

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR Marcello
Sagradi E APROVADA PELA
COMISSÃO JULGADORA EM 8/04/97.

Ale
ORIENTADOR

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

EFEITO DA MICROESTRUTURA NA SUPERPLASTICIDADE DE UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX

Autor: **Marcello Sagradi**
Orientadora: **Ana Maria M. Nazar**
Co-orientador: **Ricardo E. Medrano**

04/97

Sa18e

30675/BC

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

EFEITO DA MICROESTRUTURA NA SUPERPLASTICIDADE DE UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX

Autor: **Marcello Sagradi**
Orientadora: **Ana Maria M. Nazar**
Co-orientador: **Ricardo E. Medrano**

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

Dissertação de mestrado apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica

Campinas, 1997
S.P. - Brasil



UNIDADE	BC
N.º CHAMADA:	TUNICAMP
	Sa18e
V.	E
TOMBO CO.	30675
PREC.	282197
C	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
PRECO.	R\$ 11,00
DATA	29/05/97
N.º CPD	

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

Sa18e Sagradi, Marcello
Efeito da microestrutura na superplasticidade de um aço inoxidável duplex / Marcello Sagradi .--Campinas, SP: [s.n.], 1997.

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

1. Aço inoxidável. 2. Conformação de metais. 3. Metais - Propriedades mecânicas. 4. Metais - Deformação. 5. Microestrutura. 6. Materiais - Testes. 7. Processos de fabricação. I. Nazar, Ana Maria 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

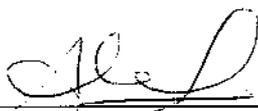
DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

EFEITO DA MICROESTRUTURA NA SUPERPLASTICIDADE DE UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX

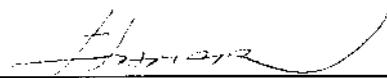
Autor: **Marcello Sagradi**

Orientadora: **Ana Maria M. Nazar**

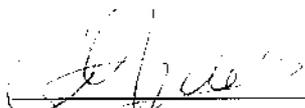
Co-orientador: **Ricardo E. Medrano**



**Profª Drª Ana Maria Martinez Nazar, Presidente
FEM/UNICAMP**



**Prof. Dr. Itamar Ferreira
FEM/UNICAMP**



**Dr. Alain Jean Isoré
XTAL Fibras Ópticas**

Campinas, 8 de abril de 1997

Dedicatória:

A minha esposa Débora e a meus pais.

Agradecimentos

Aos professores Ana Maria M. Nazar e Ricardo E. Medrano pela orientação e assistência prestadas durante todo o trabalho.

À Eletrometal - Metais Especiais S/A, na pessoa do Dr. Alain J. Isoré, pela doação do material de pesquisa.

Ao IPT - Instituto de Pesquisas Tecnológicas, na pessoa do Dr. Marcelo Gonçalves, pelo apoio prestado e pela laminação do material de pesquisa.

Ao pesquisador Jean-Jacques Ammann pelas discussões e sugestões fornecidas durante a etapa de análise microestrutural.

Aos técnicos José Luiz, Laerte, Fábio, Rita, Cláudia e Emilsio pelo auxílio prestado nas diversas etapas do trabalho.

Aos funcionários do Departamento de Engenharia de Materiais, Daniel e Maria do pelo colaboração prestada.

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

sumário

RESUMO

ABSTRACT

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

1 Introdução e objetivos1
2 Revisão Bibliográfica3
2.1 Aços inoxidáveis duplex3
2.1.1 Definições3
2.1.2 Propriedades5
2.1.3 Metalurgia física5
2.2 Superplasticidade11
2.2.1 Mecanismos de deformação na superplasticidade estrutural12
2.2.2 Região I13
2.2.3 Região II13
2.2.4 Região III23
2.2.5 Métodos para avaliar a superplasticidade estrutural24
2.3 Superplasticidade de aços inoxidáveis duplex27
2.4 Refino da microestrutura duplex28
3 Materiais e Equipamentos32
3.1 Material de partida32
3.1.1 Processamento32
3.1.2 Composição Química33
3.1.3 Microestrutura33

3.2 Equipamentos37
3.2.1 Obtenção dos materiais37
3.2.2 Ensaios39
4 Procedimento experimental42
4.1 Preparação dos materiais42
4.1.1 Laminação a quente42
4.1.2 Laminação a frio42
4.2 Ensaios de tração a quente com mudança de taxa de deformação45
4.3 Ensaio de tração a quente até a fratura47
4.4 Caracterização microestrutural49
5 Resultados e discussão50
5.1 Materiais obtidos50
5.1.1 Laminação a quente50
5.1.2 Laminação a frio57
5.2 Avaliação da superplasticidade através do expoente m80
5.2.1 Materiais brutos de deformação80
5.2.2 Materiais solubilizados após deformação85
5.3 Avaliação da superplasticidade através de ensaios de tração a quente93
5.3.1 Curvas carga x deslocamento103
5.3.2 Uniformidade de deformação106
5.3.3 Microestrutura resultante106
6 Conclusões117
7 Sugestões para trabalhos futuros121
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS122
ANEXO 1: Tamanho de fases e fração volumétrica das fases do material como recebido	
ANEXO 2: Fração volumétrica das fases do material deformado a quente 80%	

ANEXO 3: Fração volumétrica das fases do material como recebido após solubilização no campo α

ANEXO 4: Tamanho de fases e fração volumétrica das fases dos materiais deformados a frio após solubilização a 1050°C.

ANEXO 5: Resultados obtidos nos ensaios de tração a quente com mudança de taxa de deformação

RESUMO

SAGRADI, Marcello, *Efeito da microestrutura na superplasticidade de um aço inoxidável duplex*, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1997. 126 p. Tese (Mestrado).

Materiais superplásticos podem sofrer altos níveis de deformação de maneira homogênea quando submetidos a condições de processamento específicas (alta temperatura e baixa taxa de deformação). Os aços inoxidáveis duplex podem ser superplásticos, contudo isto só é possível para materiais com estrutura refinada, ou seja, é necessário que o tamanho de grão seja inferior a 10 μm . O objetivo deste trabalho é desenvolver e estudar, em função da microestrutura de partida, o comportamento superplástico do aço inoxidável duplex 2205 (21,13% Cr; 4,73% Ni; 2,75% Mo; 0,18N). Para atingir este propósito, um material não superplástico foi submetido a diversos tratamentos termomecânicos, incluindo laminação a quente (80% de redução de área) no campo bifásico, laminação a frio (vários graus de redução) após um tratamento de solubilização no campo monofásico (ferrítico) e um tratamento de solubilização após cada processo de deformação. Desta forma, fabricaram-se duas categorias de materiais: os materiais brutos de laminação e os materiais solubilizados. Para avaliar a superplasticidade, todos os materiais listados acima foram submetidos ao ensaio de tração à temperatura de 980°C com mudança de taxa de deformação. Tal procedimento permitiu a determinação do expoente de sensibilidade à taxa de deformação (m) em função da taxa de deformação. Para verificar a correlação existente entre os resultados obtidos pelos ensaios e a microestrutura de partida, em alguns casos, realizaram-se ensaios de tração até a fratura com uma taxa de $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ na mesma temperatura. Foi feita ainda uma análise metalográfica em cada corpo-de-prova após cada ensaio de tração. O trabalho permitiu concluir que, como o processo de deformação a frio produz microestruturas mais refinadas, este é mais indicado para tornar o aço estudado superplástico. O tratamento mais efetivo foi a laminação do material a frio com uma redução de 80% após uma solubilização a 1380°C, o que resultou em tamanhos de grão da ordem de 5 μm . Neste caso, o valor máximo encontrado para o alongamento foi de 1500%, para uma taxa de $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, onde o valor de m é de 0,64. Taxas de deformação menores não melhoraram a superplasticidade do material, devido à precipitação de fase sigma em ensaios mais lentos. Acredita-se que a fase sigma nucleia cavidades, promovendo a falha prematura do material.

Palavras Chave: Superplasticidade estrutural, aço inoxidável duplex, refino microestrutural, processo de deformação.

ABSTRACT

SAGRADI, Marcello, *Effect of the microstructure on the superplasticity of a duplex stainless steel*, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1997. 126 p. Tese (Mestrado).

Superplastic materials can undergo high deformation levels with high uniformity when submitted to specific conditions (high temperature and slow strain rate). Duplex stainless steel may exhibit superplastic behavior. However, this is only possible to fine-grained materials, in other words, a grain size less than 10 μm is required. The purpose of this work is to develop and study as a function of prior microstructure the superplastic behavior of the 2205 duplex stainless steel (21.13% Cr, 4.73% Ni, 2.75% Mo, 0.18N). To reach this goal, a non-superplastic material was submitted to several thermomechanical treatments, including hot rolling (80% of area reduction) in the dual-phase field, cold rolling (several levels of area reduction) after a solution treatment in the single phase field (ferritic) and a solution treatment after each deformation process. Therefore, it was made two categories of materials: the as rolled materials and the solution treated ones. To evaluate the superplasticity, all materials listed were tested by means of the tensile strain rate change test at 980°C. This allowed the determination of the strain rate sensitivity exponent (m) as a function of strain rate. To verify the correlation between the results of the tensile strain rate change tests and the prior microstructure, in some cases hot tensile tests were performed at 980°C with a strain rate of $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. The final microstructure of each hot tensile test sample was also analyzed. The main conclusions are listed as follows: as the cold work processes produce more refined microstructures, they are more suitable to impair a superplastic behavior to the steel studied. The most effective treatment was cold rolling the material (80%) after a solution treatment at 1380°C. This treatment produced materials whose grain size was about 5 μm . In this case, for a strain rate of $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ the elongation reached 1500% and m value obtained was 0.64. Lower values of strain rate do not increase the material superplasticity. This is related to sigma phase precipitation in the slower test. It was believed that sigma phase nucleates cavities and then promotes premature failure of the material.

Key words: Superplasticity, microstructure, grain refining, duplex stainless steel, deformation process.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Seção isotérmica do diagrama Fe-Cr-Ni a 800°C ⁽²³⁾6
Figura 2.2 - Seções do diagrama Fe-Cr-Ni ⁽²³⁾6
Figura 2.3 - Diagrama de Schaeffler ⁽²⁹⁾8
Figura 2.4 - Esquema mostrando as fases que podem ocorrer nos aços inoxidáveis duplex e faixa de utilização e fabricação. Modificado a partir do esquema de CHARLES ⁽²¹⁾10
Figura 2.5 - Representação esquemática da relação entre $\log \sigma$ e $\log \dot{\epsilon}$. ⁽³⁵⁾12
Figura 2.6 - Representação esquemática do mecanismo de escorregamento de grão. ⁽³⁸⁾14
Figura 2.7 - Temperatura equicoesiva ⁽⁴⁰⁾14
Figura 2.8 - Tensão de escoamento versus taxa de deformação para uma liga Sn 5%Bi com diversos tamanhos de grão ⁽⁴¹⁾15

Figura 2.9 - Microestrutura da liga Sn-5%Bi após 10% de deformação à taxa de deformação $\dot{\epsilon} = 3.33 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, réplica de carbono secundário ⁽⁴¹⁾17
Figura 2.10 - Micrografias de microscopia eletrônica de transmissão de uma liga Zn-Al eutetóide mostrando : (a) muito baixa densidade de discordâncias depois de uma deformação superplástica na região II, (b) subestrutura de discordâncias em grãos ricos em alumínio submetidos a uma alta taxa de deformação na região III ⁽¹³⁾19
Figura 2.11 - Modelo de Ashby e Verral para a acomodação do escorregamento dos grãos por difusão. ⁽⁴⁸⁾21
Figura 2.12 - Caminhos de difusão associados ao rearranjo dos grãos. ⁽⁴⁸⁾21
Figura 2.13 - Modelo de escorregamento de contorno de grão pela movimentação de discordâncias de contorno de grão formando um “pile-up”, o qual é relaxado pela dissociação e movimentação de discordâncias nos contornos entre os grãos AB e BC, ou em regiões próximas ⁽¹³⁾22
Figura 2.14 - Efeito do tamanho de grão numa liga Al-10Mg-0.1Zr a 300°C ⁽³³⁾23
Figura 2.15 - Curva tensão (σ) x deformação (ϵ) com taxa de deformação variando durante o ensaio. ⁽⁵¹⁾25
Figura 2.16 - Método de análise dos dados obtidos em um ensaio de mudanças de taxa de deformações cíclicas ⁽⁴⁹⁾26
Figura 2.17 - Diagrama esquemático de um ensaio de mudança de taxa de deformação com ciclos múltiplos ⁽⁴⁹⁾26
Figura 2.18 - Tratamentos termomecânicos utilizados para produzir estruturas microduplex ⁽¹⁴⁾28

Figura 2.19 - Efeito da deformação a frio da ferrita no tamanho de subgrão da ferrita e no tamanho da partícula de austenita em um aço 25%Cr-7%Ni-3%Mo após recozimento a 1000°C por 30 minutos ⁽⁵³⁾31
Figura 3.1 - Posição de retirada e orientação do corpo de prova para análise metalográfica.....	34
Figura 3.2 - Micrografia do material de partida, aço E4462, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.35
Figura 3.3 - Micrografia do material de partida, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.35
Figura 3.4 - Representação esquemática da retirada das placas de partida38
Figura 3.5 - Dimensões do corpo-de-prova e posição dos termopares.40
Figura 3.6 - Máquina de ensaios MTS.41
Figura 5.1 - Micrografia do material após laminação a quente com 80% de redução em área, bruto de laminação , aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.51
Figura 5.2 - Micrografia do material após laminação a quente com 80% de redução em área, seguida de uma solubilização a 1050°C por 15 minutos , aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.51

- Figura 5.3 - Micrografia do material após laminação a quente com 80% de redução em área, seguida de uma solubilização a 1050°C por **30 minutos**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.52
- Figura 5.4 - Micrografia do material após laminação a quente com 80% de redução em área, seguida de uma solubilização a 1050°C por **1 hora**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.53
- Figura 5.5 - Micrografia do material após laminação a quente com 80% de redução em área, seguida de uma solubilização a 1050°C por **2 horas**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.53
- Figura 5.6 - Efeito do tratamento termomecânico no tamanho das fases (altura ao longo da longitudinal na espessura da amostra).55
- Figura 5.7 - Efeito do tratamento termomecânico no tamanho das fases (comprimento ao longo da longitudinal na espessura da amostra).55
- Figura 5.8 - Efeito do tratamento termomecânico no tamanho das fases (largura na seção transversal).56
- Figura 5.9 - Efeito do tratamento termomecânico no tamanho das fases (todas as dimensões).56
- Figura 5.10 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1300°C por **15 minutos**, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.58

Figura 5.11 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1300°C por 30 minutos, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.58
Figura 5.12 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1350°C por 15 minutos, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.59
Figura 5.13 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1350°C por 30 minutos, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.59
Figura 5.14 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1350°C por 1 hora, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.60
Figura 5.15 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1380°C por 30 minutos, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.60
Figura 5.16 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1380°C por 1 hora, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.61
Figura 5.17 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1300°C por 30 minutos, aço DIN Wnr. 1.4462 de origem japonesa, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.61
Figura 5.18 - Esquema do efeito do nitrogênio no diagrama pseudo-binário Cr - Ni - 68 Fe ⁽²¹⁾63

- Figura 5.19 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos e laminado a **frio com 50%** de redução em área, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.66
- Figura 5.20 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 50%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 15 minutos**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.66
- Figura 5.21 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 50%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 30 minutos**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.67
- Figura 5.22 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 50%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 1 hora**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.67
- Figura 5.23 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 50%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 2 horas**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.68
- Figura 5.24 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 50%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 4 horas**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.68
- Figura 5.25 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos e laminado a **frio com 70%** de redução em área, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.69

- Figura 5.26 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 70%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 15 minutos**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.69
- Figura 5.27 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 70%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 30 minutos**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.70
- Figura 5.28 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 70%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 1 hora**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.70
- Figura 5.29 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 70%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 2 horas**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.71
- Figura 5.30 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 70%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 4 horas**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.71
- Figura 5.31 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos e laminado a **frio com 90%** de redução em área, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.72

- Figura 5.32 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 90%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 15 minutos**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.72
- Figura 5.33 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 90%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 30 minutos**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.73
- Figura 5.34 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 90%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 1 hora**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.73
- Figura 5.35 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 90%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 2 horas**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.74
- Figura 5.36 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 90%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 4 horas**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.74
- Figura 5.37 - Micrografia do material solubilizado a **1380°C** por 30 minutos e laminado a **frio com 80%** de redução em área, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.75

- Figura 5.38 - Micrografia do material solubilizado a **1380°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 80%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 15 minutos**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.75
- Figura 5.39 - Micrografia do material solubilizado a **1380°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 80%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 30 minutos**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.76
- Figura 5.40 - Micrografia do material solubilizado a **1380°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 80%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 1 hora**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.76
- Figura 5.41 - Micrografia do material solubilizado a **1380°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 80%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 2 horas**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.77
- Figura 5.42 - Micrografia do material solubilizado a **1300°C** por 30 minutos, laminado a **frio com 80%** de redução em área e solubilizado a **1050°C por 4 horas**, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.77
- Figura 5.43 - Valores médios de m em função da taxa de deformação para cada material bruto de laminação em comparação com o material como recebido e o material testado por Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾.82
- Figura 5.44 - Valores médios de m com desvio padrão em função da taxa de deformação para cada material bruto de laminação em comparação com o material como recebido e o material testado por Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾.82

Figura 5.45 - Valores máximos de m em função do tamanho de fases e tratamento termomecânico para cada material solubilizado após laminação em comparação com o material como recebido.84
Figura 5.46 - Taxa de deformação onde m é igual a 0,5 nos materiais brutos de laminação em função do tratamento termomecânico.84
Figura 5.47 - Valores médios de m em função da taxa de deformação para cada material solubilizado após de laminação em comparação com o material como recebido e o material testado por Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾86
Figura 5.48 - Valores médios de m com desvio padrão em função da taxa de deformação para cada material solubilizado após laminação em comparação com o material como recebido e o material testado por Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾87
Figura 5.49 - Valores máximos de m em função do tamanho de fases e tratamento termomecânico para cada material solubilizado após laminação em comparação com o material como recebido.88
Figura 5.50 - Taxa de deformação onde m é igual a 0,5 nos materiais solubilizados após laminação em função do tamanho de fases.89
Figura 5.51 - Taxa de deformação onde m é igual a 0,5 nos materiais solubilizados após laminação em função do tratamento termomecânico.90
Figura 5.52 - Comparação entre os valores médios de m em função da taxa de deformação obtidos pelos materiais deformados a quente 80%, tanto bruto de laminação como solubilizado.90
Figura 5.53 - Comparação entre os valores médios de m em função da taxa de deformação obtidos pelos materiais deformados a frio 50%, tanto bruto de laminação como solubilizado.91

- Figura 5.54 - Comparação entre os valores médios de m em função da taxa de deformação obtidos pelos materiais deformados a frio 70%, tanto bruto de laminação como solubilizado.91
- Figura 5.55 - Comparação entre os valores médios de m em função da taxa de deformação obtidos pelos materiais deformados a frio 90%, tanto bruto de laminação como solubilizado.92
- Figura 5.56 - Comparação entre os valores médios de m em função da taxa de deformação obtidos pelos materiais deformados a frio 80%, tanto bruto de laminação como solubilizado.92
- Figura 5.57 - Curvas carga deslocamento dos materiais brutos de laminação em comparação com o material como recebido. A taxa de deformação inicial empregada foi de $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e a temperatura de ensaio 980°C93
- Figura 5.58 - Curvas carga deslocamento dos materiais solubilizados em comparação com o material como recebido. A taxa de deformação inicial empregada foi de $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e a temperatura de ensaio 980°C94
- Figura 5.59 - Curvas carga deslocamento do material deformado a frio 80% bruto de laminação em duas taxas de deformação diferentes ($3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) em comparação com o material como recebido. A temperatura de ensaio foi de 980°C94
- Figura 5.60 - Alongamentos obtidos nos ensaios de tração a quente (980°C) com taxa de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ em função do tratamento termomecânico, materiais brutos de laminação.97
- Figura 5.61 - Alongamentos obtidos nos ensaios de tração a quente (980°C) com taxa de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ em função do tratamento termomecânico, materiais solubilizados.97

- Figura 5.62 - Comparação entre os alongamentos obtidos nos ensaios de tração a quente (980°C) do material deformado a frio 80% bruto de laminação ensaiados com duas taxas de deformação diferentes : $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$98
- Figura 5.63 - Alongamento em função do tamanho de fases, materiais solubilizados e material como recebido.99
- Figura 5.64 - Alongamento em função do valor de m, materiais brutos de laminação e material como recebido.99
- Figura 5.65 - Alongamento em função do valor de m, materiais solubilizados e material como recebido.100
- Figura 5.66 - Corpos-de-prova (CP) dos materiais brutos de laminação após ensaio de tração a quente (980°C) com taxa de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. De cima para baixo: CP antes do ensaio, material como recebido, material deformado a frio 50%, material deformado a frio 70%, material deformado a frio 90% e material deformado a frio 80%.102
- Figura 5.67 - Corpos-de-prova(CP) do material deformado a frio 80% após ensaio de tração a quente (980°C) com duas taxas de deformação. De cima para baixo: CP antes do ensaio, material ensaiado a $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e material ensaiado a $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 102
- Figura 5.68 - Corpos-de-prova (CP) dos materiais solubilizados após ensaio de tração a quente (980°C) com taxa de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. De cima para baixo: CP antes do ensaio, material como recebido, material deformado a frio 50%, material deformado a frio 70%, material deformado a frio 90%103
- Figura 5.69 - Variação do alongamento ao longo da região útil do corpo-de-prova para os materiais brutos de laminação, ensaiados a quente (980°C) na taxa $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$104

- Figura 5.70 - Variação do alongamento ao longo da região útil do corpo-de-prova para os materiais solubilizados, ensaiados a quente (980°C) na taxa $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$104
- Figura 5.71 - Variação do alongamento ao longo da região útil do corpo-de-prova para os materiais deformados a frio 80% e ensaiados a quente (980°C) nas taxas de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$105
- Figura 5.72 - Micrografia do material como recebido após ensaio de tração a quente, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.107
- Figura 5.73 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 50% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal longe da superfície de fratura. Ataque KOH 10N eletrolítico.108
- Figura 5.74 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 50% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal próxima da superfície de fratura. Ataque KOH 10N eletrolítico.109
- Figura 5.75 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 70% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.109
- Figura 5.76 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 70% de redução após ensaio de tração a quente na deformação nominal 960%, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.111
- Figura 5.77 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 90% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.111

- Figura 5.78 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 80% de redução após ensaio de tração a quente com taxa de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.113
- Figura 5.79 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 80% de redução após ensaio de tração a quente com taxa de deformação $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.114
- Figura 5.80 - Micrografia do material solubilizado deformado a frio com 50% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal longe da superfície de fratura. Ataque KOH 10N eletrolítico.114
- Figura 5.81 - Micrografia do material solubilizado deformado a frio com 50% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal próxima da superfície de fratura. Ataque KOH 10N eletrolítico.115
- Figura 5.82 - Micrografia do material solubilizado deformado a frio com 70% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.115
- Figura 5.83 - Micrografia do material solubilizado deformado a frio com 70% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.116
- Figura 5.84 - Micrografia do material solubilizado deformado a frio com 90% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.116
- Figura A5.1 - Curva experimental de um ensaio de tração a quente com mudança de velocidade de deformação. Material solubilizado a 1300°C, laminado a frio 70% de redução e solubilizado a 1050°C. ...xxix

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Estruturas em aços inoxidáveis duplex:4
Tabela 2.2 - Composição química típica de alguns aços inoxidáveis duplex fundidos ⁽²⁰⁾ :7
Tabela 2.3- Composição química típica de alguns aços inoxidáveis duplex trabalhados ⁽²¹⁾ :7
Tabela 2.4 - Características principais e efeitos das diversas fases que podem aparecer nos aços inoxidáveis duplex:10
Tabela 2.5 - Energias de ativação para o escoamento plástico nas regiões I, II e III ⁽³⁵⁾ :16
Tabela 3.1 - Composição química do aço E4462 (valores em % em peso):33
Tabela 3.2 - Tamanho de fases do aço E4462:34
Tabela 3.3 - Fração volumétrica de fases do aço E4462:36
Tabela 3.4 - Dimensões das placas de partida.37

Tabela 3.5 - Características do laminador.38
Tabela 3.6 - Características dos fornos.39
Tabela 4.1 - Materiais obtidos após tratamentos termomecânicos:45
Tabela 4.2 - Taxas de deformação e velocidades de deslocamento utilizadas nos ensaios de tração com mudança de taxa de deformação (ciclos múltiplos).47
Tabela 4.3 - Materiais submetidos ao ensaio de tração a quente.48
Tabela 5.1 - Tamanho das fases após cada tratamento:54
Tabela 5.2 - Fração volumétrica de austenita em função do tratamento térmico:57
Tabela 5.3 - Composição química do aço utilizado por Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾ (valores em % em peso):63
Tabela 5.4 - Tamanho das fases após deformação a frio e recristalização (estrutura microduplex $\alpha + \gamma$):79
Tabela 5.5 - Tamanho das fases após deformação a frio e recristalização (cadeias alongadas de γ):79
Tabela 5.6 - Fração volumétrica das fases alongadas (γ):79
Tabela 5.7 - Valor médio e desvio padrão de m em função do material (bruto de laminação) e da taxa de deformação:81
Tabela 5.8 - Valor médio e desvio padrão de m em função do material (solubilizado após laminação) e da taxa de deformação:86
Tabela 5.9 - Valores de alongamento obtidos nos ensaios de tração a quente (980°C):96

Tabela A1.1 - Resultados obtidos nas medidas de tamanho de fases do material como recebido:i
Tabela A1.2 - Resultados obtidos nas medidas de fração volumétrica do material como recebido:ii
Tabela A2.1. - Resultados obtidos nas medidas de tamanho de fases do material laminado a quente com 80% de redução em área:iii
Tabela A2.2 - Resultados obtidos nas medidas de tamanho de fases do material laminado a quente com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 15 minutos:iv
Tabela A2.3 - Resultados obtidos nas medidas de tamanho de fases do material laminado a quente com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 30 minutos:v
Tabela A2.4 - Resultados obtidos nas medidas de tamanho de fases do material laminado a quente com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 1 hora:vi
Tabela A2.5 - Resultados obtidos nas medidas de tamanho de fases do material laminado a quente com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 2 horas:vii
Tabela A3.1 - Resultados obtidos nas medidas de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a 1300°C por 15 minutos:viii
Tabela A3.2 - Resultados obtidos nas medidas de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a 1300°C por 30 minutos:ix
Tabela A3.3 - Resultados obtidos nas medidas de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a 1350°C por 15 minutos:ix

Tabela A3.4 - Resultados obtidos nas medidas de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a 1350°C por 30 minutos:ix
Tabela A3.5 - Resultados obtidos nas medidas de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a 1350°C por 1 hora:x
Tabela A3.6 - Resultados obtidos nas medidas de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a 1380°C por 30 minutos:x
Tabela A3.7 - Resultados obtidos nas medidas de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a 1380°C por 1 hora:xi
Tabela A4.1 - Tamanho das fases na matriz do aço E4462 após laminação a frio com 50% de redução , seguido de um tratamento térmico de solubilização a 1050°C por 2 horas:xii
Tabela A4.2 - Tamanho das fases na matriz do aço E4462 após laminação a frio com 70% de redução , seguido de um tratamento térmico de solubilização a 1050°C por 1 hora:xiii
Tabela A4.3 - Tamanho das fases na matriz do aço E4462 após laminação a frio com 90% de redução , seguido de um tratamento térmico de solubilização a 1050°C por 15 minutos:xiv
Tabela A4.4 - Tamanho das fases na matriz do aço E4462 após laminação a frio com 80% de redução , seguido de um tratamento térmico de solubilização a 1050°C por 1 hora:xv

- Tabela A4.5 - Fração volumétrica das fases alongadas (austenita γ) no aço E4462 após laminação a frio com **50%, 70% e 90% de redução**, seguido de um tratamento térmico de solubilização a 1050°C:xvi
- Tabela A4.6 - Comprimento das fases alongadas (γ) do aço E4462 após laminação a frio com **50%, 70% e 90% de redução**, seguido de um tratamento térmico de solubilização a 1050°C. Medidas realizadas com 250X de aumento:xvi
- Tabela A4.7 - Altura das fases alongadas (γ) do aço E4462 após laminação a frio com **50%, 70% e 90% de redução**, seguido de um tratamento térmico de solubilização a 1050°C. Medidas realizadas com 250X de aumento:xvii
- Tabela A5.1 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a quente 80%. ...xviii
- Tabela A5.2 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 50% após solubilização a 1300°C.xix
- Tabela A5.3 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 70% após solubilização a 1300°C.xx
- Tabela A5.4 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 90% após solubilização a 1300°C.xxi

- Tabela A5.5 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 80% após solubilização a 1380°C.xxii
- Tabela A5.6 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material como recebido.xxiii
- Tabela A5.7 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a quente 80% e solubilizado a 1050°C.xxiv
- Tabela A5.8 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 50%(solubilização prévia a 1300°C) com solubilização a 1050°C após deformação.xxv
- Tabela A5.9 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 70%(solubilização prévia a 1300°C) com solubilização a 1050°C após deformação.xxvi
- Tabela A5.10 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 90%(solubilização prévia a 1300°C) com solubilização a 1050°C após deformação.xxvii
- Tabela A5.11 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 80%(solubilização prévia a 1380°C) com solubilização a 1050°C após deformação.xxviii

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

Materiais superplásticos têm a capacidade de sofrerem grandes deformações de maneira homogênea. Os valores atingidos em tração são da ordem de centenas a milhares por cento. Tal característica só é conseguida mediante condições particulares de processamento e microestrutura. Em termos de processamento, são necessárias temperaturas maiores que a metade da temperatura absoluta de fusão e baixas taxas de deformação, tipicamente entre 10^{-6} e 10^{-2} s^{-1} . Uma microestrutura superplástica é caracterizada por ser refinada, ou seja, tamanho de grão menor que $10 \mu\text{m}$ e estável a alta temperatura. Por isso, ligas bifásicas geralmente podem ser superplásticas.

Os aços inoxidáveis duplex podem ter comportamento superplástico, dependendo de sua condição metalúrgica. O estudo desses aços teve início no fim da década de sessenta, continuando até os dias de hoje. Porém, tal estudo limita-se quase que exclusivamente a uma determinada liga, o aço 2507 (25% Cr - 6,5% Ni - 3% Mo - 0,14% N), sendo escassas publicações com outro tipo de material. Mesmo quando se encontram tais publicações, verifica-se pouca quantidade de informações a respeito da influência da condição metalúrgica no desempenho dos materiais e mais escassas ainda são aquelas que mostram como produzir tal material. Quando se verifica a literatura nacional sobre aços inoxidáveis duplex, observa-se uma ausência completa do assunto, revelando a inexistência de tecnologia neste setor. Recentemente, Pulino-Sagradi realizou estudos com um aço 22,5%Cr-6,4%Ni-3,0%Mo-0,16%N, porém de procedência japonesa, sendo desconhecido seu processo de fabricação.

