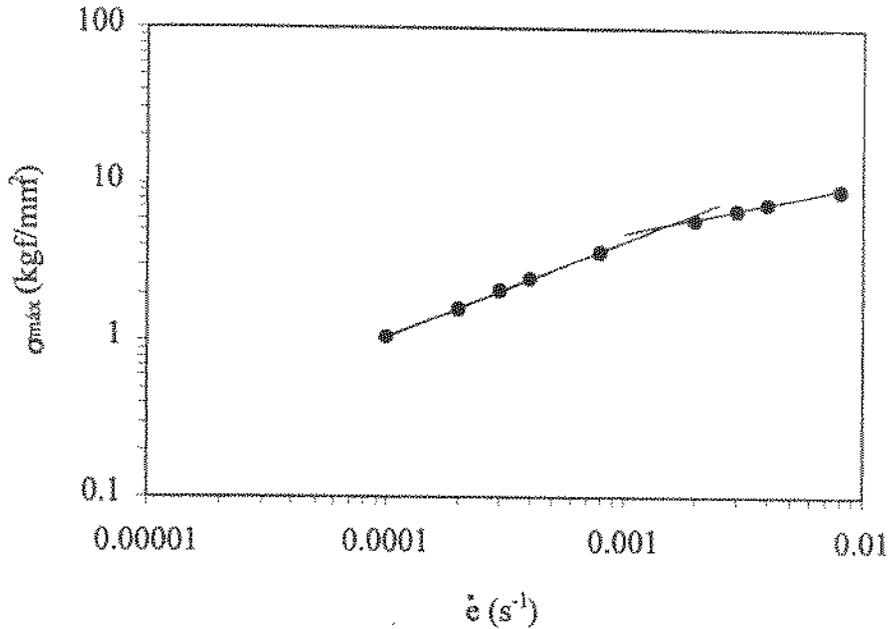


Figura 6.27. Tensão verdadeira máxima em função da taxa de deformação nominal para a curva de “mudanças contínuas” (980°C).

A figura 6.27 mostra a existência de dois trechos distintos: o primeiro composto pelos cinco pontos de menor taxa de deformação e o segundo, pelos quatro pontos de maior taxa de deformação. A mudança de inclinação ocorre em uma taxa de deformação nominal de cerca de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Para cada conjunto de pontos foi efetuada uma regressão linear para aproximação por retas. O coeficiente angular de cada uma das retas representa, portanto, um valor de m , tal como apresentado na tabela 6.11, onde $m_{\dot{\epsilon} \text{ menor}}$ é o valor de m obtido com os cinco pontos de menor taxa de deformação e $m_{\dot{\epsilon} \text{ maior}}$ é o valor de m com os quatro pontos de maior taxa de deformação.

Tabela 6.11. Valores de m pelo método gráfico.

$m_{\dot{\epsilon} \text{ menor}}$	$0,60 \pm 0,01$
$m_{\dot{\epsilon} \text{ maior}}$	$0,32 \pm 0,02$

Por este método gráfico, ao contrário do analítico, obtém-se apenas dois valores de m , um para taxas de deformação nominais maiores que $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e outro para taxas menores. Em ambos os casos considera-se que o valor de m é constante no trecho de taxas de deformação a que se refere. Isto facilita a definição dos limites das regiões II e III. No caso, a

transição da região III para a II ocorre em taxas de deformação nominais de cerca de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Este valor é consistente com aquele encontrado pelo método dos “ciclos múltiplos”, no qual a transição foi definida para a taxa de deformação nominal de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ como previsto no item 6.2.2(a).

6.2.3. Relaxação de tensões

Apresenta-se inicialmente uma análise da forma das curvas de relaxação obtidas. Em seguida, o comportamento superplástico do material é caracterizado pelo coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação determinado por esta técnica.

a) Forma das curvas

As curvas de carga em função do tempo levantadas nos ensaios de relaxação de tensões estão esquematizadas na figura 6.28.

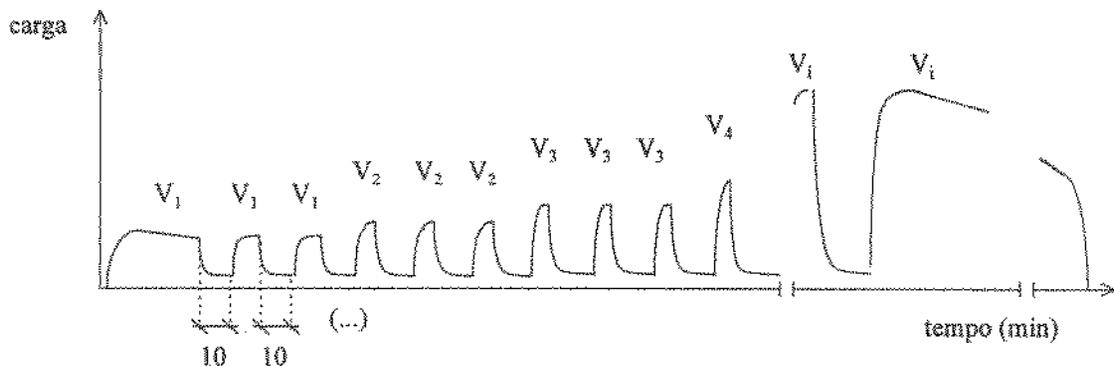


Figura 6.28. Curva experimental esquemática de carga em função do tempo para o ensaio de relaxação de tensões. Nota: $V_{i+1} > V_i$.

Este tipo de ensaio foi feito para as duas temperaturas em estudo. Observou-se que tanto no ensaio realizado a 980°C quanto no ensaio realizado a 950°C , qualquer que seja a taxa de deformação nominal utilizada para carregar o material, as curvas de relaxação de um mesmo ensaio se sobrepõem para as mesmas cargas. Isto é exemplificado de maneira esquemática pela figura 6.29.

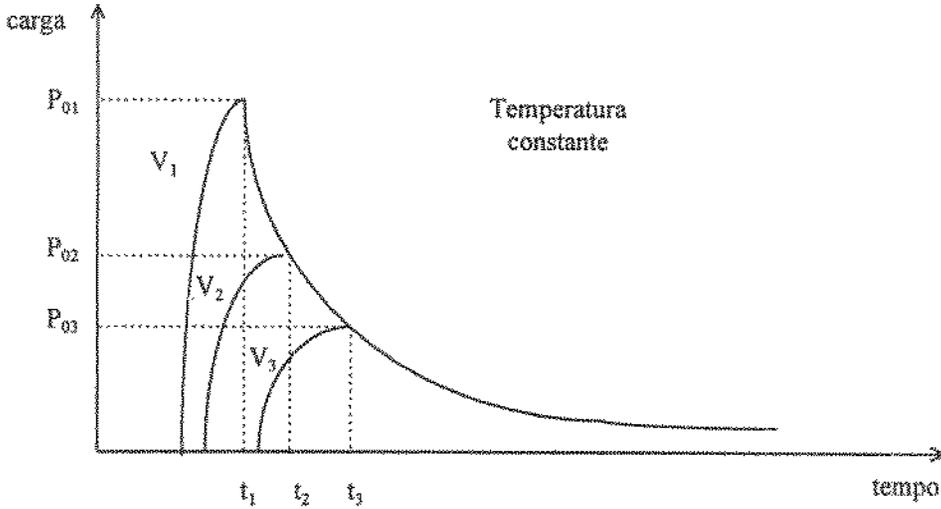


Figura 6.29. Curvas esquemáticas de relaxação de tensões para uma mesma temperatura. Nota: (i) P_i é a carga máxima atingida na tração conduzida a uma velocidade de deslocamento V_i com $V_1 > V_2 > V_3$ e (ii) t_i é tempo inicial de relaxação ($t=0$) para a tração conduzida a uma velocidade de deslocamento V_i .

A título de ilustração, apresenta-se também uma das curvas experimentais obtidas a 950°C (figura 6.30).

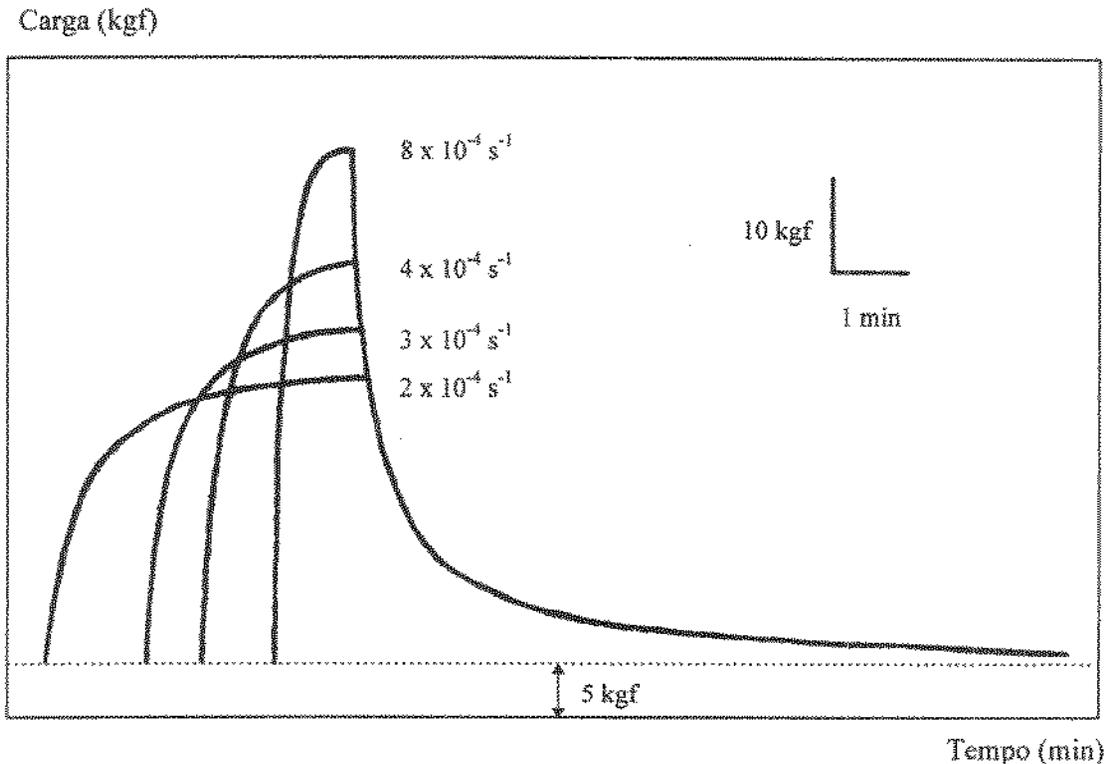


Figura 6.30. Curva experimental de carga em função do tempo para um dos ensaios de relaxação de tensões obtida a 950°C .

O comportamento das curvas só difere quando há mudança de temperatura. A comparação das curvas de relaxação dos dois ensaios feitos em diferentes temperaturas mostrou que, embora tanto a 950°C quanto a 980°C a carga caia bruscamente (para valores inferiores a 10 kgf nos primeiros minutos da relaxação), essa queda da carga com o tempo é mais lenta a 950°C do que no ensaio feito a 980°C. A figura 6.31 apresenta estes efeitos para as relaxações feitas após tração do material com uma taxa de deformação nominal de $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ para os ensaios a 980°C e a 950°C.

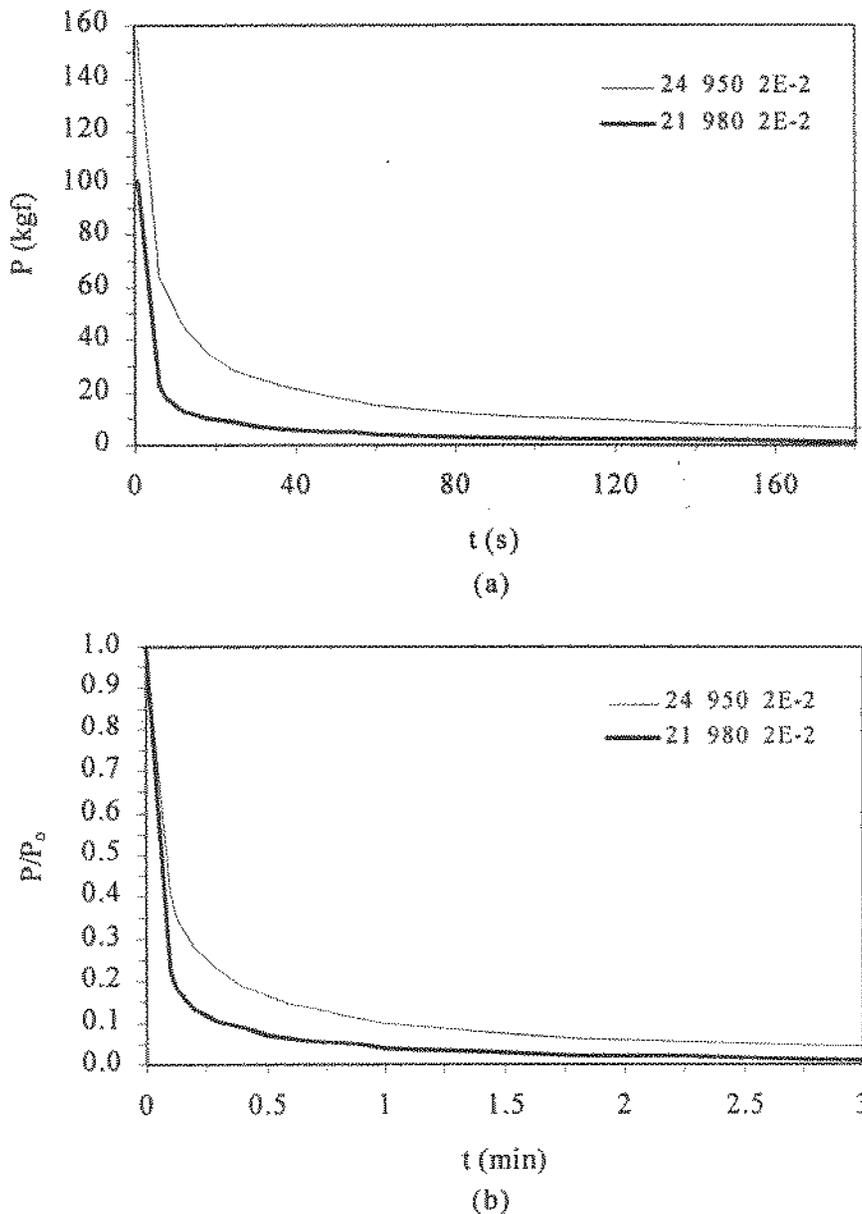


Figura 6.31. Curvas de relaxação obtidas em diferentes temperaturas após carregamento do material com uma taxa de deformação nominal de $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. (a) Valores de carga (P) em função do tempo (t) e (b) Valores normalizados pelas respectivas cargas iniciais (P_0). Nota: os valores da legenda correspondem, respectivamente ao número do ensaio, temperatura (°C) e taxa de deformação nominal (s^{-1}).

Esses resultados mostram que para uma mesma temperatura e após sobreposição das curvas (figura 6.29), a variação da carga com o tempo é sempre a mesma em qualquer ponto onde esta carga é considerada. Segundo Hart⁽⁶²⁾, isto sugere que a microestrutura é a mesma em todas as curvas de relaxação, independentemente da carga relativa ao início da relaxação, ou seja, independentemente da taxa de deformação utilizada para carregar o material antes da relaxação.

Em seu trabalho, Hart⁽⁶²⁾ propôs a existência de uma variável de estado denominada de “dureza” e denotada por “y”. Esta variável só é alterada com a deformação plástica e está relacionada, portanto, com a estrutura e grau de defeitos do material (e não se refere às medidas de dureza obtidas com indentadores). Segundo o autor, para um material com a mesma “dureza” existe uma única relação entre a tensão e a taxa de deformação que descreve o comportamento do material. Isto pode ser melhor entendido com a ajuda da figura 6.32.

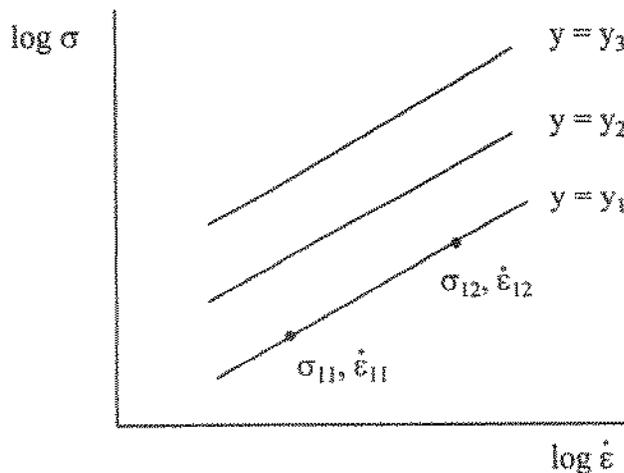


Figura 6.32. Linhas esquemáticas para vários níveis constantes de dureza.⁽⁶²⁾

Estas curvas indicam que se um material que possui uma estrutura definida (y_1 , por exemplo) carregado até uma tensão σ_{11} a uma taxa de deformação $\dot{\epsilon}_{11}$, então se a tensão é mudada instantaneamente para um valor σ_{12} (sem deformação plástica), a nova taxa de deformação estará sobre a mesma linha que contém o ponto $(\sigma_{11}, \dot{\epsilon}_{11})$, que corresponde ao

mesmo “estado de dureza” do material. Assim, para cada subestrutura de defeitos representada por y , haverá uma curva que descreve a relação entre σ e $\dot{\epsilon}$.

De fato, Medrano e Gillis⁽⁷⁶⁾, estudando a relaxação de um aço AISI 1080 à temperatura ambiente, observaram que em diferentes relaxações subsequentes a diferentes condições de carregamento (taxas de deformação) as curvas de $\log \sigma$ versus $\log (-\dot{\sigma})$ são paralelas entre si, indicando que a subestrutura é estável à temperatura ambiente. Por outro lado, na relaxação de tensões em zinco comercial à temperatura ambiente,⁽⁶¹⁾ as curvas de $\log \sigma$ versus $\log (-\dot{\sigma})$ não são paralelas para diferentes condições de relaxação, indicando que este metal não apresenta uma microestrutura estável à temperatura ambiente.

Já, no presente trabalho, os resultados mostraram que como as curvas de relaxação se sobrepõem para uma mesma temperatura, as curvas de $\log \sigma$ versus $\log (-\dot{\sigma})$ devem ser as mesmas. Dessa forma, pode-se inferir da igualdade entre tais curvas que a estrutura de defeitos deve ser a mesma nas diferentes relaxações efetuadas em uma mesma temperatura.

O trabalho de Maehara et al⁽⁷⁷⁾ amplia esta hipótese. Estes autores fizeram sucessivos processos de carregamento do material (a 900°C com uma taxa de deformação nominal de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) seguido por períodos de relaxação (de 3 min) em vários aços, dentre os quais um inoxidável duplex 24,5%Cr-6,8%Ni-2,8%Mo-0,15%N. Observou-se que o aumento da deformação total do material era acompanhado pelo aumento da tensão existente ao término do tempo de relaxação. Este aumento gradual do nível de tensão foi atribuído pelos autores⁽⁷⁷⁾ à decomposição da ferrita em austenita e fase σ . Porém, no presente trabalho, o nível de tensão presente após os 10 min de relaxação permaneceu sempre o mesmo em todos os ensaios (a 950°, em torno de no máximo 5 kgf e a 980°C, em torno de no máximo 1 kgf), sugerindo, portanto, a não-ocorrência de transformação de fase e que a microestrutura permanece constante.

b) Estimativa de m

A estimativa do coeficiente m foi realizada pela análise das curvas de relaxação através da rotina descrita anteriormente no item 5.4.2.

Inicialmente, todas as curvas de relaxação de uma mesma temperatura foram sobrepostas. Em seguida, obteve-se para cada temperatura uma curva de $\log S$ versus $\log(-\dot{S})$, como mostrado na figura 6.33. Esta figura contém ainda as taxas de deformação ($\dot{\epsilon}$) relativas aos respectivos valores de variação de tensão nominal com o tempo (\dot{S}). A equivalência entre essas duas grandezas pode ser obtida considerando-se a rigidez da máquina e do material ensaiado (Anexo 2).