Em função dos antecedentes descritos anteriormente, o presente trabalho tem como objetivos desenvolver um processo termomecânico para produzir um material com características microestruturais que levem ao comportamento superplástico do mesmo e estudar o efeito desta microestrutura no grau de superplasticidade. Como material, usou-se um aço inoxidável duplex 2205 (21.13% Cr, 4.73% Ni, 2.75% Mo, 0.18N) de procedência nacional.

Para atingir tais objetivos, a pesquisa foi dividida em 6 tópicos principais, que serão apresentados nos capítulos seguintes:

- O capítulo 2 trata da revisão bibliográfica realizada durante todo o desenvolvimento da pesquisa, englobando os aços inoxidáveis duplex (suas propriedades, metalurgia física e o estado da arte da superplasticidade nesses materiais), o fenômeno da superplasticidade (envolvendo sua descrição, requisitos básicos para a sua ocorrência, os mecanismos de deformação e os métodos disponíveis para a sua avaliação) e os métodos utilizados para refinar uma estrutura duplex, requisito para a superplasticidade.
- O capítulo 3 aborda os materiais e equipamentos empregados no referido trabalho.
- O capítulo 4 descreve e comenta os procedimentos experimentais utilizados.
- O capítulo 5 expõe os resultados obtidos em cada etapa da pesquisa, analisando-os e discutindo-os à medida que são apresentados.
- O capítulo 6 mostra as principais conclusões fornecidas pela pesquisa em questão.
- O capítulo 7 fornece sugestões para trabalhos futuros, como uma forma de dar continuidade ao assunto pesquisado.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aços inoxidáveis duplex

Os aços inoxidáveis duplex podem, sob certas condições, apresentar comportamento superplástico⁽¹⁻¹⁰⁾. Em termos de microestrutura, estas condições são traduzidas por um tamanho de grão pequeno, da ordem de $10\mu\text{m}$ ⁽¹¹⁻¹³⁾, com estabilidade a alta temperatura (maior que 50% da temperatura absoluta de fusão). Geralmente esta estabilidade é conseguida com a presença de uma segunda fase, em quantidade aproximadamente igual a da matriz⁽¹¹⁻¹⁶⁾. Os aços duplex já apresentam duas fases, assim o caminho a ser tomado para se obter um material superplástico é o refino da microestrutura.

2.1.1 Definições:

A definição de aço inoxidável duplex mais precisa encontrada na literatura pode ser resumida da seguinte forma:

- a) São aços com estrutura bifásica, sendo que as fases se encontram em porcentagem volumétrica aproximadamente igual a 50%, distribuídas de tal forma que não haja continuidade de longo alcance para nenhuma das fases⁽¹⁷⁾.
- b) Ambas as fases presentes são policristalinas, ou seja, para um aço que apresenta as fases ferrita - α e austenita - γ , haverá as seguintes interfaces α/α , α/γ e γ/γ ⁽¹⁷⁾.

c) As propriedades mecânicas das fases não devem ser muito diferentes, permitindo a ocorrência de deformação e recristalização em ambas as fases⁽¹⁷⁾.

d) Acima de tudo são aços inoxidáveis, ou seja, ambas as fases devem apresentar um teor de Cr maior ou igual a 12%⁽¹⁸⁾, de forma a garantir a continuidade da película passiva.

Com relação às fases presentes, é possível obter aços inoxidáveis duplex com as seguintes combinações⁽¹⁸⁾:

Tabela 2.1 - Estruturas em aços inoxidáveis duplex:

Estruturas	Fases		
	<i>símbolo</i>	<i>nomenclatura</i>	<i>retículo cristalino</i>
$\alpha + \gamma$	α	Ferrita	CCC
$\alpha + M$	γ	Austenita	CFC
$\gamma + M$	M	Martensita	Tetragonal

Nota: Alguns autores utilizam o símbolo δ para a fase ferrita, contudo trata-se da mesma fase α . Isto ocorre devido ao processo de solidificação, onde geralmente a primeira fase a solidificar é a ferrita, e por analogia ao sistema Fe-C alguns metalurgistas a denominam ferrita δ ⁽¹⁸⁾.

Além do que foi descrito acima, existem outras definições complementares que podem ser utilizadas dependendo do tipo do aço:

Aço inoxidável microduplex: São inoxidáveis duplex com estrutura refinada, tipicamente com tamanho de grão menor que 10 μ m, muito embora alguns autores considerem aços microduplex estruturas com até 25 μ m de tamanho de grão (8 ASTM)⁽¹⁶⁾.

Aço inoxidável superduplex: São duplex que apresentam elevada resistência à corrosão por pite, traduzida pelo índice P.R.E (“Pitting Resisting Equivalent”) maior do que 40, sendo este determinado por: $PRE = \%Cr + 3,3\%Mo + 16-30\%N$ ⁽¹⁹⁾.

2.1.2 Propriedades

Os aços inoxidáveis duplex apresentam uma série de propriedades de interesse em engenharia como:

- Alta resistência a corrosão por pite, principalmente os aços superduplex^(18,19);
- Alta resistência à corrosão intergranular e corrosão sob tensão^(18,20);
- Alta tenacidade, com baixa temperatura de transição dúctil-frágil, podendo chegar a -100°C em algumas ligas⁽²¹⁾;
- Boa soldabilidade, devido a dificuldade de ocorrência de trincas de solidificação^(18,22);
- Altas propriedades mecânicas, principalmente limite de escoamento^(20,21);
- Possibilidade de sofrer deformações em condições de superplasticidade^(3-6,9,10,16).

Este conjunto de propriedades é obtido através do sinergismo entre as fase α e γ , sendo que tais propriedades não são encontradas isoladamente em aços ferríticos ou austeníticos. Aliado a esse fato os inox duplex tem um custo menor, em termos de elemento de liga contido, o que tem justificado o crescente uso deste material⁽²⁰⁾.

2.1.3 Metalurgia física

O estudo das fases presentes nos aços em questão pode ser feito, de uma forma didática, através do diagrama Fe-Cr-Ni (fig. 2.1), desenvolvido inicialmente por Griffiths em 1927⁽²³⁾.

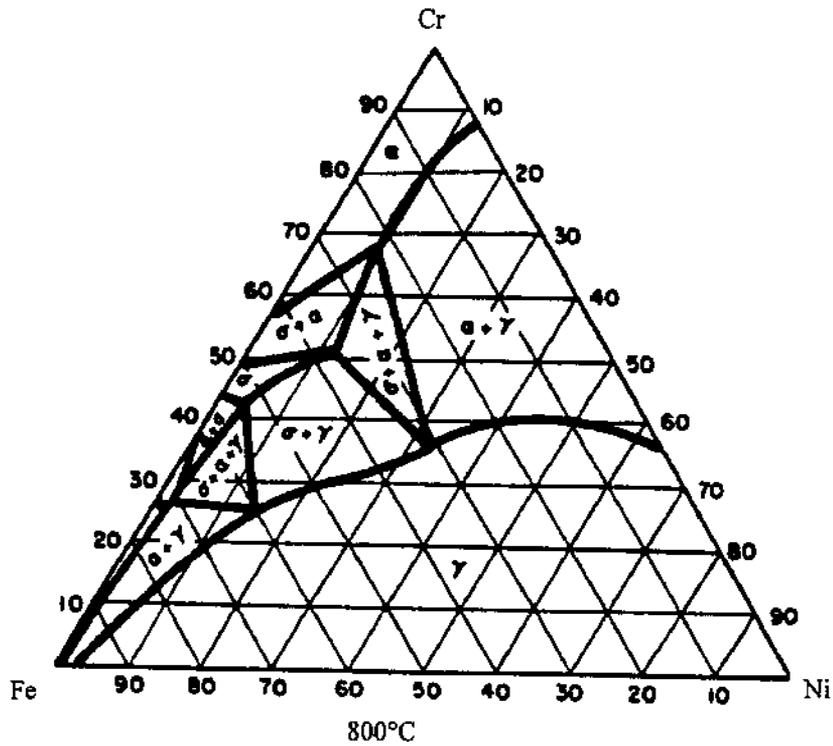


Figura 2.1 - Seção isotérmica do diagrama Fe-Cr-Ni a 800°C⁽²³⁾.

Verifica-se que um aço só apresenta estrutura bifásica dentro de certos limites de composição química. Um inconveniente de se utilizar diagramas ternários é a visualização do efeito da temperatura. Este é mais claramente observado em diagramas pseudo-binários, como os da figura 2.2.

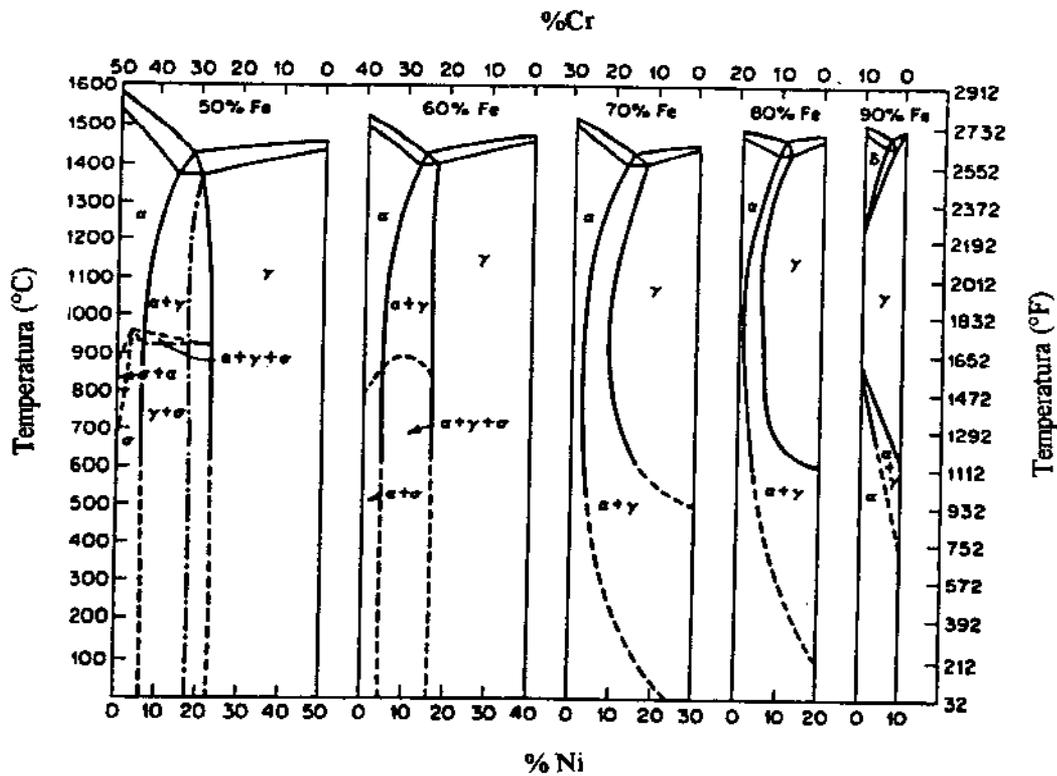


Figura 2.2 - Seções do diagrama Fe-Cr-Ni⁽²³⁾.

Considerando as composições das tabelas 2.2 e 2.3, verifica-se que usualmente, os aços inoxidáveis duplex situam-se na faixa de 70% de Fe, justificando a utilização do respectivo diagrama pseudo-binário.

Tabela 2.2 - Composição química típica de alguns aços inoxidáveis duplex fundidos⁽²⁰⁾.

Norma DIN	PRE	%Cr	%Ni	%Mo	%N	%Cu	%C	%W
WNr. 1.4823	27	26,5	5,0	-	-	-	< 0,5	-
WNr. 1.4464	35	27	5,0	2,3	-	-	< 0,5	-
WNr. 1.4468	39	25,5	6,0	3,0	0,2	-	-	-
WNr. 1.4517	40	25,5	6,0	3,0	0,25	3,0	-	-
WNr. 1.4469	44	25,0	7,0	4,5	0,25	-	-	-

Tabela 2.3- Composição química típica de alguns aços inoxidáveis duplex trabalhados⁽²¹⁾.

Norma	PRE	%Cr	%Ni	%Mo	%N	%Cu	%Si	%W
S 31500	23	18,5	5,0	2,7	0,07	-	1,5	-
S 32204	25	23,0	4,0	0,2	0,1	-	-	-
S 32900	30	25,0	4,5	1,5	-	-	-	-
S 32404	31	21,0	7,0	2,5	0,07	1,5	-	-
S 31803	35	22,0	5,3	3,0	0,16	-	-	-
S 31260	38	25,0	6,5	3,0	0,16	0,5	-	0,3
S 32200	38	25,0	6,5	3,0	0,18	-	-	-
S 32550	38	25,0	6,5	3,0	0,18	1,0	-	-
S 32760	41	25,0	7,0	3,6	0,25	0,7	-	0,7
S 32750	42	25,0	7,0	3,8	0,27	-	-	-

Nota: Nas tabelas acima, os teores de Mn, Si e C são da ordem de 2%, 1% e 0.03-0.05% max., respectivamente ^(20,21).

Considerando as composições das tabelas 2.2 e 2.3 e as comparando com o diagrama pseudo-binário (Cr-Ni a 70% de Fe), nota-se que o processo de solidificação se dá pela formação de ferrita a partir do líquido, com posterior decomposição em $\alpha + \gamma$ a temperaturas mais baixas⁽¹⁸⁾. Porém não é possível fazer uma previsão fundamentada sobre a quantidade de cada fase formada, essencial na determinação das propriedades deste tipo de aço, como pode ser visto nos trabalhos de Charles et al⁽²¹⁾. Esta impossibilidade reside no fato da não validade da regra das alavancas no diagrama pseudo-binário⁽¹⁸⁾. Juntamente com esta limitante, aparecem os efeitos de outros elementos de liga presentes nos aços inoxidáveis, que alteram significativamente o balanço de α e γ na microestrutura. Para contornar estas limitações, Schaeffler⁽¹⁸⁾ desenvolveu em 1949 um diagrama em função de fatores calculados a partir dos elementos estabilizadores de γ e de α , denominados como Ni equivalente e Cr equivalente, respectivamente. Este diagrama, que foi montado com base em observações

metalográficas, delimita as regiões de ocorrência de cada fase, estabelecendo, inclusive, a porcentagem de ferrita no campo $\alpha + \gamma$, como pode ser observado na figura 2.3.

$$\text{Níquel Equivalente} = \%Ni + 30 \%C + 0,5\%Mn$$

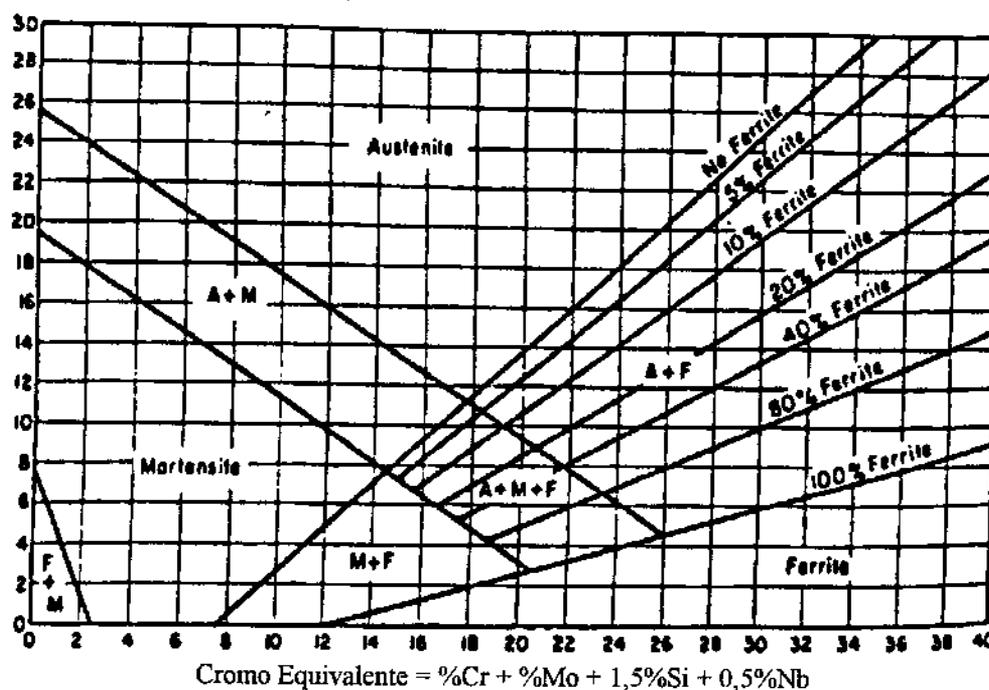


Figura 2.3 - Diagrama de Schaeffler⁽²⁹⁾.

Em 1960, De Long⁽¹⁸⁾ revisou o diagrama de Schaeffler incluindo o efeito do nitrogênio, como forte estabilizador da fase γ : $Ni_{eq} = \%Ni + 30 \%C + 30 \%N + 0,5 \%Mn$. Apesar de um grande avanço o Diagrama de Schaeffler só pode ser utilizado para metal de solda, ou para ligas solidificadas rapidamente, pois este foi desenvolvido em materiais soldados. No caso de materiais conformados a quente, Pryce e Andrews⁽²⁴⁾ desenvolveram modificações no diagrama de Schaeffler, principalmente na temperatura de 1150°C. Novamente o uso deste diagrama é restrito, uma vez que o teor máximo de α pesquisado foi de 20%, muito menor que o comumente encontrado nos aços inoxidáveis duplex (35 a 55%)^(18,21). Pelo que foi exposto, verifica-se que uma previsão acurada sobre a porcentagem de fases é relativamente difícil de ser obtida, contudo, de forma geral é possível determinar se um aço apresenta ou não uma estrutura duplex. Um outro complicador para o estudo, e principalmente para a fabricação deste tipo de aço, é a presença de outras fases além de α e γ . Estas outras fases, de alguma forma, comprometem as propriedades mecânicas como tenacidade e/ou resistência a corrosão da liga, devendo ser evitadas suas ocorrências, o que não é sempre possível, devido a alta cinética de precipitação de algumas delas.

Dentre as fases que precipitam nos aços inoxidáveis duplex, durante o resfriamento, a fase σ é a que precipita em maior quantidade⁽¹⁹⁾, sendo o seu efeito o mais prejudicial para as propriedades do material^(18,19,25), sobretudo por baixar sensivelmente a resistência ao impacto^(18,21,22,26) e a resistência à

corrosão, tanto em meios ácidos^(25,26) como em meios contendo cloretos (corrosão por pite)⁽²³⁾. A fase σ é um composto intermetálico, rico em cromo e molibdênio, que apresenta uma estrutura tetragonal⁽²¹⁾, tendo sua formação entre 600 e 1000°C⁽²⁷⁾. Sua cinética de precipitação é muito variável, podendo ser da ordem de 2 minutos em alguns superduplex⁽²¹⁾ até cerca de 200 horas em aços menos ligados⁽²²⁾. Basicamente aceleram a precipitação de σ , a deformação plástica a quente ou a frio⁽²²⁾, os teores crescentes de Cr, Mo, Ni, Mn e Si⁽²⁷⁾, e até mesmo o aumento de defeitos cristalinos provocados por tensões de resfriamento⁽²⁷⁾. Como retardador da cinética de precipitação está o tratamento térmico de solubilização a altas temperaturas (da ordem de 1250°C) e o processo de refusão, que promovem a redistribuição de Cr e Mo⁽²⁷⁾. Além da fase σ , existem outras como carbonetos ($M_{23}C_6$ e M_7C_3), nitretos (Cr_2N , CrN e fase π), os intermetálicos χ , τ , R, α' , G, η (Laves) e as fases ϵ (Cu) e γ_2 (austenita secundária), todos aparecendo numa faixa de 250 a 1050°C^(18,20,21,26,28). Resumidamente, as características principais e os efeitos nocivos destas fases podem ser vistos na tabela 2.4. Uma consequência da ocorrência destas fase é a existência de uma faixa de temperatura proibida para essas ligas (entre 300 e 1000°C). Desta forma, é conveniente utilizar estes materiais somente entre -50°C e 300°C e processá-los acima de 1000°C (ver figura 2.4).

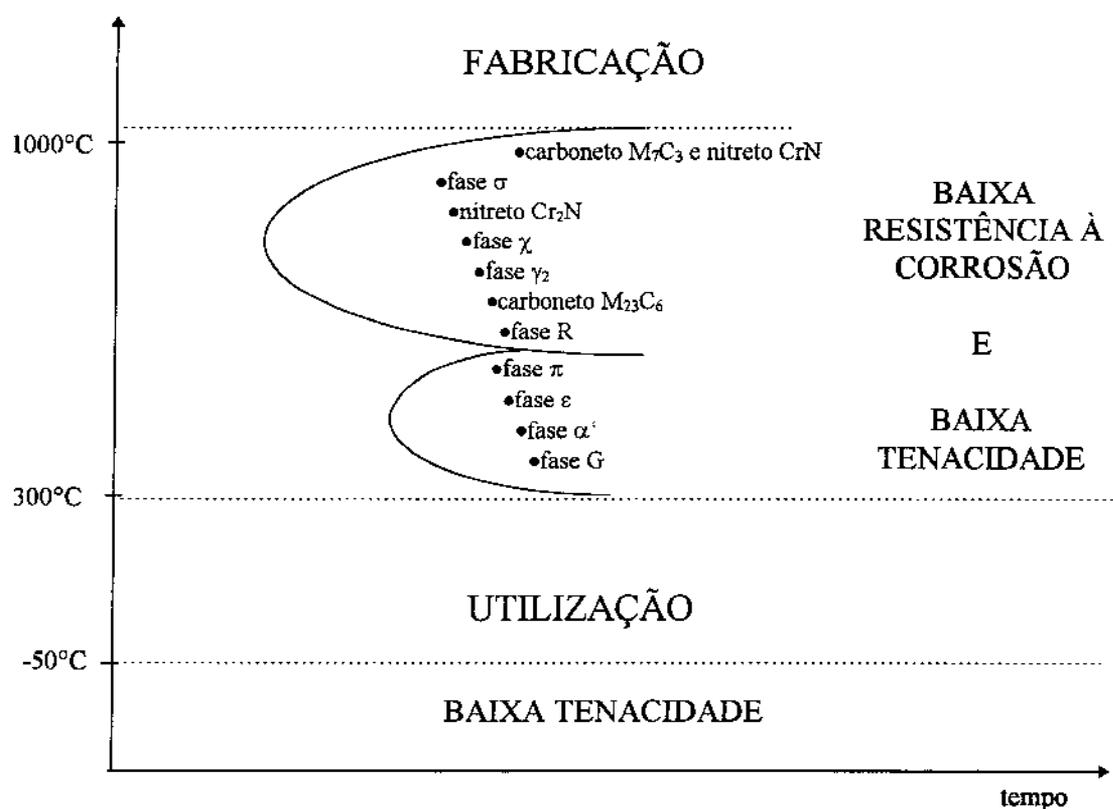


Figura 2.4 - Esquema mostrando as fases que podem ocorrer nos aços inoxidáveis duplex e faixa de utilização e fabricação. Modificado a partir do esquema de CHARLES⁽²¹⁾.

Tabela 2.4 - Características principais e efeitos das diversas fases que podem aparecer nos aços inoxidáveis duplex:

FASE	Estrutura	Precipitação	Temperatura	Cinética	Efeito
σ	Tetragonal ⁽²⁹⁾	Intergranular (α/γ , α/α , γ/γ) Decomposição eutetóide ($\alpha \rightarrow \gamma + \sigma$)	600 - 1000°C ⁽²⁶⁾	Varia muito com a composição e condição metalúrgica	Reduz a tenacidade e a ductilidade ⁽²¹⁾ Diminui a resistência a corrosão por pite ⁽²³⁾
Cr ₂ N	Hexagonal ⁽²¹⁾	Intergranular (α/α) ^(26,19) Intragranular (α)	900°C ^(26,21)	1 a 2 minutos em aços com N ₂ ⁽²⁶⁾	Reduz a resistência a corrosão por pite ⁽²¹⁾
CrN	Cúbica ⁽²⁶⁾	Observado em zonas afetadas pelo calor em soldas ⁽¹⁹⁾			nd
M ₇ C ₃	Hexagonal ⁽³⁰⁾	Intergranular (α/γ , α/α , γ/γ) ⁽²⁶⁾	900 - 1050°C ⁽²¹⁾ 950 - 1050°C ⁽²⁶⁾	Da ordem de 10 minutos ⁽²²⁾	Não afeta sensivelmente as propriedades mecânicas ou resistência à corrosão ⁽²¹⁾
M ₂₃ C ₆	CFC ⁽²⁸⁾	Intergranular (α/γ , α/α , γ/γ) ⁽²⁶⁾	600 - 950°C ⁽²⁶⁾	Instantâneo, menor que 1 minuto ⁽²²⁾	Não afeta significativamente a resistência à corrosão ^(26,20)
χ	CCC ⁽²⁸⁾	Intergranular (α/γ) ⁽²⁸⁾	700 - 900°C ⁽²¹⁾ 700 - 850°C ^(19,26)	Da ordem de 10 horas ⁽²²⁾	Reduz a tenacidade e resistência à corrosão ^(26,19)
π	nd	Intragranular (α) ⁽²⁸⁾	550 - 600°C ⁽²⁶⁾	Da ordem de algumas horas ⁽²¹⁾	Reduz a tenacidade e resistência à corrosão ⁽²⁶⁾
τ	Ortorômbico ⁽²⁸⁾	Intragranular (α) ⁽²⁸⁾	550 - 650°C ^(19,28)	nd	nd
R	Trigonal ⁽²⁸⁾	intragranular (α) ⁽²⁸⁾ Intergranular ⁽¹⁹⁾	550 - 700°C ⁽¹⁹⁾ 550 - 650°C ^(21,26)	Da ordem de 10 horas ⁽²²⁾	Reduz a tenacidade ⁽²⁶⁾ e a resistência à corrosão ⁽¹⁹⁾
α'	CCC ^(18,29)	Intragranular (α) ⁽²⁸⁾	300 - 550°C ⁽²¹⁾	Da ordem de 10 horas ⁽¹⁸⁾	Reduz a tenacidade ^(21,29)
γ_2	CFC ⁽²⁸⁾	Intragranular widmanstätten Intergranular alotriomórfica ⁽²⁸⁾	600 - 800°C ⁽²²⁾	Muito rápida ^(28,26)	Afeta a resistência a corrosão por pite ⁽²³⁾
G	nd	nd	550 - 650°C ⁽²¹⁾	Da ordem de algumas horas ⁽²¹⁾	nd
ϵ	CFC ⁽⁵³⁾	Intragranular (α) ⁽⁵³⁾	600 - 850°C ⁽⁵³⁾ 600 - 800°C ⁽²²⁾	Da ordem de 1 minuto a 800°C ⁽⁵³⁾	nd
η (Laves)	Hexagonal ⁽²⁹⁾	Intergranular (a/a, a/g) ⁽²⁵⁾	550 - 650°C ⁽²¹⁾ 600 - 800°C ⁽²⁵⁾	Da ordem de algumas horas ⁽²¹⁾	Diminui a resistência à corrosão em meios ácidos ⁽²⁵⁾

nd: não determinado

2.2 Superplasticidade

A superplasticidade pode ser definida como a capacidade apresentada por certos materiais de sofrer homoganeamente grandes deformações, ou seja, sem a ocorrência de deformação localizada, como estricção, por exemplo. Esta característica se manifesta sob determinadas condições de temperatura, taxa de deformação e microestrutura⁽³¹⁻³³⁾. Os valores de deformação atingidos em tração são da ordem de centenas a milhares por cento⁽¹²⁾.

De uma maneira geral, o comportamento superplástico pode ser descrito pela equação:

$$\sigma = K\dot{\epsilon}^m \quad [2.1]$$

onde σ é a tensão de escoamento, $\dot{\epsilon}$ é a taxa de deformação, K é uma constante que engloba o efeito da temperatura e características do material, e m é o expoente de sensibilidade à taxa de deformação^(11-13,31) que em materiais superplásticos assume valores entre 0,3 e 1^(11,34), porém o valor de 0,5 é mais aceito como sendo o limite mínimo para uma condição superplástica.

Existem basicamente dois tipos de superplasticidade, uma é denominada superplasticidade por tensões internas e a outra superplasticidade estrutural.

A superplasticidade por tensões internas é causada pela presença de tensões internas no material, próximas à tensão de escoamento do mesmo. Na existência de tais tensões o material escoou superplasticamente com a aplicação de uma pequena tensão externa (os efeitos se somam). Os valores de m , nesta modalidade, são bem próximos de 1⁽³³⁾. As tensões internas podem surgir através de dois mecanismos envolvendo ciclagem térmica. O primeiro ocorre quando a ciclagem térmica é feita ao redor da temperatura de transformação de fase, neste caso o fenômeno pode ser chamado de *superplasticidade por transformação de fase*⁽³¹⁾, exemplos desses materiais são os aços carbono⁽¹³⁾. O segundo acontece quando ocorre a ciclagem térmica em materiais que possuem anisotropia de coeficiente de dilatação térmica, ou seja, materiais que dilatam de maneira diferenciada em determinadas direções cristalográficas. Esta dilatação diferenciada promove o aparecimento das tensões internas que facilitam a deformação. Este fenômeno é chamado simplesmente de *superplasticidade por ciclagem térmica*⁽³¹⁾, sendo exemplos os metais zinco e urânio α ^(13,33).

A *superplasticidade estrutural* é o tipo mais comum de superplasticidade, e também o mais estudado. Ocorre em materiais com microestrutura extremamente fina e equiaxial, tipicamente com tamanho de grão menor ou igual a $10\ \mu\text{m}$ ^(11,13,31,32), em baixas taxas de deformação (10^{-2} a $10^{-6}\ \text{s}^{-1}$) e em temperaturas maiores que a metade da temperatura absoluta de fusão ^(11-13,32,34). Associado ao requisito de tamanho de grão fino, verifica-se que na prática a maioria das ligas superplásticas apresenta uma estrutura bifásica, onde o principal papel da segunda fase é dificultar o crescimento de grão durante a deformação. Assim sendo, microestruturas eutéticas, eutetóides ou microduplex são as mais utilizadas para o processo de conformação superplástico ^(11,31,33). É interessante salientar que a distribuição das partículas de segunda fase exerce fundamental importância. Esta deve estar bem dispersa na matriz, a fim de garantir o efeito de ancoragem dos grãos e promover o fenômeno da recristalização dinâmica da matriz, no caso de partículas muito mais duras que a matriz (concentração de deformação na matriz) ^(5,9,31,33).

2.2.1. Mecanismos de deformação na superplasticidade estrutural

O comportamento superplástico destes materiais pode ser estudado através de curvas $\sigma \times \dot{\epsilon}$, onde se verifica a existência de três regiões distintas (figura 2.5), indicando a ocorrência de diferentes mecanismos em cada uma destas regiões:

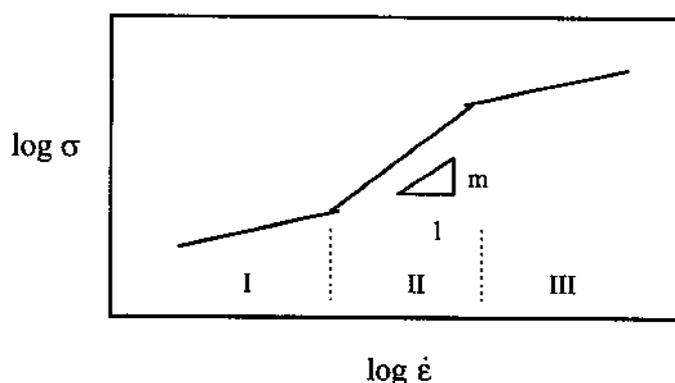


Figura 2.5 - Representação esquemática da relação entre $\log \sigma$ e $\log \dot{\epsilon}$. ⁽³⁵⁾

A equação [2.1] é válida em cada uma das regiões. Na forma logarítmica pode ser escrita como:

$$\log \sigma = k + m \log \dot{\epsilon} \quad [2.2]$$

porém com valores característicos de K e m em cada região. A região II, que representa o maior valor de m , corresponde ao comportamento superplástico, e o valor de m mais comum é 0,5^(31,36). Os valores de m nos trechos I e III são usualmente próximos a 0,2^(31,36).

Os mecanismos de deformação em cada região são brevemente descritos a seguir:

2.2.2 Região I

Nesta região, o mecanismo de deformação predominante ainda não está completamente definido. Alguns autores sugerem um mecanismo semelhante ao de fluência, ou seja, deformação por difusão de lacunas induzida por tensão^(37,38). Estes autores invocam os mecanismos de Nabarro-Herring de movimentação de átomos e lacunas dentro dos grãos no sentido da tensão aplicada, e de Cobble, similar ao primeiro, porém com difusão pelos contornos de grão.

Langdon⁽³²⁾ realizou algumas experiências para determinar a energia de ativação do processo de deformação, encontrando na região I um valor correspondente à energia de ativação para a difusão dentro do grão. Isto sugere atividade dentro dos grãos, reforçando a hipótese do mecanismo de Nabarro-Herring. Entretanto, existem também evidências que induzem a associação da perda do comportamento superplástico ao crescimento grão⁽³⁵⁾, que ocorre nesta região. Já Chaudhury et al⁽³⁹⁾ estudando ligas Zn 22% Al, atribuíram a ocorrência da região I à presença de impurezas. Desta forma, materiais com baixos níveis de impurezas (ao redor de 6 ppm) apresentariam a região II até valores extremamente baixos de taxa de deformação (menores que 10^{-6} s^{-1}).

2.2.3 Região II

Esta é a região do comportamento superplástico, sendo o mecanismo predominante o escorregamento de grão^(35,36). Neste mecanismo, um grão desliza em relação a outro através do contorno comum entre ambos, sem que ocorra mudança da forma dos mesmos⁽³¹⁾ (figura 2.6).

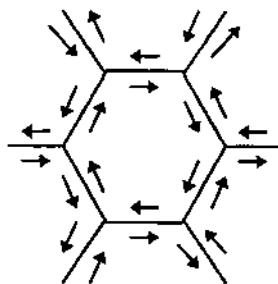


Figura 2.6 - Representação esquemática do mecanismo de escorregamento de grão.⁽³⁸⁾

Existem várias evidências que suportam a hipótese do mecanismo de escorregamento de grão, algumas fenomenológicas e outras microscópicas, como será visto a seguir.

a) Evidências fenomenológicas

Temperatura equicoesiva⁽⁴⁰⁾

Desde o início do século, sabe-se que os metais sofrem uma transição de modo de fratura de transgranular para intergranular à medida que a temperatura aumenta, geralmente acima da metade da temperatura absoluta de fusão. Isto é atribuído às variações de resistência tanto dentro dos grãos quanto em seus contornos. Até uma determinada temperatura, os planos de escorregamento são menos resistentes que os contornos de grão. A partir desta temperatura, denominada *temperatura equicoesiva* (TEC), o contorno de grão passa a ser mais fraco que os planos de escorregamento. Este fato foi utilizado para explicar o modo de fratura em materiais sujeitos à fluência, onde as taxas de deformação são extremamente baixas (menores que 10^{-5} s^{-1}). Convém mencionar que esta temperatura não é única, pois depende fortemente da taxa de deformação. Quanto maior a taxa de deformação, maior a TEC. Na figura 2.7, pode ser visto um esquema dos efeitos até aqui explicados.

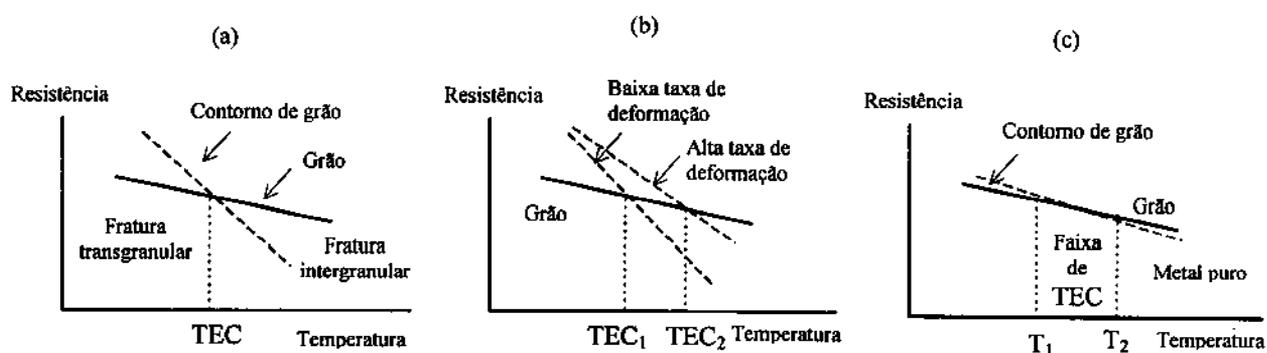


Figura 2.7 - Temperatura equicoesiva⁽⁴⁰⁾.

Influência do tamanho de grão na tensão de escoamento (σ)

Além da definição da temperatura equicoesiva, Jeffries ⁽⁴⁰⁾ verificou que acima desta, a tensão de escoamento diminui quando o tamanho de grão (d) diminui, apresentando um comportamento inverso ao da relação de Hall - Petch ($\sigma \propto d^{-1/2}$). Este resultado, no entanto, só foi atribuído ao escorregamento de grão por Alden ⁽⁴¹⁾. Em seu trabalho com a liga Sn 5% Bi (figura 2.8), Alden encontrou a seguinte relação entre a tensão de escoamento superplástico e o tamanho de grão: $\sigma \propto d^3$.

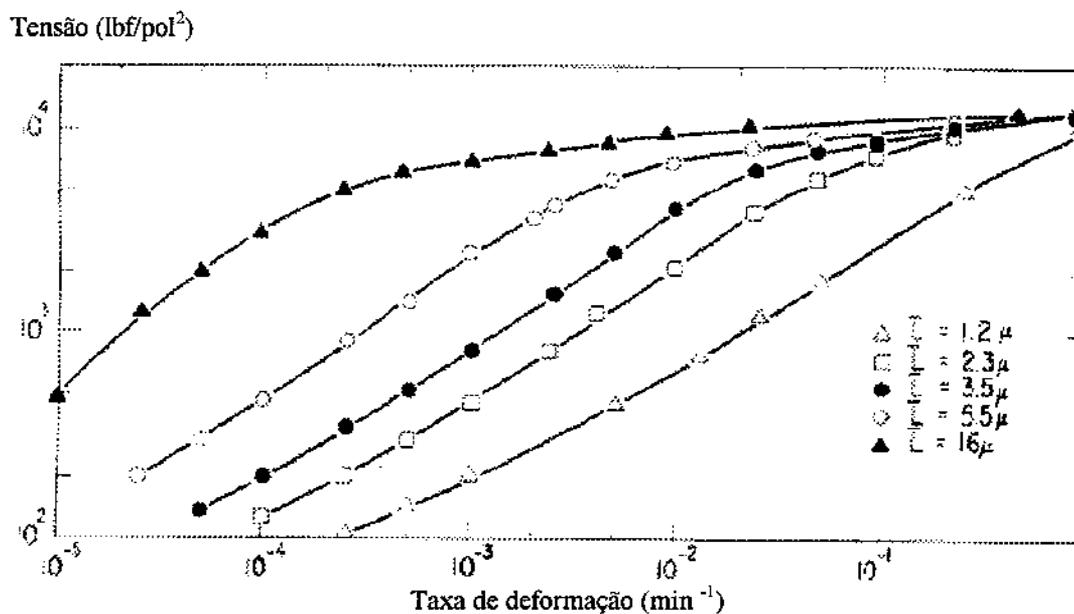


Figura 2.8 - Tensão de escoamento versus taxa de deformação para uma liga Sn 5%Bi com diversos tamanhos de grão ⁽⁴¹⁾

A partir deste trabalho, vários autores passaram a citar tal comportamento como característica da deformação superplástica ^(11,13,35,39,42-44,47).

Energia de ativação do escoamento superplástico

Em 1969 Ball e Hutchinson ⁽⁴²⁾ começaram a introduzir o conceito de equação de estado para o escoamento superplástico. Propuseram para uma liga de Al - Zn eutetóide a seguinte relação empírica:

$$\dot{\epsilon} = \frac{K\sigma^2}{d^2} \exp\left[\frac{-Q}{kT}\right] \quad [2.3]$$

onde $\dot{\epsilon}$ é a taxa de deformação, σ a tensão de escoamento, d o tamanho de grão, K uma constante, T a temperatura absoluta, k a constante de Boltzmann e Q a energia de ativação. Utilizando tal modelo, verificaram que o valor da energia de ativação no trecho II (superplástico) era da ordem de grandeza de metade da energia de ativação de autodifusão do zinco ou do alumínio, sendo portanto equivalente à energia para difusão no contorno de grão. Tal resultado serviu como evidência para reforçar a idéia que o fenômeno que controla o processo ocorre nos contornos de grão, sendo plausível o mecanismo de escorregamento de grãos. Depois disso, vários autores determinaram a energia de ativação do escoamento, inclusive nas regiões I e III. De uma forma geral, os valores encontrados na região II eram sempre menores que os valores encontrados nas outras regiões. Langdon ⁽³⁵⁾ reuniu alguns valores obtidos nesses trabalhos (vide tabela 2.5).

Tabela 2.5 : Energias de ativação para o escoamento plástico nas regiões I, II e III ⁽³⁵⁾ :

Material	Energia de ativação (kJ/mol)		
	I	II	III
Al 6%Cu 0.4%Zr	147	80	84
Cu 2.8%Al 1.8%Si 0.4% Co	179 ± 3	144 ± 1	159 ± 2
Pb 62%Sn	84,4 ± 2,0	57,3 ± 0,5	-
Zn 22%Al	119 ± 4	78,8 ± 3,4	≈ 96
Zn 22%Al	89	74	-

Vale a pena ressaltar que as equações de estado utilizadas podem variar significativamente de um autor para outro, principalmente no expoente de tamanho de grão (p) e no expoente da tensão de escoamento ($n = 1/m$), que no caso do modelo de Ball e Hutchinson ambos valem 2. Mais recentemente, a equação de estado que vem sendo utilizada por diversos autores ^(9,12,32,35) é a seguinte:

$$\dot{\epsilon} = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad [2.4]$$

onde A e p são constantes (p variando de 2 a 3), D é o coeficiente de difusão ($D = D_0 e^{\frac{-Q}{RT}}$, onde Q é a energia de ativação e R a constante dos gases), G o módulo de cisalhamento, b o vetor de Burgers, k a constante de Boltzmann, T a temperatura absoluta, n e d já definidos acima.

b) Evidências microscópicas

Marcação de grãos

Trabalhando com a liga Sn-5%Bí, Alden⁽⁴¹⁾ pôde provar que houve movimento relativo entre os grãos através de marcas feitas no material antes do ensaio de tração. Estas marcas perderam a continuidade após deformações da ordem de 10%. No caso, o procedimento experimental foi simples, pois as ligas de estanho são superplásticas a temperatura ambiente. Alden verificou também que o deslocamento relativo das marcas aumentava à medida que se diminuía a taxa de deformação, atribuindo a esse fenômeno o aumento da contribuição do escorregamento de grãos para a deformação total do material. Na figura 2.9 é mostrado um exemplo de suas experiências:

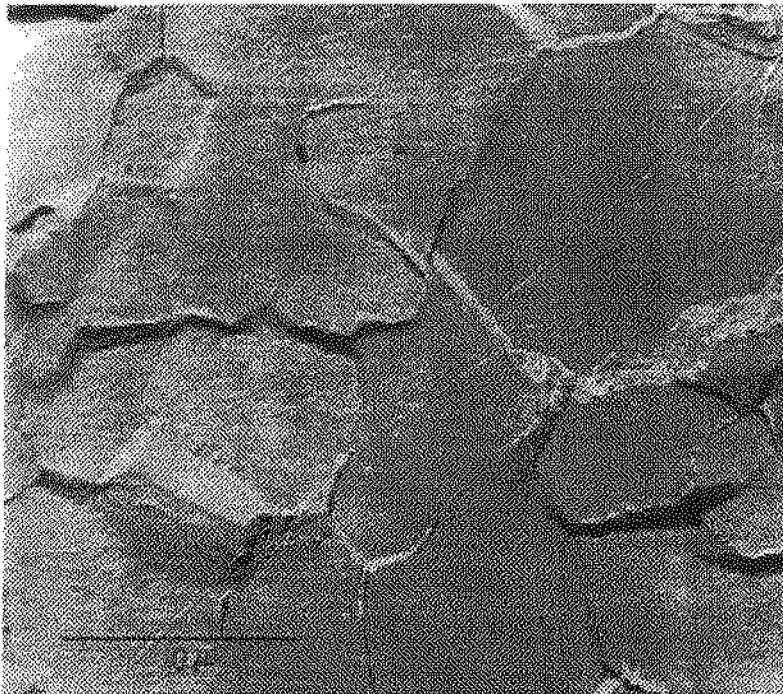


Figura 2.9 - Microestrutura da liga Sn-5%Bí após 10% de deformação à taxa de deformação $\dot{\epsilon} = 3,33 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, réplica de carbono secundário⁽⁴¹⁾.

Posteriormente, este tipo de experimento possibilitou a avaliação numérica da contribuição do escorregamento de grão na deformação total^(35,43,44,46,47). Os métodos empregados baseiam-se em relações geométricas entre os ângulos dos contornos de grão e os deslocamentos das marcas (longitudinais e transversais à direção de tracionamento).

Observações feitas "in situ" ⁽¹¹⁾

Em 1973, Ashby e Verral⁽⁴⁸⁾, estudando o comportamento de bolhas de uma emulsão de óleo em detergente, propuseram um mecanismo de escorregamento no qual os grãos trocam de vizinhos durante o processo de deformação. Ainda em 1973, através de microscopia eletrônica, Naziri et al ⁽¹¹⁾ acompanharam o processo de deformação superplástica de uma liga Zn - Al eutetóide. Neste experimento puderam observar a mudança de vizinhos mais próximos à medida que a deformação prosseguia.

Textura e morfologia dos grãos

Um aspecto importante da deformação superplástica é a quebra da textura após a deformação. Em seu trabalho de revisão bibliográfica, Edington ⁽¹³⁾ mostrou casos de ligas Al-Cu eutética e Zn - Al eutetóide onde houve redução de textura após 500% e 100% de deformação superplástica respectivamente. Naturalmente tal efeito foi atribuído ao fenômeno do escorregamento de contornos de grão.

Um aspecto mais evidente que há diminuição da textura é a forma equiaxial dos grãos observada durante e após o processo de deformação ^(11,31,36,41,46). É sabido que o processo de escorregamento de planos cristalinos, ou o processo de difusão de lacunas induzido por tensões provocam um alongamento dos grãos na direção de deformação. Contudo, é interessante salientar que os grãos podem apresentar um pequeno alongamento, resultando num fator de forma (maior diâmetro / menor diâmetro) de até 1.2 ^(31,36), que, comparado com alongamentos macroscópicos da ordem de 1000%, é desprezível.

Observação da estrutura de discordâncias ⁽¹³⁾

Análises através de microscópio eletrônico de transmissão têm revelado que materiais deformados em condições de superplasticidade apresentam grãos relativamente livres de discordâncias. Alguns autores atribuem esse fato à pouca atuação dos mecanismos de escorregamento de planos dentro do grão. Contudo, em altas temperaturas, quando a carga cessa, os processos de ascensão ("climb") e movimentação de discordâncias em direção aos contornos de grão estão presentes. Para elucidar esse aspecto, foram realizadas experiências com ligas de Mg-Al e Zn-Al com

resfriamento sob carga. Nestes casos, a baixa densidade de discordâncias também foi verificada, porém ainda existem dúvidas sobre tal aspecto, pois a inexistência de emaranhados de discordâncias pode também significar ausência de barreiras para as mesmas. Na figura 2.10, pode ser observado o resultado destas experiências com a liga Zn-Al, onde é feita uma comparação entre o material deformado na região II e na região III (onde o mecanismo de movimentação de discordâncias é dominante).

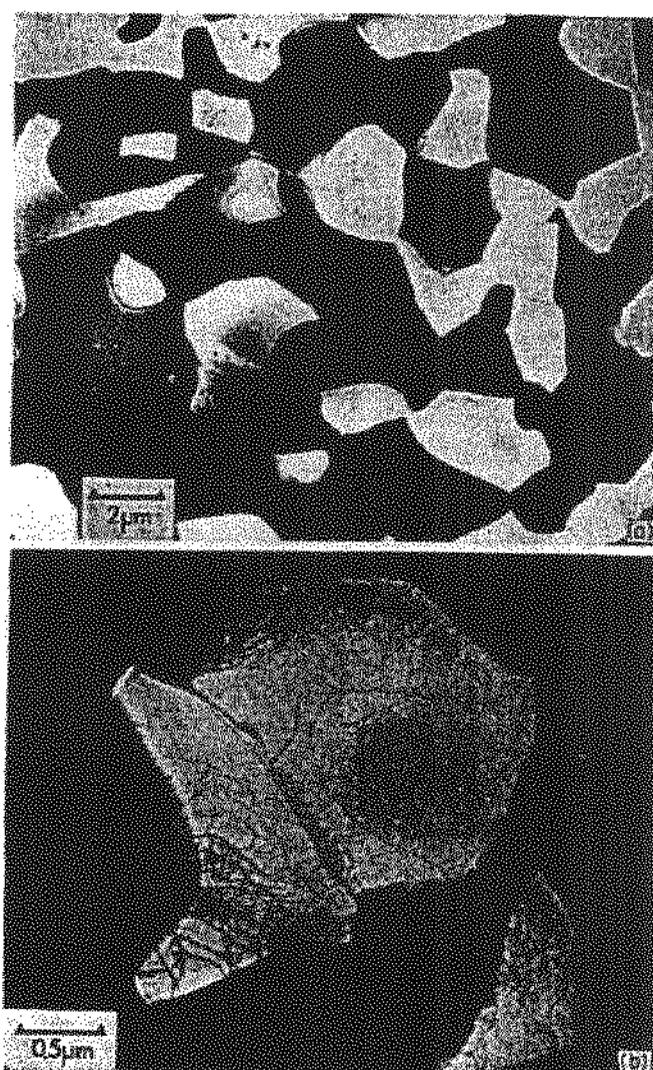


Figura 2.10 - Micrografias de microscopia eletrônica de transmissão de uma liga Zn-Al eutetóide mostrando : (a) muito baixa densidade de discordâncias depois de uma deformação superplástica na região II, (b) subestrutura de discordâncias em grãos ricos em alumínio submetidos a uma alta taxa de deformação na região III ⁽¹³⁾.

Ocorrência de cavitação

Embora sendo notada em apenas algumas ligas como Al-Zn-Mg-Zr, Al-Cu-Zr, Mg-Zn-Zr e aços microduplex ⁽¹³⁾, a ocorrência de cavitação tem sido frequentemente relacionada com o mecanismo de escorregamento de grão ^(13,31,49). A característica intergranular do defeito sugere tal mecanismo. O fato do número de cavidades aumentar no meio da região II indica uma predominância do mecanismo de escorregamento de grão no pico de superplasticidade ⁽¹³⁾. Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾ estudando um aço inoxidável duplex (22%Cr-5%Ni-3%Mo-0.14%N), verificou que o número de cavidades e a homogeneidade de distribuição das mesmas aumentavam com a temperatura, quando esta se aproximava das condições de deformação superplástica. Tal fato também reforça o argumento acima mencionado.

Convém acrescentar que a presença de tal tipo de defeito deve ser evitado por prejudicar as propriedades do componente fabricado por deformação superplástica. Isto é possível, já que tal fenômeno não ocorre em compressão ⁽¹³⁾ e nem em condições de deformação próximas da hidrostática⁽³¹⁾.

c) Mecanismos de acomodação

Isoladamente, o mecanismo de escorregamento de grãos não consegue explicar as grandes deformações que ocorrem durante o processo de deformação superplástica. Na realidade, devem existir mecanismos paralelos para acomodar o movimento dos grãos, pois se isso não ocorresse haveria a formação prematura de cavidades, resultando na fratura prematura do material.

Existem basicamente dois tipos de mecanismos propostos para explicar a acomodação dos grãos durante o escorregamento: acomodação por difusão^(46,48) e por movimentação de discordâncias⁽⁵⁰⁾.

Acomodação por difusão ^(11,13,31,36,48)

Este mecanismo foi proposto pela primeira vez por Ashby e Verral ⁽⁴⁸⁾, supondo a ocorrência simultânea de mecanismos similares ao de Nabarro-Herring (difusão de lacunas pelo interior dos grãos mediante a ação de tensões) e ao de Cobble (difusão de lacunas pelos contornos dos grãos mediante a ação de tensões). Segundo este mecanismo os grãos mudam de posição, resultando numa

troca de vizinhos mais próximos, porém mantendo a forma original dos grãos. Como pode ser visto na figura 2.11, há a formação de um estado intermediário, que possibilitaria a mudança de vizinhos. Este estado intermediário é resultado dos mecanismos de difusão (ver figura 2.12).

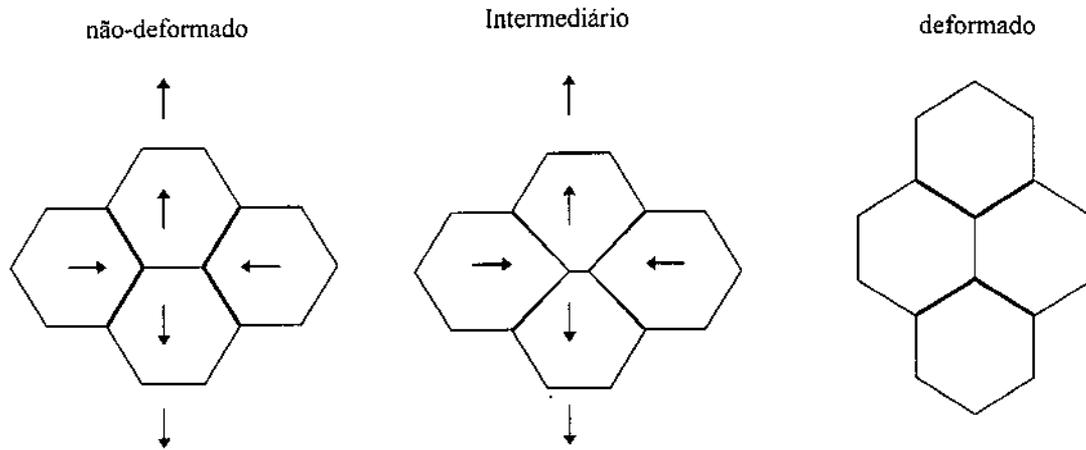


Figura 2.11 - Modelo de Ashby e Verral para a acomodação do escorregamento dos grãos por difusão.⁽⁴⁸⁾

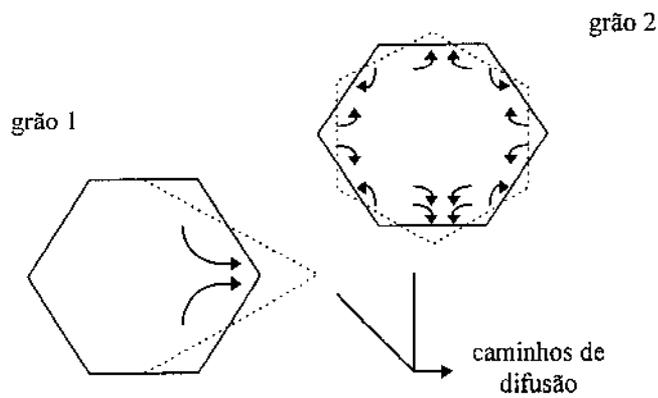


Figura 2.12 - Caminhos de difusão associados ao rearranjo dos grãos.⁽⁴⁸⁾

Acomodação por movimentação de discordâncias ^(11,13,50)

Teorias sobre a acomodação do escorregamento de grãos surgiram antes mesmo de observações experimentais⁽¹¹⁾. Neste sentido, Gifkins⁽⁵⁰⁾ foi o pioneiro. Em seu modelo, movimentação de discordâncias pelos contornos e regiões adjacentes seriam responsáveis pela acomodação. Devido ao escorregamento de grãos, ocorre uma concentração de tensões nos pontos triplos. Esta concentração de tensões causa a dissociação de discordâncias, que se movem por escorregamento e ascensão nos contornos vizinhos e regiões adjacentes, podendo ocorrer aniquilação ou combinação com outras discordâncias dando origem a novas discordâncias de contorno de grão. Tal seqüência de eventos resulta numa rotação de grãos, de acordo com resultados experimentais sobre a redução de textura. Na figura 2.13, podemos observar esquematicamente o modelo proposto por Gifkins.

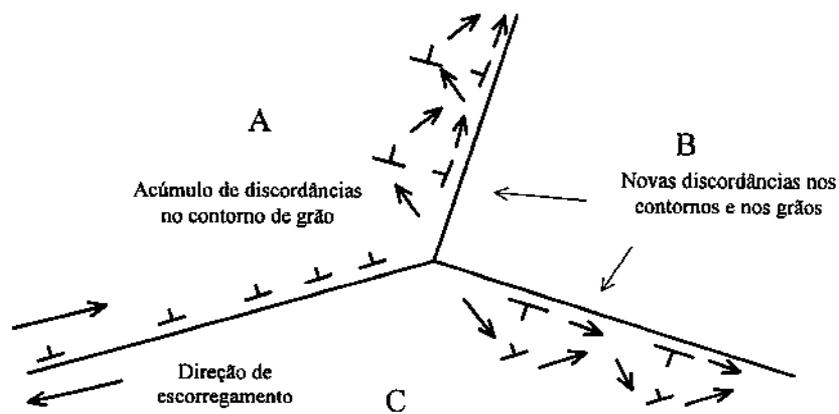


Figura 2.13 - Modelo de escorregamento de contorno de grão pela movimentação de discordâncias de contorno de grão formando um “pile-up”, o qual é relaxado pela dissociação e movimentação de discordâncias nos contornos entre os grãos AB e BC, ou em regiões próximas ⁽¹³⁾.

É conveniente ressaltar que tal teoria ainda traz algumas limitações, como o fato de não haver endurecimento por deformação. Na realidade, é mais apropriado considerar que os vários mecanismos atuam em conjunto, como proposto por Suery e Mukherjee ⁽³⁶⁾. Isto justifica o modelo da equação [2.4], que é bastante utilizado atualmente. Tal modelo mostra claramente a dependência do mecanismo de deformação superplástica com a temperatura e principalmente com o tamanho de grão. De fato, uma das formas de se otimizar o processo de conformação superplástica é diminuir o tamanho de grão^(9,10). Um exemplo deste efeito pode ser visto na figura 2.14.

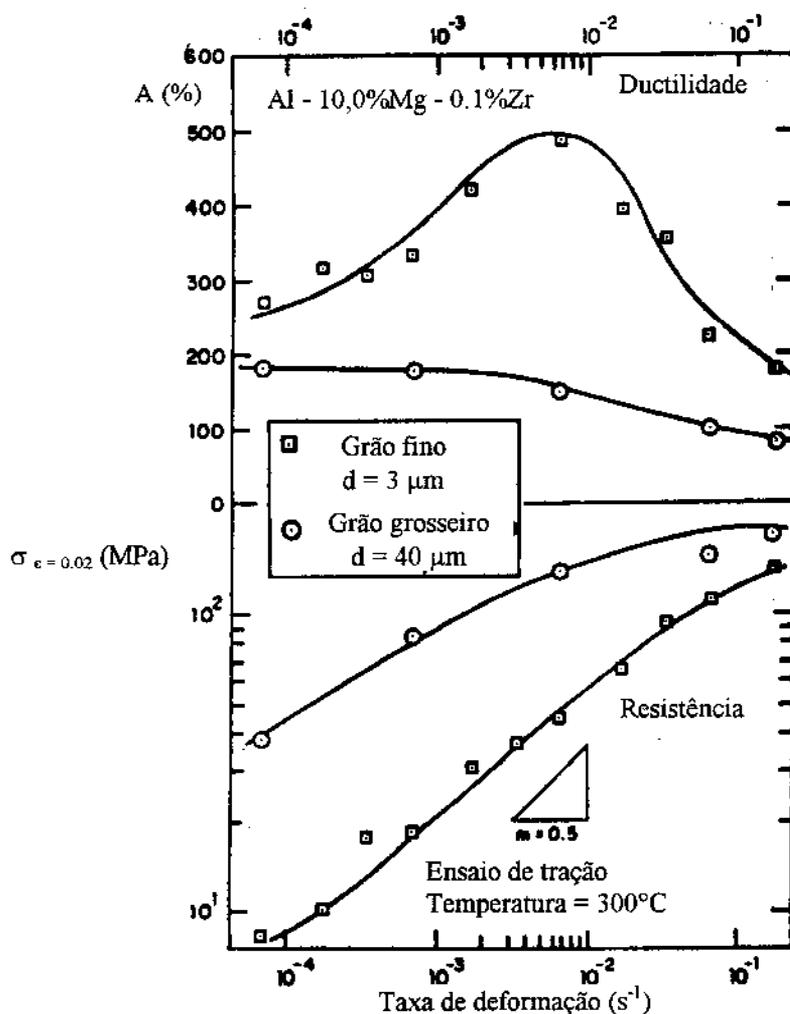


Figura 2.14 - Efeito do tamanho de grão numa liga Al-10Mg-0,1Zr a 300°C⁽³³⁾.

2.2.4 Região III

Esta região corresponde a maiores taxas de deformação ou temperaturas mais baixas, correspondendo a condições onde os contornos de grão passam a ter maior resistência que os planos de deslizamento (temperatura menor que a equicoesiva). Desta forma, o mecanismo predominante é a movimentação de discordâncias^(31,36) e o material deixa de apresentar comportamento superplástico, com o expoente m passando a valer 0,2.

2.2.5 Métodos para avaliar a superplasticidade estrutural

Existem vários métodos para avaliar a superplasticidade de um material, dentre eles estão a medida de alongamento até a fratura e o cálculo do coeficiente m . Este último é o mais indicado, uma vez que o alongamento depende de fatores geométricos. Além disso, valores de m maiores ou iguais a 0,5 retratam a resistência do material à formação de deformação localizada (estricção)^(11,13,17).