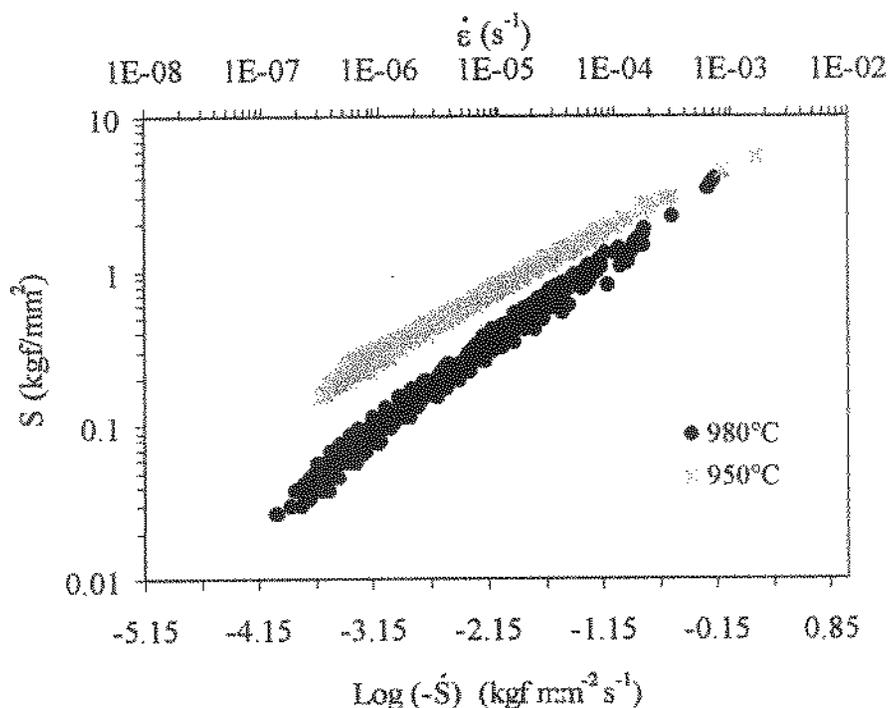


Figura 6.33. Curvas de $\log S$ versus $\log(-\dot{S})$ obtidas para os ensaios de relaxação de tensões nas temperaturas de 950° e 980°C.

Os pontos da figura 6.33 foram ajustados por uma reta, cujo coeficiente angular equivale ao valor de m . Os resultados obtidos para o intervalo de taxas de deformação de 10^{-7} s^{-1} a 10^{-3} s^{-1} são apresentados na tabela 6.12.

Tabela 6.12. Valores de m obtidos para cada temperatura pelos ensaios de relaxação de tensões.

temperatura (°C)	m
950	$0,41 \pm 0,01$
980	$0,56 \pm 0,03$

Os resultados mostram que, embora o valor de m encontrado a 950°C seja inferior àquele obtido a 980°C, em ambos os casos esses valores de m sugerem um comportamento superplástico no intervalo de taxas de deformação de 10^{-7} s^{-1} a 10^{-3} s^{-1} .

Hedworth e Stowell⁽⁷⁸⁾ estudaram a sensibilidade à taxa de deformação de uma liga eutética Al-33%Cu por método de mudança de taxa de deformação e por relaxação de tensões e observaram que os valores de m determinados por ensaios de relaxação de tensões são inferiores (aproximadamente 30% menores) àqueles obtidos pela maior parte dos métodos de cálculo de m por ensaios de mudança de taxa de deformação. Os autores atribuíram isso a uma possível dependência da tensão não só com a taxa de deformação, mas também com a própria deformação durante as mudanças de velocidade feitas em condições de deslocamento constante. Entretanto, no presente trabalho, isto não foi verificado. Os valores de m obtidos estão compreendidos entre aqueles encontrados pelos ensaios de mudança de taxa de deformação para taxas inferiores a 10^{-3} s^{-1} (tabela 6.9 e figura 6.22), confirmando a validade dos métodos.

Por outro lado, não foi encontrada uma relação sigmoideal entre a tensão e a taxa de deformação, ou seja, a técnica de relaxação de tensões permitiu a obtenção de apenas um único valor de m para todo o intervalo de taxas de deformação de 10^{-7} s^{-1} a 10^{-3} s^{-1} . Este intervalo, porém, provavelmente corresponde à região II superplástica basicamente por dois motivos. Primeiro, porque pelos ensaios de mudança de taxa de deformação verificou-se que a transição da região II para a região III ocorre em taxas de deformação nominais de cerca de 10^{-4} s^{-1} a 950°C e de 10^{-3} s^{-1} a 980°C, ou seja, a região II superplástica acontece para taxas de deformação inferiores a estas. Em segundo lugar, os valores de m obtidos são altos o suficiente para caracterizarem o comportamento superplástico. Dessa forma, o intervalo em questão refere-se apenas à região II superplástica.

Assim, o método revela sua importância na complementação das outras técnicas, uma vez que é possível conhecer o comportamento do material em taxas de deformação muito baixas e que experimentalmente seriam praticamente impossíveis de serem executadas por limitações do próprio equipamento.

6.2.4. Resumo dos valores de m

Os valores de m determinados pelas várias técnicas estão resumidos na tabela 6.13.

Em relação aos métodos de análise, observa-se que tanto a 950°C quanto a 980°C, todos os métodos gráficos (tração, mudança contínuas (b) e relaxação de tensões) resultam em valores de m constantes nos intervalos de taxa de deformação a que se referem. Apenas os métodos analíticos (ciclos múltiplos e mudanças contínuas (a)) resultam em valores decrescentes de m com o aumento da taxa de deformação.

Deve-se ressaltar que nos casos onde m é constante, seu valor é intermediário entre aqueles determinados pelos métodos analíticos, se considerados os mesmos intervalos de taxa de deformação e respectivas temperaturas. Por exemplo, a 950°C o valor de m determinado pelo ensaio de relaxação de tensões (0,41) está entre os valores de m encontrados pelo método dos ciclos múltiplos (0,49 a 0,28), considerado o mesmo intervalo de taxas de deformação (aproximadamente de 10^{-4} s^{-1} a 10^{-3} s^{-1}).

Além disso, todos os métodos resultam em valores de m característicos da superplasticidade ($>0,3$) para taxas de deformação menores que 10^{-3} s^{-1} a 980°C e de 10^{-4} s^{-1} a 950°C.

É difícil afirmar qual dos métodos é o melhor para a determinação de m , pois todos têm sua validade e acabam se complementando, quer seja em relação aos valores de m em si, quer seja em relação à definição dos limites da região superplástica em termos de taxa de deformação.

Embora seja difícil de se fazer tal afirmação, pode-se dizer que, para a obtenção de valores médios que caracterizem ou não a superplasticidade, os métodos gráficos são úteis.

Porém, os métodos que fornecem maiores informações são os analíticos, uma vez que os valores de m são conhecidos para intervalos menores de taxa de deformação.

Finalmente, o método mais rápido de executar experimentalmente é o de mudança de taxa de deformação. De fato, a literatura normalmente utiliza o método de mudanças de taxa de deformação para a avaliação de m . Provavelmente isto ocorre porque este método não só é mais rápido como também necessita de um número pequeno de corpos-de-prova.

A relaxação de tensões também apresenta esta vantagem,⁽⁷⁹⁾ contudo não é uma técnica muito utilizada para esta finalidade. No método de análise para determinação da taxa de tensão (\dot{S}) é necessário fazer um ajuste dos dados experimentais e, nesse processo, ocorre um atenuamento das variações de cada ponto. Dessa forma, apresenta a vantagem de eliminar variações aleatórias da tensão, mas em contrapartida também são perdidas pequenas variações reais de tensão, motivo pelo qual se obtém valores médios de m .

A determinação de m , embora seja um importante parâmetro na caracterização do comportamento superplástico, não é único. O alongamento, como já mencionado, também é indispensável. Entretanto, a caracterização da deformação não pode ser desprezada. Por este motivo, apresenta-se a seguir o tipo bem como os possíveis mecanismos de deformação.

Tabela 6.13. Resumo dos valores de m obtidos pelas várias técnicas.

T (°C)	técnica	tipo de análise	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	m	transição $\dot{\epsilon}$ (I → II)	transição $\dot{\epsilon}$ (II → III)	origem	
950	tração	$S_{m\acute{a}x} \times \dot{\epsilon}$	8×10^{-4} a 8×10^{-3}	0,40	nd	nd	tab. 6.3	
		$S_{m\acute{a}x} \times \dot{\epsilon}_{em S_{m\acute{a}x}}$	8×10^{-4} a 8×10^{-3}	0,41	nd	nd	tab. 6.3	
		$\sigma_{e=cte} \times \dot{\epsilon}$	8×10^{-4} a 8×10^{-3}	0,40 (33%) a 0,42 (81%)	nd	nd	tab. 6.4	
	mudança de taxa de deformação	ciclos múltiplos	2×10^{-4} a 8×10^{-3}	0,49 a 0,28	nd	$\sim 10^{-4}$	tab. 6.8 e fig. 6.22	
		mudanças contínuas	—	—	—	—	—	
	relaxação de tensões	$\log S \times \log(-\dot{S})$	10^{-7} a. 10^{-3}	0,41	nd	nd	tab. 6.12	
980	tração	$S_{m\acute{a}x} \times \dot{\epsilon}$	2×10^{-4} a 2×10^{-3}	0,40	nd	nd	tab. 6.3	
		$S_{m\acute{a}x} \times \dot{\epsilon}_{em S_{m\acute{a}x}}$	2×10^{-4} a 2×10^{-3}	0,38	nd	nd	tab. 6.3	
		$\sigma_{e=cte} \times \dot{\epsilon}$	2×10^{-4} a 2×10^{-3}	0,40 (33%) a 0,48 (81%)	nd	nd	tab. 6.4	
	mudança de taxa de deformação	ciclos múltiplos	2×10^{-4} a 1×10^{-3}	0,70 a 0,50	nd	$\sim 10^{-3}$	tab. 6.8 e fig. 6.22	
			1×10^{-3} a 8×10^{-3}	0,50 a 0,25	nd			
			1×10^{-4} a 2×10^{-4}	0,57 a 0,65	2×10^{-4}			
		(a) método analítico	2×10^{-4} a 8×10^{-4}	0,65 a 0,49	2×10^{-4}	8×10^{-4} ($\sim 10^{-3}$)	tab. 6.9 e fig. 6.25	
			8×10^{-4} a 4×10^{-3}	0,49 a 0,28				
			1×10^{-4} a 2×10^{-3}	0,60				nd
			1×10^{-3} a 8×10^{-3}	0,32				nd
	relaxação de tensões	$\log S \times \log(-\dot{S})$	10^{-7} a 10^{-3}	0,56	nd	nd	tab. 6.11 e fig. 6.27	

nd: não determinado.

6.3. Caracterização pela uniformidade da deformação

O alongamento e o coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação m são parâmetros importantes para a caracterização da superplasticidade, porém, como discutido anteriormente, não são os únicos.⁽³⁴⁾ A uniformidade da deformação constitui outro fator relevante.

A uniformidade da deformação é abordada inicialmente em relação a seus aspectos macroscópicos (deformação ao longo da região útil dos corpos-de-prova) e, em seguida, em seus aspectos microscópicos (microestrutura e cavitação).

6.3.1. Deformação ao longo da região útil do corpo-de-prova

Neste caso, a uniformidade da deformação foi estimada pela avaliação das dimensões dos corpos-de-prova de duas formas distintas: (a) pela variação no comprimento e (b) pela variação da área da seção transversal. Os resultados são apresentados a seguir.

a) Alongamento pela variação do comprimento

Devido à camada superficial de óxido formada nas amostras, em apenas dois ensaios, 950°C e $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (ensaio 6) e 980°C, $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (ensaio 7), foi possível observar após cada teste os riscos feitos previamente nos corpos-de-prova.

Nestes casos, a variação do alongamento em função da posição ao longo da região útil do corpo-de-prova foi estimada pela variação da distância entre dois riscos consecutivos, ou seja, o alongamento (e) em uma certa posição x será dado por:

$$e(x) = [l(x) - l_0] / l_0$$

onde,

l_0 = distância inicial entre dois riscos consecutivos;

$l(x)$ = distância final entre os mesmos dois riscos consecutivos.

A posição de referência, $x = 0$, foi considerada como sendo o ponto médio entre os dois riscos consecutivos que contêm a fratura. Os demais valores de x correspondem à distância entre o ponto de referência e o ponto médio entre os dois riscos consecutivos entre os quais a medida do alongamento foi feita. Os resultados encontrados são apresentados na figura 6.34.

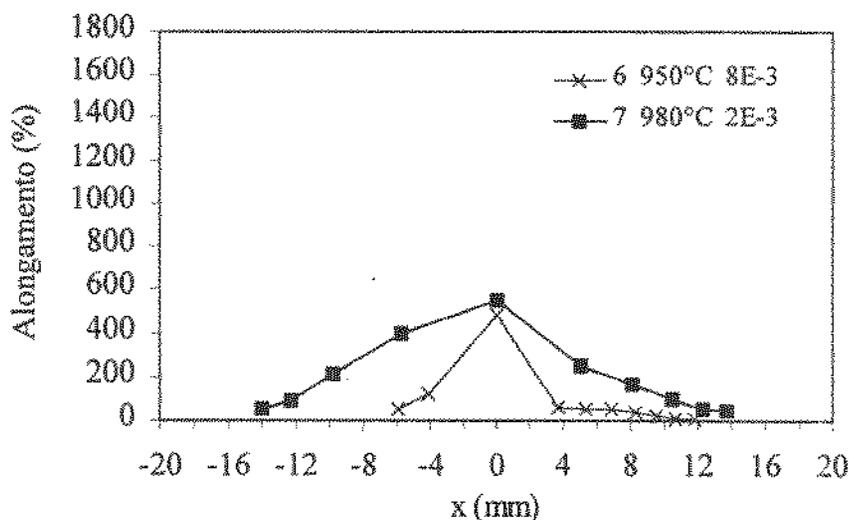


Figura 6.34. Variação do alongamento ao longo da região útil do corpo-de-prova estimada a partir da variação da distância entre dois riscos consecutivos feitos previamente aos testes. Nota: os valores da legenda correspondem, respectivamente, ao número do ensaio, temperatura($^{\circ}\text{C}$) e taxa de deformação nominal (s^{-1}).

A comparação entre os ensaios mostrou que a variação do alongamento em função da posição foi maior no ensaio 6 realizado a 950°C e $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, evidenciando a heterogeneidade da deformação. No ensaio 7, a deformação mostrou-se mais homogênea ao longo do comprimento útil provavelmente pelo efeito simultâneo do aumento da temperatura (980°C) e da diminuição da taxa de deformação nominal ($2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$), condições para um melhor grau de superplasticidade (alongamento de cerca de 900% para 980°C e taxa de deformação nominal de $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

Entretanto, estes resultados não permitem uma análise mais detalhada da superplasticidade em termos de deformação, pois são provenientes de apenas dois ensaios realizados em condições distintas.

Em vista disto e para abranger todos os ensaios, o estudo da homogeneidade da deformação foi realizado com base nas áreas da seção transversal da região útil dos corpos-de-

prova ensaiados, pois, neste caso, todos os corpos-de-prova provenientes de diferentes ensaios puderam ser avaliados por medições de suas geometrias.

b) Alongamento pela variação da área da seção transversal

A variação do alongamento em função da posição ao longo da região útil do corpo-de-prova foi estimada pela variação da área da seção transversal.

Fazendo-se a hipótese de volume constante, o alongamento (e) em uma determinada posição x da amostra será dado por:

$$e(x) = [A_0 - A(x)] / A(x)$$

onde,

A_0 = área inicial da seção transversal do corpo-de-prova (antes do ensaio);

$A(x)$ = área da seção transversal do corpo-de-prova na posição x após sua fratura ao final do ensaio.

A área da seção transversal $A(x)$ foi medida ao longo da região útil do corpo-de-prova em intervalos de 2 mm. A superfície de fratura foi considerada como posição de referência, $x = 0$.

A fim de verificar primeiramente a validade deste método proposto para o estudo da homogeneidade da deformação, efetuou-se a avaliação para os ensaios 6 e 7.

Comparando-se a estimativa do alongamento pela variação da área da seção transversal com aquela obtida pela variação da distância entre dois riscos consecutivos (figura 6.35), observa-se que tanto o ensaio 6 quanto o 7 apresentam comportamentos semelhantes em ambos os casos.

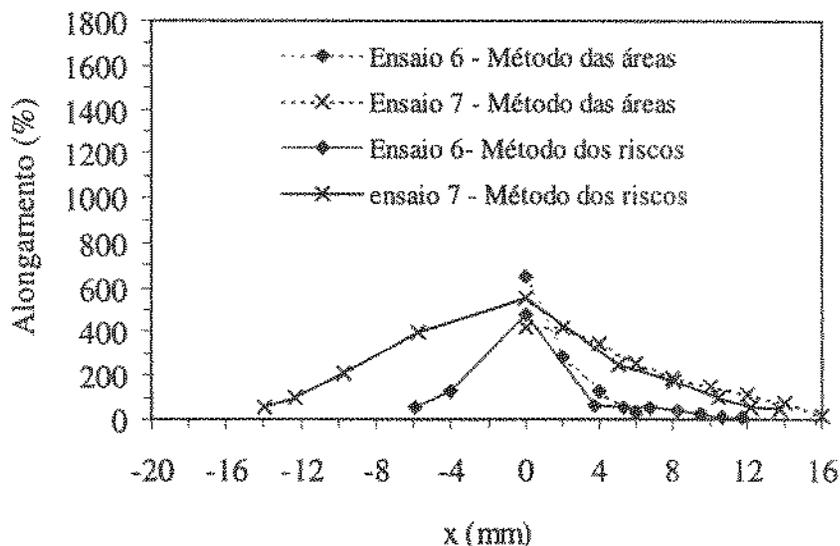
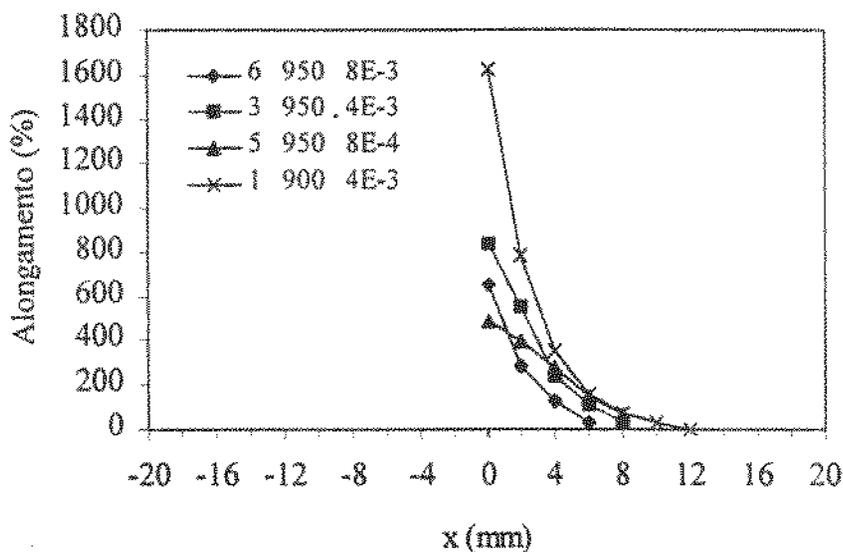


Figura 6.35. Comparação entre os alongamentos estimados pelo método das áreas e pelo método dos riscos.

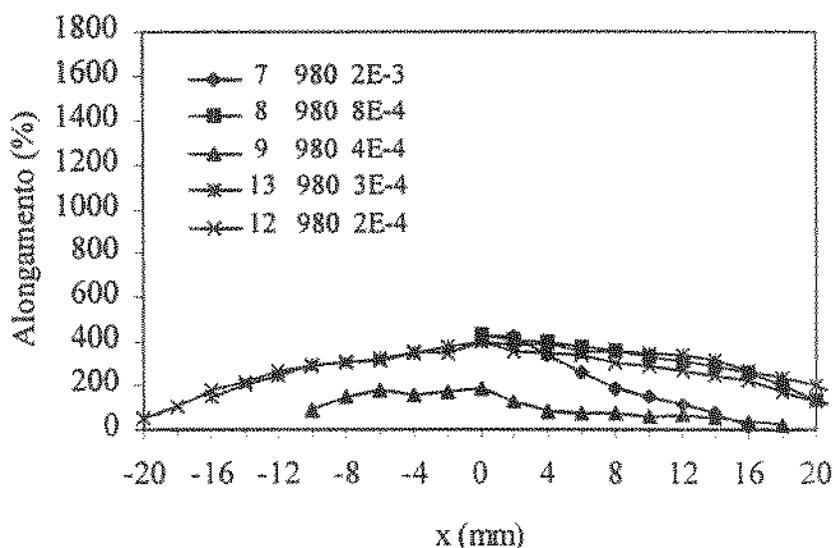
Deve-se salientar inicialmente que no método dos riscos a posição a qual o alongamento se refere é uma posição média de um alongamento também médio da região entre dois riscos, enquanto que no método das áreas, o alongamento se refere a um determinado ponto dentro da região útil. Além disso, cada um dos pontos experimentais apresentados na figura 6.35 possuem imprecisões (desvios) experimentais associadas basicamente à dificuldade nas medidas da geometria dos corpos-de-prova, em especial, na medida entre dois riscos consecutivos. Os desvios estimados para o método dos riscos correspondem a variações de alongamento de cerca de $\pm 70\%$ para a posição $x = 0$ e de $\pm 20\%$ para $x = 12$ mm.

Vista a validade do método, passou-se à análise dos demais ensaios.

Os resultados obtidos a 950°C e 980°C com corpos-de-prova de 5,2 mm de comprimento útil inicial são apresentados na figura 6.36. A título de comparação, esta figura traz ainda os resultados obtidos para o ensaio feito a 900°C (ensaio 1).



(a)



(b)

Figura 6.36. Variação do alongamento ao longo da região útil do corpo-de-prova estimada a partir da variação da área da seção transversal. Ensaios realizados a (a) 900°C e 950°C e (b) 980°C. Nota: os valores da legenda correspondem, respectivamente, ao número do ensaio, temperatura (°C) e taxa de deformação nominal (s^{-1}).

Com exceção dos corpos-de-prova dos ensaios 9, 12 e 13 (figura 6.36), em todos os demais apenas uma das duas partes do corpo-de-prova fraturado foi avaliada, pois por ocasião desta análise a outra parte já havia sido utilizada em exames metalográficos. Porém, o exame visual imediatamente após o término de cada um destes ensaios mostrou uma simetria na geometria em ambos os lados da fratura.

De forma geral, observa-se que nos ensaios realizados a 950°C o alongamento é heterogêneo (o que é ainda mais evidenciado a 900°C) atingindo um máximo na região da fratura, ao passo que nos corpos-de-prova provenientes dos ensaios a 980°C este alongamento está distribuído de maneira mais uniforme ao longo da região útil, revelando mais homogeneidade da deformação.

Os picos de máximo alongamento estão associados a uma estrição localizada. De fato, nos ensaios realizados a 950°C, os corpos-de-prova mostraram estrição na região da fratura. Este efeito ocorreu de forma mais pronunciada principalmente com altas taxas de deformação, em que a variação do alongamento nas proximidades da fratura é mais acentuada.

Por outro lado, a distribuição de alongamentos de forma mais uniforme encontrada nos corpos-de-prova provenientes de ensaios a 980°C evidencia uma deformação mais homogênea. De fato, não se detectou estrição localizada na região da fratura para baixas taxas de deformação. Deve-se salientar, entretanto, que no ensaio realizado a 980°C com a mais alta taxa de deformação nominal (ensaio 7, $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) o comportamento do corpo-de-prova diferiu ligeiramente dos demais; nota-se que a variação do alongamento em função da posição é maior que nos outros casos mostrando um comportamento mais heterogêneo.

Na deformação superplástica ideal, a formação de pescoço é difusa e não localizada. Langdon⁽³⁴⁾ descreve este efeito em um estudo feito com uma liga Zn-22%Al. Neste trabalho o autor previamente aos ensaios segmentava as amostras através de diversos riscos perpendiculares à direção de tração e igualmente espaçados. Em seguida, ensaiava as mesmas em condições de temperatura e taxa de deformação das regiões I, II e III (figura 2.7). Cada um dos ensaios era interrompido em diferentes valores de deformação. Finalmente, o autor media os alongamentos entre cada um dos riscos e os colocava em um gráfico de alongamento em função da posição do corpo-de-prova. O autor constatou que em condições de temperatura e taxa de deformação da região II superplástica, o material deformou-se homogeneamente, enquanto que nas condições das regiões II e III o alongamento apresentou um máximo no local do pescoço.

Assim, embora nos ensaios a 950°C o alongamento total medido tenha sido superior a 300% (tabela 6.1) e os valores estimados de m ao redor de 0,4 (tabela 6.3), a deformação localizada associada à formação de pescoço revela a heterogeneidade da deformação o que indica que o material não se encontra nas condições da região II superplástica (figura 2.7).

Provavelmente, para a temperatura de 950°C e taxas de deformação relativamente altas ($8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) empregadas nos ensaios, o material deve se encontrar na região III ou na transição entre II e III (devido aos valores de m e alongamentos totais encontrados).

Já, a 980°C e velocidades de deformação inferiores a $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ o material provavelmente encontra-se na região II superplástica. Isto ficou evidenciado não só pelos maiores alongamentos totais encontrados (tabela 6.2) e valores de m (tabelas 6.3), mas agora também pelo tipo de deformação do material (homogênea).

Neste ponto é interessante observar que os alongamentos encontrados ao longo do comprimento útil dos corpos-de-prova (figura 6.36) são diferentes dos alongamentos totais à fratura (figura 6.5). Os alongamentos à fratura apresentados baseiam-se no deslocamento total registrado pela máquina de ensaios. Foram assim obtidos a fim de compará-los com os da literatura, uma vez que é desta maneira que os alongamentos são reportados. Entretanto, na realidade, deve-se considerar que nestes ensaios a deformação não ocorreu exclusivamente na região do comprimento útil, ou seja, o deslocamento registrado refere-se à deformação que ocorre ao longo de todo o corpo-de-prova. Dessa forma, o alongamento total à fratura real é menor do que aquele obtido pelo deslocamento da máquina. Por outro lado, os resultados dos alongamentos obtidos pela medida da variação da área da seção transversal do corpo-de-prova estão influenciados pela cavitação presente no material (que será detalhada posteriormente). Quando o material apresenta cavitação, o alongamento final medido em cada região do comprimento útil do corpo-de-prova fica subestimado, uma vez que a área final medida em cada posição é composta não só pela área do material mas também pela área das cavidades presentes. Dessa forma, sendo a área final medida maior que a área final real (composta só pelo material), o alongamento real será maior que aquele mostrado na figura 6.36.

O efeito exclusivo da temperatura sobre o tipo de deformação no corpo-de-prova pode ser estudado através da comparação dos ensaios 8 (980°C, figura 6.36.b) e 5 (950°C, figura 6.36.a), pois ambos foram realizados com a mesma taxa de deformação nominal ($8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Observa-se que a 980°C a deformação está distribuída de maneira uniforme ao longo da amostra, ao passo que a 950°C há uma tendência do corpo-de-prova concentrar a deformação na região da fratura.

Este fato confirma aquilo que já havia sido mencionado anteriormente (item 6.1.2): há uma tendência de se aproximar do comportamento superplástico (região II) à medida que se aumenta a temperatura, para a taxa de deformação em enfoque ($8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Isto se deve não só pela tensão apresentar uma tendência de variar pouco com a deformação (figura 6.8), mas também por ocorrer uma tendência de se ter uma deformação homogênea à medida que se aumenta a temperatura, para uma mesma taxa de deformação.

6.3.2. Microestrutura do material imediatamente antes do início do ensaio

As microestruturas do material imediatamente antes do início da deformação, ou seja, após aquecimento e estabilização nas temperaturas de 950°C e 980°C por 10 min, são apresentadas nas figuras 6.37.a e 6.37.b.

Nota-se inicialmente que o tamanho e a estrutura alongada das fases tanto a 950°C quanto a 980°C permanece igual à do material como recebido (figura 4.2).

Porém, em ambos os casos, no interior da ferrita (fase escura alongada) começam a se formar agulhas de austenita (fase clara). Além disso, é possível observar a formação de fase σ (precipitados escuros) preferencialmente nos contornos ferrita/austenita como também no interior da austenita (fases claras alongadas), principalmente a 950°C , como observado na figura 6.38.



(a)

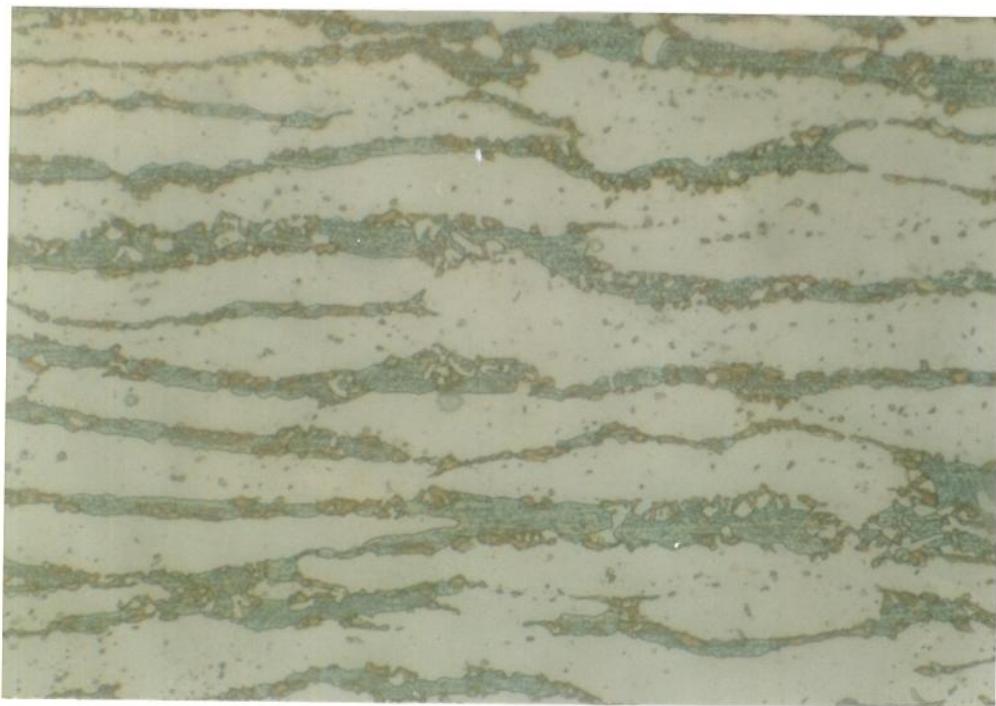
100μm



(b)

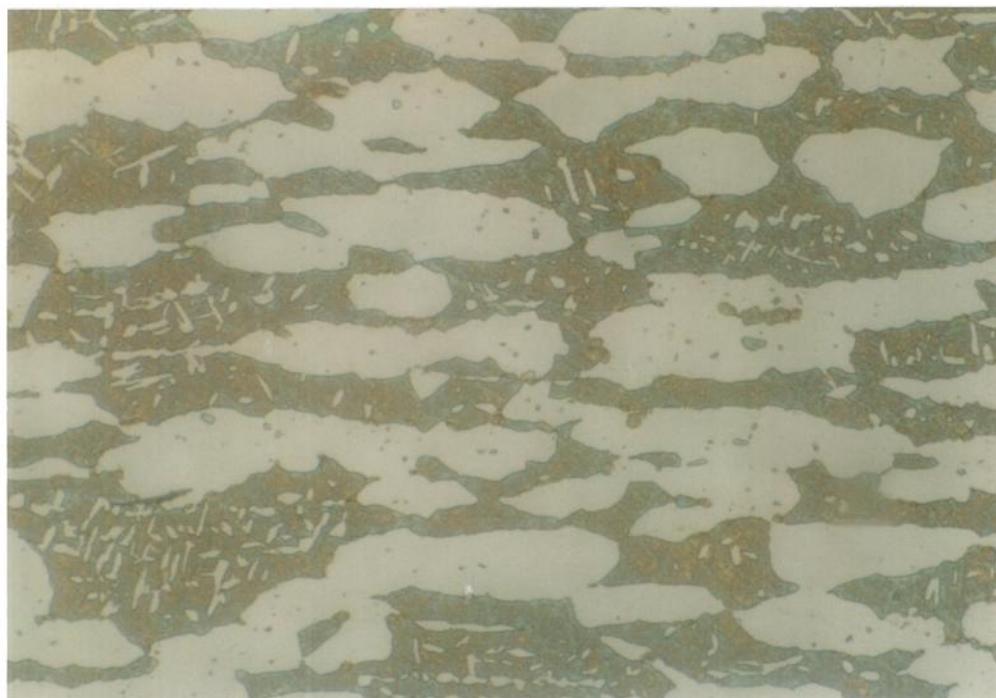
100μm

Figura 6.37. Microestrutura do material imediatamente antes do início dos ensaios a (a) 950°C e (b) 980°C. Ataque: 10N KOH eletrolítico.



(a)

10 μm



(b)

10 μm

Figura 6.38. Detalhes da microestrutura do material imediatamente antes do início dos ensaios a (a) 950°C (seção longitudinal menor) e (b) 980°C (seção transversal). Ataque: 10N KOH eletrolítico.

A precipitação da fase σ nesse material a 950°C e a 980°C é esperada após cerca de 3h e 10h, respectivamente (figura 2.18). Contudo, apesar da duração total destes testes ter sido de aproximadamente 40 min, a presença de fase σ foi detectada, principalmente a 950°C.

Como o material recebido estava encruado, a curva de início de precipitação de fase σ deve mudar para valores menores de tempo. Isto justificaria a presença desta fase em tempos mais curtos do que os previstos, porém não explicaria a presença da fase σ intragranular.

Como já mencionado (item 2.5.1) a precipitação de fase σ ocorre preferencialmente em pontos triplos e em interfaces ferrita/austenita. De fato, este tipo de precipitação foi observada.

Entretanto, verificou-se também precipitação de fase σ no interior da austenita. Este fenômeno também é mencionado na literatura^(80,81). Segundo Weiss e Stickler⁽⁸¹⁾, a nucleação da fase σ na austenita é heterôgenea, acontecendo na seguinte sequência de interfaces de alta energia: primeiramente em pontos triplos, contornos de grão, contornos de macla e finalmente de forma intragranular em inclusões de óxidos. De fato, a observação da superfície polida das amostras como recebidas mostraram uma distribuição uniforme de inclusões, o que poderia, então, explicar a presença da fase σ intragranular.

6.3.3. Microestrutura do material ensaiado

A análise metalográfica de todos os materiais ensaiados a 980°C mostrou a presença de grãos equiaxiais de austenita e ferrita. Uma microestrutura típica é apresentada na figura 6.39, onde, por efeito do ataque utilizado⁽⁶⁴⁾, a ferrita apresenta-se amarela e a austenita, branca (não atacada).

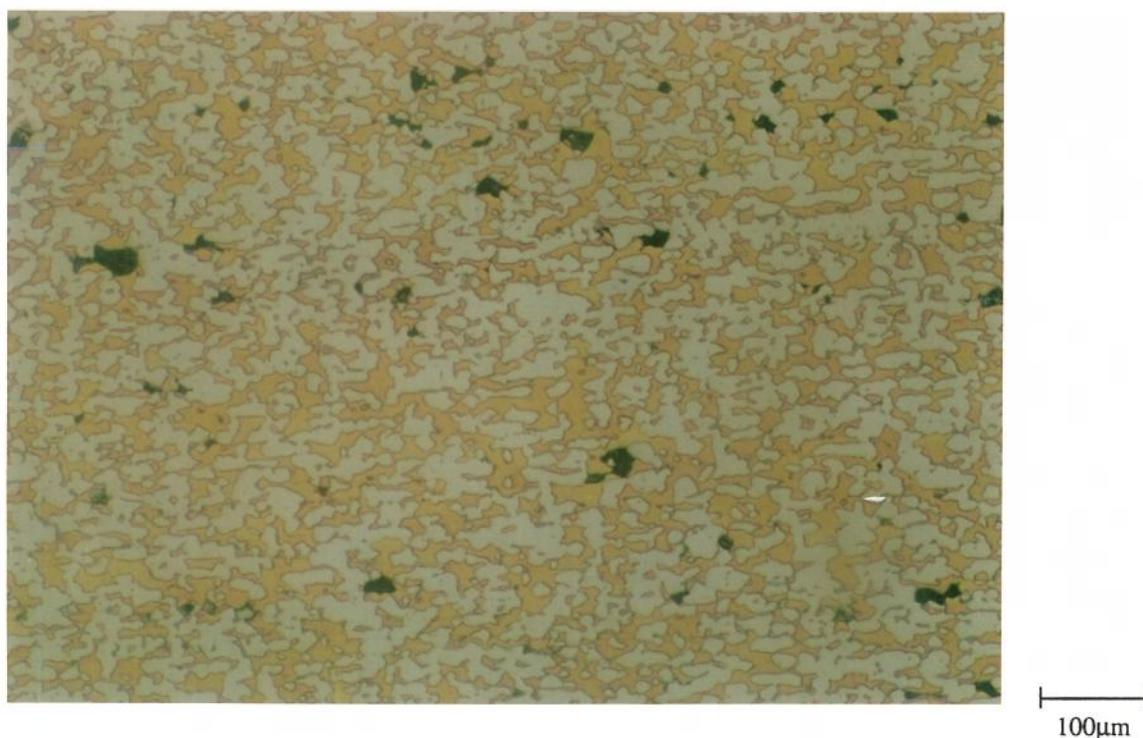


Figura 6.39. Microestrutura da seção longitudinal menor do material ensaiado a 980°C e com uma taxa de deformação nominal de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Direção de tração: horizontal. Ataque: 10N KOH eletrolítico.⁽⁶⁴⁾

A estrutura dos grãos pôde ser melhor visualizada por outro tipo de ataque metalográfico⁽⁸²⁾, através do qual a estrutura dos grãos recristalizados de austenita é revelada (figura 6.40).

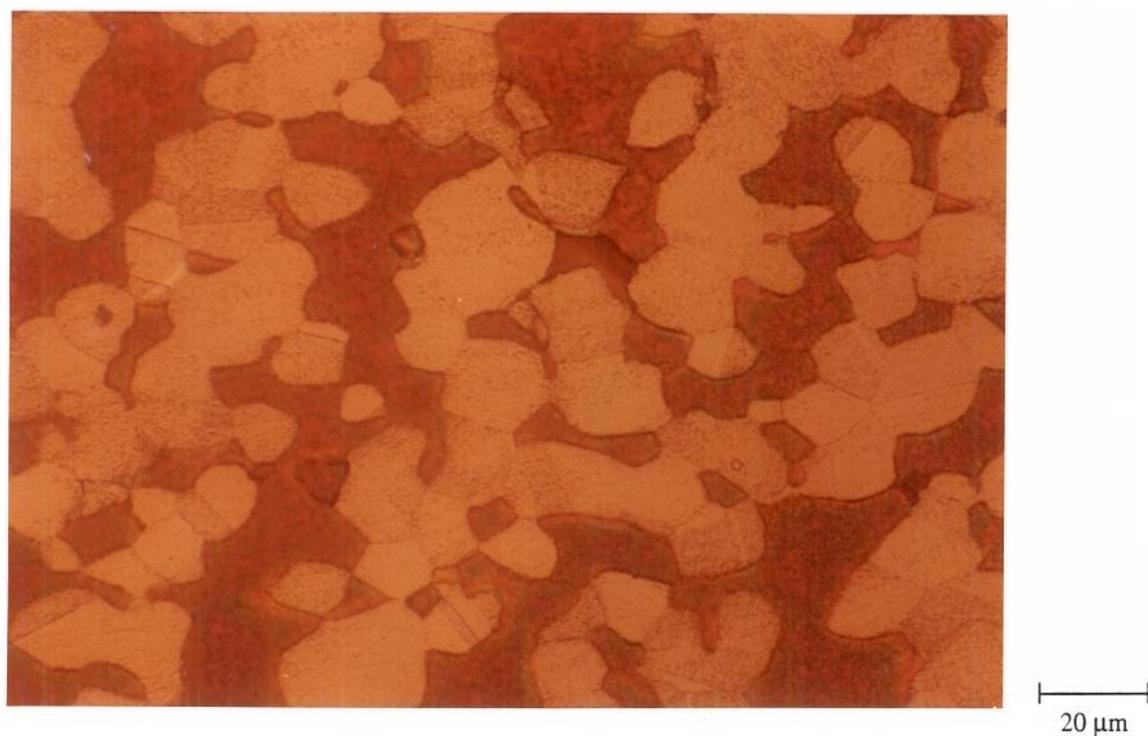


Figura 6.40. Microestrutura da seção longitudinal menor do material ensaiado a 980°C com uma taxa de deformação nominal de $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Ataque: KOH + Marble⁽⁸²⁾.

Nos ensaios realizados a 980°C com taxas de deformação nominais iguais ou inferiores a $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ observou-se ainda na região da fratura uma estrutura eutetóide de morfologia lamelar (figura 6.41) associada à fase σ . Este tipo de estrutura é associada ao crescimento cooperativo da fase σ e austenita.^(83,84) Esta mesma estrutura foi encontrada também por Afonja⁽¹⁰⁾ para um aço inoxidável duplex superplástico 23,57%Cr-5,2%Ni-1,48%Mo-0,143%N-0,030%C-1,03%Cu (tabela 6.5) ensaiado na maior temperatura (1025°C) e na menor taxa de deformação ($2,8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$). O fato desta estrutura ocorrer apenas na região da fratura sugere que sua formação é influenciada pela deformação plástica.⁽¹⁰⁾

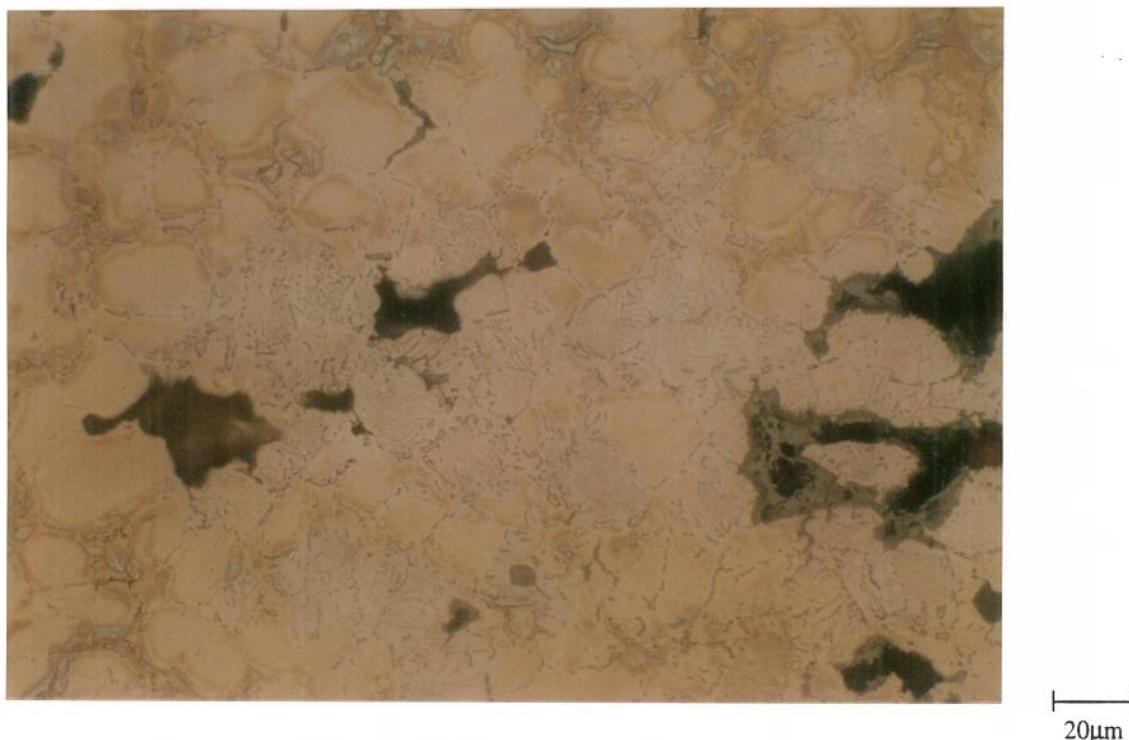


Figura 6.41. Microestrutura na região da fratura da seção longitudinal menor do material ensaiado a 980°C e taxa de deformação nominal de $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Ataque: KOH eletrolítico.⁽⁶⁴⁾

Já, para os ensaios realizados a 950°C , a microestrutura apresentou-se alinhada com a direção de tração (figura 6.42).