Para se obter valores de m , em uma determinada temperatura, podem ser utilizados os seguintes procedimentos:

a) Ensaio de tração a quente até a fratura⁽⁴⁻⁸⁾:

Através da realização de diversos ensaios de tração a quente, com diferentes velocidades iniciais de deformação, pode ser obtida uma curva $\sigma_{\max} \times \dot{\epsilon}$. Como $m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}}$, a inclinação da curva plotada num gráfico em escala log-log fornece o valor de m , como exemplificado anteriormente na figura 2.5.

Além do alongamento e determinação do expoente m , os ensaios de tração a quente permitem avaliar a homogeneidade de deformação⁽⁴⁹⁾ que é atribuída ao comportamento superplástico. Este parâmetro é obtido calculando-se a redução de área ao longo do corpo-de-prova após a fratura. Fazendo-se a hipótese de volume constante, o alongamento em cada ponto, $e(x)$, é obtido por:

$$e(x) = [A_0 - A(x)] / A(x) \quad [2.5]$$

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.

No caso de materiais superplásticos, não deve haver um aumento significativo do alongamento calculado por [2.5] nas proximidades do local da fratura, já que a ocorrência de tal evento indica existência de deformação localizada (estricção).

b) Ensaios de tração a quente com mudança na taxa de deformação:

Uma maneira mais prática para determinar m é a realização de ensaios de tração com mudança de taxa de deformação. Este método permite, para cada temperatura de ensaio, avaliar o parâmetro m . Para isso, a cada temperatura, o corpo-de-prova sofre uma deformação inicial (geralmente variando de 20 a 50%), antes da ocorrência de estrição, e em seguida inicia-se a alteração da taxa de deformação, que é modificada sempre que o corpo de prova é alongado de um certo incremento. A cada taxa de deformação corresponde uma tensão relativa à deformação do final do incremento (figura 2.15). Assim, pode ser construída uma curva de $\log \sigma \times \log \dot{\epsilon}$, sendo o coeficiente angular o expoente m .⁽³⁵⁾

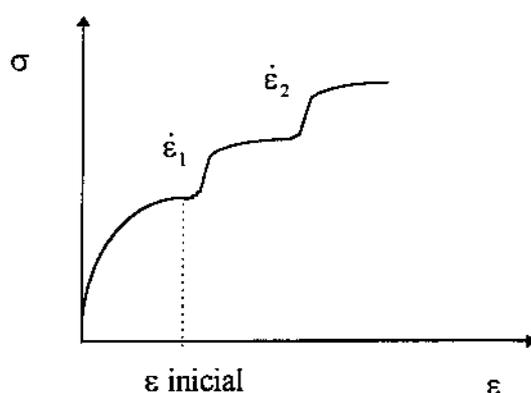


Figura 2.15 - Curva tensão (σ) x deformação (ϵ) com taxa de deformação variando durante o ensaio.⁽⁵¹⁾

c) Ensaios de tração a quente com ciclos múltiplos de mudança na taxa de deformação⁽⁴⁹⁾:

Este método é uma variante do anterior. A cada valor pré-fixado de deformação ocorre uma mudança na taxa de deformação, porém de uma forma cíclica, ou seja, duas taxas diferentes são alternadas a cada intervalo de deformação. Pulino-Sagradi⁽⁴⁹⁾ utilizou em seu trabalho intervalos de 5% de deformação nominal e variações na taxa de deformação de 33% a 150%. A vantagem de se utilizar este tipo de ensaio está na facilidade de análise dos dados, pois existem métodos de análise que exigem extrapolação de curvas, o que é difícil, ou mesmo impreciso no caso anterior. A figura 2.16 ilustra um desses métodos de análise dos dados. Observa-se que o ponto B é obtido por extrapolação da curva V_1 . Os ciclos V_1 subsequentes propiciam uma tendência que auxilia tal extrapolação. Um diagrama esquemático mais geral deste tipo de ensaio pode ser visto na figura 2.17.

$$m = \frac{\left(\frac{P_A}{P_B}\right)}{\left(\frac{V_2}{V_1}\right)}$$

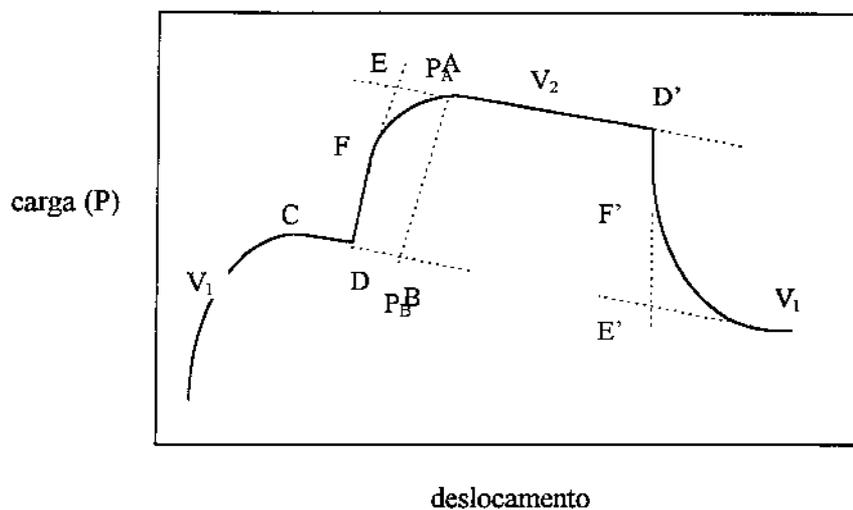


Figura 2.16 - Método de análise dos dados obtidos em um ensaio de mudanças de taxa de deformações cíclicas⁽⁴⁹⁾.

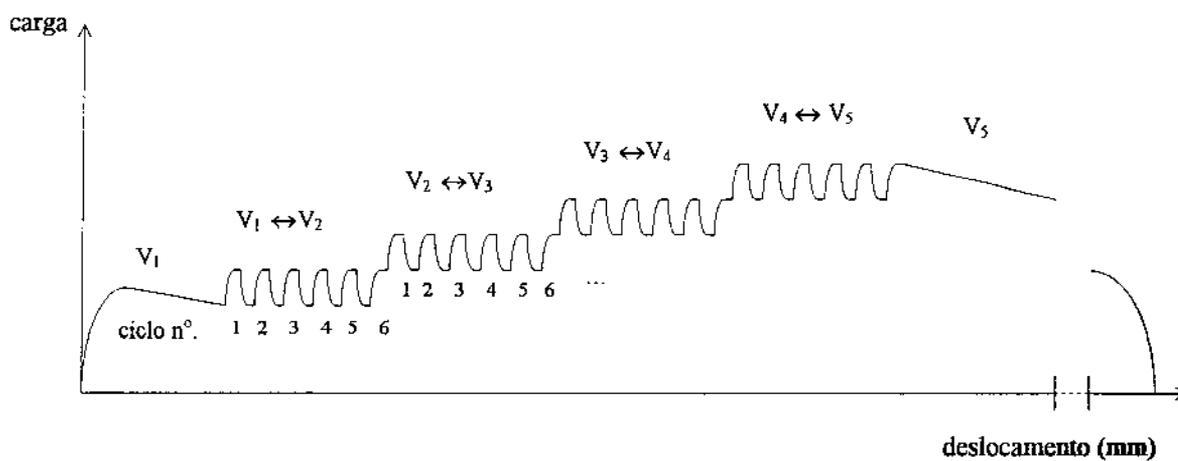


Figura 2.17 - Diagrama esquemático de um ensaio de mudança de taxa de deformação com ciclos múltiplos⁽⁴⁹⁾.

2.3 Superplasticidade de aços inoxidáveis duplex

Pelo que foi exposto anteriormente, conclui-se que um aço inoxidável é um candidato potencial para apresentar superplasticidade, como foi verificado por Hayden et al ⁽⁹⁾ em 1967, quando se iniciaram os estudos de superplasticidade nestes tipos de aço. Foram estudados nesta ocasião, 12 tipos diferentes de aços, todos com adição de Ti e processados por laminação a quente. Os resultados de alongamento obtidos variaram entre 200 e 2000%. Dentre estes aços, foi estudado o IN 744 (25Cr-6,5Ni-0,6Ti), aço de composição comercial, que predominou nos trabalhos publicados durante a década de 1970^(1,9,16,34,52). No início dos anos 80, começaram a surgir trabalhos com os aços duplex de nova geração, contendo nitrogênio e molibdênio como elementos de liga. Um dos pioneiros a utilizar este tipo de duplex foi Maehara^(4,52), que estudou a superplasticidade de um superduplex (25Cr-7,0Ni-3Mo-0,14N), obtendo dois picos de alongamento, um da ordem de 2500% a 950°C e outro da ordem de 2000% a 1050°C, utilizando $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ como taxa de deformação. Os picos de superplasticidade foram correlacionados com a estrutura duplex exibida naquelas temperaturas, a 950°C ($\gamma + \sigma$) e a 1050°C ($\alpha + \gamma$). A esses valores altos de alongamento, Maehara atribuiu à presença do nitrogênio dissolvido na liga, que tornaria o material mais fácil de ser refinado. Desde então diversos autores vêm pesquisando, quase que exclusivamente, a superplasticidade deste tipo de aço.

Atualmente os estudos de superplasticidade de aços inoxidáveis duplex focalizam o aspecto de otimização do processo de deformação superplástica^(9,10), pois, como visto até agora, para se conseguir comportamento superplástico é necessário utilizar baixíssimas velocidades de deformação (tipicamente da ordem de 10^{-4} s^{-1}), o que inviabiliza comercialmente a aplicação. Para aumentar a taxa de deformação, otimizando o processo, realizam-se tratamentos termomecânicos, que conduzem a uma microestrutura extremamente refinada com tamanho de grão da ordem de 1 μm , cerca de uma ordem de grandeza inferior aos aços microduplex normalmente estudados^(4,6-8,16,34).

2.4 Refino de microestruturas duplex

Depois do trabalho de Hayden, começaram a ser publicados alguns trabalhos sobre refino de microestruturas duplex, requisito para a obtenção de materiais superplásticos. Dentre estes trabalhos destaca-se o trabalho de Gibson et al ⁽¹⁴⁾, como sendo pioneiro na abordagem de refino de aços inoxidáveis duplex (ligas Fe-Cr-Ni). Neste trabalho, foi mostrado que o refino microestrutural pode ser obtido por vários tratamentos termomecânicos, envolvendo conformação a quente, a frio ou combinação de ambos, como se observa na figura 2.18.

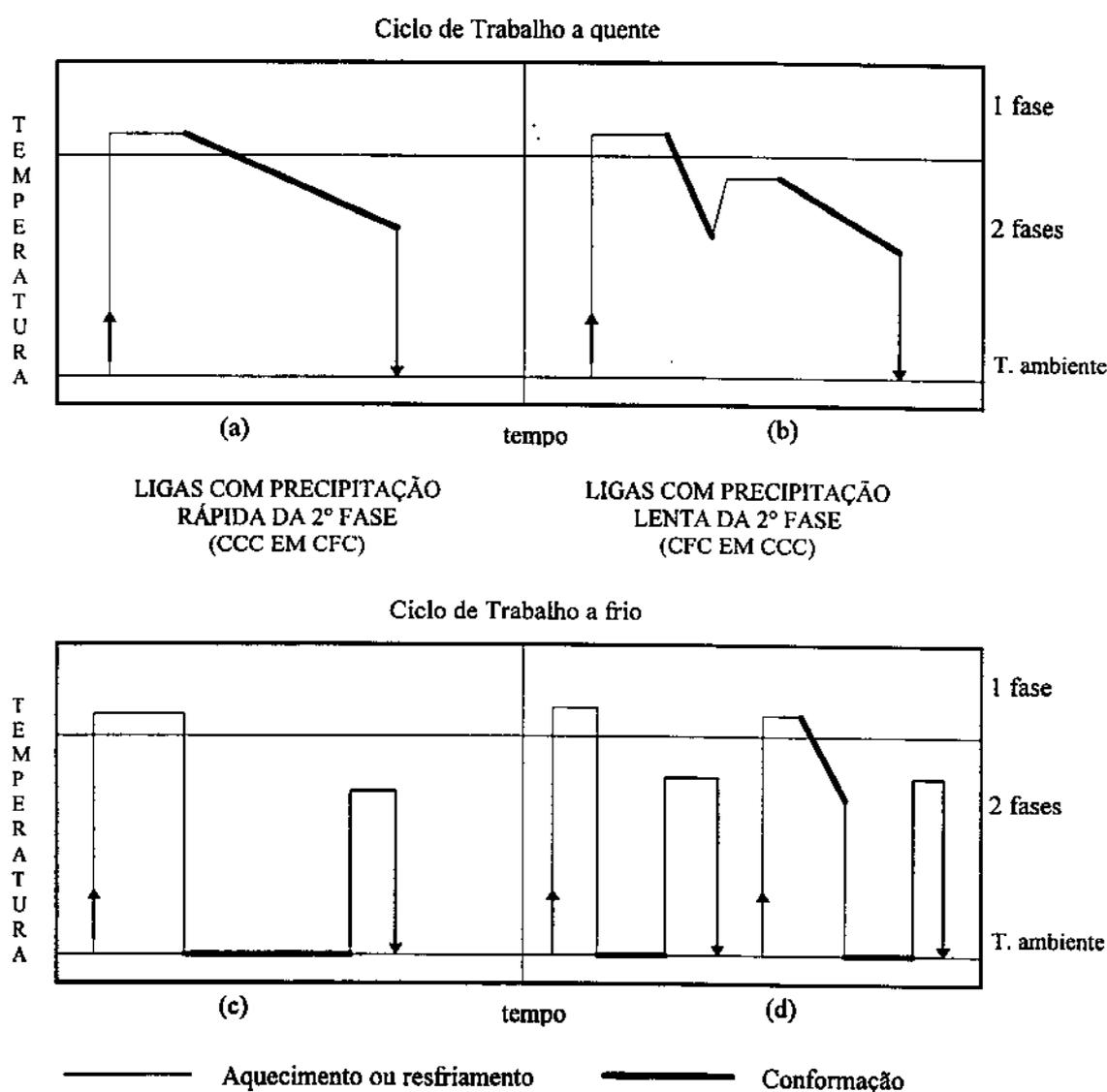


Figura 2.18 - Tratamentos termomecânicos utilizados para produzir estruturas microduplex⁽¹⁴⁾.

O ciclo (a) consiste de uma solubilização prévia no campo monofásico, seguida por deformação a quente iniciando no campo monofásico e terminando no campo bifásico. Este ciclo é utilizado para ligas que têm a precipitação da segunda fase rápida.

O ciclo (b) consiste de uma solubilização prévia no campo monofásico, seguida por deformação a quente iniciando no campo monofásico, continuando no campo bifásico até uma determinada deformação. Após esta deformação o material é reaquecido no campo bifásico, antes de se processar a deformação final, dentro do campo bifásico. Este ciclo também é utilizado em ligas que têm a precipitação da segunda fase lenta.

O ciclo (c) é obtido através de uma solubilização no campo monofásico seguida de um resfriamento rápido até a temperatura ambiente. O material monofásico é deformado na temperatura ambiente. Após a deformação é feito um tratamento de precipitação no campo bifásico. Aplica-se este ciclo em ligas com cinética rápida de precipitação da segunda fase.

O ciclo (d) é basicamente a composição dos ciclos (a) e (c) seguido de uma etapa de conformação a frio com posterior tratamento de precipitação. Este ciclo também é utilizado em ligas que têm a precipitação da segunda fase rápida.

Os conceitos utilizados por Hayden foram utilizados posteriormente em trabalhos envolvendo aços ligados não inoxidáveis, porém com estrutura duplex em alguma faixa de temperatura^(14,15). Nestes trabalhos, ficou clara a importância do processamento no campo bifásico. A partição da microestrutura em duas fases, durante a recristalização, conduz à obtenção de grãos finos que apresentam uma cinética de crescimento extremamente lenta, pois uma fase impede o crescimento da outra⁽¹⁵⁾. Outro aspecto importante é a necessidade da precipitação da segunda fase em uma determinada seqüência, quando se utiliza o ciclo de trabalho a frio. Esta precipitação deve preceder ou acompanhar o processo de recristalização da matriz, pois somente desta forma é que pode surtir o efeito de ancoramento dos grãos da matriz.

Em meados da década de 1970, pesquisadores que utilizaram o aço IN 744 (25Cr-6,5Ni-0,6Ti) para estudar o fenômeno da superplasticidade, adotaram, basicamente, os ciclos (b) e (d)^(1,16,34). O fato da temperatura de solubilização no campo ferrítico deste aço ser da ordem de 1200°C⁽¹⁶⁾ explica a utilização destes ciclos. No início da década de 1980, com a utilização de aços duplex ligados ao nitrogênio, a temperatura de solubilização no campo ferrítico aumentou substancialmente⁽²¹⁾,

passando de 1200°C para a faixa 1250 -1350°C. Este aumento de temperatura pode ter criado dificuldades operacionais para mantê-la durante a deformação em escala laboratorial. Isto pode ser uma boa explicação para o início da utilização do ciclo (c), verificada nos trabalhos de Maehara^(4-6,22), onde utilizou reduções a frio da ordem de 50% e temperaturas de solubilização 1250°C, para o aço 25Cr-7,0Ni-3Mo-0,14N. Em escala industrial, Osada⁽⁷⁾ fez uso de uma composição do ciclo (a) com uma etapa de deformação a frio (45%), a partir de placas de 145 mm de espessura, obtidas por lingotamento contínuo. O aço utilizado foi o mesmo que Maehara vem estudando.

Em 1991, Soylu e Honeycombe⁽⁵³⁾, estudaram duas formas de refinar a estrutura de aços inoxidáveis duplex, utilizando como base o aço 30Cr-8Ni. Uma das formas é a adição de cobre ao aço (aprox. 3%), a outra é a redução a frio do material previamente solubilizado no campo ferrítico, ou seja, o ciclo (c).

No processo de refino por adição de cobre, após a solubilização no campo ferrítico (1300°C), partículas de cobre CFC, precipitadas na faixa de 850-700°C, agem como nucleantes para a austenita. Estas partículas, denominadas fase ϵ , precipitam finamente dispersas (3 nm), resultando numa estrutura extremamente fina (1 μ m), após a formação da austenita. As partículas de cobre também atuam como barreiras para a movimentação das interfaces, dando estabilidade para a microestrutura obtida.

No processo de refino por deformação a frio, verificou-se que, durante a solubilização no campo $\alpha + \gamma$ (700-1000°C) após a deformação, a precipitação da austenita ocorria nos contornos de subgrão da ferrita deformada, impedindo a continuidade da recristalização da ferrita. A microestrutura obtida era extremamente fina, da ordem do tamanho de subgrão da ferrita (2-3 μ m), que decresce com o aumento da deformação a frio. Estudos feitos com o aço 25%Cr-7%Ni-3%Mo com tamanho de grão da ordem de 5 μ m revelaram que a partir de 50% de deformação a frio, o efeito da deformação a frio diminui substancialmente. Tal fato pode ser observado na figura 2.19, onde se verifica que a partir de 50% de deformação o tamanho de subgrão de α e da partícula precipitada de γ tornam-se praticamente constantes.

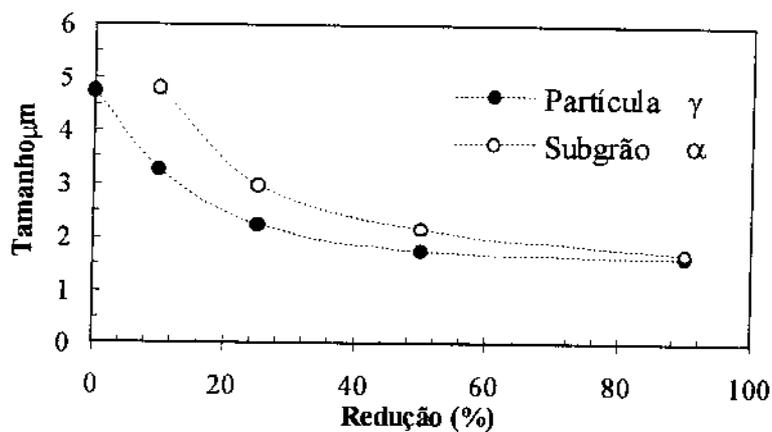


Figura 2.19 - Efeito da deformação a frio da ferrita no tamanho de subgrão da ferrita e no tamanho da partícula de austenita em um aço 25%Cr-7%Ni-3%Mo após recozimento a 1000°C por 30 minutos ⁽⁵³⁾.

Nos trabalhos atuais sobre superplasticidade, Maehara⁽⁹⁾ e Tsuzaki⁽¹⁰⁾ utilizam o ciclo (c) com deformações a frio da ordem de 90%, porém, em alguns casos, sem tratamento de solubilização no campo $\alpha + \gamma$, o que de certa forma contradiz o efeito exemplificado no parágrafo anterior. Esta nova rota permite obter estruturas da ordem de 1-2 μm , nos primeiros estágios da conformação superplástica.

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

3.1 Material de partida

O material utilizado neste estudo foi doado pela Empresa Eletrometal S/A. Trata-se de uma barra redonda (115 mm de diâmetro) de um aço inoxidável duplex, cuja denominação comercial é E4462. Tal designação é equivalente ao aço DIN Wnr 1.4462, muitas vezes conhecido como “2205” (22% de Cr e 5% de Ni).

O processamento prévio (realizado na usina), a composição química e a microestrutura de partida são mostradas a seguir.

3.1.1 Processamento

O aço E4462 foi elaborado em forno de indução a vácuo (VIM) a partir de matéria prima virgem (sem sucata de retorno). O processo ainda envolveu um refusão por escória eletrocondutora, onde se obteve um lingote redondo de 508 mm de diâmetro.

O processo de forjamento foi feito em prensa hidráulica de 2000 toneladas. Para isso o material foi aquecido e homogeneizado a 1180°C. O resfriamento após o

forjamento foi feito em água, visando evitar a precipitação de fase σ . A barra obtida nesta etapa tem o diâmetro de 120 mm, tendo sofrido uma redução de área de 94,4%.

Antes da usinagem final para 115 mm, o material sofreu um tratamento térmico de solubilização a 1050°C por 3 horas com resfriamento em água. Tal tratamento conferiu ao material uma dureza de 207 Brinell.

3.1.2 Composição química

Na tabela 3.1 é mostrada a composição química do referido material.

Tabela 3.1 - Composição química do aço E4462 (valores em % em peso):

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N	Al
0,028	0,50	1,70	0,016	0,002	21,13	2,75	4,73	0,18	0,002

3.1.3 Microestrutura

O material em questão apresenta uma microestrutura do tipo duplex, como definida no item 2.1.2, onde as fases principais são austenita (γ) e ferrita (α). Para melhor caracterizar tal microestrutura foram feitas medidas de *tamanho de fases* e de *fração volumétrica*.

Tamanho de fases ($\alpha + \gamma$)

Por simplicidade e rapidez, optou-se por determinar o tamanho das fases através do método dos interceptos ⁽⁵⁴⁾:

$$T.G. = \frac{1}{n_i} \times \frac{L}{A} \quad [3.1]$$

Onde:

T.G. = tamanho de grão;

n_i = número de interceptos;

L = comprimento da linha de referência;

A = aumento.

Assim, com o auxílio de um microscópio óptico (Zeiss Neophot), foram realizadas medidas em dez campos diferentes, para cada orientação do corpo de prova, conforme esquema apresentado na figura 3.1.

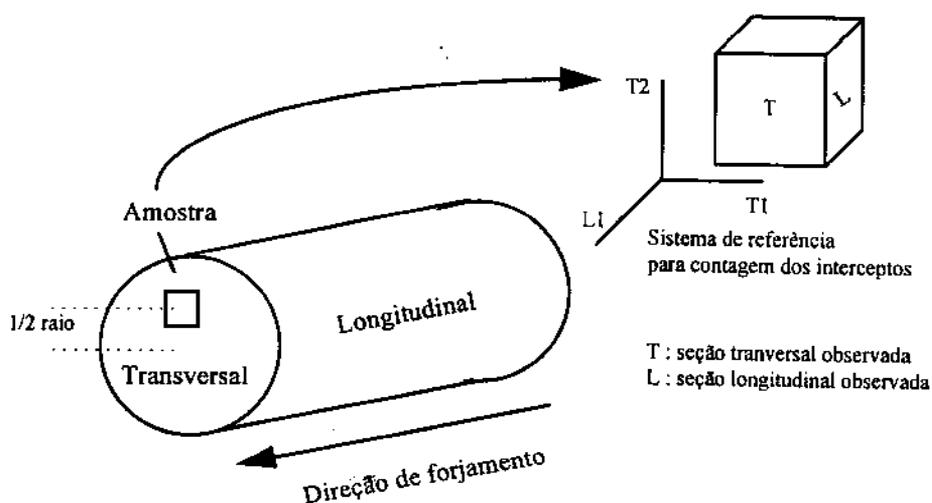


Figura 3.1 - Posição de retirada e orientação do corpo de prova para análise metalográfica.

No caso em questão, a linha de referência média 10 mm, que com o aumento da ocular corresponde a um tamanho de 100 mm. O aumento variou de 32X a 125X, de modo a fornecer em média de 10 a 30 interceptos por medida. Os resultados obtidos constam na tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Tamanho de fases do aço E4462:

Altura:	$30,0 \pm 3,1 \mu\text{m}$	O conjunto de medidas que gerou estes resultados pode ser visto na tabela A1.1 do anexo 1
Largura:	$43,7 \pm 9,5 \mu\text{m}$	
Comprimento:	$290,7 \pm 86,8 \mu\text{m}$	

Na figura 3.2 e 3.3 podem ser vistas micrografias das seções longitudinal e transversal, respectivamente.

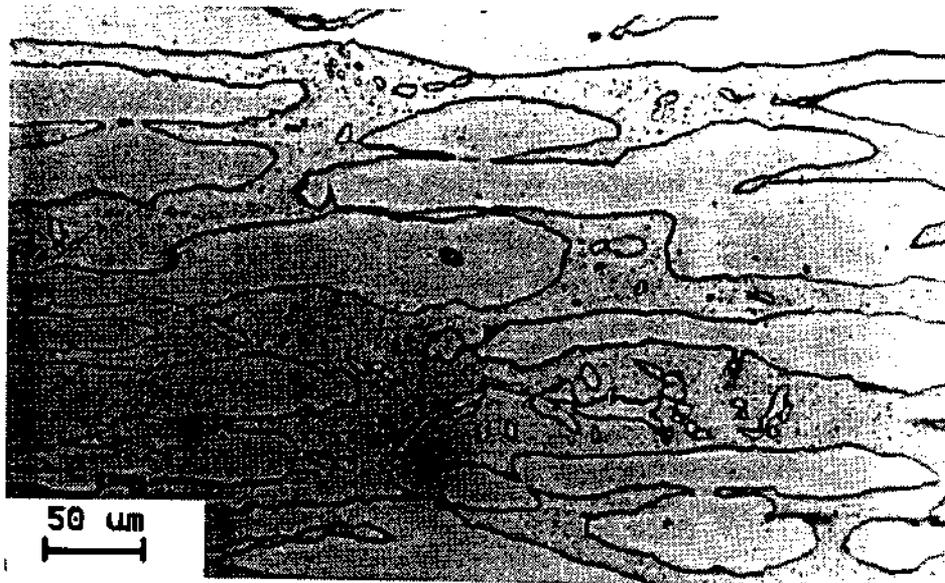


Figura 3.2 - Micrografia do material de partida, aço E4462, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

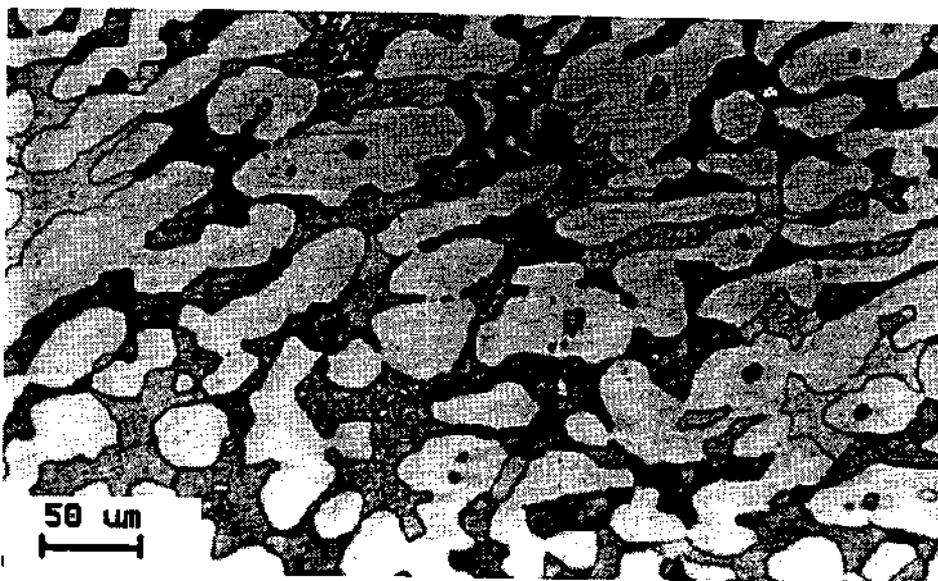


Figura 3.3 - Micrografia do material de partida, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

Fração volumétrica

Para determinar a fração volumétrica de cada fase (α e γ), utilizou-se o método do reticulado ⁽⁵⁴⁾. Neste, uma rede com o número de nós conhecido é sobreposta à imagem da microestrutura. Em seguida, conta-se o número de pontos que coincidem com a fase na qual há o interesse em avaliar a fração volumétrica. Esta resulta de ⁽⁵⁵⁾:

$$P_p = L_L = V_v = \frac{n_i}{n_T} \quad [3.2]$$

Onde:

P_p = fração em pontos;

L_L = fração em linhas;

V_v = fração volumétrica;

n_i = número de nós coincidentes;

n_T = número de nós total da rede.

A avaliação efetuada baseou-se numa amostragem de dez campos, com uma rede quadrada de 441 nós. O resultado obtido pode ser visto na tabela 3.3:

Tabela 3.3 - Fração volumétrica de fases do aço E4462:

$V_v \gamma$ (%) :	$62,8 \pm 2,3$	O conjunto de medidas que gerou estes resultados pode ser visto na tabela A1.2 do anexo 1
$V_v \alpha$ (%) :	$37,2 \pm 2,3$	

Notas: (1) O valor de $V_v \alpha$ foi obtido pela diferença $100 - V_v \gamma$;

(2) Através da microscopia óptica realizada não foi notada a presença de nenhuma outra fase, como σ , por exemplo.