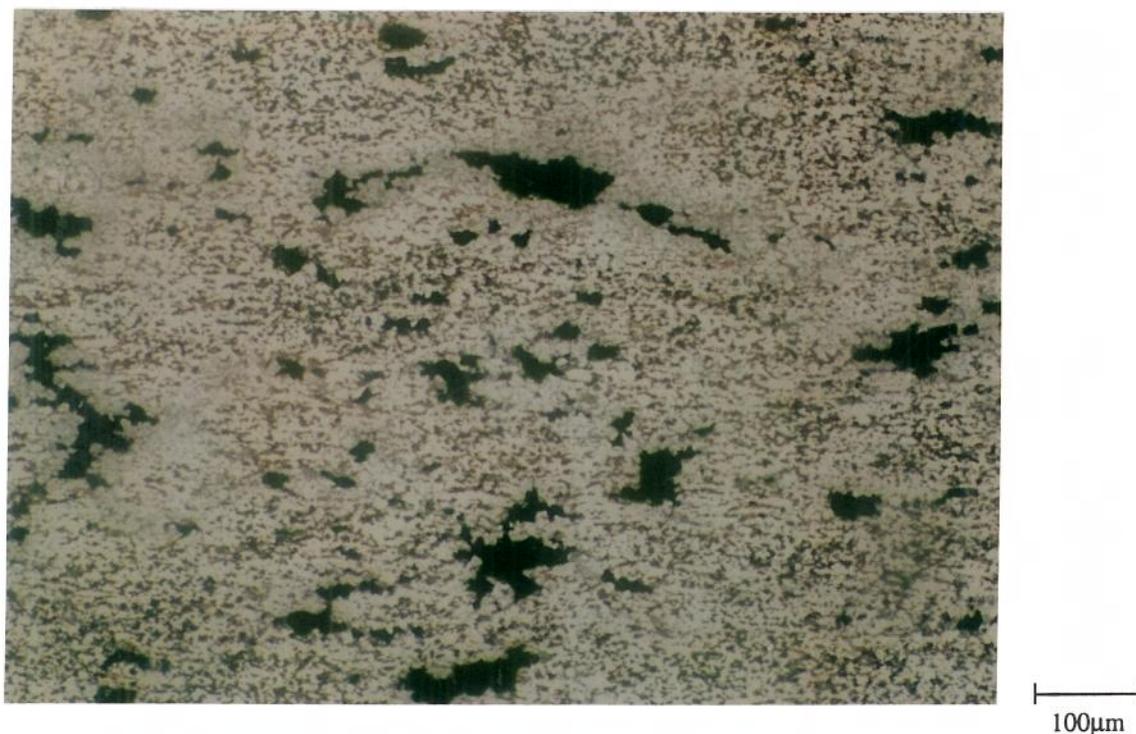


Figura 6.42. Microestrutura da seção longitudinal menor do material ensaiado a 950°C e com uma taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Direção de tração: horizontal. Ataque KOH eletrolítico.⁽⁶⁴⁾

Comparando-se a microestrutura obtida após os ensaios com aquela existente imediatamente antes da deformação (figura 6.37) observa-se que, além das fases deixarem de ser alongadas, ocorre um refino da estrutura. Isto fica mais evidenciado a 950°C.

A formação de uma **estrutura de grãos equiaxiais** com a deformação a partir de uma estrutura de fases alongadas na direção da laminação foi observada em vários trabalhos^(44-46,48) envolvendo aços inoxidáveis duplex.

Embora no presente trabalho não tenha sido efetuado um estudo sistemático para o acompanhamento das mudanças microestruturais durante a deformação, a formação de uma estrutura equiaxial, segundo Chokshi et al⁽¹⁾, ocorre para deformações acima de 30%, aproximadamente. Porém, a obtenção de uma estrutura equiaxial depende não só do grau de deformação, mas também da microestrutura prévia do material e da temperatura e taxa de deformação.⁽⁴⁵⁾

A formação de uma estrutura equiaxial durante a deformação superplástica foi explicada por Maehara e Ohmori⁽⁴⁴⁾ através de um modelo envolvendo recristalização

dinâmica. Como explicado no item 2.5.2, os autores⁽⁴⁴⁾ estudaram um aço inoxidável duplex 25%Cr-6,5%Ni-3Mo-0,14%N e propuseram que a estrutura equiaxial resulta de sucessivos processos de deformação localizada ao redor da fase mais dura da microestrutura duplex seguida por recristalização. No caso da estrutura composta por austenita e ferrita, característica de temperaturas mais altas (maiores ou aproximadamente iguais a 1000°C), a fase dura é a austenita. Já, no caso da estrutura composta por ferrita e fase σ , característica de temperaturas mais baixas, a fase dura é a σ . Uma vez formada a estrutura equiaxial, esta se mantém ao longo do processo de deformação.⁽¹⁾

Com base nisto, pode-se dizer que a estrutura original constituída predominantemente de fases alongadas de ferrita e austenita (figura 6.37) sofre durante a deformação um processo de recristalização, resultando em estruturas equiaxiais dessas mesmas fases (figura 6.39 e 6.42).

Em relação à **estrutura refinada** observada principalmente a 950°C: Smith et al⁽⁷³⁾ e Maehara e Ohmori⁽⁴⁴⁾ verificaram que a estrutura final do material é influenciada pelas condições de deformação, ou seja, a microestrutura será mais fina pela diminuição da temperatura ou pelo aumento da taxa de deformação.

De fato, a 950°C não só a temperatura é menor, mas também as taxas de deformação utilizadas foram, na maioria, superiores àquelas empregadas nos ensaios a 980°C, o que justifica a estrutura mais refinada a 950°C.

Isto evidencia, portanto, que a estrutura original realmente sofre um processo de recristalização em alguma etapa da deformação.

O mesmo modelo de recristalização capaz de explicar a formação de uma estrutura equiaxial e o refino da estrutura com o aumento da taxa de deformação não é, entretanto, o que explica o **comportamento superplástico**.

Segundo Tsuzaki et al⁽⁸⁵⁾, o escorregamento de grãos é o mecanismo predominante de deformação superplástica e não o de recristalização dinâmica sugerido por Maehara⁽⁴⁵⁾. Tsuzaki et al⁽⁸⁵⁾ estudaram o comportamento superplástico de um aço inoxidável duplex 25%Cr-7%Ni-3%Mo-0,14%N por microscopia de transmissão. Os autores⁽⁸⁵⁾ observaram inicialmente que, de fato, ocorre a formação de uma estrutura de grãos equiaxiais pelo mecanismo proposto por Maehara⁽⁴⁵⁾. Porém, verificou-se que, após a formação desta

estrutura equiaxial recristalizada (para cerca de 85% de alongamento a uma temperatura de 1000°C e taxa de deformação nominal de $1,7 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) o material mantém a baixa densidade de discordâncias durante toda a deformação superplástica (de 85% a 1300% de alongamento), ou seja, não foi observada uma estrutura encruada o suficiente para a ocorrência de recristalização durante toda a deformação. Além disso, esses autores observaram um crescimento de grão acentuado ao longo da deformação, o que não seria esperado caso sucessivos processos de recristalização ocorressem neste período. Esses resultados conduziram, então, à conclusão que a recristalização dinâmica ocorre apenas no início da deformação e uma vez formada a estrutura equiaxial, ela assim se mantém por mecanismo de escorregamento de grãos.

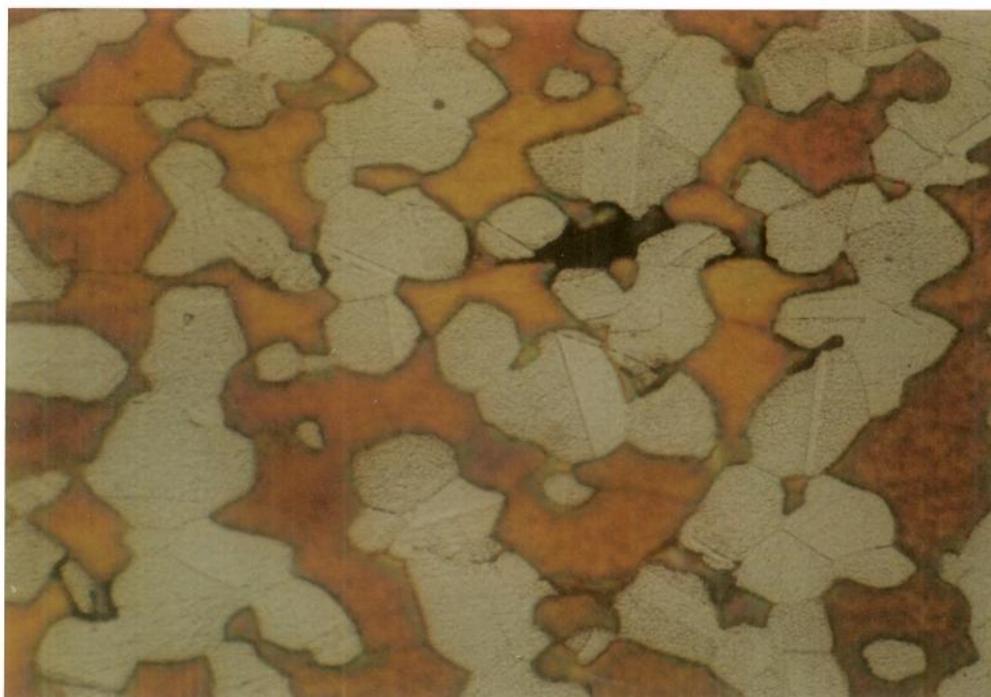
De fato, em todos os ensaios de tração realizados no presente trabalho observou-se a formação de cavidades em contornos de grão (da mesma fase ou de fases diferentes) (figuras 6.39 e 6.42), o que também sugere o mecanismo de escorregamento de contornos de grãos.

Verificou-se a formação de cavidades não só em interfaces austenita/fase σ , mas também em interfaces entre grãos da mesma fase. As figuras 6.43 e 6.44 mostram em detalhes os locais de início da formação de cavidades.



20μm

(a)



20μm

(b)

Figura 6.43. Detalhes da seção longitudinal menor do corpo-de-prova ensaiado a 980°C com uma taxa de deformação nominal de $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Ataque: (a) Marble e (b) Marble + KOH eletrolítico.

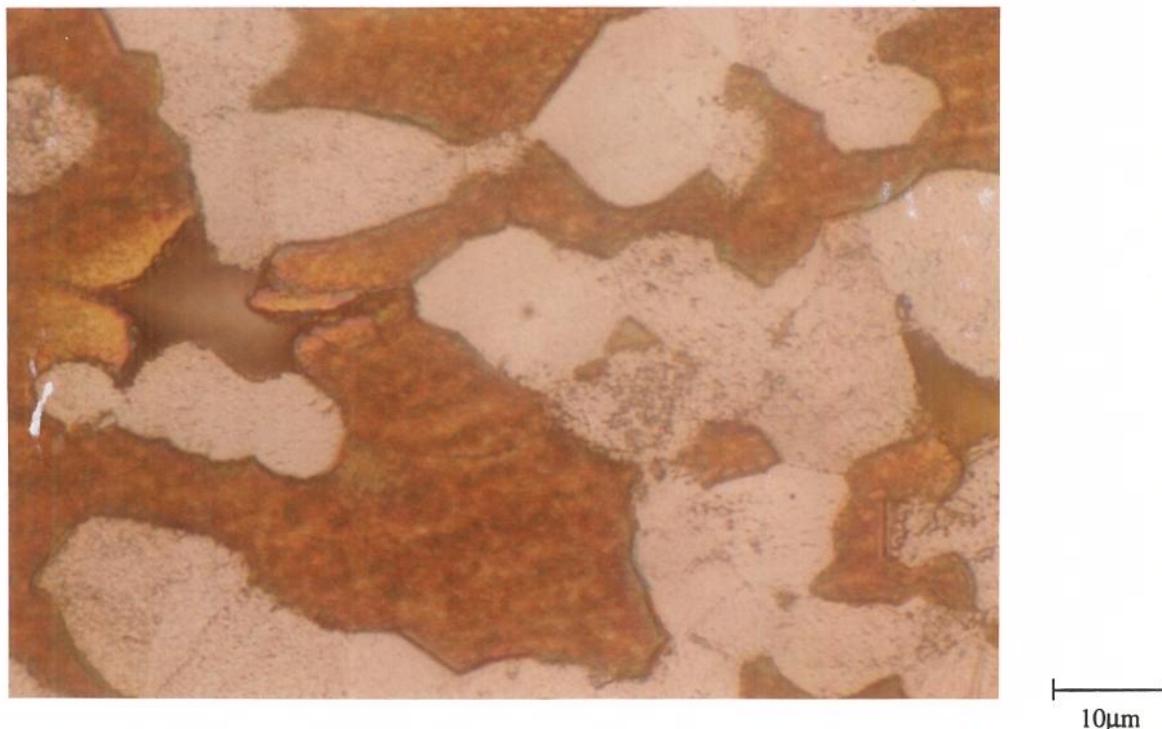


Figura 6.44. Detalhe da seção longitudinal menor do corpo-de-prova ensaiado a 980°C com uma taxa de deformação nominal de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Ataque: Marble + KOH eletrolítico.

Pelas observações feitas, sugere-se, então, que o material passa de uma estrutura de fases alongadas para outra equiaxial segundo o modelo de recristalização mencionado anteriormente. Uma vez formados os grãos equiaxiais, eles se mantêm por intermédio do escorregamento de contornos de grãos, como evidenciado pela formação de cavidades.

6.3.4. Cavitação

A cavitação é um fenômeno interessante de se estudar uma vez que está associado ao mecanismo de escorregamento de grãos, previsto para o processo de deformação superplástica.

Observações microscópicas revelaram a presença de cavidades nas amostras deformadas e que, como já dito, estão diretamente relacionadas com o mecanismo de escorregamento de grãos, uma vez que a nucleação das cavidades é decorrente das concentrações de tensão produzidas pelo escorregamento dos grãos.⁽⁸⁶⁾

Deve-se salientar que as cavidades representam descontinuidades no material. Porém, este fenômeno não ocorre nos materiais deformados em compressão.⁽⁹⁾ Chokshi et al⁽¹⁾

ressaltam o uso de pressão hidrostática durante o processo de conformação superplástica como técnica para limitar a cavitação, pois segundo Jiang et al⁽⁸⁶⁾ nestas condições ocorre restrição tanto da nucleação quanto do crescimento das cavidades. Chokshi et al⁽¹⁾ propõem ainda o recozimento das amostras após a conformação superplástica. Contudo, segundo os próprios autores, este procedimento é capaz de eliminar apenas cavidades pequenas.

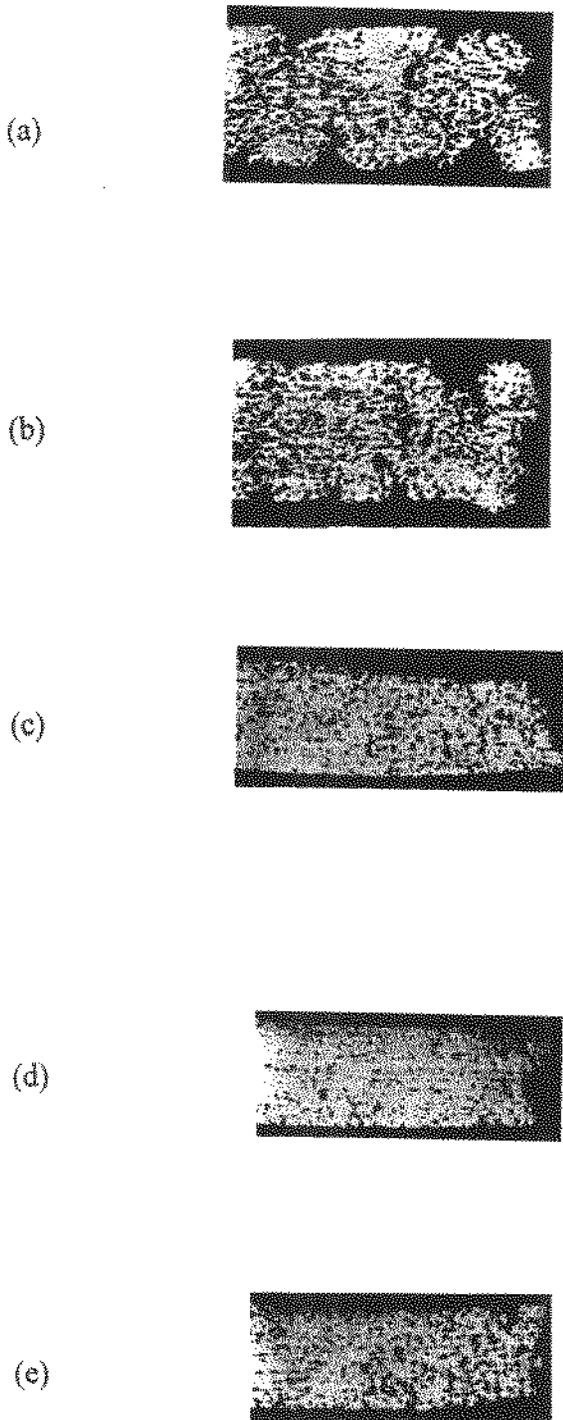
O estudo da cavitação aqui apresentado foi feito de forma quantitativa pela determinação da fração volumétrica das cavidades bem como do tamanho e distribuição das mesmas.

Inicialmente, analisou-se a influência do efeito da taxa de deformação sobre a cavitação e, em seguida, o efeito da temperatura.

a) Efeito da taxa de deformação

O efeito da taxa de deformação sobre a cavitação foi estudada através dos ensaios a 980°C. Para isso, efetuou-se a análise quantitativa das cavidades formadas na região da fratura dos corpos-de-prova ensaiados em diferentes taxas de deformação nominais.

As microestruturas representativas destes ensaios estão apresentadas na figura 6.45.



1 mm

Figura 6.45. Micrografias da superfície polida da seção longitudinal menor das amostras (na região da fratura), ensaiadas a 980°C e com taxas de deformação nominais de: (a) $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, (b) $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (c) $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (d) $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (e) $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Inicialmente, efetuou-se uma análise global através da fração volumétrica das cavidades.

Os resultados encontrados para cada uma das condições da figura 6.45 são apresentados na figura 6.46.

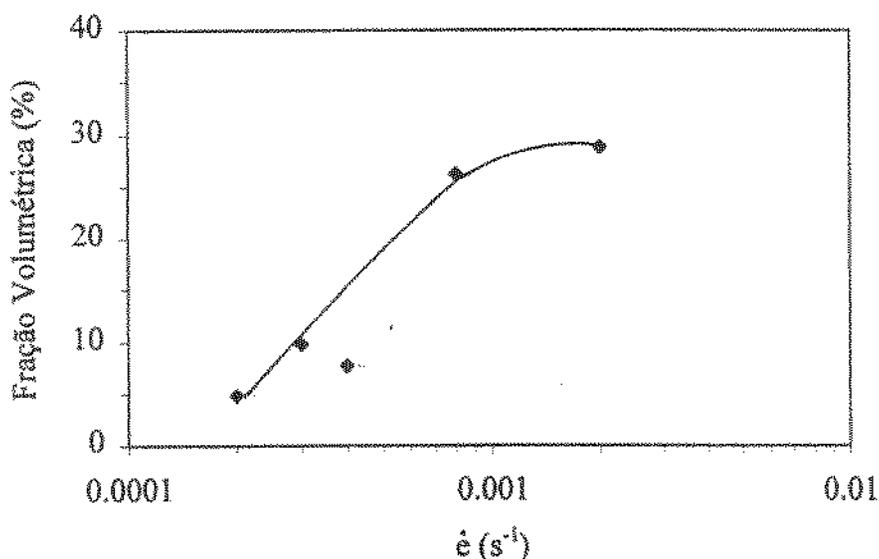


Figura 6.46. Fração volumétrica das cavidades encontradas na região da fratura de corpos-de-prova ensaiados a 980°C em diferentes taxas de deformação nominais.