3.2 Equipamentos

A seguir será feita uma breve descrição dos equipamentos e metodologia utilizados para os ensaios e para a produção dos materiais:

3.2.1 Obtenção dos materiais

Placas de partida

Foram utilizados dois tipos de processo de deformação, um a quente e outro a frio. Para tanto, utilizaram-se quatro graus de deformação: 50%, 70%, 80% e 90%. Visando uma espessura final de 3 mm, com 0,2 mm de sobremetal, foram cortadas placas de diversas espessuras, como pode ser visto na tabela 3.4. A largura das placas ficou restrita a 30 mm. Tal largura foi escolhida em função da capacidade do laminador e largura final do corpo-de-prova (24 mm). As placas foram sempre retiradas de forma a coincidir seus centros geométricos com o $\frac{1}{2}$ raio da barra (ver figura 3.4). Esta etapa do trabalho foi realizada com auxílio de uma serra elétrica, utilizando uma lâmina de 14 polegadas de comprimento, 10 mm de largura e 1 mm de espessura. Convém ressaltar que o corte deste material é uma operação delicada, pois o material é de baixa usinabilidade, e a barra, pelo fato de ter sido desempenada a frio, encontra-se tensionada. Isto pode às vezes propiciar o fechamento do corte e, conseqüentemente, a quebra da lâmina.

Tabela 3.4 - Dimensões das placas de partida

Redução prevista (%)	Espessura (mm)	Largura (mm)	Comprimento (mm)
50	6,4	30	125 (2)
70	10,7	30	125 (2)
80	16,0	30, 60 (1)	125 (2)
90	32,0	30	125 (2)

Notas: (1) O material destinado à laminação a quente foi cortado com o dobro da largura.

(2) O comprimento foi limitado pela capacidade da serra.

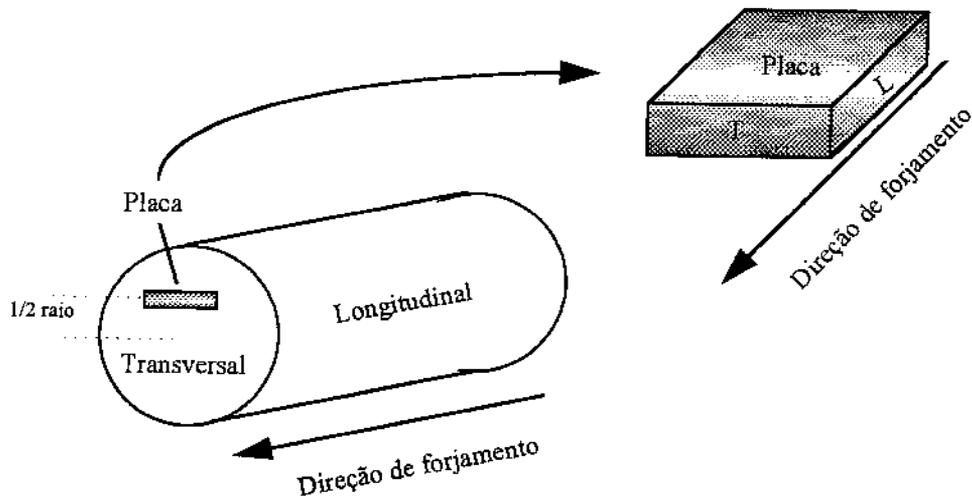


Figura 3.4 - Representação esquemática da retirada das placas de partida

Para se obter precisamente as dimensões da tabela 3.4, utilizou-se uma plaina da marca Zocca, com avanço máximo de 1 mm por passe.

Laminador

Para efetuar as deformações requeridas, utilizou-se um laminador de pesquisa com as características apresentadas na tabela 3.5.

Tabela 3.5 - Características do laminador

Tipo	Duo reversível
Potência (HP)	25
Força Máxima (Ton)	45
Rotação (RPM)	0 - 200
Diâmetro do cilindro (mm)	125

Fornos

Para aquecer antes de laminar e solubilizar os materiais (antes e após laminação), foram utilizados fornos tipo mufla com aquecimento por resistência elétrica. A seguir estão descritas algumas características desses fornos (tabela 3.6)

Tabela 3.6 - Características dos fornos

Forno	Utilização	Temperatura máxima (°C)	Variação (°C)	Resistência
Brasimet	Aquecimento	1300	± 5	Globar
EDG	Solubilização antes da deformação	1700	± 5	Super Kanthal®
EDG	Solubilização após deformação	1300	± 5	Kanthal®

3.2.2 Ensaaios

Corpo-de-prova

A partir dos materiais obtidos pelos diversos tratamentos termomecânicos (a serem discutidos no capítulo 4) foram usinados mecanicamente (furadeira fresadora) os corpos-de-prova. Após a usinagem preliminar, os mesmos receberam um acabamento final por intermédio de limas-agulha. Para a colocação de termopares de controle, foram efetuados furos de 2 mm na espessura dos corpos-de-prova, conforme esquema da figura 3.5. As dimensões dos corpos-de-prova foram escolhidas de acordo com o trabalho de Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾, podendo serem vistas na figura 3.5.

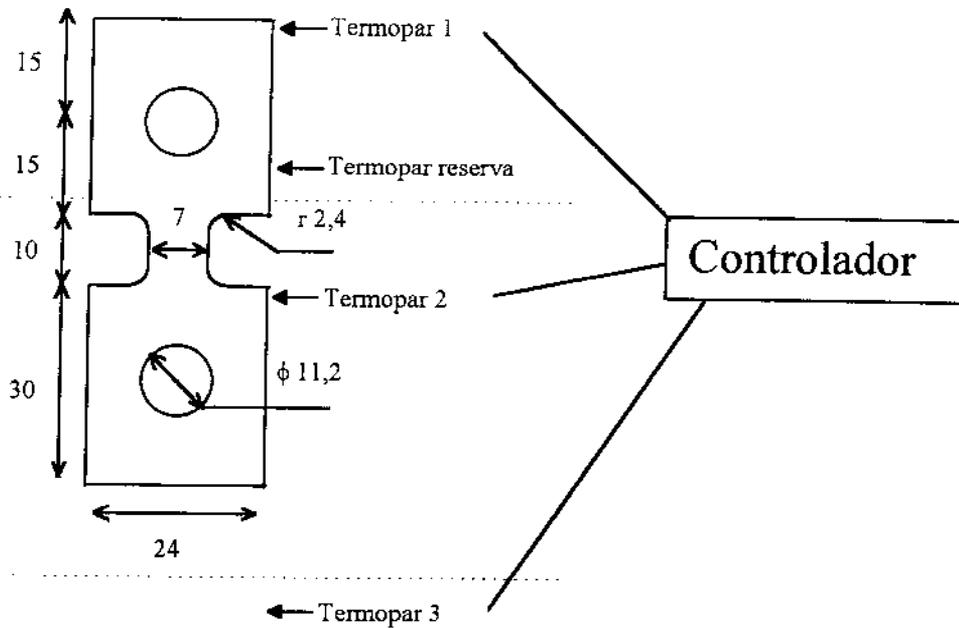


Figura 3.5 - Dimensões do corpo-de-prova e posição dos termopares.

Máquina de ensaios mecânicos MTS

Os ensaios de tração a quente com mudança de taxa de deformação e os ensaios de tração a quente até a fratura foram realizados numa máquina de ensaios hidráulica MTS 810.

Para a realização dos ensaios a quente foi utilizado um forno elétrico aquecido por resistências. Este forno possui três zonas de aquecimento, cada uma controlada por um termopar do tipo K (no caso, dois destes termopares são inseridos no corpo-de-prova e o outro permanece na região da resistência, figura 3.5). A temperatura máxima do forno é de 1000°C, mas não é aconselhável trabalhar neste limite, pois há o risco de queima das resistências.

Na figura 3.6 tem-se uma vista geral do equipamento de ensaios.

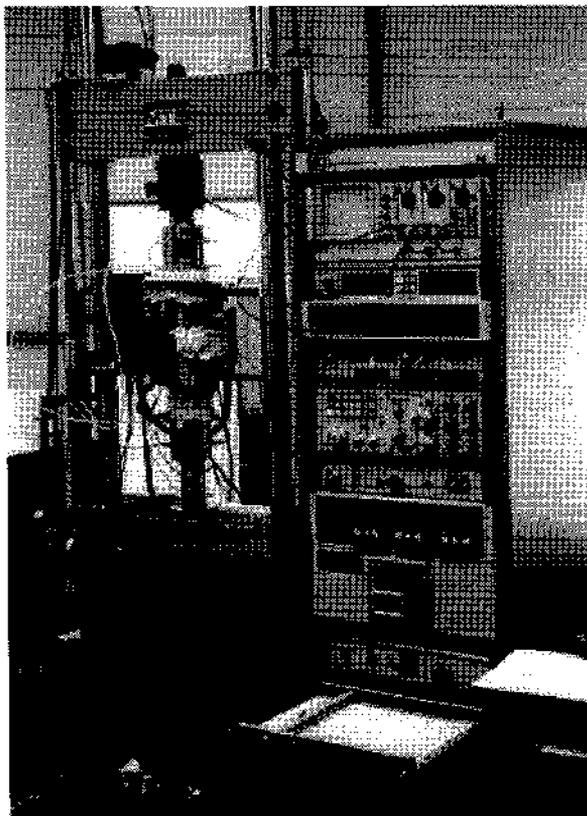


Figura 3.6 - Máquina de ensaios MTS

CAPÍTULO 4

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Basicamente, a parte experimental pode ser dividida em duas etapas. Uma primeira onde são obtidos os materiais a partir de tratamentos termomecânicos no material de partida e outra onde estes são ensaiados, inclusive o material de partida. A seguir será feita uma descrição destas etapas.

4.1 Preparação dos materiais

Esta fase do trabalho compreende a realização de uma laminação a quente e quatro laminações a frio, sendo estas últimas precedidas de um tratamento térmico de solubilização. Após as laminações (quente e frio) e em alguns materiais foram efetuados outros tratamentos de solubilização, como poderá ser visto com mais detalhe a seguir.

4.1.1 Laminação a quente

Segundo Snape e Church ⁽¹⁴⁾, uma das formas possíveis de se refinar uma microestrutura duplex é a laminação a quente, com aquecimento no campo monofásico

e deformação até o campo bifásico. Porém, esta técnica não pode ser empregada facilmente no caso dos aços inoxidáveis duplex, pois tal temperatura é muito elevada, sendo, na maioria das vezes maior que 1300°C ^(21,25,53). Além disso, no caso de aços com alto teor de nitrogênio, como o caso do aço estudado, a diferença entre a temperatura do campo monofásico e a temperatura liquidus é muito pequena, da ordem de 40°C ⁽²¹⁾, impossibilitando tal prática. Em contrapartida, Miller ⁽¹⁵⁾ sugere um processo de refino onde a deformação ocorre no campo bifásico. A técnica mais comumente utilizada de trabalhar o material entre 1000°C - 1200°C ⁽¹⁸⁾, corrobora tal procedimento. Desta forma, a temperatura escolhida para a laminação foi de 1180°C , por um tempo de 30 minutos, suficiente apenas para aquecer o material. A deformação escolhida foi de 80%, pois segundo Miller ⁽¹⁵⁾ a deformação necessária para ocorrer refino nestas condições deve ser maior que 75%.

Com todos os parâmetros determinados, o material foi laminado em sucessivos passes de 30% de redução cada. No final de cada passe, o material era reintroduzido ao forno com um termopar encostado à sua superfície até a temperatura voltar a 1180°C , o que durava aproximadamente 15 minutos. Tal procedimento foi adotado em virtude da queda rápida de temperatura (função das dimensões do material). Devido à precipitação de fases indesejáveis, como visto no item 2.1.3 e devido à capacidade do laminador, é desaconselhável continuar laminando abaixo de 950°C , temperatura que acabava a laminação. Após o término da laminação o material foi resfriado em água.

Uma parte do material foi mantida no estado bruto de laminação e outra parte foi direcionada para um tratamento de solubilização a 1050°C . Tal temperatura foi escolhida em função de dois aspectos. O primeiro está relacionado com as curvas de precipitação discutida no item 2.1.3 (tratamentos abaixo desta temperatura podem resultar na precipitação de fases indesejáveis). O segundo aspecto diz respeito à prática industrial mais comum, que é tratar tal material a 1050°C ^(21,25). Com a temperatura fixada, foram feitas experiências preliminares a diversos tempos de tratamento, a saber: 15 minutos, 30 minutos, uma hora e duas horas. Em função dos resultados obtidos (capítulo 5), escolheu-se o tempo de duas horas para solubilizar o material. O resfriamento, como de costume, foi sempre em água.

4.1.2 Laminação a frio

O procedimento de laminação a frio é descrito com detalhe por Snape e Church⁽⁵⁶⁾, sendo o mesmo citado por alguns autores^(16,18) e utilizado por outros^(53,9,10). A técnica consiste basicamente em solubilizar o material a alta temperatura, procurando reter a estrutura monofásica a baixa temperatura e, em seguida, deformar vigorosamente o material a frio. Para que a estrutura rescristalize, é necessário fazer um pós-tratamento de recristalização, que pode ser considerado como uma segunda solubilização a temperatura mais baixa.

Desta forma, a preparação dos materiais envolveu uma etapa preliminar para determinar a temperatura de solubilização no campo monofásico, que no caso do aço em questão é o campo ferrítico. Nesta fase, amostras do material foram tratadas a 1300°C, 1350°C e 1380°C, com tempos de 15 minutos, 30 minutos e 1 hora. O resfriamento foi sempre em salmoura (NaCl 10% em peso). Em função dos resultados obtidos (capítulo 5), optou-se por realizar dois tratamentos nas placas de partida. O primeiro a 1300°C por 30 minutos e o segundo a 1380°C também por 30 minutos. O tratamento a 1300°C foi realizado nas placas destinadas às deformações de 50%, 70% e 90%. Para a placa de partida para a deformação de 80% aplicou-se o tratamento de 1380°C.

Após os tratamentos descritos acima, laminaram-se as placas, empregando sucessivos passes de laminação com redução de 1 mm por passe. No caso das placas de 90% e 80% de redução a deformação foi reduzida para 0,5 mm nos últimos 5 passes em função da capacidade do laminador. As chapas alcançaram espessuras entre 3,2 e 3,1 mm.

Parte das chapas foram novamente solubilizadas, porém a 1050°C. Os tempos de solubilização foram determinados em cada caso, seguindo o mesmo procedimento do item 4.1.1. É conveniente ressaltar que para cada condição houve um tempo de recristalização, este determinado pela ausência de fases alongadas e deformadas.

Como no caso do material laminado a quente, parte das chapas em cada condição foi mantida no estado bruto de laminação.

Resumo das condições obtidas:

Na tabela 4.1 são mostradas as condições obtidas na etapa de preparação dos materiais.

Tabela 4.1 - Materiais obtidos após tratamentos termomecânicos:

Condição	Temperatura (α)		Redução de área (%)		Solubilização $\alpha + \gamma$	
	T (°C)	t (min)	Frio	Quente	T (°C)	t (min)
1	COMO RECEBIDO					
2	1300	30	50			
3	1300	30	70			
4	1300	30	90			
5	1300	30	50		1050	120
6	1300	30	70		1050	60
7	1300	30	90		1050	15
8	1380	30	80			
9	1380	30	80		1050	60
10				80		
11				80	1050	120

4.2 Ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação

Como visto no item 2.2, um dos parâmetros mais importantes que caracterizam um material superplástico é o expoente m . Quando seu valor é superior a 0,5, o material é superplástico. Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾ concluiu que a maneira mais prática de se obter esse parâmetro é através dos ensaios de tração a quente com mudança de taxa de deformação.

Outra consequência de seu trabalho, foi a introdução da técnica de mudança de taxa de deformação com ciclos múltiplos. Além de ser rápido, este último fornece mais segurança para a determinação do valor de m , pois a cada ciclagem são obtidos vários valores, que podem ser tratados estatisticamente. Por essa razão, tal técnica foi escolhida para determinar o expoente m dos materiais listados na tabela 4.1.

O ensaio pode ser dividido em três etapas. A primeira consiste em montar o corpo-de-prova (item 3.2.2) na máquina de ensaios mecânicos MTS, acoplar o forno ao conjunto garras da máquina/corpo-de-prova e ligar o forno. A segunda é a etapa de aquecimento, que dura aproximadamente 30 minutos (aquecimento de $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$) e um tempo extra de 10 minutos para a estabilização da temperatura. A terceira etapa envolve a execução do programa de controle da máquina. Tal programa prevê uma pré-deformação de 50% na taxa de deformação mais baixa da máquina e, em seguida, as taxas de deformação são alternadas entre dois valores. A cada ciclo, cada uma das taxas de deformação é repetida três vezes, cada uma ocorrendo num intervalo de deformação de 5%. As taxas empregadas em cada ciclo são apresentadas na tabela 4.2. As variações em cada ciclo foram selecionadas segundo o trabalho de Pulino-Sagradi⁽⁴⁹⁾.

A temperatura dos ensaios foi sempre a mesma, 980°C . Tal temperatura foi escolhida em função de limitações impostas pelo forno. Além disso, esta temperatura permite também fazer comparações com o material ensaiado por Pulino-Sagradi⁽⁴⁹⁾.

O resultado de cada ensaio era registrado em papel milimetrado por intermédio de um registrador xy, sendo a coordenada x o deslocamento e a coordenada y o valor da carga. As curvas assim obtidas permitiam o cálculo do valor de m em cada taxa de deformação, utilizando o esquema e a fórmula da figura 2.16. Existem obviamente vários métodos para calcular o valor de m a partir destas curvas, porém ficou evidente no trabalho de Pulino-Sagradi que não existem diferenças significativas entre um método e outro. Soma-se a isso o fato de que este método é o mais simples de todos. Os outros envolvem conversões de carga e/ou deslocamento para tensão e/ou deformação, respectivamente.

Tabela 4.2 - Taxas de deformação e velocidades de deslocamento utilizadas nos ensaios de tração com mudança de taxa de deformação (ciclos múltiplos).

Taxa de deformação nominal (s^{-1})			Velocidade de deslocamento correspondente (mm/s)	
Ciclo	$\dot{\epsilon}_1$	$\dot{\epsilon}_2$	V1	V2
1	2×10^{-4}	3×10^{-4}	$1,04 \times 10^{-3}$	$1,56 \times 10^{-3}$
2	3×10^{-4}	4×10^{-4}	$1,56 \times 10^{-3}$	$2,08 \times 10^{-3}$
3	4×10^{-4}	8×10^{-4}	$2,08 \times 10^{-3}$	$4,16 \times 10^{-3}$
4	8×10^{-4}	2×10^{-3}	$4,16 \times 10^{-3}$	$1,04 \times 10^{-2}$
5	2×10^{-3}	3×10^{-3}	$1,04 \times 10^{-2}$	$1,56 \times 10^{-2}$
6	3×10^{-3}	4×10^{-3}	$1,56 \times 10^{-2}$	$2,08 \times 10^{-2}$
7	4×10^{-3}	8×10^{-3}	$2,08 \times 10^{-2}$	$4,16 \times 10^{-2}$
8	8×10^{-3}	2×10^{-2}	$4,16 \times 10^{-2}$	$1,04 \times 10^{-1}$
9	2×10^{-2}	3×10^{-2}	$1,04 \times 10^{-1}$	$1,56 \times 10^{-1}$
10	3×10^{-2}	4×10^{-2}	$1,56 \times 10^{-1}$	$2,08 \times 10^{-1}$
11	4×10^{-2}	8×10^{-2}	$2,08 \times 10^{-1}$	$4,16 \times 10^{-1}$

Nota: A velocidade de deslocamento do pistão foi calculada a priori com base no comprimento útil de 5,2 mm do corpo-de-prova, visando gerar a taxa de deformação nominal desejada.

4.3 Ensaio de tração a quente até a fratura

O ensaio de tração a quente auxilia no estudo da superplasticidade por fornecer o valor do alongamento a fratura, a homogeneidade da deformação e a microestrutura final do material. Por outro lado, é um ensaio pouco prático, pois dependendo da taxa de deformação que é utilizada, o ensaio pode ser extremamente longo. Conseguem-se facilmente ensaios com duração superior a 10 horas. Isto pode implicar condições de operação desaconselháveis para o equipamento. Por esse motivo, os ensaios de tração até a fratura não foram estendidos a todos os materiais ensaiados pelo método anterior.

O ensaio em si é bem simples, segue o mesmo procedimento descrito no segundo parágrafo do item 4.2 até a execução do programa. Neste caso, não há ciclagem de taxas de deformação. Escolhe-se uma taxa de deformação inicial, a partir desta obtém-se a velocidade de deslocamento, que é mantida constante até a ruptura do corpo-de-prova.

Nos ensaios em questão, a temperatura foi a mesma do item anterior, ou seja, 980°C. As taxas de deformação foram escolhidas em função dos resultados obtidos no ensaio de mudança de taxa de deformação com ciclos múltiplos. Para todos os materiais escolheu-se a taxa de $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. O que motivou tal escolha, foi o fato de que as curvas de m em função da taxa de deformação não registraram um máximo entre os extremos de taxa de deformação. Observou-se o m máximo na menor taxa de deformação. Como esse valor de taxa de deformação ($2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) não pode ser mantido por muito tempo (instabilidade da máquina), escolheu-se então o valor imediatamente superior ($3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Para o caso do melhor material, optou-se por fazer também um ensaio na mais alta taxa de deformação possível dentro das condições superplásticas, ou seja, nas condições de m maior ou igual a 0,5. Na tabela 4.3 estão listados todos os materiais submetidos a este tipo de ensaio.

Tabela 4.3 - Materiais submetidos ao ensaio de tração a quente.

Condição	Tratamento termomecânico	Taxa de deformação (s^{-1})
1	Como recebido	3×10^{-4}
2	50% L.F.	3×10^{-4}
3	70% L.F.	3×10^{-4}
4	90% L.F.	3×10^{-4}
5	50% L.F. + Solubilizado	3×10^{-4}
6	70% L.F. + Solubilizado	3×10^{-4}
7	90% L.F. + Solubilizado	3×10^{-4}
8	80% L.F.	3×10^{-4}
9	80% L.F.	4×10^{-3}

Notas: (1) L.F. significa laminado a frio;

(2) O material laminado a 80% é tratado a parte devido ao seu tratamento de solubilização no campo α ter sido diferente (1380°C ao invés de 1300°C).

Após cada ensaio de tração, foram feitas medidas de largura e espessura ao longo do corpo-de-prova, a partir do local da fratura. Tal procedimento teve como objetivo a avaliação da homogeneidade da deformação, como explicado no item 2.2.5.

4.4 Caracterização microestrutural

Após cada tratamento térmico, conjugado ou não com deformação mecânica, realizaram-se observações microestruturais através de microscopia óptica. Para tanto, as amostras foram preparadas da seguinte forma:

- Corte da amostra por intermédio de uma serra de disco abrasivo refrigerada;
- Embutimento em baquelite;
- Lixamento grosseiro, utilizando lixas de Al_2O_3 nas granulometrias de 220, 320, 400 e 600;
- Lixamento fino, utilizando uma lixa de SiC na granulometria de 1200;
- Polimento com pasta de diamante na granulometria $1\mu m$;
- Ataque eletrolítico, utilizando uma solução 10N de KOH e tensão de 2 volts;
- Observação metalográfica no microscópio óptico Zeiss Neophot, em alguns casos, realizando medidas de tamanho de grão e fração volumétrica, a partir da média de dez campos;
- Obtenção das micrografias no microscópio óptico Zeiss Neophot, utilizando filme ASA 100 P&B e filtro verde;
- Digitalização das micrografias mais representativas, utilizando um “scanner” de mesa HP ScanJet II ® numa resolução de 100 pontos por polegada.

A microestrutura resultante após cada ensaio de tração foi também observada, visando identificar possíveis diferenças que justifiquem os resultados obtidos em cada caso.

CAPÍTULO 5

RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Materiais obtidos

Neste item, serão mostradas e discutidas as microestruturas resultantes após cada etapa do processamento termomecânico. Será abordado também o critério utilizado para a escolha dos materiais resultantes, tanto para o caso das laminações a frio, como para o caso da laminação a quente.

5.1.1 Laminação a quente

Na seqüência de figuras 5.1 a 5.5, observa-se a microestrutura resultante após a laminação a quente, laminação seguida de solubilização a 1050°C por 15 minutos, 30 minutos, 1 hora e 2 horas, respectivamente. Em comparação com a figura 3.2 (material como recebido), aparentemente, só ocorreram mudanças após a laminação a quente e após a solubilização por 15 minutos. Após a laminação a quente, nota-se que as fases estão menos espessas e mais alongadas. Após a solubilização por 15 minutos, observa-se a precipitação de pequenas partículas de austenita (fase clara) na ferrita (fase escura). Tal microestrutura se repete após os demais tratamentos térmicos, com crescimento e coalescimento desses precipitados de austenita.

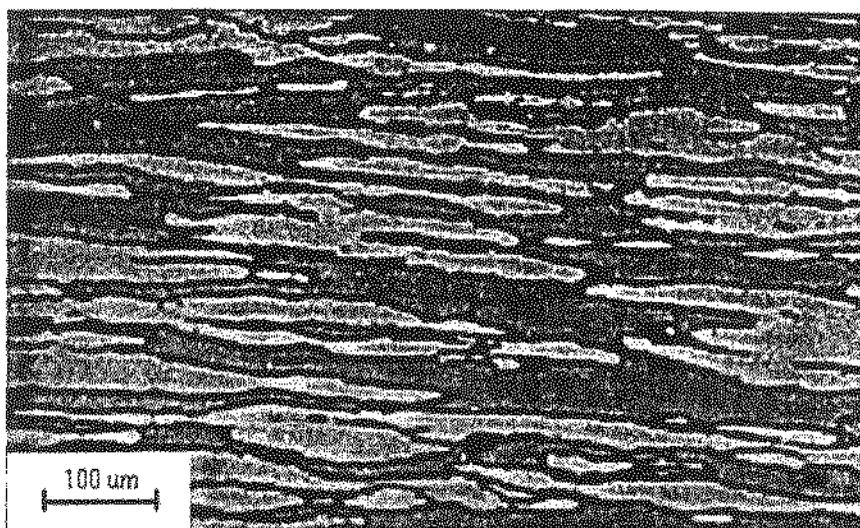


Figura 5.1 - Micrografia do material após laminação a quente com 80% de redução em área, bruto de laminação, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

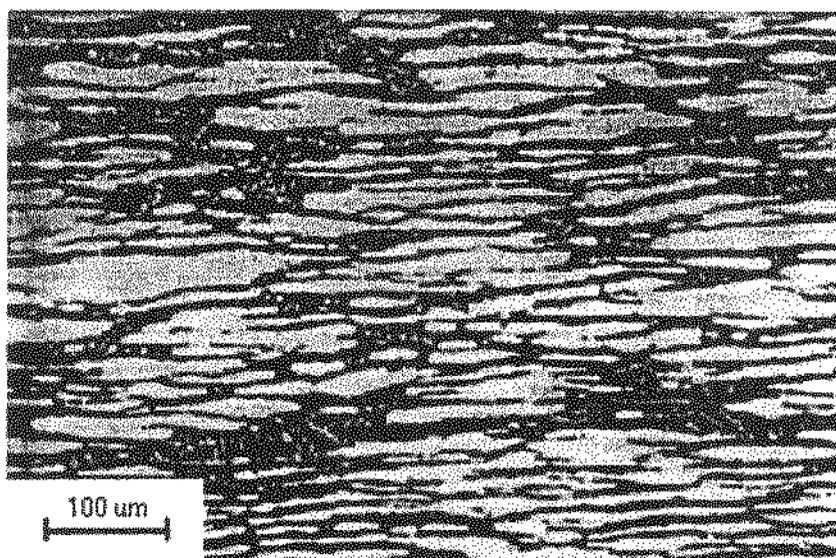


Figura 5.2 - Micrografia do material após laminação a quente com 80% de redução em área, seguida de uma solubilização a 1050°C por 15 minutos, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

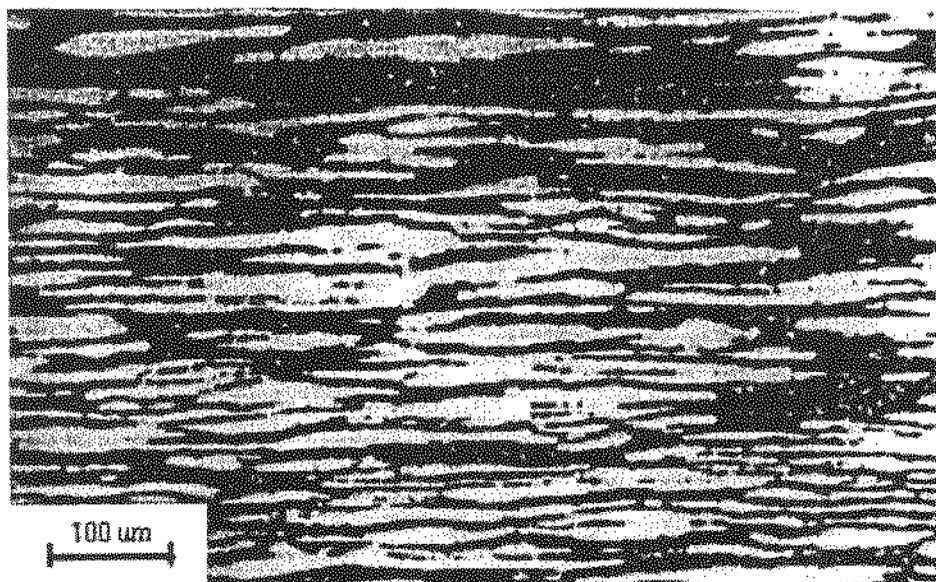


Figura 5.3 - Micrografia do material após laminação a quente com 80% de redução em área, seguida de uma solubilização a 1050°C por 30 minutos, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

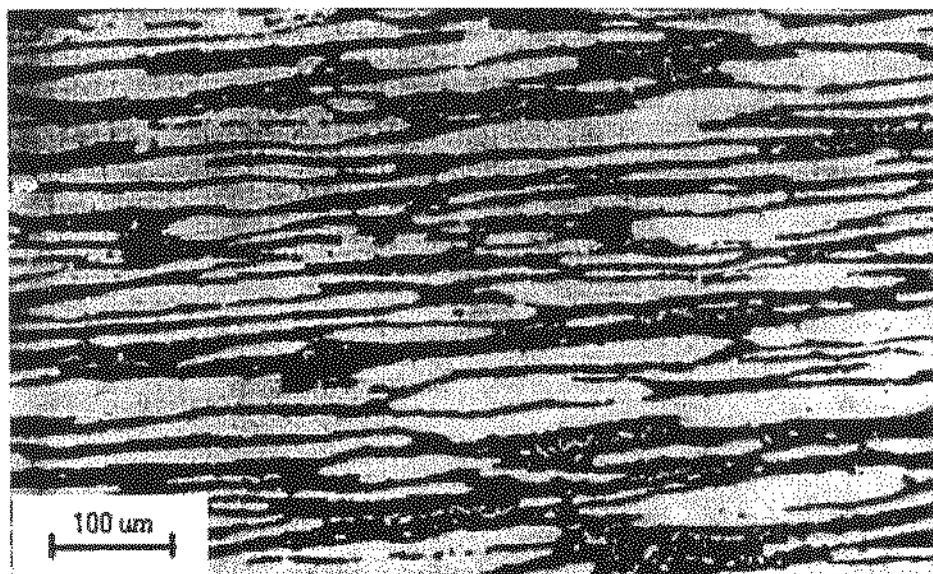


Figura 5.4 - Micrografia do material após laminação a quente com 80% de redução em área, seguida de uma solubilização a 1050°C por 1 hora, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

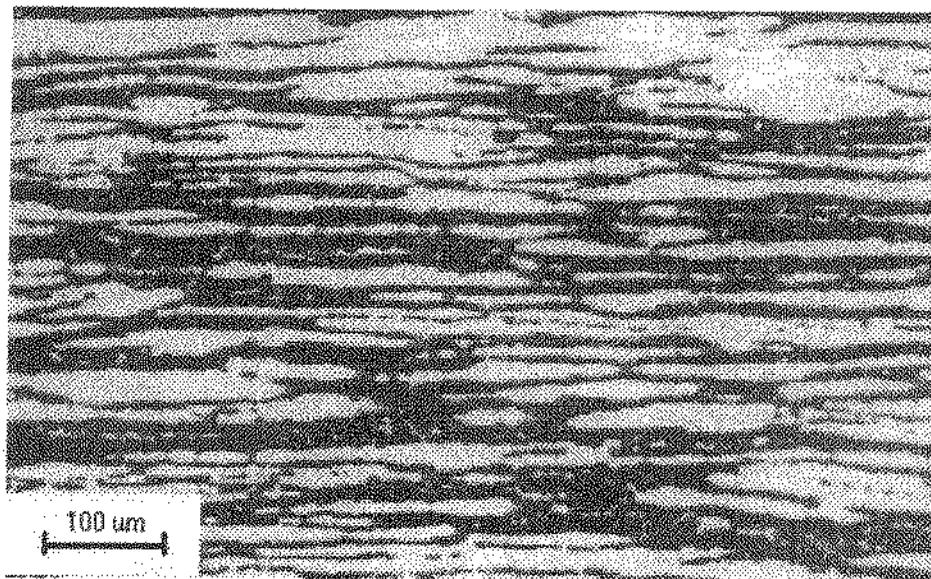


Figura 5.5 - Micrografia do material após laminação a quente com 80% de redução em área, seguida de uma solubilização a 1050°C por 2 horas, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

Para melhor comparar os materiais obtidos, optou-se por determinar através do método dos interceptos, como discutido no item 3.1.3, o tamanho de fases de cada material, em relação à altura, ao comprimento e à largura. Os resultados obtidos com base na observação de dez campos podem ser vistos na tabela 5.1 (vide detalhes no anexo 2) e nas figuras 5.6 a 5.8. Desta forma, determina-se através do processo de recristalização uma condição onde se tenham fases menores e equiaxiais, de acordo com os requisitos citados por diversos autores^(11,13,31,32).