Observa-se uma tendência do aumento da fração volumétrica das cavidades com o aumento da taxa de deformação.

Esta tendência é oposta àquela encontrada por Humphries e Ridley⁽⁸⁷⁾ para aços Fe-4%Ni-3%Mo-1,6%Ti-0,03%C com e sem adições de B e por Smith et al⁽⁷³⁾ para um aço microduplex Fe-26%Cr-6,5%Ni-0,05%C. Ambos estudaram a fração volumétrica das cavidades por medidas de densidade e concluíram que a fração volumétrica aumenta com a redução da taxa de deformação. Entretanto, os próprios autores admitem que os resultados contrariam o esperado, ou seja, o aumento da taxa de deformação deveria também aumentar a fração volumétrica de cavidades, porque diminui o tempo para que a acomodação dos grãos ocorra durante a deformação.

Assim, os resultados aqui encontrados poderiam ser justificados em termos de mecanismos de nucleação e crescimento das cavidades.

Supondo inicialmente que o número de núcleos formados durante o ensaio seja o mesmo para todas as taxas de deformação, então, a fração volumétrica de cavidades seria

maior em taxas de deformação mais altas caso a velocidade de crescimento dessas cavidades também fosse maior nestas condições. Isto não seria possível por mecanismos de difusão de lacunas devido à taxa de deformação mais alta. Porém, se por um lado, em altas taxas de deformação as cavidades não crescem por um mecanismo de difusão de lacunas, por outro, pode-se supor a ocorrência de um tipo de coalescimento das cavidades pela ruptura do material do ligamento entre as mesmas, figura 6.47. Em taxas de deformação mais altas, ocorreria a formação de pescoço localizado na região do ligamento entre cavidades, levando à ruptura do mesmo. Isto justificaria inclusive as “cadeias” de cavidades encontradas na direção transversal à direção de tração (figura 6.45.a e 6.45.b, principalmente).

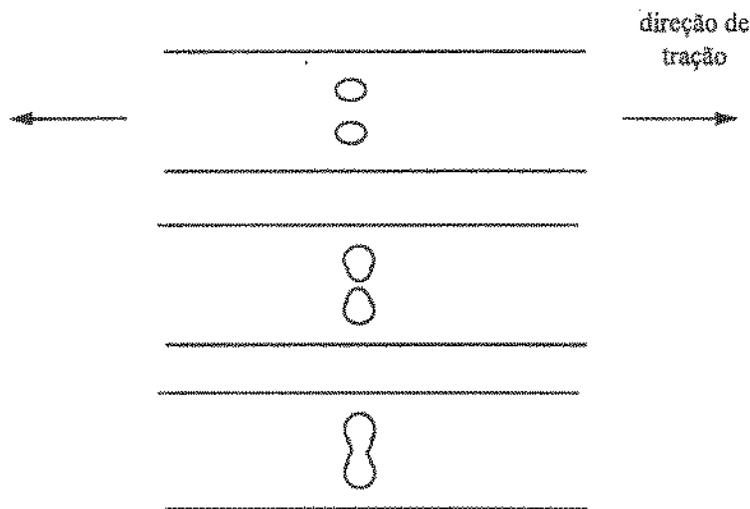


Figura 6.47. Coalescimento de cavidades em altas taxas de deformação.

Já, para taxas de deformação mais baixas, a formação de pescoço no ligamento entre cavidades seria difusa, pela condição do material do ligamento aproximar-se da superplástica, dificultando o coalescimento das cavidades. Isto, então, explicaria a maior homogeneidade da deformação.

Deve-se ressaltar, entretanto, que o estudo da região do ligamento entre cavidades não está estabelecido.^(34,86) Provavelmente se fossem utilizadas taxas de deformação nominais inferiores àquelas empregadas a 980°C e suficientes para atingir a região I (cujo valor de m seria menor do que aqueles encontrados), o mecanismo de crescimento de cavidades por difusão de lacunas poderia ser cogitado.

Supondo, agora, que a velocidade de crescimento das cavidades é a mesma para todas as taxas de deformação, então a fração volumétrica de cavidades seria maior em taxas de deformação mais altas caso o número de núcleos formados nestas condições também fosse maior. A nucleação de uma cavidade ocorre quando a concentração de tensão gerada durante o escorregamento de grão acontece mais rapidamente do que seu alívio.⁽⁹⁾ Provavelmente, este efeito é acentuado em taxas de deformação mais altas, onde os mecanismos de acomodação dos grãos (item 2.4.1) não têm tempo de serem ativados, resultando em um número maior de cavidades. De fato, segundo Jiang et al⁽⁸⁶⁾, o aumento da taxa de deformação aumenta o número de núcleos para formação de cavidades pela redução do tempo necessário para a acomodação dos grãos por difusão.

Assim, o aumento da fração volumétrica de cavidades com o aumento da taxa de deformação nominal poderia ser explicado, neste caso, por uma maior velocidade de crescimento das cavidades ou por uma maior velocidade de formação de núcleos ou até mesmo por um efeito simultâneo dos dois fatores anteriores.

Para avaliar a **distribuição de tamanhos de cavidades** para cada uma das condições apresentadas na figura 6.45, construíram-se histogramas de frequências relativas do número de cavidades em função do logaritmo das áreas das mesmas. Em seguida, aproximou-se cada uma das distribuições por uma do tipo normal. Os resultados encontrados são apresentados na figura 6.48.

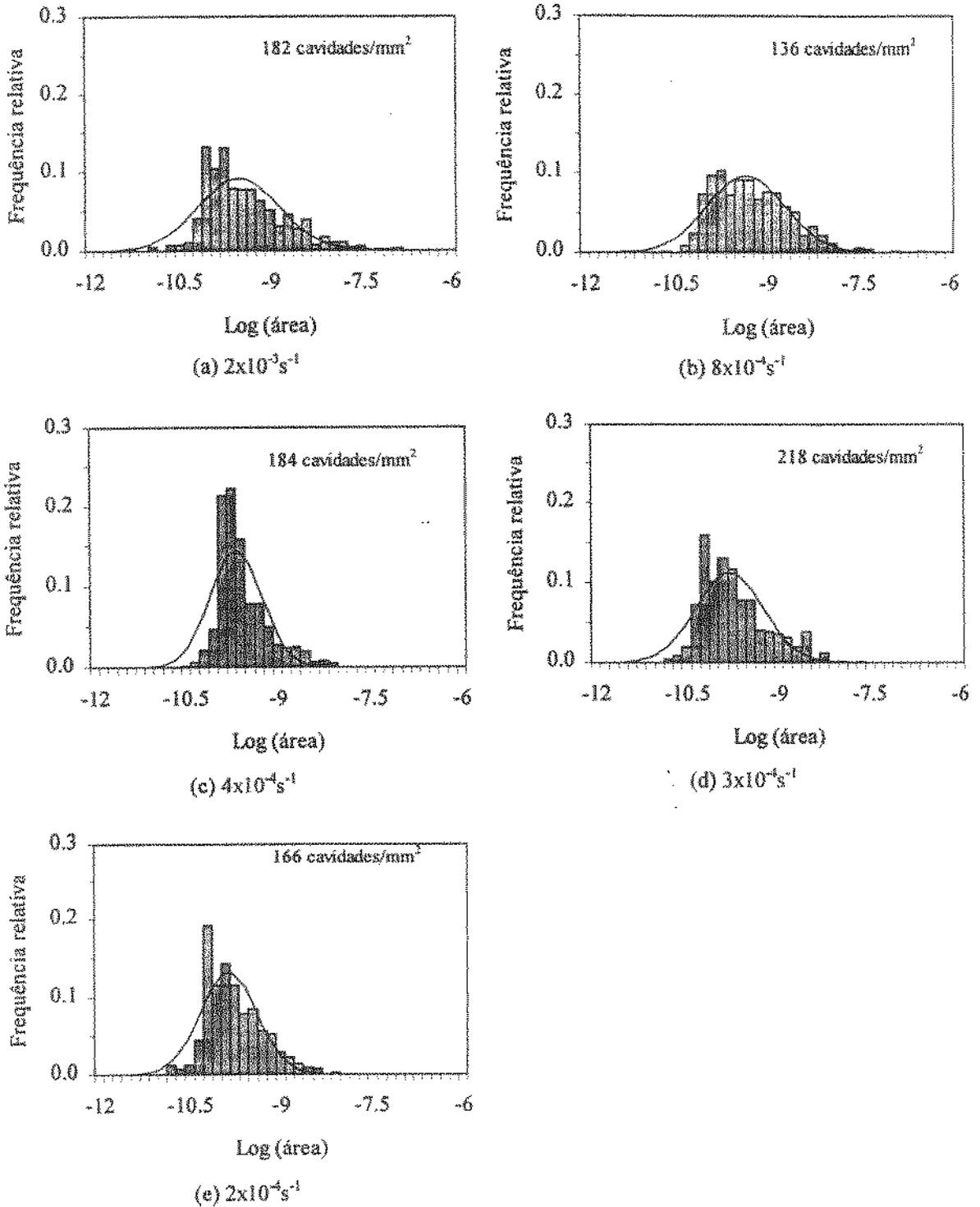


Figura 6.48. Frequência relativa da distribuição de cavidades em função do logaritmo das áreas das mesmas (em m^2) para os ensaios realizados a 980°C e com taxas de deformação de (a) $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, (b) $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (c) $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (d) $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (e) $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Em todos os casos, as distribuições apresentam-se alongadas à direita, com coeficientes de assimetria positivos.⁽⁷⁰⁾ Provavelmente, isto é consequência da discretização da imagem. Aqui salienta-se que no procedimento utilizado (item 5.2.2), o aumento das fotos

(~ 25x) foi escolhido com o objetivo de se ter uma área representativa da amostra em função do tamanho das cavidades.

Para comparar o efeito da taxa de deformação sobre a distribuição das cavidades em função de suas áreas, cada uma das distribuições normais apresentadas na figura 6.48 foi colocada em um mesmo gráfico, figura 6.49.

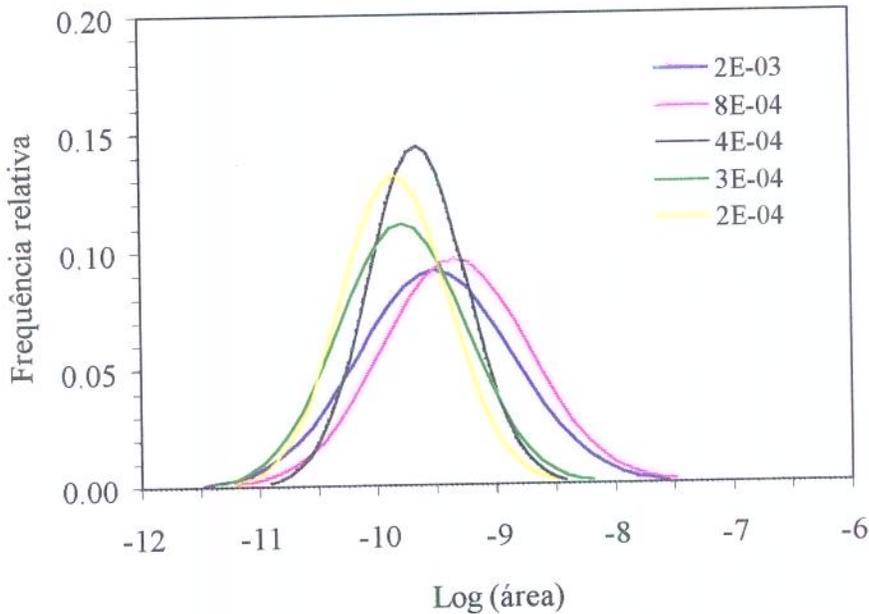


Figura 6.49. Curvas normais relativas às distribuições de cavidades em função do logaritmo de (m^2) suas áreas, para a região da fratura de corpos-de-prova ensaiados a 980°C .

A figura 6.49 mostra que há uma tendência de estreitamento da distribuição acompanhada de uma diminuição da área média das cavidades à medida que se diminui a taxa de deformação nominal. Isto implica que o tamanho das cavidades diminui e se torna mais homogêneo.

Este resultado opõe-se àquele obtido por Shei e Langdon⁽⁸⁸⁾ para uma liga Cu-3%Al-2%Si-0,4%Co e por Ahmed et al⁽⁸⁹⁾ para uma liga Zn-22%Al. Em nenhum destes dois trabalhos foi feito um estudo quantitativo do tamanho das cavidades, porém, por uma análise qualitativa, os autores encontraram que à medida que as condições de deformação variam da região III para a região I, as cavidades tornam-se maiores e mais arredondadas. Segundo Shei e Langdon⁽⁸⁸⁾, em altas taxas de deformação (região III) não há tempo suficiente para que as cavidades nucleadas cresçam; por outro lado, em baixas taxas de deformação (região I), há

tempo suficiente para o crescimento das cavidades por difusão de lacunas em direção às mesmas (item 2.4.2), resultando em cavidades mais arredondadas.

Porém, a hipótese de formação do coalescimento de cavidades pela ruptura dos ligamentos entre as mesmas (como explicado anteriormente, figura 6.47) poderia justificar os resultados encontrados, ou seja, a menor área média encontrada e a distribuição mais estreita (cavidades de tamanhos aproximadamente iguais) com a diminuição da taxa de deformação, pois por esta hipótese, como comentado anteriormente, o coalescimento das cavidades seria dificultado em taxas de deformação mais baixas. De fato, segundo Ridley e Wang⁽⁹⁰⁾, a coalescência de cavidades produz cavidades maiores. Assim, se em taxas de deformação mais baixas o coalescimento é dificultado, então as cavidades tendem a ser menores.

Além disso, em baixas taxas de deformação a nucleação das cavidades também é menor,⁽⁸⁶⁾ ou seja, menos cavidades são formadas. Isto equivale dizer que em taxas de deformação maiores, uma maior quantidade de cavidades são formadas durante a deformação. Dessa forma, pode-se imaginar que em taxas de deformação mais altas, enquanto algumas cavidades já atingiram um certo tamanho, outras estão nucleando e possuem um tamanho muito menor, o que também explicaria que a distribuição de tamanhos seja mais larga nestas condições.

b) Efeito da temperatura

A comparação entre o grau de cavitação para as duas temperaturas foi feita pela análise quantitativa das cavidades formadas ao longo da região útil dos corpos-de-prova ensaiados a 950°C e 980°C, ambos com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. As seções analisadas são apresentadas na figura 6.50.

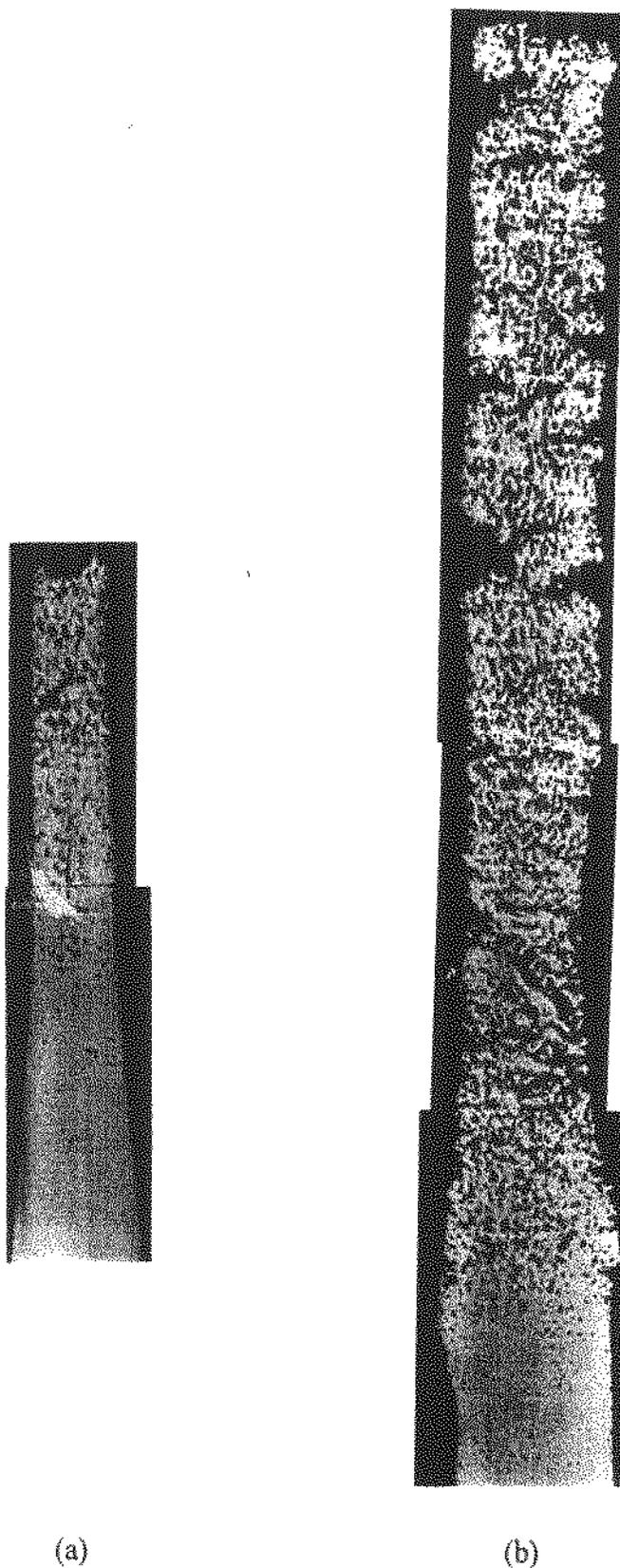


Figura 6.50. Micrografias da superfície polida da seção longitudinal menor ao longo da região útil dos corpos-de-prova ensaiados com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e na temperatura de (a) 950°C e (b) 980°C .

Analogamente ao caso anterior, efetuou-se inicialmente a análise da **fração volumétrica das cavidades** (em função da posição no corpo-de-prova).

Os resultados encontrados para cada uma das temperaturas são apresentados na figura 6.51.

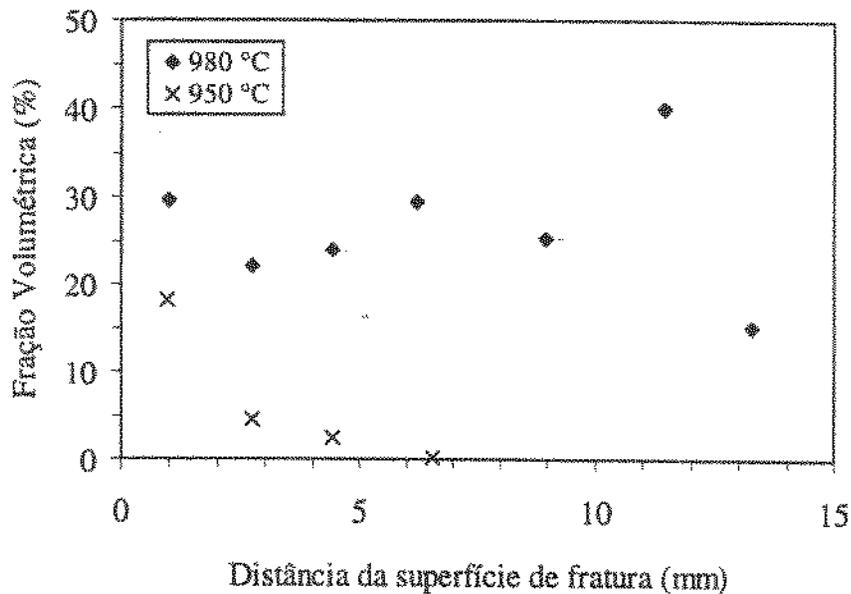


Figura 6.51. Fração volumétrica das cavidades encontradas ao longo do comprimento útil de corpos-de-prova ensaiados com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ nas temperaturas de 950°C e 980°C .

A figura 6.51 mostra que para 950°C a fração volumétrica de cavidades diminui com o aumento da distância à superfície de fratura. Para 980°C , entretanto, a fração volumétrica permanece entre 20% e 30%, até cerca de 10 mm de distância da superfície de fratura, o que evidencia a homogeneidade da deformação; em seguida, ocorre um aumento da fração volumétrica associado a uma região de início de outra fratura.

Neste ponto é interessante salientar que os materiais superplásticos além de não apresentarem formação de pescoço localizado, ainda possuem uma notável tolerância à presença de descontinuidades representadas pelas cavidades,⁽⁹⁰⁾ que chegam a estar presentes em até 30% em volume como verificado neste trabalho e como citado na literatura⁽⁸⁶⁾.