Observando os resultados a seguir, verifica-se que a altura das fases (figura 5.6) atinge o mínimo no tratamento térmico de 15 minutos, após o qual tem uma pequena tendência de crescimento, porém desprezível, principalmente se for levado em conta o desvio padrão. O comprimento das fases (figura 5.7) cai significativamente após 15 minutos de tratamento, atinge um valor regime e após 2 horas começa a crescer. A largura (figura 5.8) tem um aumento após a laminação, decorrente do processo de deformação, e começa a cair continuamente após cada tratamento, chegando a um mínimo após 2 horas. Assim sendo, optou-se por escolher o tratamento térmico com esta duração de 2 horas, pois nessas condições o material é

menos heterogêneo. Isto pode ser melhor visualizado na figura 5.9, onde estão incluídas todas as dimensões (altura, comprimento e largura). Contudo, está longe de ser uma estrutura equiaxial.

Os tempos de tratamento longos já eram esperados, pois são característicos de materiais com estrutura duplex ⁽¹⁷⁾. Aliado a essa característica, está o fato do material ter sido laminado a quente, o que vai favorecendo o processo de recuperação, pois os inoxidáveis duplex com formação de austenita a partir da ferrita tem alta energia de falha de empilhamento, ao contrário dos inoxidáveis austeníticos ⁽¹⁷⁾.

Tabela 5.1 - Tamanho das fases após cada tratamento:

Condição	Medida	média (μm)
Como recebido	Comprimento	$290,7 \pm 86,8$
	Altura	$30,0 \pm 3,1$
	Largura	$43,7 \pm 9,5$
Laminado a quente 80% de redução em área	Comprimento	$166,0 \pm 62,7$
	Altura	$15,0 \pm 2,0$
	Largura	$83,5 \pm 18,4$
Laminado a quente 80% de redução em área Solubilizado a 1050°C 15 minutos	Comprimento	$106,3 \pm 15,8$
	Altura	$11,6 \pm 1,4$
	Largura	$71,9 \pm 18,7$
Laminado a quente 80% de redução em área Solubilizado a 1050°C 30 minutos	Comprimento	$150,0 \pm 49,2$
	Altura	$12,6 \pm 1,6$
	Largura	$81,2 \pm 7,2$
Laminado a quente 80% de redução em área Solubilizado a 1050°C 1 hora	Comprimento	$146,9 \pm 27,3$
	Altura	$12,9 \pm 2,0$
	Largura	$65,7 \pm 9,3$
Laminado a quente 80% de redução em área Solubilizado a 1050°C 2 horas	Comprimento	$136,1 \pm 40,9$
	Altura	$13,1 \pm 1,3$
	Largura	$46,7 \pm 8,2$

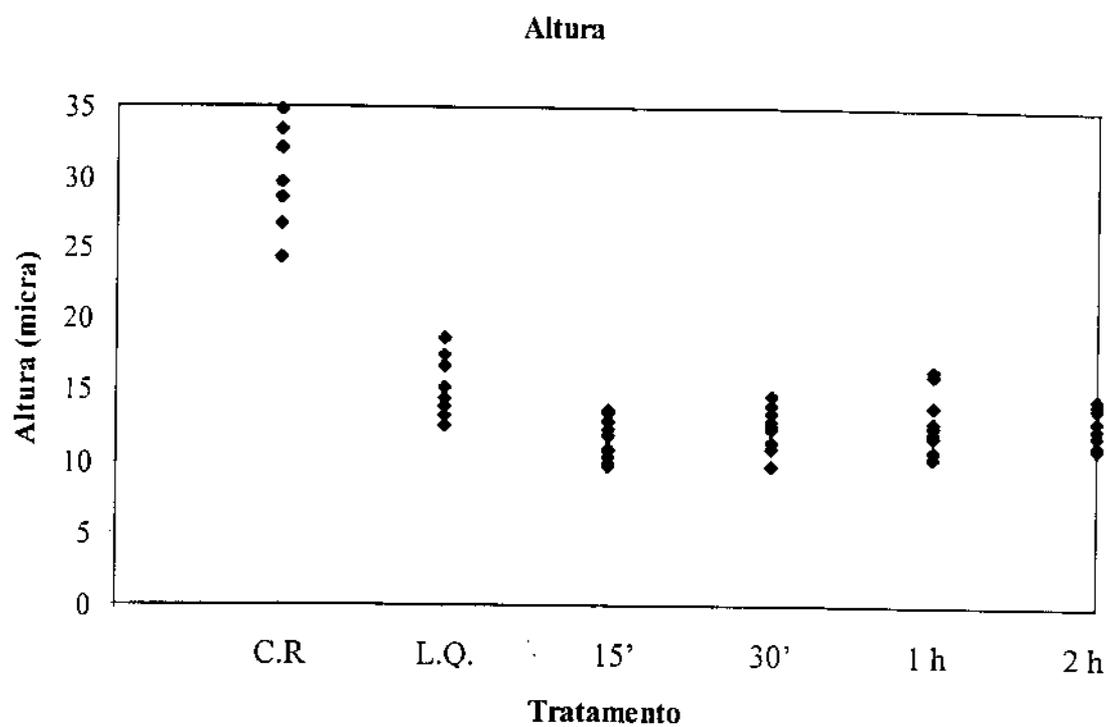


Figura 5.6 - Efeito do tratamento termomecânico no tamanho das fases (altura ao longo da longitudinal na espessura da amostra).

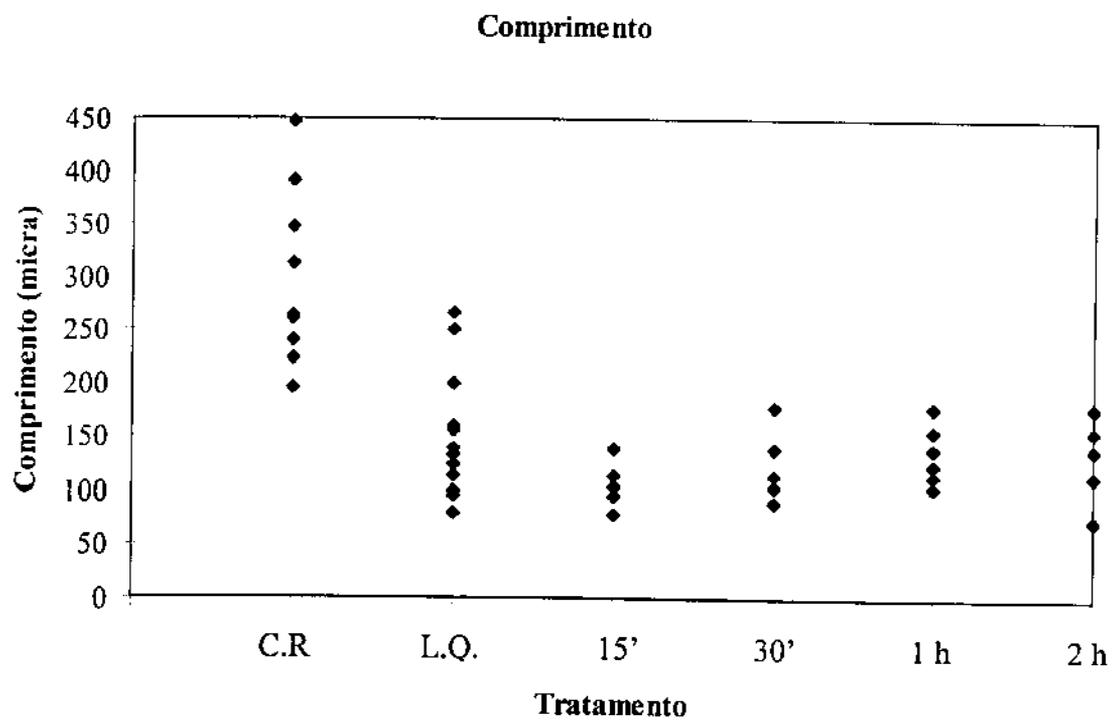


Figura 5.7 - Efeito do tratamento termomecânico no tamanho das fases (comprimento ao longo da longitudinal na espessura da amostra).

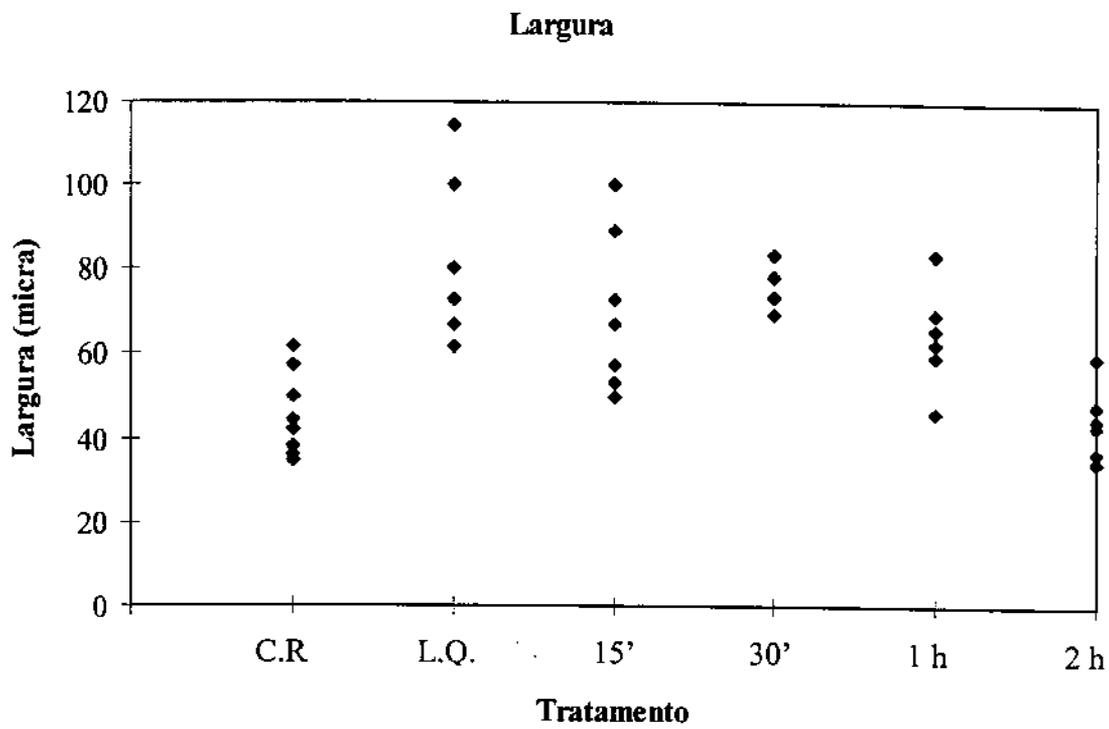


Figura 5.8 - Efeito do tratamento termomecânico no tamanho das fases (largura na seção transversal).

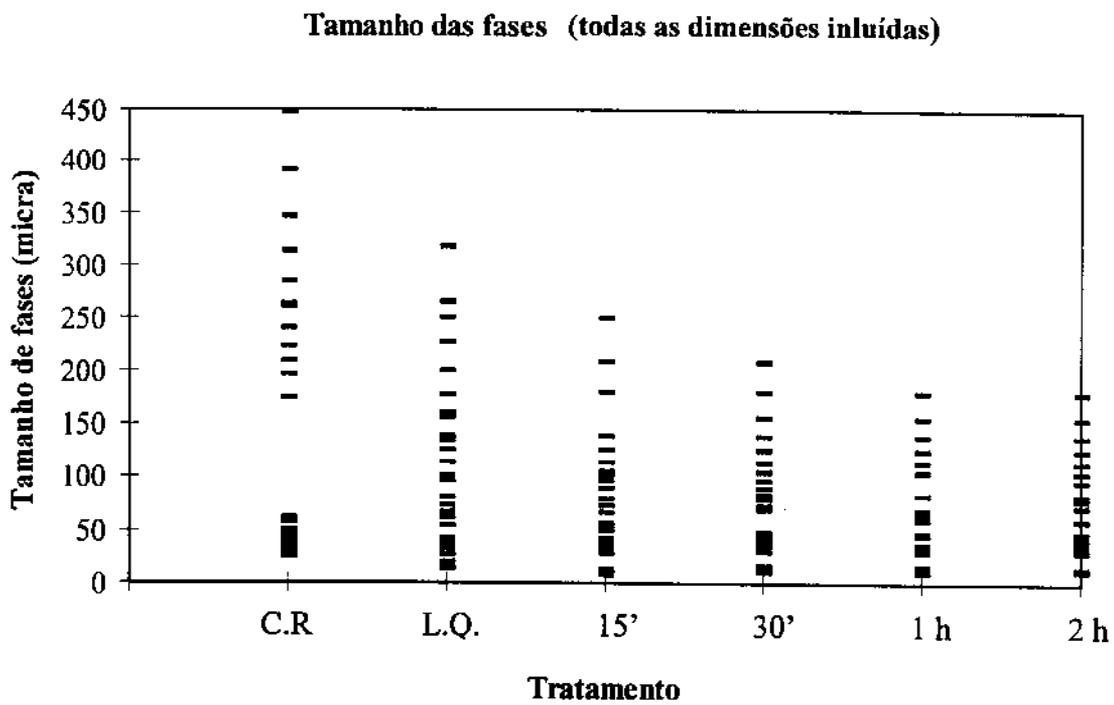


Figura 5.9 - Efeito do tratamento termomecânico no tamanho das fases (todas as dimensões incluídas).

5.1.2 Laminação a frio

Como visto no item 2.4, o processo de refino de grão pela conformação a frio passa primeiro por uma etapa de solubilização a alta temperatura, visando a obtenção de uma estrutura ferrítica. Após a deformação a frio, ocorre um outro tratamento térmico, visando a recristalização da estrutura deformada no campo $\alpha + \gamma$. A seguir serão mostradas e comentadas as microestruturas obtidas após cada uma dessas etapas, mencionando também critérios para a escolha de cada parâmetro do processo.

Solubilização no campo α

O objetivo deste tratamento térmico é obter uma estrutura 100% ferrítica. Na tabela 5.2 podem ser vistos os resultados de cada tratamento, em termos de fração volumétrica de austenita ($V_v \gamma$). Nas figuras de 5.10 a 5.16 estão apresentadas as micrografias obtidas em cada caso. Para efeito de comparação, a figura 5.17 apresenta a micrografia de um aço⁽⁴⁹⁾ comercialmente equivalente àquele utilizado no presente trabalho, após solubilização a 1300°C por 30 minutos.

Tabela 5.2 - Fração volumétrica de austenita em função do tratamento térmico:

Tratamento Temp./ tempo	Fração volumétrica de γ (%)		
	15 minutos	30 minutos	1 hora
1300°C	29,9 ± 2,9	21,9 ± 2,2	-
1350°C	50,0 ± 3,2	28,0 ± 2,5	21,5 ± 2,3
1380°C	-	50,1 ± 3,0	50,1 ± 3,1

Nota: Os valores individuais obtidos em cada caso podem ser vistos no anexo 3.

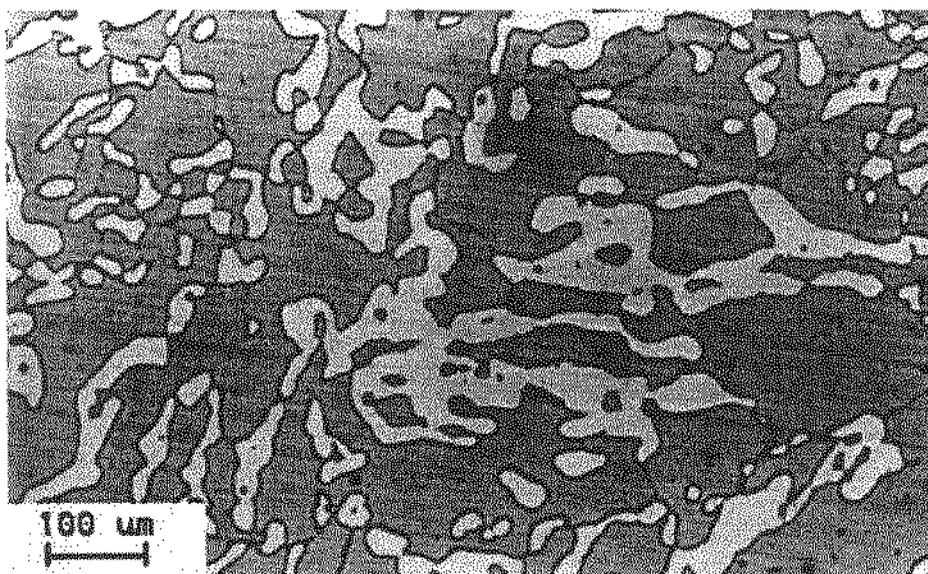


Figura 5.10 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1300°C por 15 minutos, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

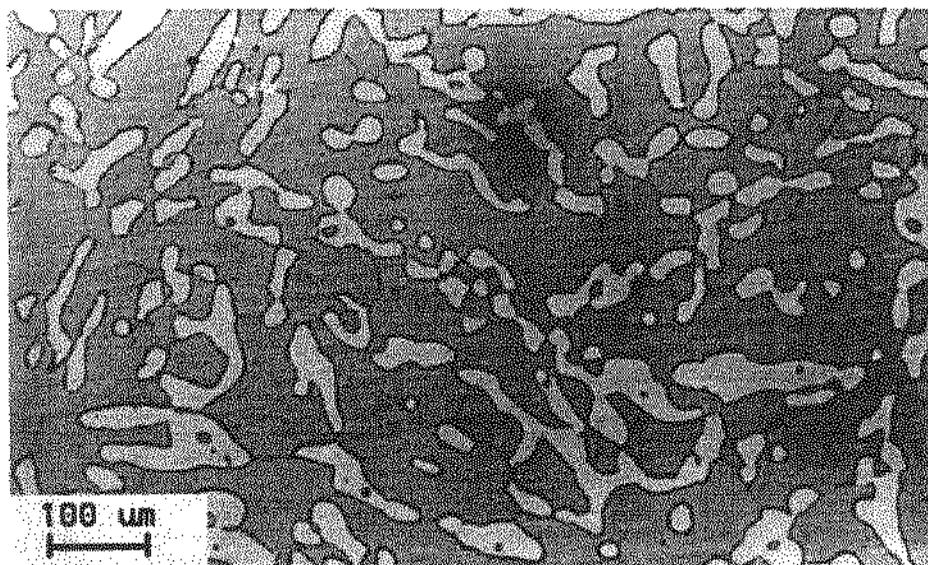


Figura 5.11 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1300°C por 30 minutos, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

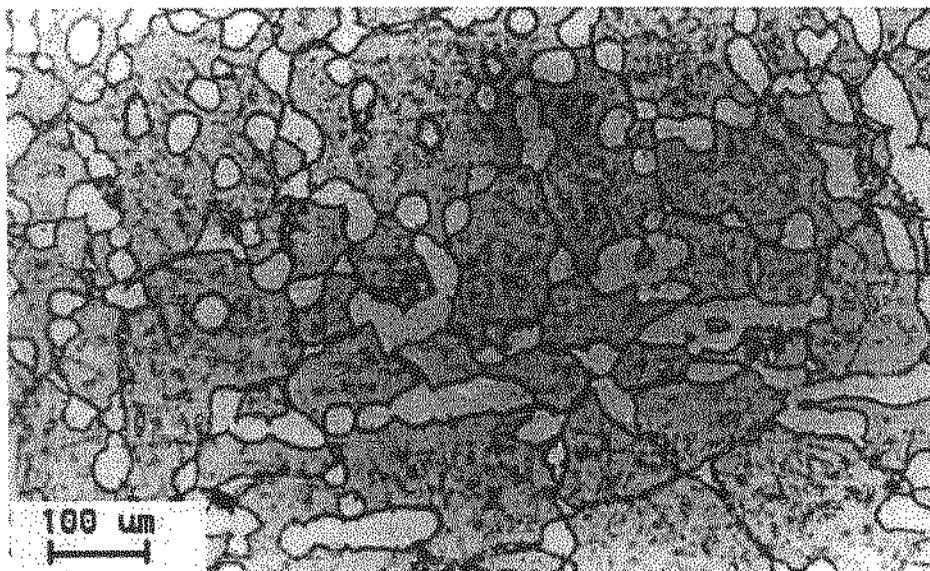


Figura 5.12 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1350°C por 15 minutos, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

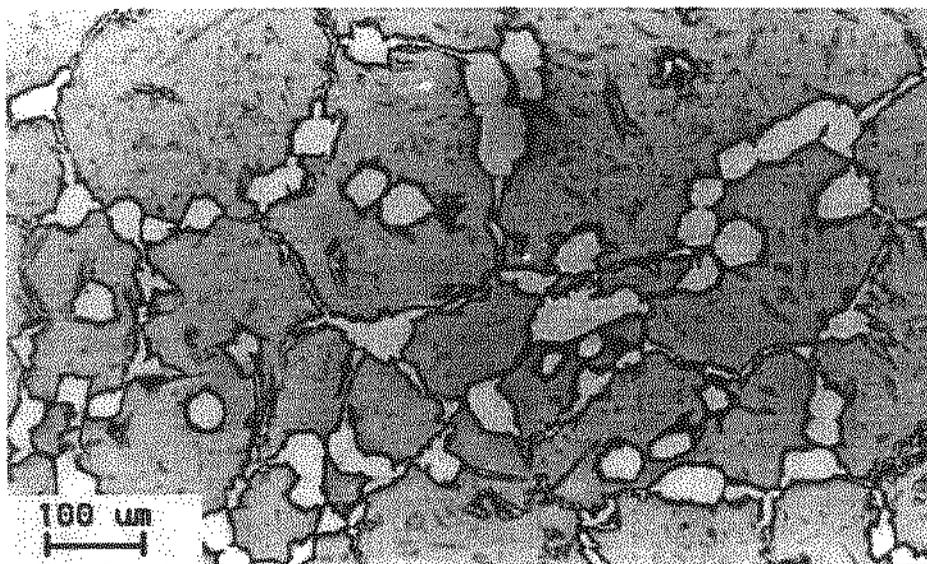


Figura 5.13 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1350°C por 30 minutos, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

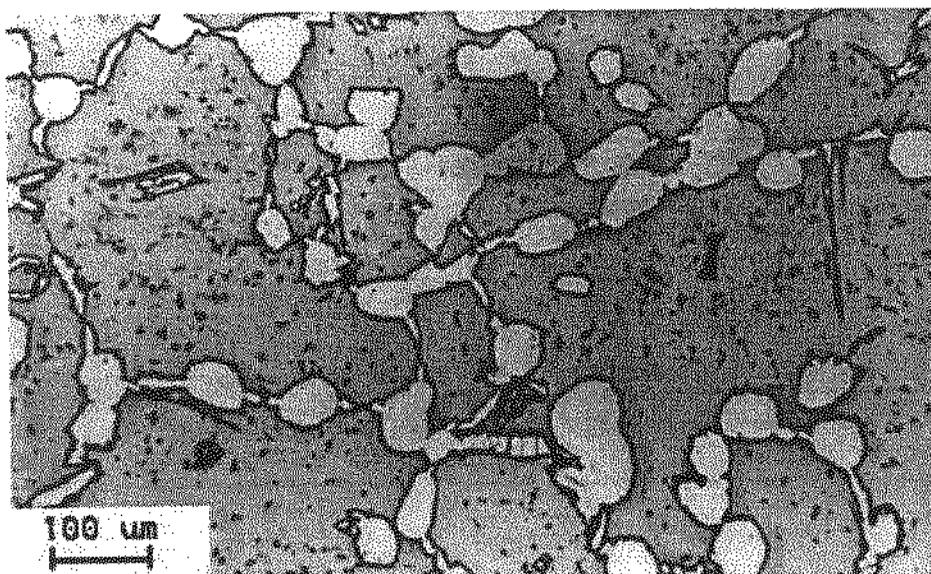


Figura 5.14 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1350°C por 1 hora, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

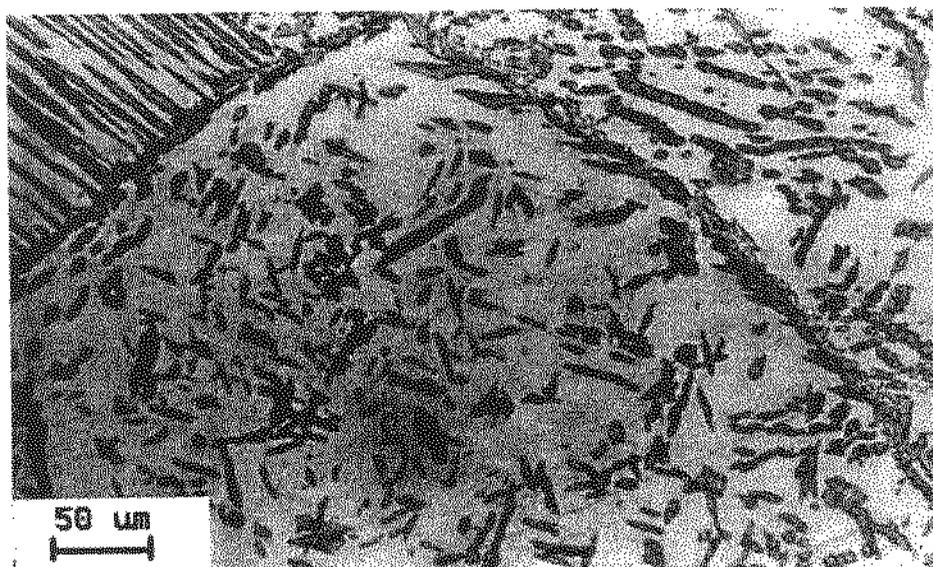


Figura 5.15 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1380°C por 30 minutos, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

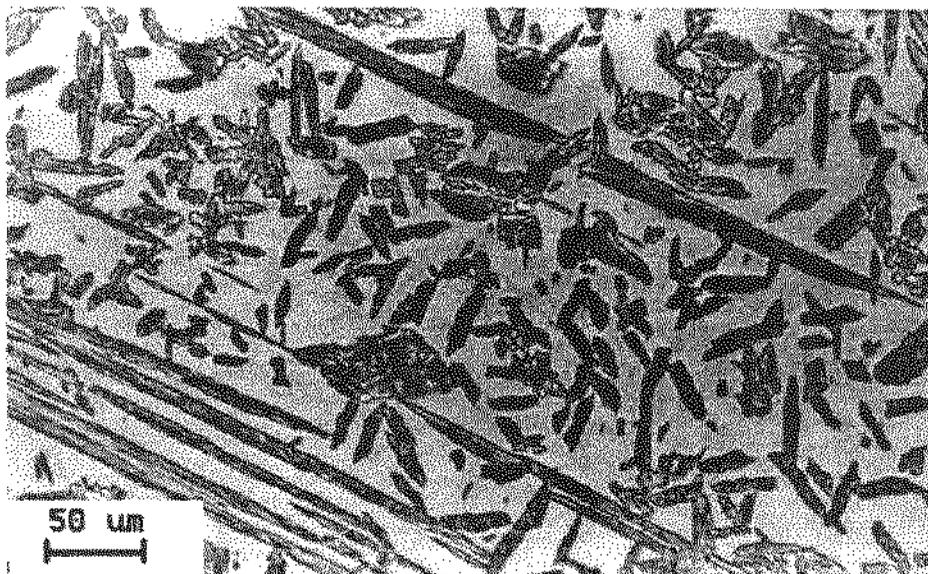


Figura 5.16 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1380°C por 1 hora, aço E4462, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

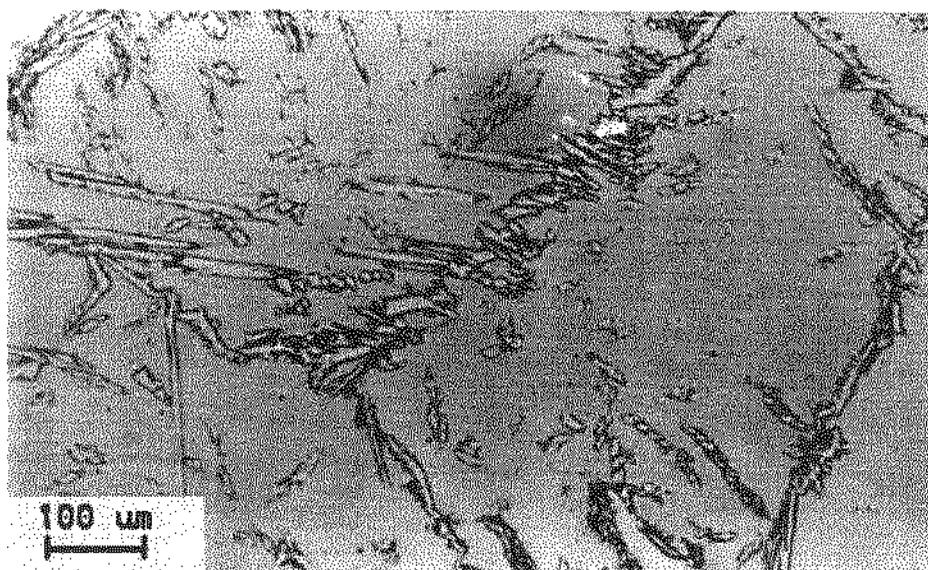
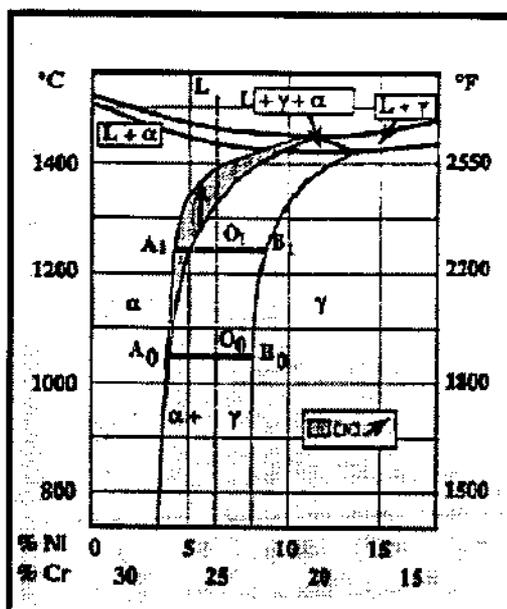


Figura 5.17 - Micrografia do material como recebido após solubilização a 1300°C por 30 minutos, aço DIN Wnr. 1.4462 de origem japonesa, posição transversal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

Através desses resultados, verifica-se que não é possível para este aço reter a estrutura ferrítica na temperatura ambiente. Observa-se ainda que a fração volumétrica de austenita tende a aumentar com o aumento da temperatura. Isto porém, não significa que a sua completa dissolução não tenha ocorrido. Como se pode notar nas figuras 5.15 e 5.16 (material tratado a 1380°C), não há mais sinal da austenita alotriomórfica, sendo apenas observada a austenita precipitada no resfriamento (γ_2). Além da forma acicular, ela se distingue da outra pela coloração escura no ataque metalográfico. Este fato indica diferença de composição química. Nos materiais tratados a 1350°C também se observa a formação de austenita secundária. Porém, neste caso, a temperatura não foi alta o suficiente para dissolver toda austenita alotriomórfica (ver figuras 5.12 a 5.14). Com o aumento do tempo de tratamento, a austenita alotriomórfica vai se dissolvendo e diminuindo a sua quantidade, contudo sua dissolução satura a ferrita com elementos estabilizadores da austenita, como nitrogênio e níquel. Estes elementos aumentam a instabilidade da estrutura ferrítica a baixa temperatura, produzindo tal resultado, ou seja, à medida que a austenita alotriomórfica diminui, aumenta a quantidade de austenita secundária (γ_2). Os exemplos das figuras 5.15 e 5.16 ilustram o fato de que essa substituição não ocorre na mesma proporção, pois até 1300°C, a ferrita em equilíbrio com aproximadamente 22% de austenita não está supersaturada. Essa quantidade de austenita dissolvida (22%) acaba gerando uma quantidade maior de γ_2 (50%) no resfriamento (tabela 5.2)

É interessante mencionar que este tipo de resultado foi também encontrado em literatura. Em seu trabalho, Charles ⁽²¹⁾ determinou para vários aços inoxidáveis duplex a quantidade máxima de ferrita atingida em função da taxa de resfriamento. Para o aço UR 45N, de mesma faixa de composição do material em questão, encontrou o valor máximo ao redor de 78%, utilizando uma taxa de resfriamento da ordem de 100°C/s, compatível com a praticada na experiência. O efeito do nitrogênio foi também investigado por Charles. Nesse caso, verifica-se que a temperatura de solubilização no campo α aumenta com o aumento do teor deste elemento. Tal fato encontra-se ilustrado na figura 5.18



5.18 - Esquema do efeito do nitrogênio no diagrama pseudo-binário Cr - Ni - 68 Fe ⁽²¹⁾.

Este efeito também foi verificado com o aço do presente trabalho. Apenas como comparação, foi tratado também a 1300°C por 30 minutos o aço de composição similar (ver tabela 5.3) utilizado por Pulino-Sagradi⁽⁴⁹⁾. É interessante notar que, neste caso, o material tem menos nitrogênio (0,16 % ao invés de 0,18%). Na figura 5.17, é possível notar que o material conseguiu se transformar completamente em α a 1300°C. A microestrutura se assemelha àquela obtida com o material do presente trabalho solubilizado a 1380°C.

Tabela 5.3 - Composição química do aço utilizado por Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾ (valores em % em peso):

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N	V
0,017	0,61	1,35	0,039	0,007	22,48	3,05	6,42	0,16	0,045

Com relação aos tempos de aquecimento, verificou-se que 15 minutos não foi um tempo suficiente para garantir uma boa dissolução da austenita (teor acima do mínimo) nos tratamentos a 1300°C (figura 5.10) e 1350°C (figura 5.12). Foi por este motivo, que tal tempo não foi usado no

tratamento a 1380°C. Neste último, e no caso do tratamento a 1350°C, verificou-se que uma hora de tratamento é um tempo excessivo. No primeiro caso (1380°C, figura 5.16), a estrutura e os precipitados tornam-se grosseiros em demasia. No segundo caso (1350°C, figura 5.14), o tempo a mais não trouxe benefícios significativos, além de haver um crescimento de grão, menos intenso devido ao efeito de ancoragem da austenita nos contornos de grão. Sob esse aspecto, o tratamento a 1300°C por 30 minutos (figura 5.11) parece ser o mais razoável, pois o teor de austenita mínimo foi atingido e a temperatura mais baixa traz menos prejuízos ao material (oxidação e crescimento de grão). Como curiosidade, o tratamento a 1380°C por 30 minutos (figura 5.15) foi escolhido também.

Deformação a frio e solubilização

Como mencionado no item 4.1.2, após a etapa de solubilização, os materiais são laminados a frio.

As microestruturas obtidas no estado bruto de laminação podem ser vistas nas figuras 5.19, 5.25, 5.31 e 5.37, correspondendo às reduções de 50%, 70%, 90% e 80%, respectivamente. Convém ressaltar novamente que, o material que sofreu 80% de redução foi solubilizado a 1380°C, diferentemente dos outros foram tratados a 1300°C. O que se observa nestas figuras é a diminuição da altura e aumento do comprimento das fases à medida que o grau de deformação aumenta. Nota-se também, principalmente nas deformações de 50% e 70%, que a austenita alotriomórfica não se destaca em grãos menores, não há fragmentação. Isto pode constituir uma barreira para a obtenção de uma estrutura recristalizada equiaxial. Nesta etapa, não há muito sentido em avaliar tamanho de grão, por se tratar de uma microestrutura deformada. Um aspecto que pode ser notado é a influência das condições de resfriamento na presença de austenita secundária. Na figura 5.19, verifica-se o aparecimento de pequenas quantidades desse microconstituente (fase escura em formato de agulhas). A razão disto é a diferença de massa e espessura entre o corpo-de-prova e as placas de partida. O corpo-de-prova de tratamento térmico possuía uma espessura média de 2 mm, sendo as outras dimensões ao redor de 4 a 5 mm. Em escala industrial, esta variável pode ter uma influência maior.

Além das condições descritas acima, ou seja, material bruto de laminação com vários graus de deformação, existem outras condições a serem testadas: os materiais tratados após laminação.

Como a temperatura de tratamento foi fixada em 1050°C, devido à precipitação de outras fases, restou determinar em cada caso o tempo de tratamento. É sabido que, para metais puros, a cinética de recristalização é influenciada pelo grau de deformação a frio: quanto maior o grau de deformação, menor o tempo de recristalização para uma dada temperatura. No caso de ligas comerciais e com mais de uma fase, o processo de recristalização é mais complexo. Porém, de uma forma geral, o efeito da deformação a frio é o mesmo, sendo a cinética também influenciada pela presença ou precipitação de uma segunda fase⁽¹⁷⁾. No caso de soluções sólidas supersaturadas, como é o caso da matriz dos materiais em questão (ferrita supersaturada), a precipitação de uma segunda fase pode acelerar, retardar, ou mesmo até inibir o processo de recristalização. De uma forma geral, quando a precipitação ocorre antes da recristalização, o processo global tende a ficar mais lento. Isto ocorre porque as regiões deformadas são também núcleos de precipitação, que ao ocorrer consome parte ou toda a energia de deformação armazenada. De acordo com o processo de refino descrito por Soyulu e Honeycombe⁽⁵³⁾, a austenita (segunda fase neste caso) precipita nos emaranhados de discordâncias que compõem os contornos das células de deformação. De acordo com o que foi exposto anteriormente, este fato indica a ocorrência de um atraso na cinética de recristalização dos materiais em questão, comparando com a recristalização de um material monofásico.

O comentário feito acima serve para mostrar a complexidade de uma previsão sobre a duração ideal do tratamento térmico. Além disso, a indisponibilidade de um microscópio eletrônico de transmissão torna o critério de determinação do tempo de recristalização mais qualitativo. No caso em questão, adotou-se a eliminação de fases alongadas (fases deformadas) como critério. Contudo, deve ser salientado que tal critério foi aplicado à matriz ferrítica, pois os materiais tratados anteriormente a 1300°C apresentam cadeias de austenita.

Nas figuras, 5.20 a 5.24, 5.26 a 5.30, 5.32 a 5.36 e 5.38 a 5.42 são mostradas as microestruturas obtidas após 15, 30, 60, 120 e 240 minutos de tratamento para os materiais deformados a 50%, 70%, 90% e 80%, respectivamente.



Figura 5.19 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos e laminado a frio com 50% de redução em área, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

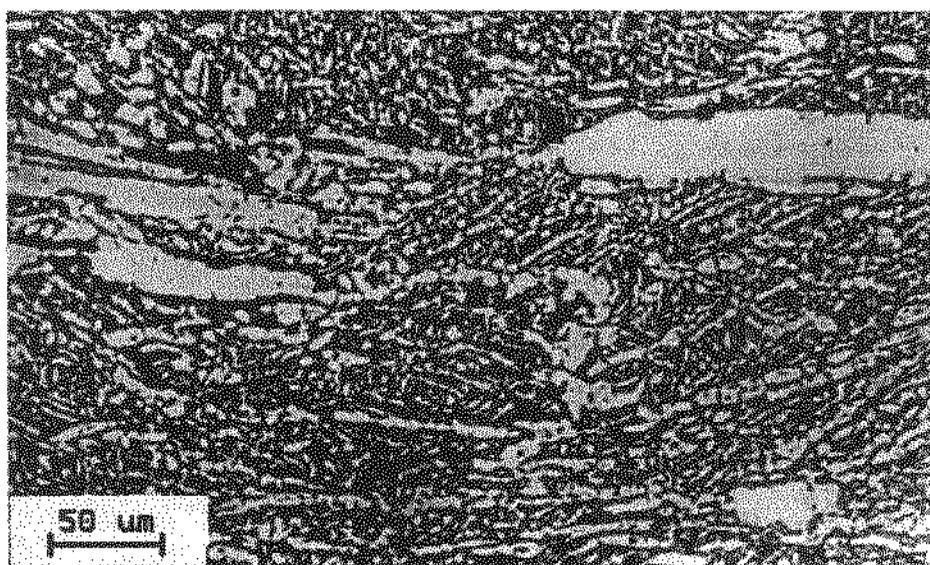


Figura 5.20 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 50% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 15 minutos, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

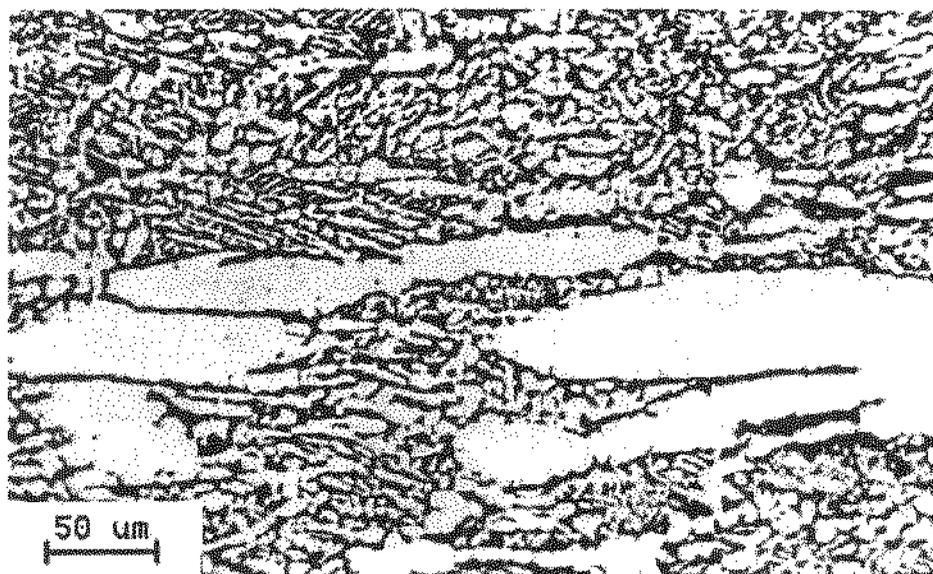


Figura 5.21 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 50% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 30 minutos, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.



Figura 5.22 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 50% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 1 hora, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

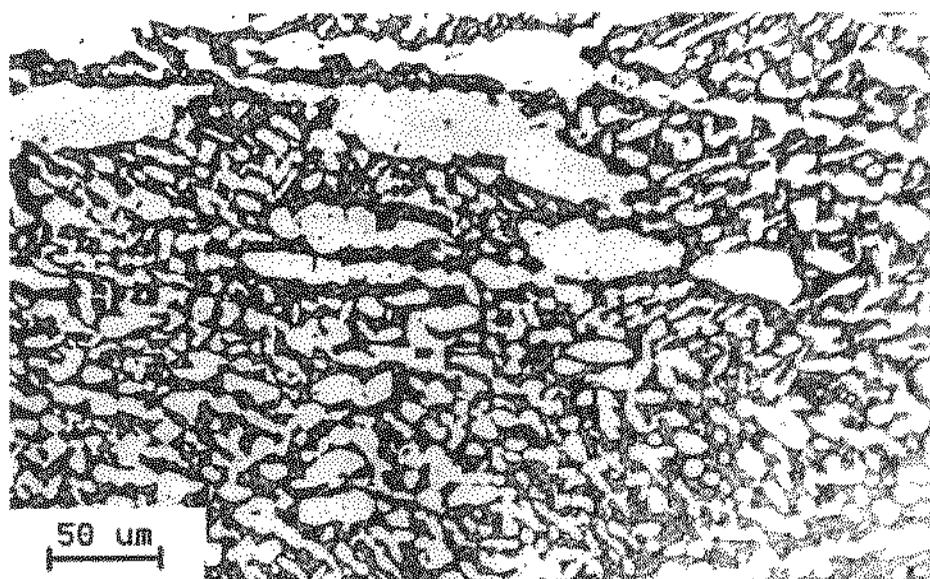


Figura 5.23 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 50% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 2 horas, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

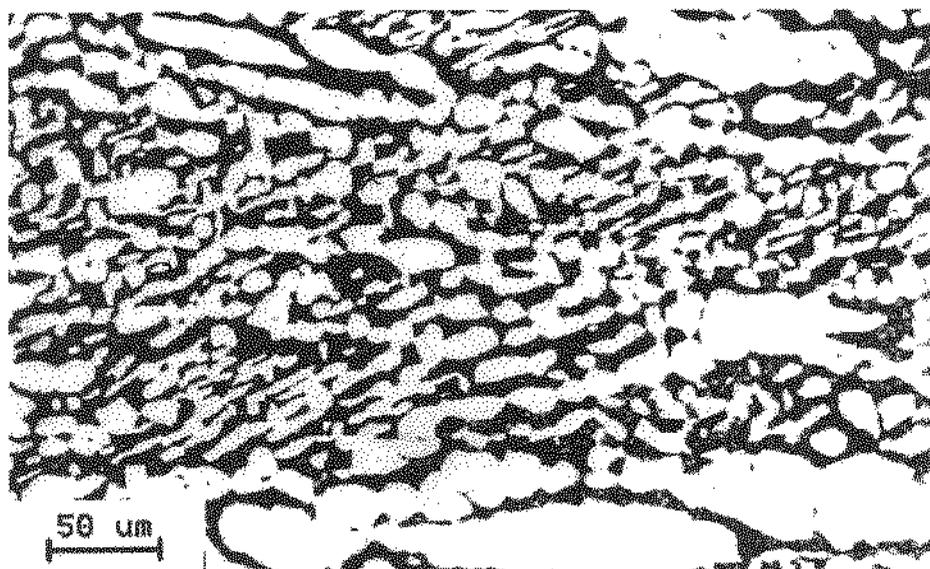


Figura 5.24 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 50% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 4 horas, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

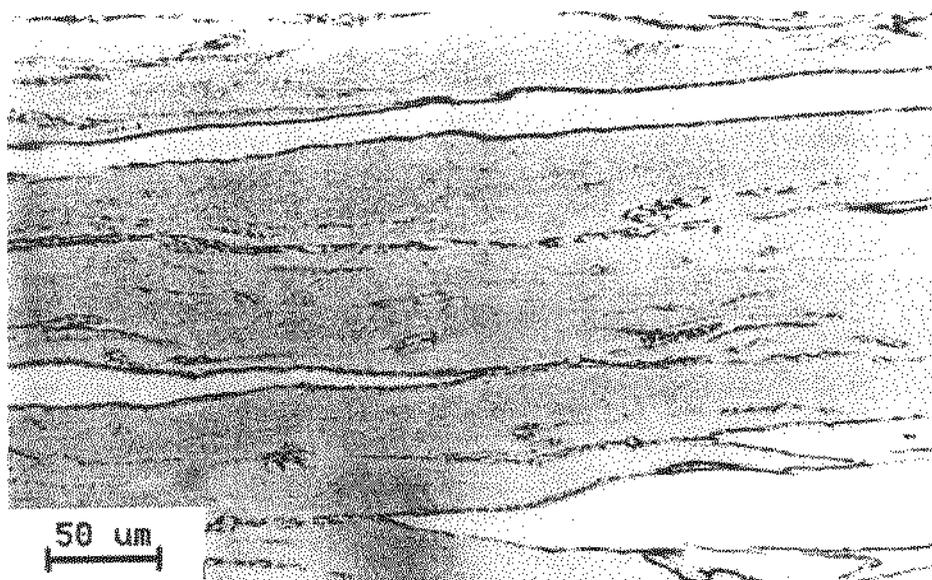


Figura 5.25 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos e laminado a frio com 70% de redução em área, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

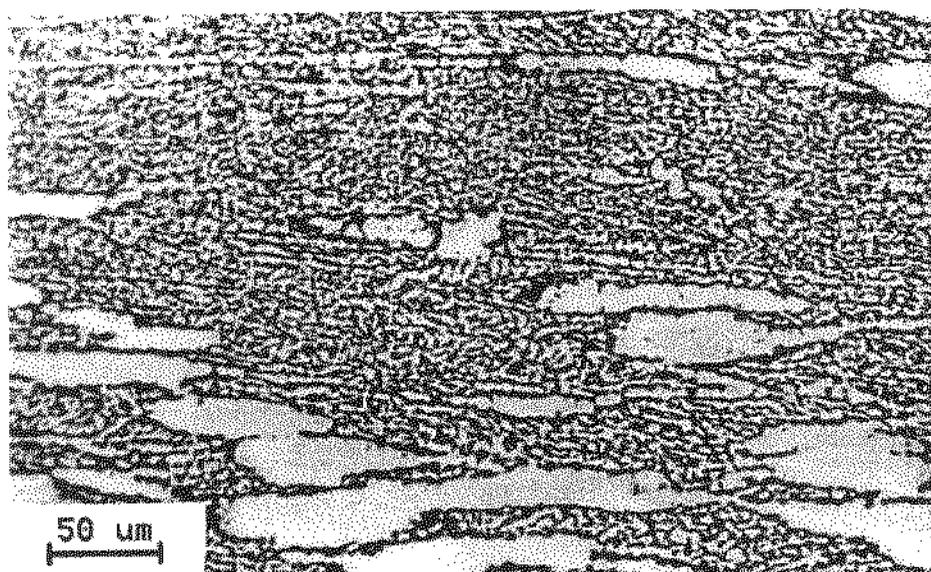


Figura 5.26 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 70% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 15 minutos, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

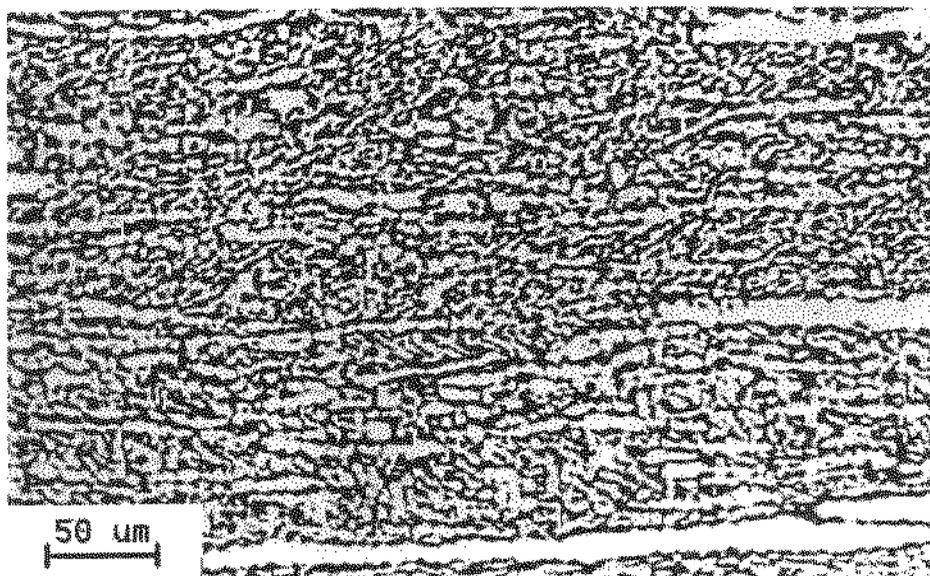


Figura 5.27 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 70% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 30 minutos, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

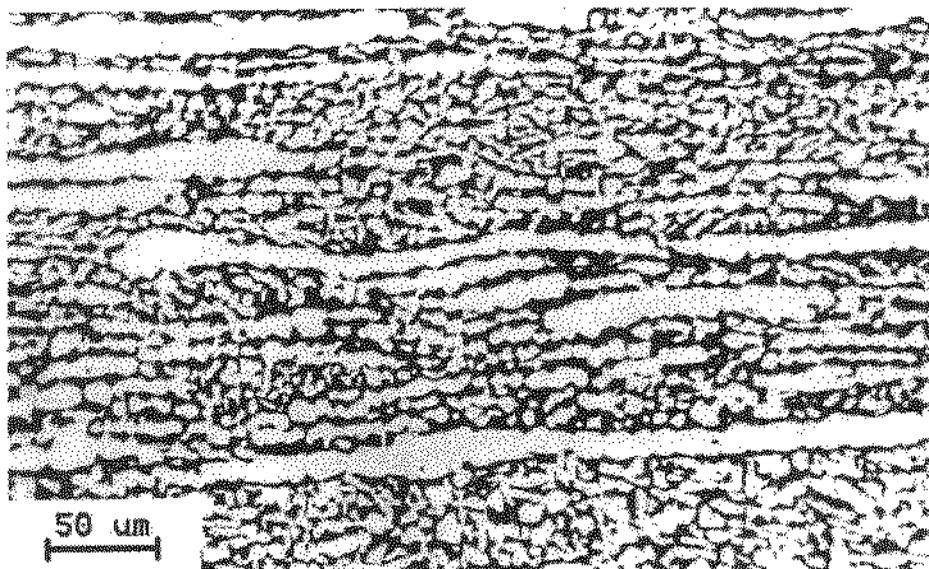


Figura 5.28 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 70% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 1 hora, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

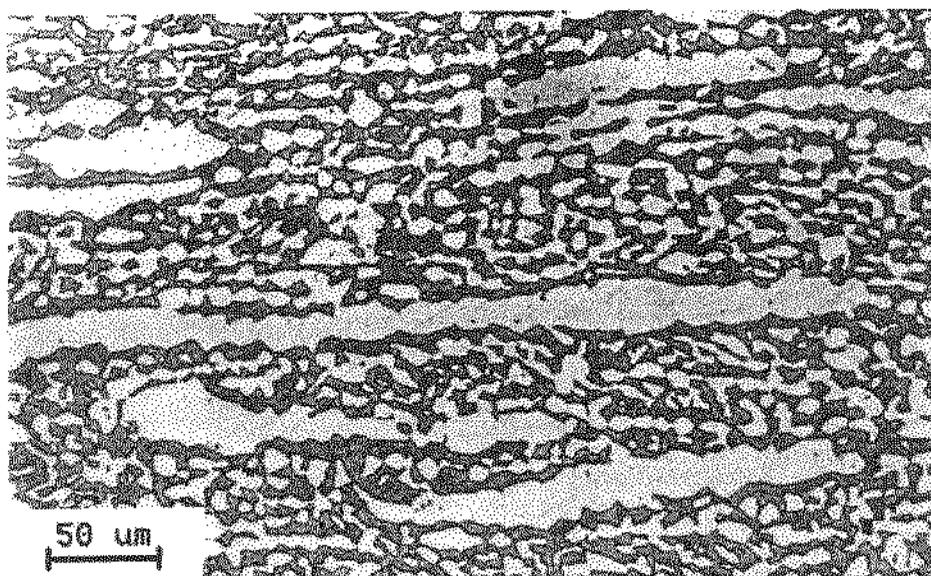


Figura 5.29 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 70% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 2 horas, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

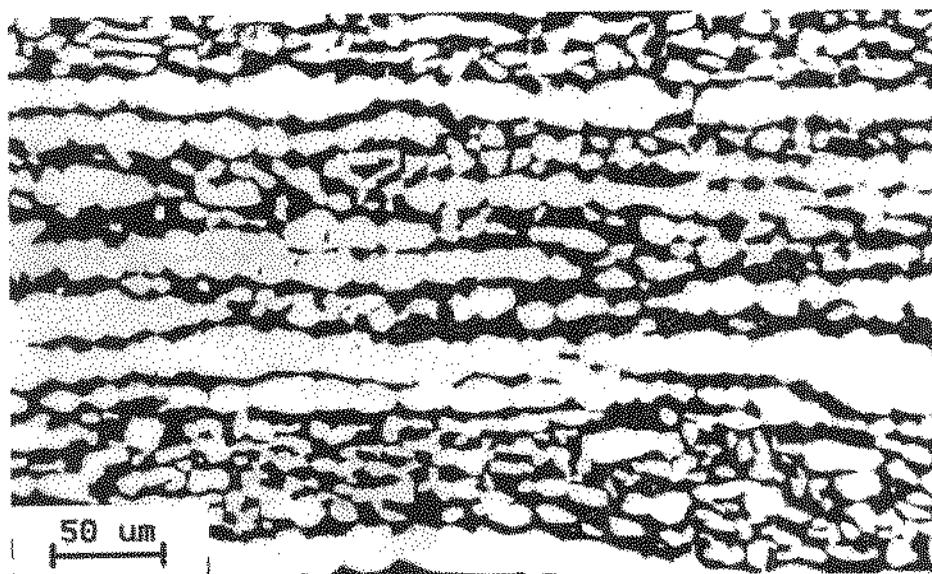


Figura 5.30 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 70% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 4 horas, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

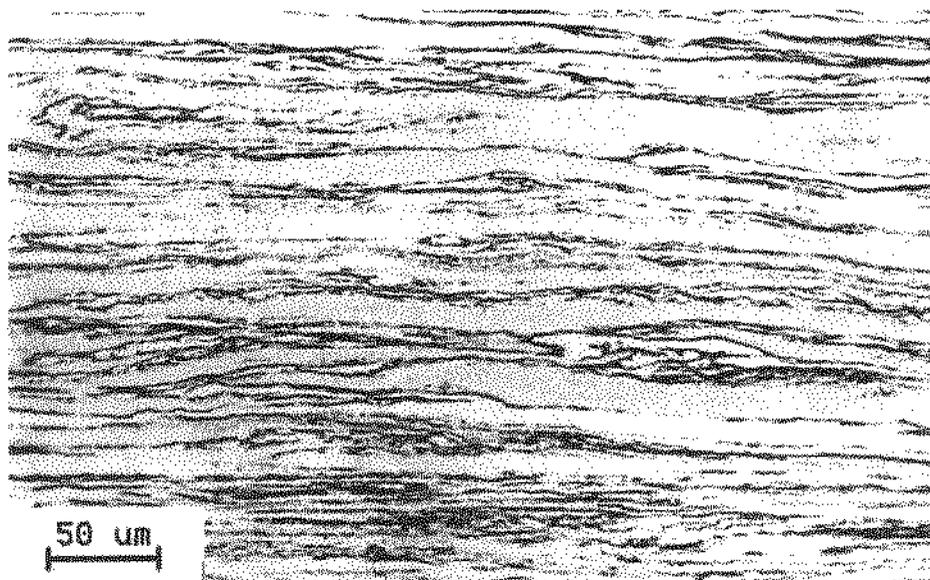


Figura 5.31 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos e laminado a frio com 90% de redução em área, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

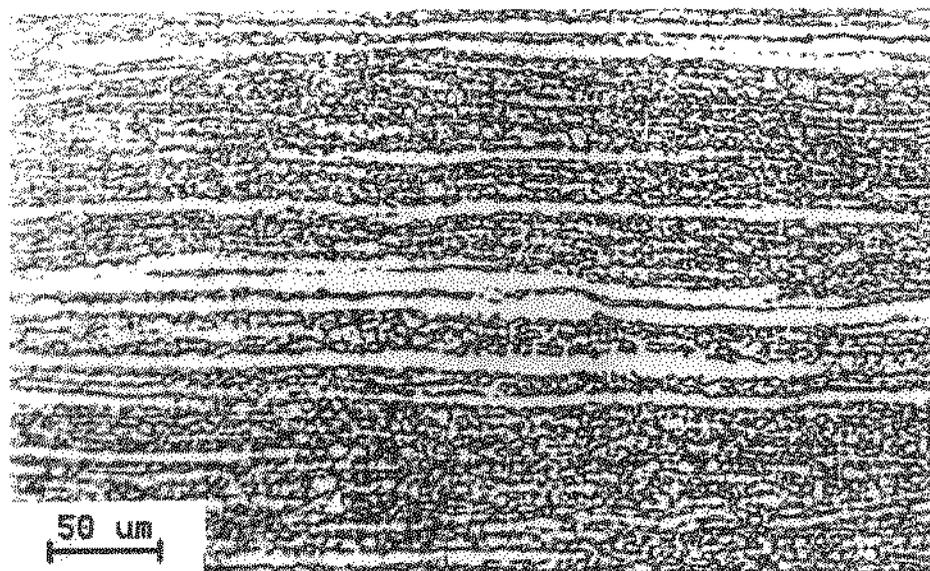


Figura 5.32 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 90% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 15 minutos, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