A figura 6.51 mostra ainda que a fração volumétrica encontrada a 950°C é menor do que a 980°C . Além disso, a 950°C esta fração diminui bruscamente para distâncias da superfície de fratura superiores a 2 mm.

Considerando inicialmente que a contribuição do mecanismo de escorregamento de grãos seja a mesma para 950°C e 980°C, poderia-se, a princípio, associar esta menor fração volumétrica de cavidades encontradas a 950°C à estrutura mais refinada do que a 980°C (como já apresentado no item 6.3.3), pois quanto menor o tamanho de grão, menor será o número de núcleos formados.⁽⁸⁶⁾ Isto ocorre porque as concentrações de tensão devido ao escorregamento dos grãos são relativamente menores uma vez que a acomodação desses grãos por difusão é favorecida pelas menores distâncias.

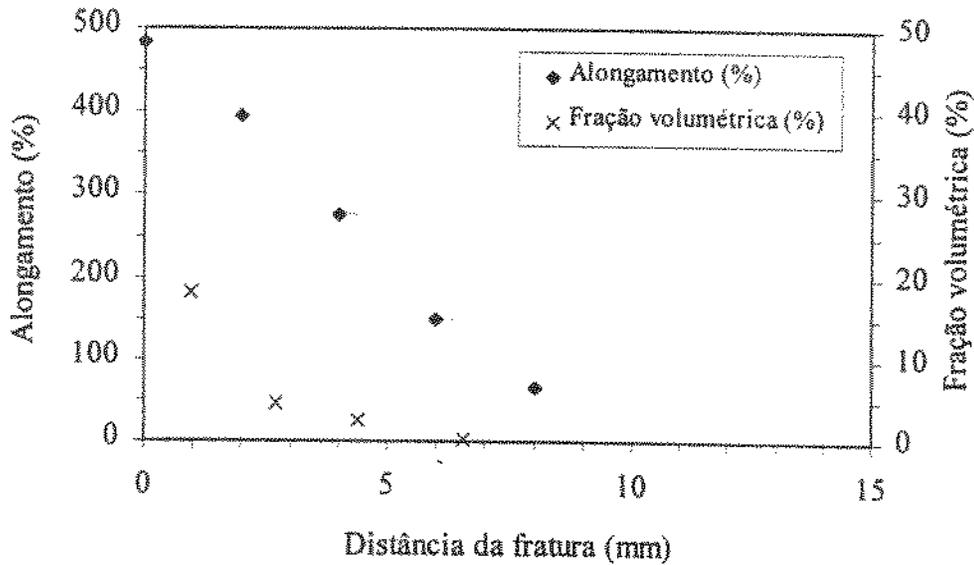
Por outro lado em temperaturas mais baixas a nucleação é favorecida porque a difusão, através da qual a acomodação dos grãos pode ocorrer, é dificultada.⁽⁸⁶⁾ Isto sugeriria que a 950°C o número de cavidades deveria ser maior.

Contudo, deve-se lembrar ainda o efeito da taxa de deformação sobre a nucleação das cavidades. Tanto a 950°C quanto a 980°C, a taxa de deformação nominal foi a mesma para estas análises ($8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Porém, como mencionado anteriormente (item 6.2.1, figura 6.11), a taxa de deformação verdadeira não se mantém durante a deformação conduzida a velocidade de deslocamento constante. A 980°C a amostra alongou-se mais do que a 950°C (711% e 385%, respectivamente). Dessa forma, a taxa de deformação verdadeira ao final do ensaio a 980°C é menor do que aquela a 950°C (cerca de 10% da taxa de deformação nominal, $0,8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, e 20% da taxa de deformação nominal, $1,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, respectivamente). Assim, a 950°C como a taxa de deformação é maior, esperaria-se uma maior nucleação de cavidades.

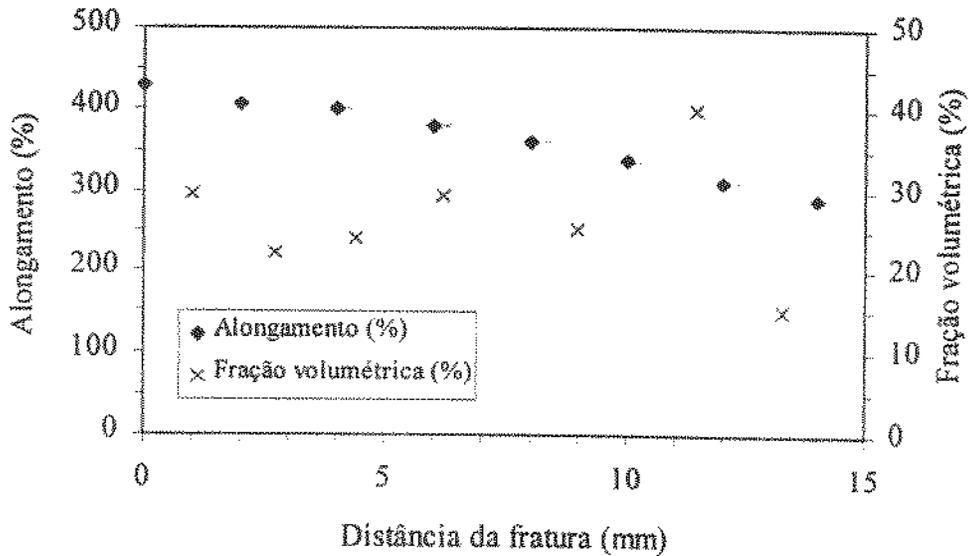
Dessa forma, a 950°C é possível um maior número de cavidades pela menor temperatura e maior taxa de deformação, porém um número menor devido ao menor tamanho de grão em relação a 980°C. Como o número de cavidades encontradas a 950°C é menor do que a 980°C, principalmente longe da superfície de fratura, pode-se concluir que o tamanho de grão tem um efeito preponderante, supondo a hipótese inicial de mesma contribuição do mecanismo de escorregamento de grãos tanto a 950°C quanto a 980°C. Porém, segundo Smith et al⁽⁷³⁾ o efeito do tamanho de grão realmente existe, no entanto não é muito significativo.

Portanto, é interessante fazer uma outra hipótese, de diferentes contribuições do mecanismo de escorregamento de grãos para a deformação a 950°C e 980°C. Neste caso, poderia-se acreditar que a 950°C esta contribuição seria menor, uma vez que o número de cavidades é menor bem como o próprio alongamento à fratura.

A relação entre a cavitação e a deformação ao longo do comprimento útil dos corpos-de-prova ensaiados com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a 950°C e 980°C pode ser visualizada pela figura 6.52.



(a) 950°C



(b) 980°C

Figura 6.52. Alongamento e fração volumétrica de cavidades ao longo do comprimento útil dos corpos-de-prova ensaiados com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e nas temperaturas de (a) 950°C e (b) 980°C .

A figura 6.52 mostra que os perfis de fração volumétrica acompanham os de alongamento tanto a 950°C quanto a 980°C . Pode-se inferir, portanto, que a homogeneidade da deformação (em termos de alongamento) encontrada a 980°C está associada à

homogeneidade da cavitação. Dessa forma, esta última também está diretamente relacionada com o mecanismo da superplasticidade.

A figura 6.52 mostra ainda que no ensaio realizado a 950°C na taxa de deformação nominal em questão ($8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), embora tenha ocorrido a formação de cavidades, também houve uma tendência à estricção, evidenciada pela deformação localizada na região da fratura (item 6.3.1). Isto vai de encontro à conclusão feita anteriormente sobre a menor contribuição do mecanismo de escorregamento de grãos na deformação a 950°C.

Para avaliar a **distribuição de tamanhos de cavidades** ao longo do comprimento útil das amostras apresentadas na figura 6.50, construíram-se histogramas de frequências relativas do número de cavidades em função do logaritmo das áreas das mesmas. Analogamente ao caso anterior, aproximou-se cada uma destas distribuições por uma do tipo normal. Os resultados encontrados para 950°C e 980°C são apresentados, respectivamente, nas figuras 6.53 e 6.54.

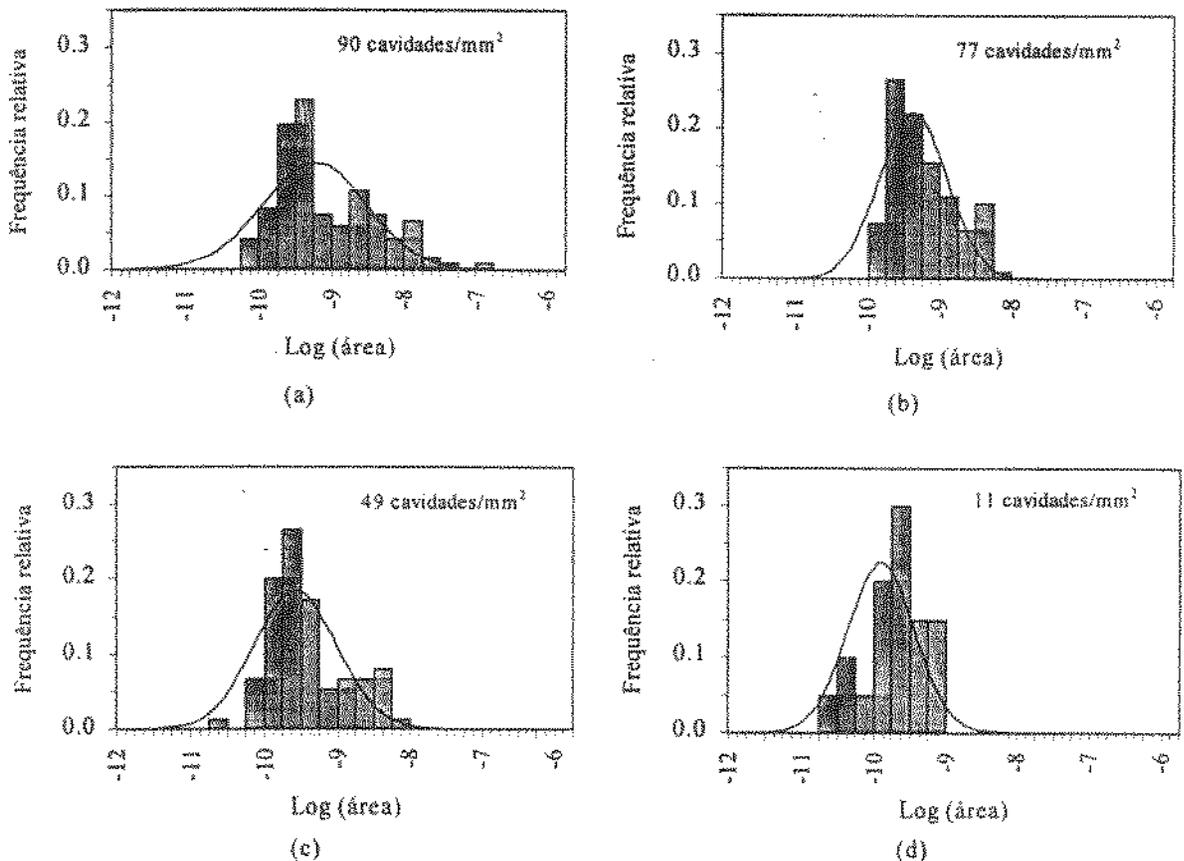


Figura 6.53. Frequência relativa da distribuição de cavidades em função do logaritmo das áreas das mesmas (em m^2) para o ensaio realizado a 950°C e com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, ao longo do comprimento útil. Distância da superfície de fratura: (a) 1,0 mm; (b) 2,7 mm; (c) 4,4 mm e (d) 6,6 mm.

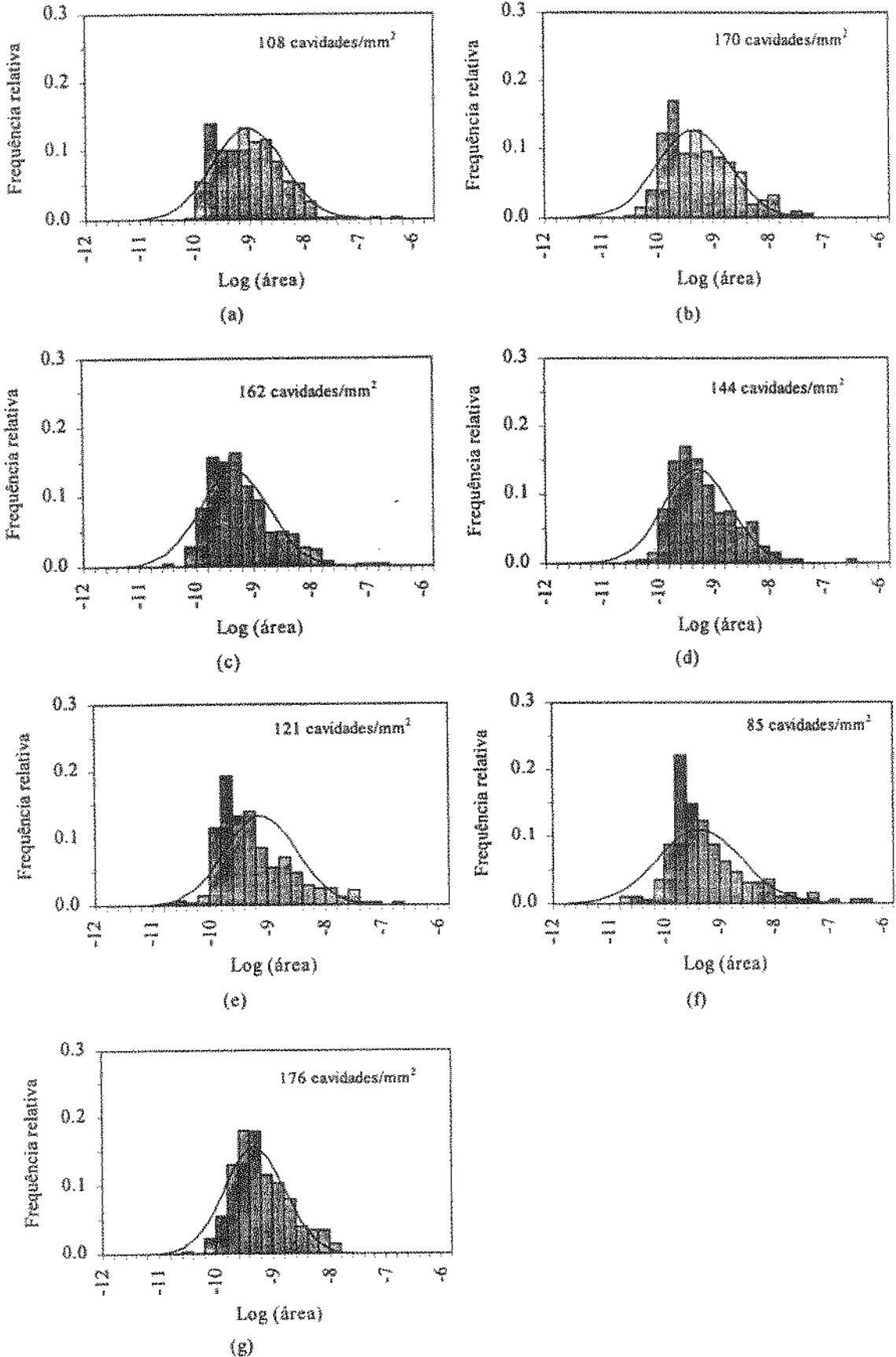
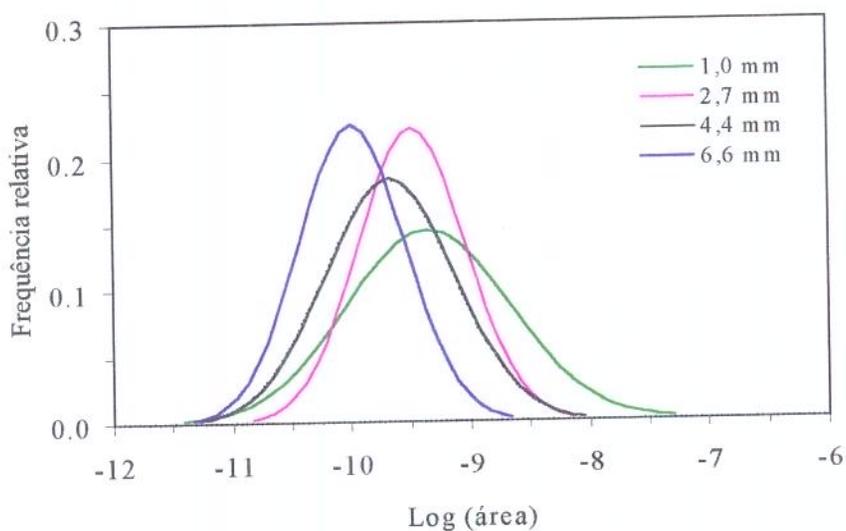


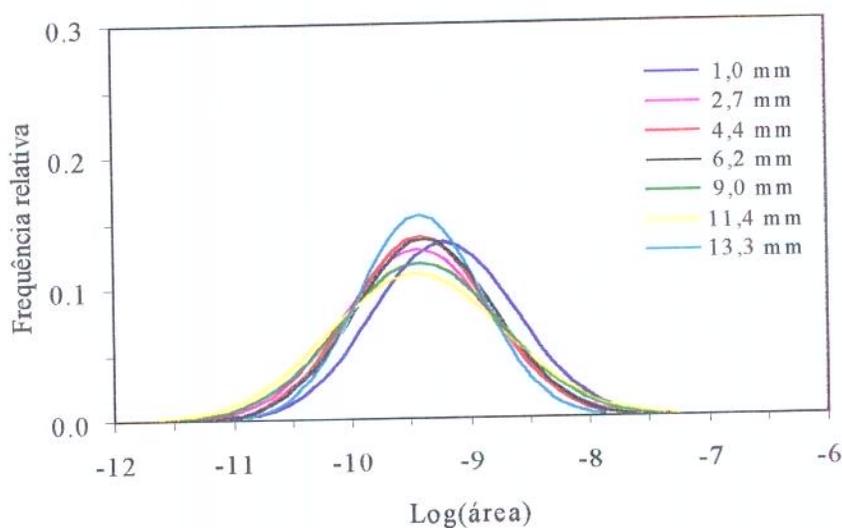
Figura 6.54. Frequência relativa da distribuição de cavidades em função do logaritmo das áreas das mesmas (em m^2) para o ensaio realizado a 980°C e com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, ao longo do comprimento útil. Distância da superfície de fratura: (a) 1,0 mm; (b) 2,7 mm; (c) 4,4 mm; (d) 6,2 mm; (e) 9,0 mm; (f) 11,4 mm e (g) 13,3 mm.

Analogamente ao efeito da taxa de deformação, as distribuições apresentam assimetria positiva. A 950°C, a região relativa à distância de 6,6 mm da fratura apresenta assimetria negativa provavelmente porque, embora pertença ao comprimento útil do corpo-de-prova, não pertence à região de deformação relativa ao pescoço formado. Neste caso, houve formação de cavidades, mas a fratura do corpo-de-prova ocorreu antes do crescimento das mesmas, por ser uma região de menor deformação.

Para efeito de comparação entre as várias regiões do comprimento útil de cada corpo-de-prova, cada uma das distribuições normais apresentadas nas figuras 6.53 e 6.54 foram colocadas em um só gráfico apresentado na figura 6.55.



(a) 950°C



(b) 980°C

Figura 6.55. Curvas normais relativas às distribuições de cavidades em função de suas áreas ao longo do comprimento útil dos corpos-de-prova ensaiados com taxa de deformação nominal de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ nas temperaturas de (a) 950°C e (b) 980°C.

Observa-se que para 950°C (figura 6.55.a) a área média das cavidades tende a diminuir com o aumento da distância da superfície de fratura. Por outro lado, a 980°C (figura 6.55.b) nota-se que, as curvas de distribuição e a área média das cavidades são praticamente iguais.

Estes resultados mostram que de fato apenas a 980°C a deformação ocorreu de maneira uniforme ao longo da região útil, tal como já apresentado e deduzido pelos resultados das medidas de alongamento (item 6.3.1).

CAPÍTULO 7

Conclusões

As principais conclusões do trabalho podem ser divididas em três tipos de abordagens. O primeiro refere-se às principais conclusões sobre as técnicas experimentais utilizadas. Em seguida, definidos os critérios de caracterização da superplasticidade, são apresentadas as conclusões sobre o material em estudo. Finalmente, são traçadas as principais conclusões sobre os mecanismos de deformação superplástica.

Quanto às técnicas de análise da superplasticidade:

- A *caracterização completa da superplasticidade* deve ser feita sob três aspectos: pelo alongamento, pelo coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação (m) e pela uniformidade da deformação.
- Os *ensaios de tração* fornecem informações sobre o alongamento e uniformidade da deformação, porém são inadequados para a determinação de m . A estimativa de m por esta técnica requer um grande número de ensaios, envolvendo várias temperaturas e taxas de deformação. Isto torna o método demorado e trabalhoso, pois quanto menores os valores de taxa de deformação empregados, maiores serão os tempos de duração dos ensaios, aumentando as dificuldades experimentais relativas, por exemplo, ao controle e homogeneidade da temperatura do corpo-de-prova.

- Os ensaios de relaxação de tensões permitem apenas a determinação de um valor médio do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação em função da temperatura e da taxa de deformação. Apesar de requerer um número pequeno de ensaios e amostras, os valores de m obtidos são constantes em grandes intervalos de taxas de deformação, já que são empregados métodos gráficos para sua determinação. Nos métodos gráficos, os valores de m encontrados são constantes em grandes intervalos de taxas de deformação (de várias ordens de grandeza).
- Os ensaios de mudança de taxa de deformação também permitem a determinação do valor de m em função da temperatura e da taxa de deformação. Este método é rápido e exige um número pequeno de corpos-de-prova. Das variações possíveis de mudança de taxa de deformação, os métodos analíticos fornecem mais informações que os gráficos. Nos métodos analíticos, os valores de m variam em intervalos muito menores de taxas de deformação, possibilitando conhecer mais detalhadamente o comportamento do material em relação a este parâmetro.
- As três técnicas experimentais utilizadas são, portanto, complementares entre si, uma vez que nenhuma delas isoladamente fornece todas as informações necessárias para a caracterização do material quanto ao seu comportamento superplástico.

Quanto à caracterização do comportamento superplástico do material:

- O aço inoxidável duplex (22,5%Cr-6,4%Ni-3,0%Mo-0,16%N) a 980°C e taxas de deformação nominais no intervalo de $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ apresenta: (i) valores de m decrescentes de 0,70 a 0,50, respectivamente; (ii) deformação uniforme (sem estricção localizada) e (iii) um pico de máximo alongamento ao redor de 900% a $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Assim, conclui-se que o material nestas condições de temperatura, taxa de deformação nominal e microestrutura inicial apresenta comportamento superplástico.
- O aço inoxidável duplex a 950°C e taxas de deformação entre aproximadamente $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ apresenta: (i) valores de m decrescentes de 0,4 a 0,3, respectivamente;

(ii) deformação com presença de estrição e (iii) alongamento máximo de cerca de 390% a $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Embora os valores de m sejam superiores a 0,3 e os alongamentos superiores a 300%, a não-uniformidade da deformação descaracteriza o material como superplástico nestas condições de temperatura, taxa de deformação nominal e microestrutura inicial.

Quanto ao mecanismo de deformação superplástica:

- A estrutura alongada inicial das fases transforma-se em uma *estrutura equiaxial* por recristalização dinâmica em alguma etapa da deformação. Isto é evidenciado pelo fato que o aumento da taxa de deformação e/ou diminuição da temperatura resultam em uma estrutura final mais refinada.
- Durante a deformação ocorre o fenômeno de *cavitação*, que é influenciado pela temperatura e pela taxa de deformação. Quanto maior a taxa de deformação: (i) maior a fração volumétrica das cavidades formadas; (ii) maior a área média das cavidades e (iii) mais larga a distribuição dos tamanhos das cavidades. Em relação à temperatura: (i) a 980°C , nas condições superplásticas, a distribuição e a área média das cavidades é a mesma ao longo de todo comprimento útil do corpo-de-prova, acompanhando a uniformidade da deformação; (ii) a 950°C , tal como ocorre com a deformação, a distribuição das cavidades é heterogênea; quanto maior a distância da superfície de fratura, menor é a fração volumétrica média das cavidades.
- A manutenção da estrutura equiaxial durante a deformação e a ocorrência da cavitação são evidências indiretas do mecanismo de deformação superplástica por *escorregamento de grãos*.

CAPÍTULO 8

Sugestões para Trabalhos Futuros

- Obtenção da superplasticidade em taxas de deformação mais altas utilizando como parâmetros a temperatura e a microestrutura inicial (tamanho de grão e proporção das fases).
- Estudo da evolução da microestrutura durante a deformação em diferentes temperaturas, taxas de deformação e tamanhos de grão iniciais:
 - a) Evolução das fases presentes e as possíveis transformações em função da temperatura;
 - b) Nucleação e crescimento das cavidades (avaliação e modelamento).
- Emprego de outras temperaturas e taxas de deformação em ensaios de tração visando aprimorar o estudo da cavitação.
- Efeito da microestrutura final obtida após deformação superplástica sobre as propriedades mecânicas e resistência à corrosão.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1-CHOKSHI, A.H., MUKHERJEE, A.K., LANGDON, T.G. Superplasticity in advanced materials. *Materials Science and Technology*, Lausanne, v. R10, n.6, p.237-274, Sept. 1993.
- 2-LANGDON, T.G. The physics of superplastic deformation. *Materials Science and Engineering*, Lausanne, v.137A, n.1-2, p.1-11, May15, 1991.
- 3-PEREVEZENTSEV, V.N., RYBIN, V.V., CHUVIL'DEEV, V.N. The theory of structural superplasticity-I.The physical nature of the superplasticity phenomenon. *Acta Metallurgica et Materialia*, Oxford, v.40, n.5, p.887-894, May, 1992.
- 4-MAEHARA, Y., LANGDON, T.G. Superplasticity of steels and ferrous alloys. *Materials Science and Engineering*, Lausanne, v.128A, n.1, p.1-13, Aug. 1990.
- 5-LANGDON, T.G. The mechanical properties of superplastic materials. *Metallurgical Transactions*, New York, v. 13A, n.5, 689-701, May, 1982.
- 6-JOHNSON, R.H. Superplasticity. *Metallurgical Reviews*, London, v.15, p. 115-134, 1970.
- 7-SHERBY, O.D., WADSWORTH, J. Superplasticity - Recent advances and future directions. *Progress in Materials Science*, Oxford, v.33, n.3, p.169-221, 1989.
- 8-HAYDEN, H.W., GIBSON, R.C., BROPHY, J.H. Superplastic metals. *Scientific American*, New York, v.220, n.3, p.28-35, March, 1969.
- 9-EDINGTON, J.W., MELTON, K.N., CUTLER, C.P. Superplasticity. *Progress in Materials Science*, Oxford, v.21, n.2, p.61-158, 1976.
- 10-AFONJA, A.A. Superplasticity in a coarse-grained duplex phase stainless steel. In: DUPLEX STAINLESS STEELS CONFERENCE, 1., St. Louis, Oct. 25-28, 1982. *Proceedings...* Metals Park : American Society for Metals, 1983. p. 143-167.

- 11-SATO, E., KURIBAYASHI, K. On the mechanism of internal stress superplasticity. **Materials Science Forum**, Aedermannsdorf, v.170-172, p.89-94, 1994.
- 12-LANGDON, T.G. Flow and ductility in superplastic metals. In: INTERAMERICAN CONFERENCE ON MATERIALS TECHNOLOGY. 5. São Paulo, Nov. 6-10, 1978. **Proceedings...** São Paulo : Ed.Hamburg Ltda, Oct. 1978. p.465-472.
- 13-LEE, W.B., YANG, H.S., KIM, Y-W., MUKHERJEE, A.K. Superplastic behavior in a two-phase Ti-Al alloy. **Scripta Metallurgica et Materialia**, New York, v.29, n.11, p.1403-1408, Dec. 1993.
- 14-SMITH, G.D., FLOWER, H.L. Superplastic forming of alloy 718. **Advanced Materials & Processes**, Metals Park, n.4, p.32-34, 1994.
- 15-SHERBY, O.D., WADSWORTH, J. Superplasticity and superplastic forming processes. **Materials Science and Technology**, Lausanne, v.1, p.925-936, 1985.
- 16-SRIVASTAVA, S.K. Superplasticity in a duplex stainless steel. In: DUPLEX STAINLESS STEELS CONFERENCE, 1., St. Louis, Oct. 25-28, 1982. **Proceedings...** Metals Park : American Society for Metals, 1983. p. 1-14.
- 17-SUERY, M., MUKHERJEE, A.K. Superplasticity-correlation between structure and properties. In: WILSHIRE, B., EVANS, R.W. **Creep behaviour of crystalline solids**, Swansea : Pineridge Press, 1985. Cap.4, p.137-200.
- 18-LIU, C., CHANG, D., LI-PING, H. Types of superplastic m - δ curves of Ti-6Al-4V alloy and their intertransformation. **Journal of Materials Science**, London, v.29, n.5, p.1217-1221, March, 1994.
- 19-WRAY, P.J. Tensile plastic instability at an elevated temperature and its dependence upon strain rate. **Journal of the Applied Physics**, New York, v.41, n.8, p.3347-3352, July, 1970.
- 20-GHOSH, A.K., HAMILTON, C.H. Mechanical behavior and hardening characteristics of a superplastic Ti-6Al-4V alloy. **Metallurgical Transactions**, New York, v.10A, p.699-706, June, 1979.
- 21-RIDLEY, N. Superplastic microstructures. **Materials Science and Technology**, London, v.6, n.11, p.1145-1156, Nov. 1990.
- 22-COURTNEY, T.H. **Mechanical behavior of materials**. New York : McGraw-Hill, 1990. Cap. 7, p.295-309.
- 23-LANGDON, T.G. Grain boundary sliding as a deformation process in creep and superplasticity. **Materials Science Forum**, Aedermannsdorf, v.170-172, p.53-58, 1994.

- 24-RAI, G., GRANT, N.J. On the measurements of superplasticity in a Al-Cu alloy. *Metallurgical Transactions*, New York, v.6A, n.2, p.385-390, Feb. 1975.
- 25-CHAUDHURY, P.K., SIVARAMAKRISHNAN, V., MOHAMED, F.A. Superplastic deformation behavior in commercial and high purity Zn-22pctAl. *Metallurgical Transactions*, New York, v.19A, n.11, p.2741-2752, Nov. 1988.
- 26-CHAUDHURY, P.K., MOHAMED, F.A. Effect of impurity content on superplastic flow in the Zn-22%Al alloy. *Acta Metallurgica*, Oxford, v.36, n.4, p.1099-1110, April, 1988.
- 27-LANGDON, T.G. An examination of grain boundary sliding in superplastic deformation. In: INTERAMERICAN CONFERENCE ON MATERIALS TECHNOLOGY. 7. Mexico, Oct. 19-23, 1981. *Proceedings...* Mexico: Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, Oct. 1981. p.97-103.
- 28-LANGDON, T.G. The role of grain boundaries in high temperature deformation. *Materials Science and Engineering*, Lausanne, v.166A, n.1-2, p.67-79, July, 1993.
- 29-SHARIAT, P., VASTAVA, R.B., LANGDON, T.G. An evaluation of the roles of intercrystalline and interphase boundary sliding in two-phase superplastic alloys. *Acta Metallurgica*, Oxford, v.30, n.1, p.285-296, Jan. 1982.
- 30-GEÇKINLI, A.E. Grain boundary sliding model for superplastic deformation. *Metal Science*, London, v.17, n.1, p.12-18, Jan. 1983.
- 31-ASHBY, M.F., VERRALL, R.A. Diffusion-accommodated flow and superplasticity. *Acta Metallurgica*, Belfast, v.21, n.2, p.149-163, Feb. 1973.
- 32-GIFKINS, R.C. Grain-boundary sliding and its accommodation during creep and superplasticity. *Metallurgical Transactions*, New York, v.7A, n.8, p.1225-1232, Aug. 1976.
- 33-BALL, A., HUTCHISON, M.M. Superplasticity in the aluminium-zinc eutectoid. *Metal Science Journal*, London, v.3, p.1-7, Jan. 1969.
- 34-LANGDON, T.G. Fracture processes in superplastic flow. *Metal Science*, London, v.16, n.4, p.175-183, April, 1982.
- 35-XINGGANG, J., JIANHONG, C., LONGXIANG, M. A cavity nucleation model during high temperature creep deformation of metals, *Acta Metallurgica et Materialia*, Oxford, v.41, n.2, p.539-542, Feb. 1993.
- 36-STOWELL, M.J. Cavity growth and failure in superplastic alloys. *Metal Science*, London, v.17, n.2, p.92-98, Feb. 1983.

- 37-SOLOMON, H.O., DEVINE Jr., T.M. Duplex steels - A tale of two phases. In: DUPLEX STAINLESS STEELS CONFERENCE, 1., St. Louis, Oct. 25-28, 1982. **Proceedings...** Metals Park : American Society for Metals, 1983. p.693-756.
- 38-NILSSON, J.-O. Super duplex stainless steels. **Materials Science and Technology**, London, v.8, n.8, p.685-700, Aug. 1992.
- 39-REICK, W., POHL, M., PADILHA, A.F. O desenvolvimento dos aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex. **Meturgia e Materiais ABM**, São Paulo, v.48, n.409, p.551-563, Set. 1992.
- 40-JOSEFSSON, B., NILSSON, J.-O., WILSON, A. Phase transformations in duplex steels and the relation between continuous cooling and isothermal heat treatment. In: DUPLEX STAINLESS STEELS CONFERENCE. 5., Beaune, Oct. 28-30, 1991. **Proceedings...** Beaune:Les Éditions de Physique, 1991. p.67-78.
- 41-CHARLES, J. The duplex stainless steels: materials to meet your needs. In: DUPLEX STAINLESS STEELS CONFERENCE, 5., Beaune, Oct. 28-30, 1991. **Proceedings...** Beaune : Les Éditions de Physique, 1991. p.3-48.
- 42-MAEHARA, Y., OHMORI, Y., MURAYAMA, J., FUJINO, N., KUNITAKE, T. Effects of alloying elements on σ phase precipitation in γ - δ duplex stainless steels. **Metal Science**, London, v.17, n.11, p.541-547, Nov. 1983.
- 43-MAEHARA, Y., FUJINO, N., KUNITAKE, J. Effects of plastic deformation and thermal history on σ phase precipitation in duplex phase stainless steels, **Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan**, Tokyo, v.23, n.3, p.247-255, 1983.
- 44-MAEHARA, Y., OHMORI, Y. microstructural change during superplastic deformation of δ -ferrite/austenite duplex stainless steel. **Metallurgical Transactions**, New York, v. 18A, n.4, p.663-672, April, 1987.
- 45-MAEHARA, Y. Superplastic deformation mechanism of δ/γ duplex stainless steels. **Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan**, Tokyo, v.27, p.705-712, 1987.
- 46-MAEHARA, Y. Superplasticity of δ -ferrite/austenite duplex stainless steels. **Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan**, Tokyo, v.25, p.69-76, 1985.
- 47-OSADA, K., UEKOH, S., TOHGE, T., NODA, M., EBATO, K. Superplasticity of a duplex stainless steel produced by a direct strip casting technique. **Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan**, Tokyo, v.28, p.16-22, 1988.
- 48-OSADA, K., UEKO, S., EBATO, K. Superplasticity of as rolled duplex stainless steel. **Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan**, Tokyo, v.28, p.713-718, 1987.

- 49-DIETER, G.E. **Mechanical Metallurgy**, 2.ed. New York : McGraw-Hill, 1988. Cap. 9: The tension test, p.329-377.
- 50-ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS, Philadelphia. ASTM E 8M-95a : Standard test methods for tension testing of metallic materials [metric], v. 03.01. Philadelphia, 1995. p.77-97
- 51-BACKOFEN, W.A., TURNER, I.R., AVERY, D.H. Superplasticity in an Al-Zn alloy. **Transactions of the ASM**, v.57, p.981-990, 1964.
- 52-ARIELI, A., ROSEN, A. Measurements of the strain rate sensitivity coefficient in superplastic Ti-6Al-4V alloy. **Scripta Metallurgica**, New York, v.10, p.471-475, 1976.
- 53-TALEFF, E.M., RUANO, O.A., WOLFENSTINE, J., SHERBY, O.D. Superplastic behavior of a fine-grained Mg-9Li material at low homologous temperature. **Journal of Materials Research**, Pittsburg, v.7, n.8, p.2131-2135, Aug. 1992.
- 54-RUANO, O.A, **Comunicação pessoal**.
- 55-ADEYEMI, M.B., MODLEN, G.F., STARK, R.A. Stress relaxation in cold worked mild steel. **Metal Science**, London, v.17, n.7, p.309-315, July, 1983.
- 56-MEDRANO, R.E. Discussão do método de Li em relaxação de tensões. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 5. , Porto Alegre, dez. 13-15, 1982. **Anais...** Porto Alegre : UFRGS, dez. 1982. v.1, p.01-08.
- 57-KORHONEN, M.A., HANNULA, S.-P., LI, C.Y. State variable theories based on Hart's formulation. In: MILLER, A.K. **Unified constitutive equations for creep and plasticity**, 1987. Cap.2, p.89-137.
- 58-GUPTA, I., LI, J.C.M. Stress relaxation, internal stress and work hardening in some bcc metals and alloys. **Metallurgical Transactions**, New York, v.1A, n.8, p.2323-2330, Aug. 1970.
- 59-GUIU, F., PRATT, P.L. Stress relaxation and the plastic deformation of solids. **Physica Status Solidi**, Berlin, v.6, p.111-120, 1964.
- 60-PENNA, T.C.R., MEDRANO, R.E. On stress relaxation. **Physica Status Solidi**, Berlin, v.74A, p.265-272, 1982.
- 61-MEDRANO, R.E., GILLIS, P.P. Application of analytical techniques to stress relaxation experiments in commercial zinc. **Metallurgical Transactions**, New York, v.22A, n.10, p.2303-2307, Oct., 1991.
- 62-HART, E.W. A phenomenological theory for plastic deformation of polycrystalline metals. **Acta Metallurgica**, New York, v.18, n.6, p.599-610, June, 1970.

- 63-AVESTA 2205. In: ALLOY digest, 1993. Filling code: SS-472.
- 64-METALLOGRAPHIC technique for wrought stainless steels. In: METALS handbook. 8.ed. Metals Park : ASM, 1973. 11v. v.8 : Metallography, structures and phase diagrams, p.98.
- 65-PADILHA, A.F., AMBRÓZIO, F^o, F. **Técnicas de análise microestrutural**. São Paulo : Hemus Ed., 1985. p.113-137.
- 66-ROYET, J.P. Stereology: a method for analyzing images. **Progress in Neurobiology**, Oxford, v.37, p.433-474, 1991.
- 67-TAKAYAMA, Y., FUSUSHIRO, N., TOZAWA, T., KATO, H. New method for evaluation of superplastic characteristics using the R-type specimen, **Materials Science Forum**, Aedermannsdorf, v.170-172, p. 561-570, 1994.
- 68-AMMANN, J.J. Desenvolvimento de técnicas de processamento de imagens para uma análise quantitativa avançada da superfície de fratura. **Relatório Científico nº 2 - FAPESP nº 95/0121-2**, Cap. 5, p.24-27, março, 1996.
- 69-BEUCHER, S. **Segmentation d'images et morphologie mathématique**, Paris : Ecole National Supérieure de Mines, 1990. Tese (Doutorado).
- 70-COSTA NETO, P.L.O. **Estatística**. São Paulo : Edgard Blucher, 1977. p.5-58. Cap.2 e 3.
- 71-HERTZBERG, R.W. **Deformation and fracture mechanics of engineering materials**. 3. ed. New York : John Wiley & Sons, 1989. Cap. 1, p. 23.
- 72-MOHAMED, F.A., AHMED, M.M.I., LANGDON, T.G. Factors influencing ductility in the superplastic Zn-22pctAl eutectoid. **Metallurgical Transactions**, New York, v.8A, n.6, p.933-938, June, 1977.
- 73-SMITH, C.I., NORRIDGE, B., RIDLEY, N. Superplastic deformation and cavitation in a microduplex stainless steel. **Metal Science**, London, v.10, n.5, p.182-188, May, 1976.
- 74-TANDON, S., MURTY, G.S. Microstructural evolution and threshold stress for superplastic flow in the Zn-Al eutectoid. **Journal of Materials Science**, London, v.28, n.23, p.6360-6364, Dec. 1993.
- 75-D'OLIVEIRA, A.S. Deformação superplástica de ligas de Al. **Metalurgia e Materiais ABM**, São Paulo, v.51, n.443, p.620-625, Julho, 1995.
- 76-MEDRANO, R.E., GILLIS, P.P. Stress relaxation of an AISI 1080 steel. **Metallurgical Transactions**, New York, v.20A, n.10, p.2011-2015, Oct. 1989.

- 77-MAEHARA, Y., TOMONO, H., OHMORI, Y. Stress relaxation during hot deformation of austenite. **Transactions Iron and Steel Institute of Japan**, Tokyo, v.22, p.499-505, 1987.
- 78-HEDWORTH, J. STOWELL, M.J. The measurement of strain-rate sensitivity in superplastic alloys. **Journal of Materials Science**, London, v.6, n.8, p.1061-1069, Aug. 1971.
- 79-WOODFORD, D.A. Load relaxation testing of a superplastic superalloy. **Metallurgical Transactions**, v.7A, n.8, p.1224-1246, Aug. 1976.
- 80-KRAUSS, G. **Steels: Heat treatment and processing principles**. Materials Park - Ohio: ASM, 1990. Cap.10: Stainless steels. p.351-399.
- 81-WEISS, B., STICKLER, R. Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel. **Metallurgical Transactions**, New York, v. 3A, n. 4, p.851-866, April, 1972.
- 82-VOORT, G.F.V. **Metallography : Principles and Practice**. New York : McGraw Hill, 1984. Apêndice I: Etchants for revealing microstructures, p.611-655.
- 83-BARBOSA, C.A., MORI, F.Y., SOUZA, M.H.C., FALLEIROS, I.G.S. Formação de fase sigma em aço inoxidável austenítico-ferrítico. **Metalurgia ABM**, São Paulo, v.32, n.227, p.669-673, out. 1976.
- 84-SHEK, C.H., SHEN, G.J., LAI, J.K.L., DUGGAN, B.J. Early stages of decomposition of ferrite in duplex stainless steel. **Materials Science and Technology**, London, v.10, p.306-311, April, 1994.
- 85-TSUZAKI, K., MATSUYAMA, H., NAGAO, M., MAKI, T. High-strain rate superplasticity and role of dynamic recrystallization in a superplastic duplex stainless steel. **Materials Transactions JIM**, v.31, n.11, p.983-994, 1990.
- 86-JIANG, X.G., EARTHMAN, J.C., MOHAMED, F.A. Cavitation and cavity-induced fracture during superplastic deformation. **Journal of Materials Science**, London, v.29, p.5499-5514, 1994.
- 87-HUMPHRIES, C.W., RIDLEY, N. Cavitation in alloy steels during superplastic deformation. **Journal of Materials Science**, London, v.9, n.9, p.1429-1435, Sept. 1974.
- 88-SHEI, S.A., LANGDON, T.G. The fracture characteristics of a superplastic single phase copper alloy. **Journal of Materials Science**, London, v.13, n.5, p.1084-1092, May, 1978.
- 89-AHMED, M.M.I., MOHAMED, F.A., LANGDON, T.G. Neck formation and cavitation in the superplastic Zn-22%Al eutectoid. **Journal of Materials Science**, London, v.14, n.12, p.2913-2918, Dec. 1979.

90-RIDLEY, N., WANG, Z.C. Cavitation in superplastic metals. *Materials Science Forum*, Aedermannsdorf, v.170-172, p.177-186, 1994.

ANEXO I

Programa para análise das curvas de relaxação de tensões

O programa elaborado para a análise dos dados de relaxação de tensões é apresentado a seguir. Deve-se salientar que a execução deste programa só é possível dentro do aplicativo *Mathematica*, em ambiente *Windows*.

Após a listagem do programa é apresentado ainda um exemplo de aplicação com base em dados da literatura.

I. Listagem do programa de relaxação de tensões

Leitura dos Dados

- *leDados*: faz a leitura de um arquivo externo composto por duas colunas, por exemplo, (tempo, tensão). Este arquivo que pode ser escrito no Notepad.
- *lePontos*: pega somente as duas primeiras colunas de *leDados* (caso se faça *leDados* ler arquivos de mais de duas colunas).
- *dados*: enquanto o primeiro elemento da primeira coluna de *leDados* = 0, então despreza este ponto.
- *pontos*: pega somente as duas primeiras colunas de "dados".
- *tempo*: pega a primeira coluna da matriz "pontos" (relativa aos tempos de relaxação).
- *sigma*: pega a primeira coluna da matriz "pontos" (relativa às tensões).

- *dadosLog, pontosLog, tempoLog, sigmaLog*: significados idênticos aos anteriores, respectivamente, com a única diferença dos valores terem sido transformados em Log na base 10.

```
leDados = ReadList["c:\debora\dados\arquivo.txt", {Real,Real}]
lePontos = Map[#[[1]],#[[2]]]&,leDados]
```

```
While[ lePontos[[1,1]] == 0 , lePontos = Rest[lePontos]; ]
```

```
dados = lePontos
pontos= Map[#[[1]],#[[2]]]&,dados]
tempo = Map[#[[1]]&,pontos]
sigma = Map[#[[2]]&,pontos]
n1     = Length[pontos]
```

```
dadosLog = Map[Log[10,#]&, dados]
pontosLog = Map[#[[1]],#[[2]]]&,dadosLog]
tempoLog = Map[#[[1]]&, pontosLog]
sigmaLog = Map[#[[2]]&, pontosLog]
n2       = Length[pontosLog]
```

Gráficos dos dados

- *plot*: desenha os dados em escala linear.
- *plotLog*: desenha os pontos em escala Log na base 10

```
Needs["Graphics`Graphics`"]
```

```
plot = ListPlot[dados, AxesLabel->{ "tempo-> s", "sigma-> MPa"}]
```

```
plotLog = LogLogListPlot[pontos,AxesLabel->{"log(tempo)-> s", "log(sigma)-> MPa"}]
```

Programa de ajuste de curvas

- Este programa visa ajustar o melhor polinômio do tipo $1 + \log t + (\log t)^2 + \dots + (\log t)^k$.
- *Needs[...]*: para carregar os pacotes de Estatística.

- *probabilidadeDeF*: dado um valor de F inicial de chute, uma confiança α , o tamanho n da amostra e o grau k do polinômio, esta função calcula o valor de F correspondente (mais próximo) a uma confiança α . Exemplo: `probabilidadeDeF[200, 0.05, 8, 2] -> 6.5`
- *ajuste*: função (recursiva) principal. Nela, entra-se com os dados, com o grau inicial que se que ajustar, o grau seguinte, o nível de confiança para a comparação e o nome da variável do polinômio. Seu procedimento baseia-se em:
 - a) ajustar inicialmente um polinômio de grau k ,
 - b) ajustar um polinômio de grau $k+1$,
 - c) comparar estatisticamente (pelo teste da distribuição F) se houve melhoria ao se passar de grau k para $k+1$,
 - d) se não houve, então imprime-se a tabela relativa à melhor regressão (no caso grau k) e a tabela estatística da comparação,
 - e) se houve melhoria, então a função é chamada de forma recursiva, onde os novos dados de entrada serão: os dados, grau $k+1$, grau $k+2$ e a confiança. E assim sucessivamente até que a condição d) é satisfeita.

```
Needs["Statistics`LinearRegression`"]
Needs["Statistics`HypothesisTests`"]
Needs["Statistics`ConfidenceIntervals`"]
Needs["Statistics`ContinuousDistributions`"]
```

```
Clear[ajuste, grau1, grau2, confiança, fun, ln, regressão, regressão1, regressãoGrau1,
regressãoGrau1Menos1, melhoria, m, f]
```

```
probabilidadeDeF[x_, alfa_, n_, k_] :=
  (j = x;
   While[FRatioPValue[j, 1, n - k - 1][[2]] < alfa,
    j = j - 0.5];
   j)
```

```
ajuste[[listaPontos_List, grau1_Integer, grau2_Integer,
confiança_Real, var_] :=
```

```
(
  (* comprimento da lista de dados *)
  n = Length[listaPontos];

  (* regressão para grau 1 -> k *)
  fun1 = Join[{1}, Map[var^# &, Range[grau1]]]; (* {1, var^1, var^2, ..., ln^grau1} *)
  regressão1 = Regress[listaPontos, fun1, var]; (* regressão *)
  regressãoGrau1 = regressão1[[5, 2, 1, 2]]; (* pega da tabela de resultados
a linha "Error" *)

  (* regressão para grau 2 -> k+1 *)
  fun2 = Append[fun1, var^grau2];
  regressão2 = Regress[listaPontos, fun2, var];
  regressãoGrau2 = regressão2[[5, 2, 1, 2]];
```

(* cálculo da tabela estatística da comparação de melhoria *)

```
melhoria = {regressãoGrau2, regressãoGrau1};
```

```
m = Abs[melhoria[[2,2]] - melhoria[[1,2]]];
```

```
f = m / melhoria[[1,3]];
```

(* se houve melhoria->imprimem-se os resultados, se não->ajuste *)

```
If[FRatioPValue[f, 1, n-grau2-1][[2]] > confiança,
```

```
Print["Com ", (1-confiança)*100, "% de confiança, NÃO houve melhoria no ajuste  
do grau ", grau1, " para o grau ", grau2];
```

```
Print["Parâmetros da melhor regressão"];
```

```
Print[regressão1];
```

```
Print["Tabela de verificação da melhoria no ajuste"];
```

```
j = probabilidadeDeF[200, confiança, n, grau2];
```

```
tabelaMelhoria = {{1, m, m, f, j}, melhoria[[1]], melhoria[[2]]};
```

```
Print[TableForm[tabelaMelhoria,
```

```
TableHeadings->{"melhoria_do_ajuste", "residual_k",
```

```
"residual_k-1"},
```

```
{"DoF", "SoS", "MeanSS", "FCalc", "FCrit"}]};
```

```
ajuste[listaPontos, grau2, grau2+1, confiança, var],
```

```
não sei
```

```
]
```

```
)
```

```
Off[ajuste]
```

log(Sigma) x log(tempo)

- *ajuste[pontosLog...]* : ajusta a melhor curva para os pontos "pontosLog", ou seja, para os pontos de log sigma x log tempo.
- *logS* : curva da forma $\log S = f(\log t)$, obtida no ajuste acima.

```
ajuste[pontosLog, 1, 2, 0.05, logt]
```

```
logS = Transpose[regressão1[[1,2,1]][[1]].fun1];
```

```
plotLog = LogLogListPlot[pontos, AxesLabel->{"log(tempo)-> s", "log(sigma)-> MPa"}]
```

```
plotAjuste1 = Plot[logS, {logt, 0, 3}]
```

```
Show[plotLog, plotAjuste1]
```

log(sigma) x log(-sigmaPonto)

- *dlogSDlogt* : derivada da função de $\log S$ em relação a $\log t$.
- *TABELAdlogSDlogt*: representa o valor da derivada $d\log S/d\log t$ para cada ponto $\log t$.

- *sigmaPonto*: representa $d(\text{sigma})/dt = (\text{sigma}/\text{tempo}) * d\log\text{SD}\log t$
- *sigmaPontoLog*: é o log na base 10 de *sigmaPonto*.
- *sigmaPontosigmaLog*: pares de pontos (*sigmaPontoLog*, *sigmaLog*)
- *reg*: ajusta a curva para os pontos "*sigmaPontosigmaLog*", ou seja, para os pontos de $\log(-\text{sigmaPonto}) \times \log(\text{tempo})$.
- *logS*: curva da forma $\log(\text{sigma}) = f(\log\text{SigmaPonto})$, obtida no ajuste acima.

```
dlogSDlogt = D[logS,logt]
```

```
TABELAdlogSDlogt = dlogSDlogt /. logt -> tempoLog
```

```
sigmaPonto = (sigma/tempo)*TABELAdlogSDlogt
```

```
sigmaPontosigma = Transpose[{-sigmaPonto,sigma}]
```

```
sigmaPontoLog = Map[Log[10,#]&, -sigmaPonto]
```

```
sigmaPontosigmaLog = Transpose[{sigmaPontoLog, sigmaLog}]
```

```
reg = Regress[sigmaPontosigmaLog, {1, logSPonto}, logSPonto]
```

```
logS = Transpose[reg[[1,2,1]][[1]] . {1, logSPonto};
```

```
coefM = Take[reg[[1,2,1]][[2]], 2];
```

```
plotsigmaPontosigmaLog = LogLogListPlot[sigmaPontosigma,
                                         AxesLabel->{"log(-
SigmaPonto)","log(Sigma)"},
```

```
PlotRange-> {{0.01,4},{1,80}},
```

```
AxesOrigin-> {0.01,1}]
```

```
plotAjuste2 = Plot[logS, {logSPonto, -3.5,0}]
```

```
Show[plotsigmaPontosigmaLog, plotAjuste2]
```

Valor do coeficiente de sensibilidade à veloc. de deformação

III

m: coeficiente de sensibilidade à velocidade de deformação; corresponde ao coeficiente da reta $\log\text{Sigma} \times \log\text{SigmaPonto}$; adimensional

```
m = coefM[[1]];
desvio = coefM[[2]];

```

II. Exemplo de aplicação

O programa foi aplicado a uma das curvas de relaxação obtidas por Adeyemi et al.⁽¹⁾ com um aço (0,15-0,25)%C -(0,05-0,35)%Si-(0,40-0,90)%Mn extrudado. A curva utilizada é proveniente de um ensaio no qual o material era aquecido a 350°C e tracionado com uma taxa de deformação de $6,7 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ até um deformação de 0,85%. Em seguida esta deformação era mantida constante e se fazia o registro da carga com o tempo. A curva resultante está apresentada na figura A1.

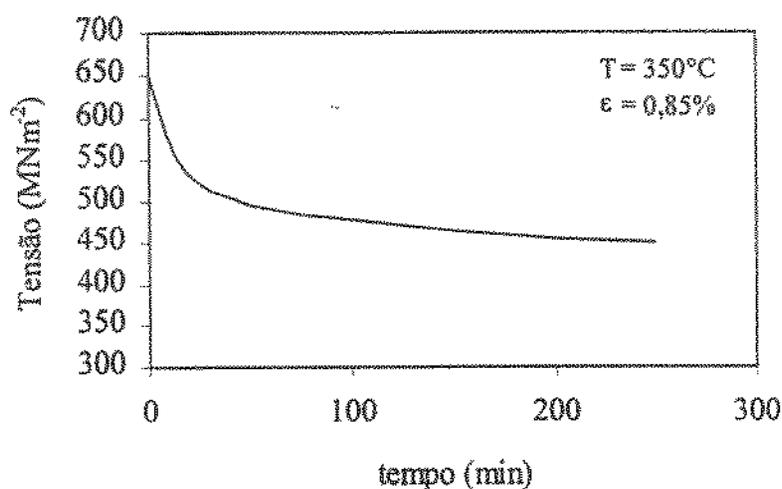


Figura A1. Curva de relaxação de tensões utilizada para a verificação do programa.⁽¹⁾

Com base nos pontos experimentais de (tempo, tensão) extraídos da curva apresentada na figura A1 o programa foi executado.

O valor do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação, m , calculado pelo programa é apresentado na tabela A1. Esta tabela ainda inclui o valor encontrado por Adeyemi et al.⁽¹⁾ a título de comparação.

Tabela A1. Valores de m encontrados pelo programa elaborado por Adeyemi et al.⁽¹⁾

	Programa	Adeyemi et al. ⁽¹⁾
m	0,058	0,053

¹ ADEYEMI, M.B., MODLEN, G.F., STARK, R.A. Stress relaxation in cold worked mild steel. *Metal Science*, London, v.17, n.7, p.309-315, July, 1983.

A tabela A1 mostra que o parâmetro estimado pelo programa é coerente com aquele apresentado pelos autores⁽¹⁾. A pequena diferença pode ser explicada pelos pontos experimentais da curva utilizada, já que tais pontos não foram apresentados pelos autores na forma de uma tabela, mas sim, na forma de um gráfico, o que pode ter gerado erros na leitura do mesmo.

ANEXO 2

Obtenção da Equivalência entre \dot{S} ($\text{kgf mm}^{-2} \text{ s}^{-1}$) e $\dot{\epsilon}$ (s^{-1})

A relação entre a variação da tensão nominal com o tempo (\dot{S}) e a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) pode ser obtida pela constante de proporcionalidade dada por:⁽¹⁾

$$\dot{\epsilon} = -M \dot{S}$$

onde,

$$M = - [(A_0/L_0K) + (1/E)]$$

A_0 = área da seção inicial do corpo-de-prova;

L_0 = comprimento útil inicial do corpo-de-prova;

K = rigidez da máquina de ensaios;

E = módulo de elasticidade do material.

Pela geometria do corpo-de-prova utilizado, os valores de A_0 e L_0 são:

$$A_0 = 2,1 \times 10^{-5} \text{ m}^2$$

$$L_0 = 5,2 \times 10^{-3} \text{ m}$$

A rigidez da máquina utilizada nos ensaios foi determinada por Penna e Medrano⁽²⁾ e vale:

¹ MEDRANO, R.E., GILLIS, P.P. Application of analytical techniques to stress relaxation experiments in commercial zinc. *Metallurgical Transactions*, New York, v.22A, n.10, p.2303-2307, Oct., 1991.

² PENNA, T.C.R., MEDRANO, R.E. On stress relaxation. *Physica Status Solidi*, Berlin, v.74A, p.265-272, 1982.

$$K = 2,9 \times 10^7 \text{ N/m}$$

Em relação ao material, a literatura⁽³⁾ traz apenas o valor do módulo de elasticidade à temperatura ambiente. Porém, fazendo-se a aproximação de que este valor não se altera significativamente com a temperatura (ou seja, sua ordem de grandeza não é modificada), tem-se que:

$$E = 2 \times 10^{11} \text{ N/m}^2$$

De acordo com esses valores, M será, então, dado por:

$$M = 1,44 \times 10^{-10} \text{ m}^2 \text{ N}^{-1}$$

ou

$$M = 1,41 \times 10^{-3} \text{ mm}^2 \text{ kgf}^{-1}$$

Dessa forma, a relação entre $\dot{\epsilon}$ e \dot{S} será:

$$\dot{\epsilon} = 1,41 \times 10^{-3} \dot{S}$$

onde

$$[\dot{\epsilon}] = \text{s}^{-1}$$

$$[\dot{S}] = \text{kgf mm}^{-2} \text{ s}^{-1}$$

³ AVESTA 2205. In: ALLOY digest, 1993. Filling code: SS-472.

APÊNDICE

Efeito da temperatura sobre o sistema de fixação do corpo-de-prova na máquina

O tipo de garra utilizada provocava a deformação do furo, como mencionado no item 6.1.1. Entretanto, este problema foi detectado, permitindo um aperfeiçoamento do sistema de fixação.

O sistema corpo-de-prova + (garra, arruelas e parafuso) é composto por materiais distintos: o corpo-de-prova é de aço inoxidável duplex⁽¹⁾, cujo coeficiente de dilatação térmica é menor do que o da liga à base de níquel (Waspalloy)⁽²⁾ que constitui a garra, as arruelas e o parafuso. Assim, em altas temperaturas a dilatação da garra, das arruelas e do parafuso é maior do que a do corpo-de-prova, fazendo com que as arruelas de fixação se afastassem do material ensaiado (figura A1). Consequentemente, o corpo-de-prova ficava apoiado apenas sobre o parafuso, deformando o furo.

¹ AVESTA 2205. In: ALLOY digest, 1993. Filling Code SS-472.

² WASPALLOY. In: ALLOY digest, 1967. Filling Code Ni-129.

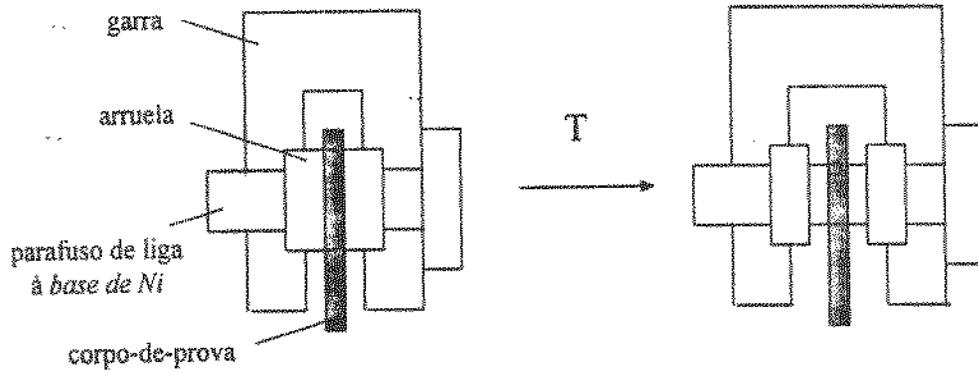


Figura A1. Esquema do efeito do aquecimento no sistema de fixação, garra + arruelas + parafuso, constituído pela liga à base de níquel.

Visando evitar este problema, os parafusos foram refeitos, porém em aço inoxidável duplex de composição equivalente ao do material em estudo. Como a dilatação do novo parafuso feito de aço duplex é menor do que a dilatação da garra, durante o aquecimento o corpo-de-prova acabava sendo comprimido ainda mais entre as arruelas (figura A2). Como consequência, o furo não mais se deformava.

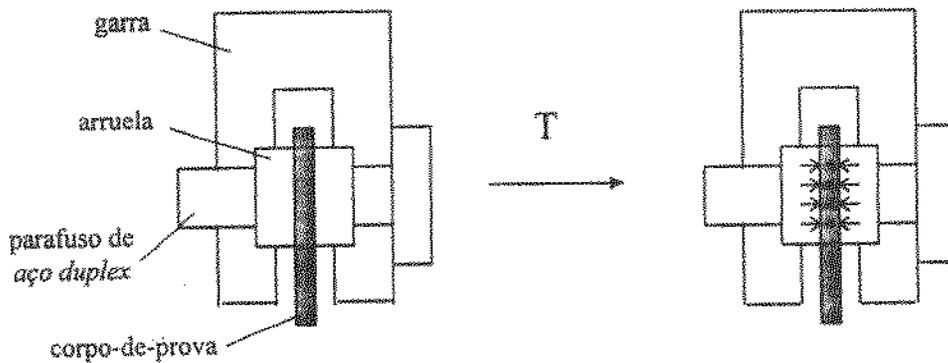


Figura A2. Esquema do efeito do aquecimento no sistema de fixação, onde a garra e as arruelas são de liga à base de níquel e o parafuso, de aço inoxidável duplex.