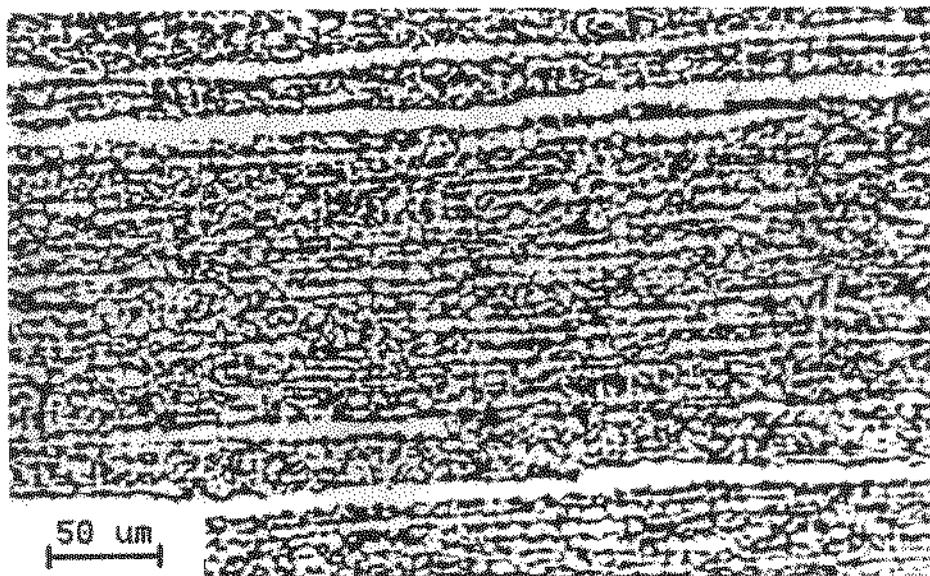


Figura 5.33 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 90% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 30 minutos, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

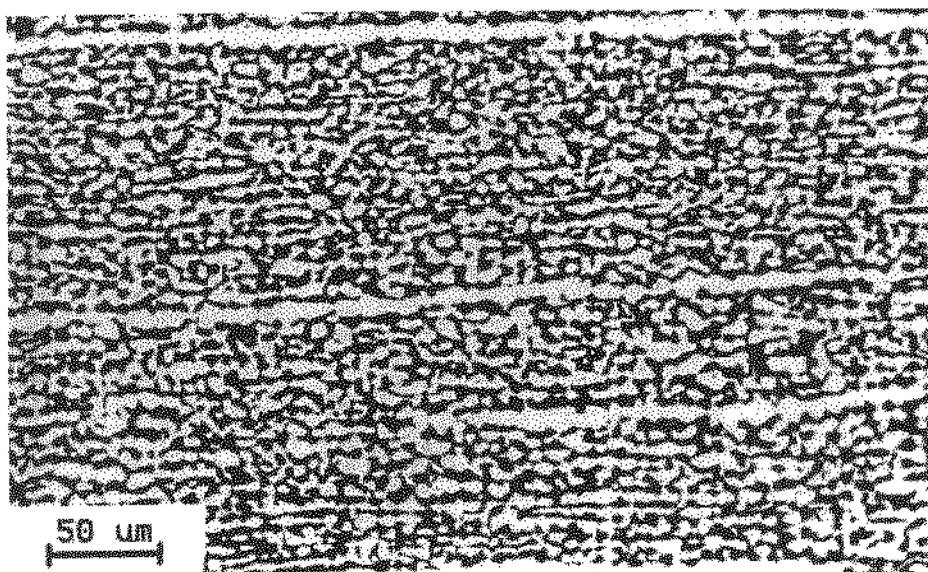


Figura 5.34 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 90% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 1 hora, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

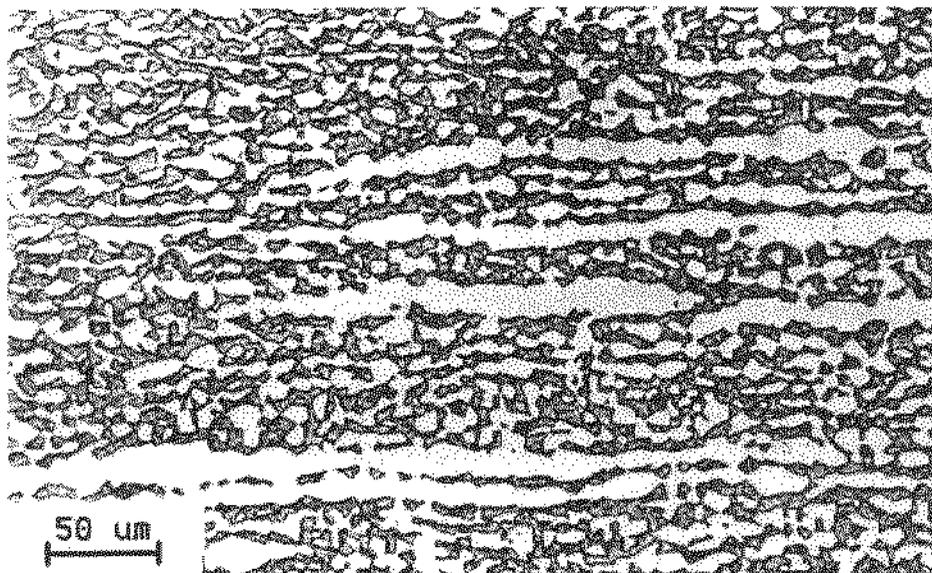


Figura 5.35 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 90% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 2 horas, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

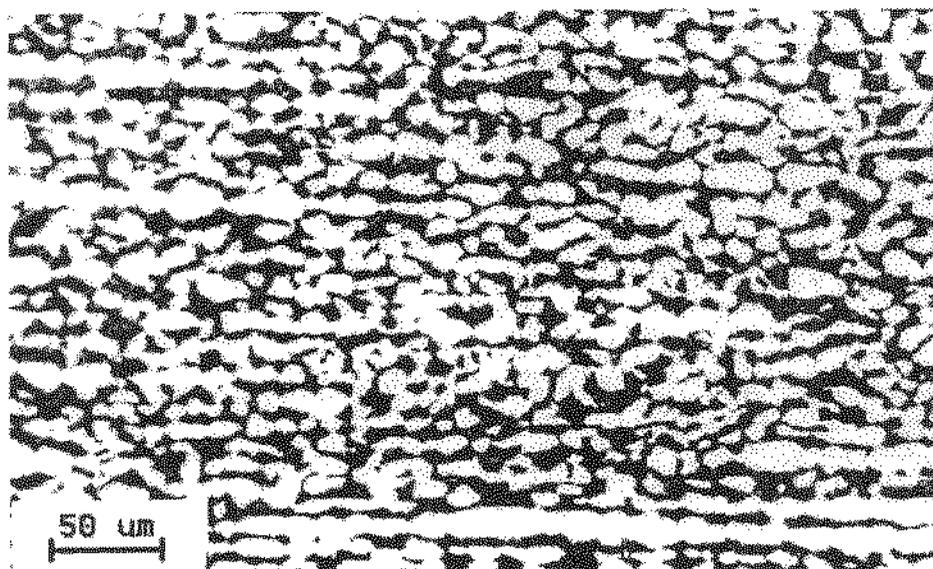


Figura 5.36 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 90% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 4 horas, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

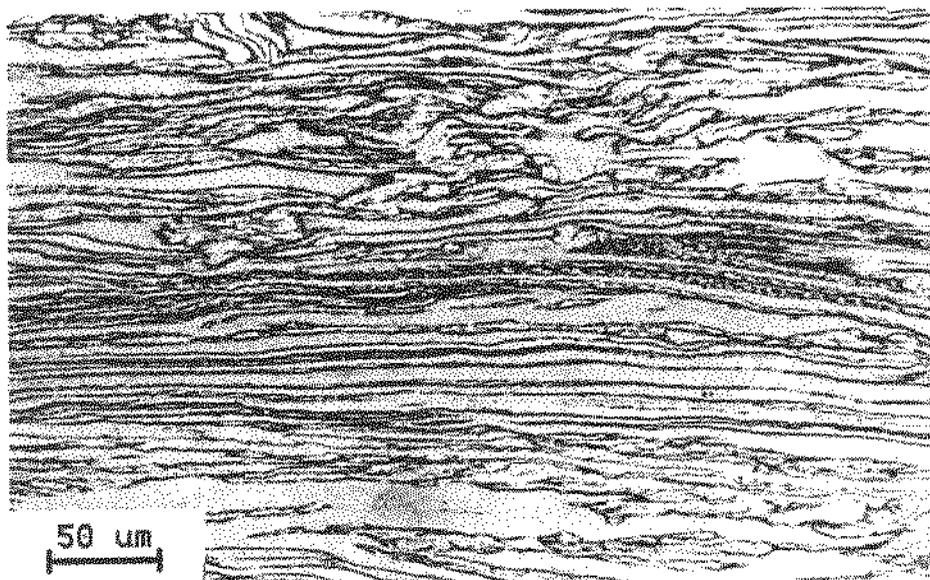


Figura 5.37 - Micrografia do material solubilizado a 1380°C por 30 minutos e laminado a frio com 80% de redução em área, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

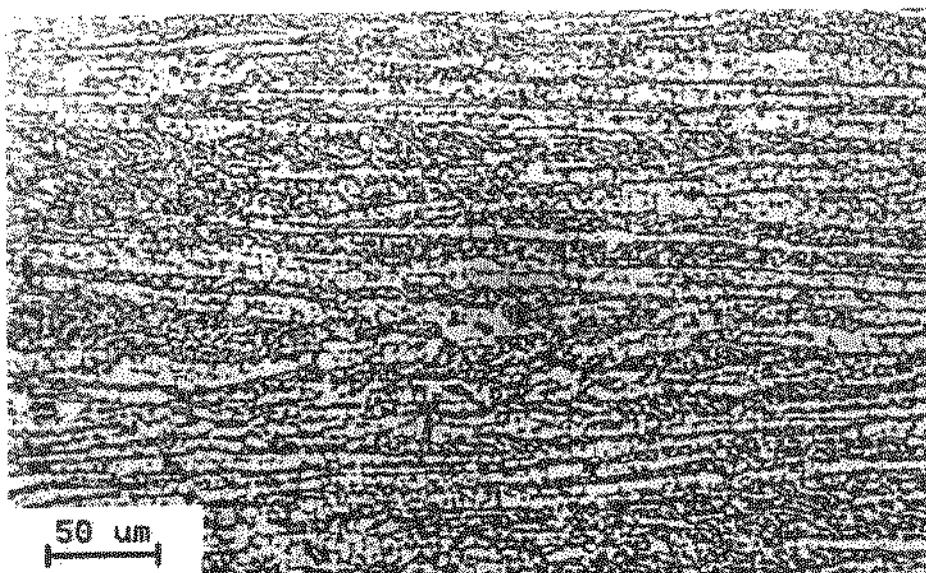


Figura 5.38 - Micrografia do material solubilizado a 1380°C por 30 minutos, laminado a frio com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 15 minutos, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

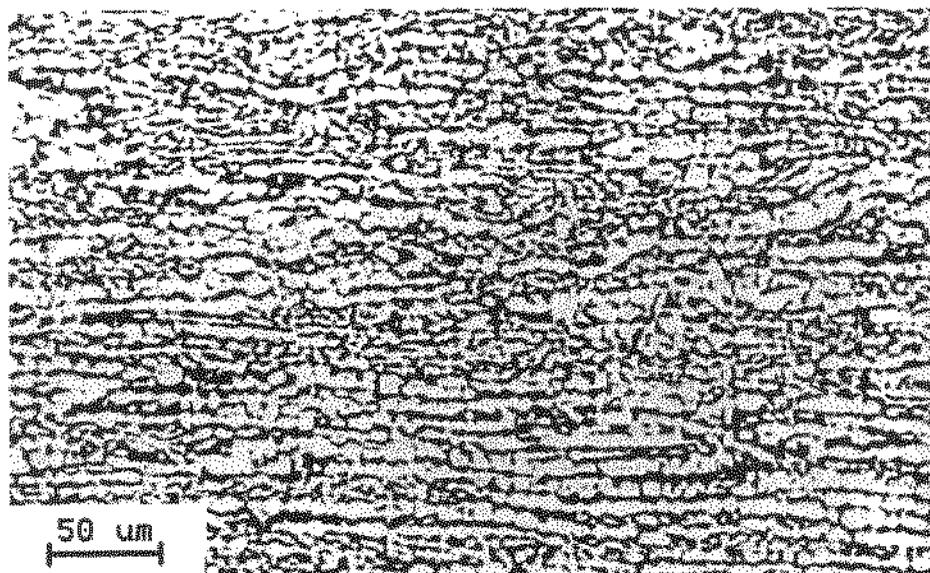


Figura 5.39 - Micrografia do material solubilizado a 1380°C por 30 minutos, laminado a frio com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 30 minutos, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

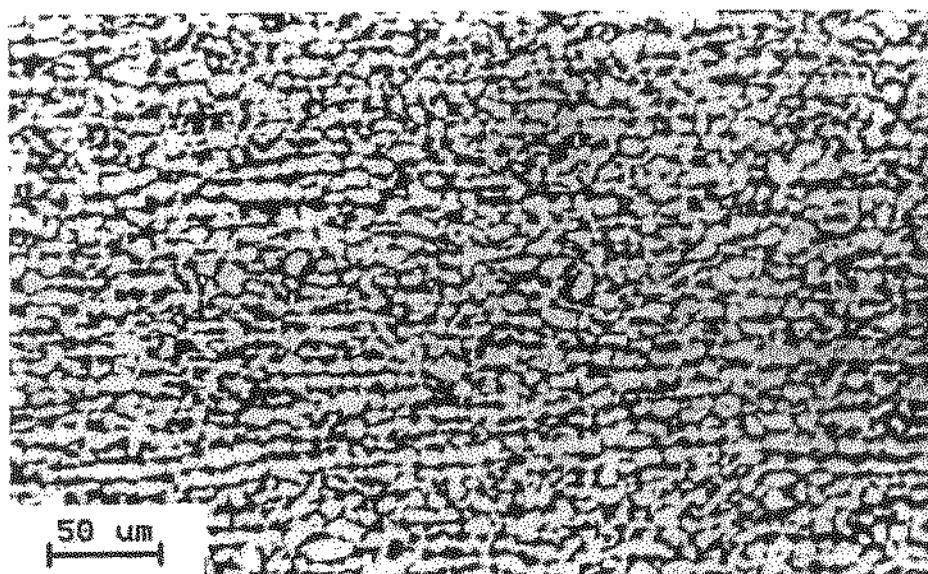


Figura 5.40 - Micrografia do material solubilizado a 1380°C por 30 minutos, laminado a frio com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 1 hora, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

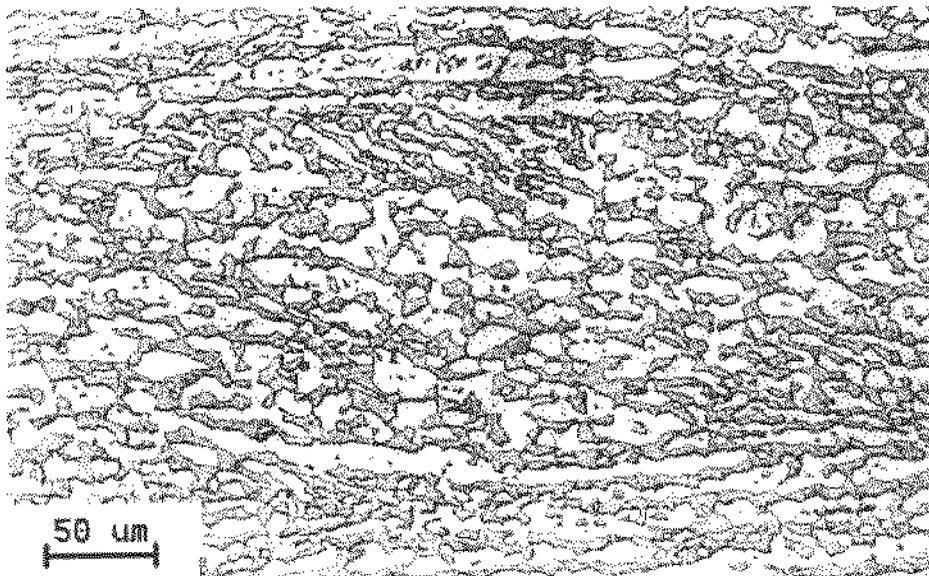


Figura 5.41 - Micrografia do material solubilizado a 1380°C por 30 minutos, laminado a frio com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 2 horas, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

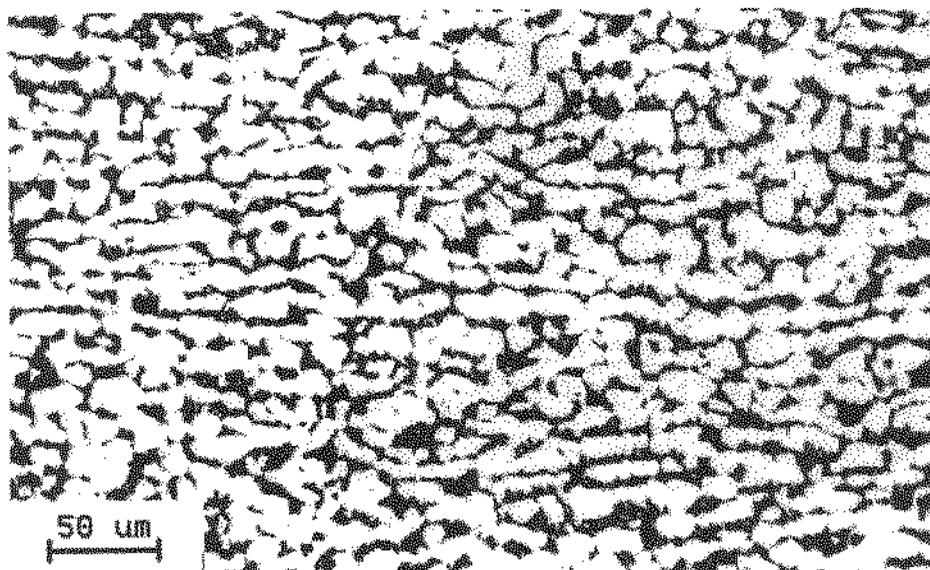


Figura 5.42 - Micrografia do material solubilizado a 1300°C por 30 minutos, laminado a frio com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 4 horas, aço E4462, posição longitudinal (ao longo da espessura). Ataque KOH 10N eletrolítico.

De acordo com o critério adotado anteriormente, escolheram-se os tempos de 2 horas, 1 hora, 15 minutos e 1 hora, para os materiais deformados a 50%, 70%, 90% e 80%, respectivamente. É interessante notar que o aumento do grau de redução realmente diminuiu o tempo de recristalização.

Um aspecto importante destes tratamentos é a diferença que existe entre os resultados obtidos pelos materiais solubilizados a 1300°C e pelo material solubilizado a 1380°C. Verifica-se que a estrutura obtida por este último é bem mais homogênea que as dos demais materiais. Enquanto que nos materiais deformados a 50%, 70% e 90% o processo de deformação e recristalização não conseguiu “quebrar” as cadeias de austenita, no material deformado a 80% não houve este tipo de microconstituente. Isto quer dizer que o processo de precipitação de austenita nos contornos de células ocorreu somente na matriz ferrítica nos três primeiros casos, mas ocorreu em todo o material no último caso. Vale a pena lembrar que a austenita presente no material deformado a 80% é substancialmente diferente daquela austenita residual dos outros materiais. Deve haver diferenças de composição química e parâmetros de rede, que justificariam o seu comportamento diferente durante a recristalização. No seu estado encruado, pode-se dizer que a austenita secundária também atuou como núcleo para a precipitação da austenita alotriomórfica. Este resultado é muito interessante, pois a microestrutura final obtida é sem dúvida superior às demais.

Para avaliar o efeito do grau de deformação no processo de recristalização, foram realizadas medidas de tamanho de fases e fração volumétrica. No caso dos materiais de microestrutura heterogênea (50%, 70% e 90%) as medidas foram feitas na “matriz” refinada de $\alpha + \gamma$ e também nas fases alongadas (cadeias de austenita). Tais resultados, os quais são mostrados nas tabelas 5.4 a 5.6 e com mais detalhe no anexo 4, também serão utilizados para avaliar o efeito da microestrutura na superplasticidade dos referidos materiais.

Tabela 5.4 - Tamanho das fases após deformação a frio e recristalização (estrutura microduplex $\alpha + \gamma$):

Condição		Tamanho das fases (μm)			
		50% L.F + Sol	70% L.F + Sol	90% L.F + Sol	80% L.F + Sol
Altura	Média	7,7	5,3	2,7	5,0
	S	0,7	0,5	0,2	0,5
Comprimento	Média	9,9	7,6	4,4	6,9
	S	1,7	1,0	0,6	0,8

Tabela 5.5 - Tamanho das fases após deformação a frio e recristalização (cadeias alongadas de γ):

Condição		Tamanho das fases (μm)		
		50% L.F + Sol	70% L.F + Sol	90% L.F + Sol
Altura	Média	29,2	20,4	10,4
	S	11,3	5,5	3,9
Comprimento	Média	167,6	255,2	350,4
	S	139,0	183,2	159,5

Tabela 5.6 - Fração volumétrica das fases alongadas (γ):

Condição		Fração volumétrica (%)		
		50% L.F + Sol	70% L.F + Sol	90% L.F + Sol
Média		21,0	22,8	18,8
S		7,8	3,5	1,0

Os resultados mostrados anteriormente apresentam-se coerentes, ou seja, quanto maior o grau de deformação, menor o tamanho de fases resultante. Verificou-se também que as cadeias de austenita aumentaram de comprimento e diminuíram de altura com o aumento do grau de redução. Este fato mostra a ductilidade elevada deste fase. No entanto, na deformação de 90% verificou-se uma queda na fração volumétrica deste microconstituente, podendo indicar a quebra de algumas cadeias. É interessante lembrar que, se não houvesse quebra das cadeias de austenita, a fração volumétrica dessas deveria se aproximar daquela obtida pela austenita não dissolvida resultante do tratamento a 1300°C.

5.2 Avaliação da superplasticidade através do expoente m

A seguir, são apresentados os resultados obtidos nos ensaios de tração a quente com mudança de taxa de deformação. Os materiais que foram ensaiados constam na tabela 4.1. Este capítulo está dividido em dois grupos principais: materiais brutos de laminação e materiais solubilizados. O primeiro grupo refere-se aos materiais que não sofreram nenhum processamento posterior à etapa de laminação, quer a frio ou a quente. O segundo grupo refere-se aos materiais que sofreram tratamento térmico de solubilização a 1050°C após a etapa de laminação, quer a frio ou a quente.

5.2.1 Materiais no estado bruto de laminação

Na tabela 5.7, podem ser vistos os resultados obtidos em cada ensaio realizado com os materiais brutos de laminação. Em cada ensaio, o valor de m , calculado conforme esquema da figura 2.16, foi colocado em função da menor taxa de deformação nominal aplicada em cada ciclagem. Isto quer dizer que numa ciclagem qualquer, como por exemplo a primeira, onde a taxa de deformação varia entre 2×10^{-4} a $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ escolhe-se a primeira delas como referência.

Tabela 5.7 - Valor médio e desvio padrão de m em função do material (bruto de laminação) e da taxa de deformação:

Taxa de deformação (s^{-1})	Expoente m					
	C.R.	L.Q. (80%)	L.F. (50%)	L.F. (70%)	L.F. (90%)	L.F. (80%)
2×10^{-4}	$0,35 \pm 0,01$	$0,45 \pm 0,01$	$0,52 \pm 0,03$	$0,64 \pm 0,05$	$0,63 \pm 0,04$	$0,79 \pm 0,06$
3×10^{-4}	$0,31 \pm 0,02$	$0,40 \pm 0,01$	$0,56 \pm 0,03$	$0,58 \pm 0,03$	$0,62 \pm 0,01$	$0,64 \pm 0,04$
4×10^{-4}	$0,32 \pm 0,01$	$0,40 \pm 0,01$	$0,51 \pm 0,01$	$0,57 \pm 0,03$	$0,65 \pm 0,02$	$0,71 \pm 0,02$
8×10^{-4}	$0,27 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,01$	$0,50 \pm 0,01$	$0,57 \pm 0,01$	$0,62 \pm 0,01$	$0,67 \pm 0,01$
2×10^{-3}	$0,25 \pm 0,02$	$0,28 \pm 0,01$	$0,43 \pm 0,01$	$0,51 \pm 0,01$	$0,60 \pm 0,01$	$0,59 \pm 0,03$
3×10^{-3}	$0,20 \pm 0,01$	$0,26 \pm 0,02$	$0,41 \pm 0,01$	$0,45 \pm 0,01$	$0,54 \pm 0,02$	$0,57 \pm 0,02$
4×10^{-3}	$0,19 \pm 0,01$	$0,25 \pm 0,01$	$0,34 \pm 0,01$	$0,39 \pm 0,01$	$0,45 \pm 0,01$	$0,49 \pm 0,01$
8×10^{-3}		$0,19 \pm 0,01$	$0,25 \pm 0,01$	$0,30 \pm 0,03$	$0,32 \pm 0,01$	$0,35 \pm 0,01$
2×10^{-2}			$0,23 \pm 0,01$	$0,26 \pm 0,02$	$0,26 \pm 0,02$	$0,29 \pm 0,03$
3×10^{-2}				$0,20 \pm 0,01$	$0,22 \pm 0,01$	$0,24 \pm 0,02$
4×10^{-2}				$0,22 \pm 0,01$	$0,21 \pm 0,01$	

Notas: (1) C.R. = Como recebido
 (2) L.Q. = Laminado a quente
 (3) L.F. = Laminado a frio

Nas figuras 5.43 e 5.44, uma representação gráfica é feita para melhor visualizar os valores da tabela 5.7. Na figura 5.44 são mostrados os mesmos resultados da figura 5.43, porém com a introdução de barra de erros, representada pelo desvio padrão de cada medida. Vale a pena mencionar que cada curva das figuras 5.43 e 5.44, bem como cada coluna da tabela 5.7 representam um ensaio completo. No anexo 5 encontram-se todos os valores calculados de m em todos os ensaios realizados. Um exemplo de uma curva experimental também pode ser visto neste anexo.

Observa-se nas figuras 5.43 e 5.44 que o processo de deformação aumenta os valores de m , com relação ao material como recebido. Contudo, verifica-se também que, ao contrário dos materiais deformados a frio, o material deformado a quente não é superplástico, pois os valores de m estão sempre abaixo de 0,5, considerando as taxas de deformação investigadas.

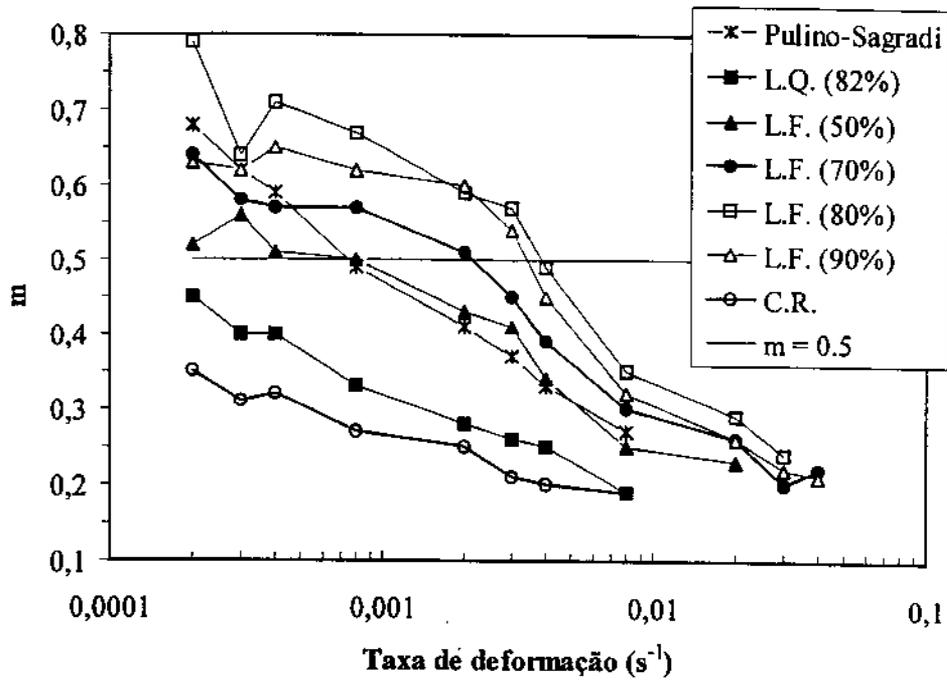


Figura 5.43 - Valores médios de m em função da taxa de deformação para cada material bruto de laminação em comparação com o material como recebido e o material testado por Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾.

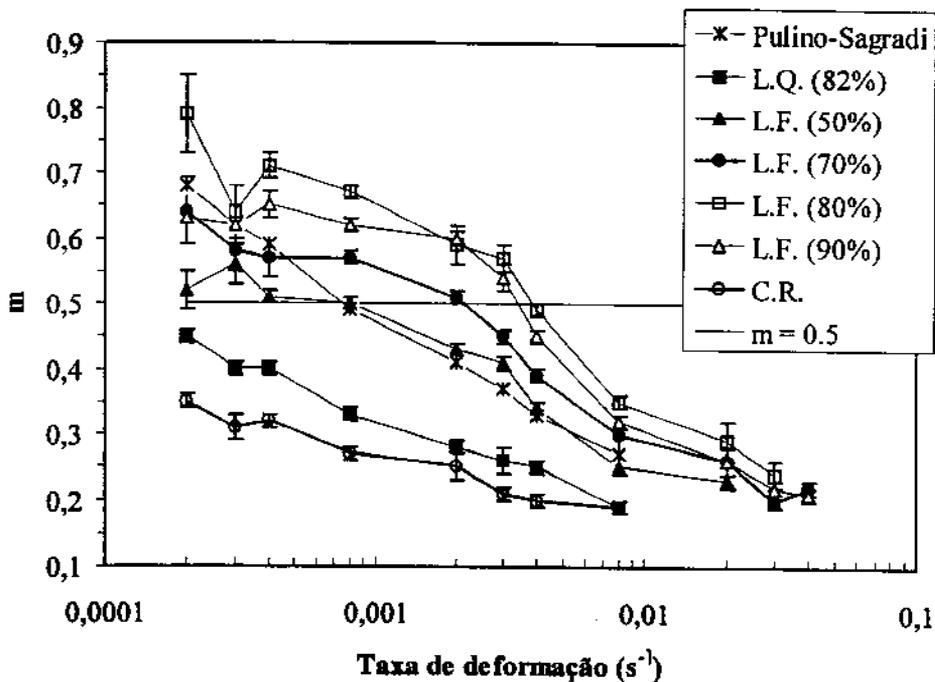


Figura 5.44 - Valores médios de m com desvio padrão em função da taxa de deformação para cada material bruto de laminação em comparação com o material como recebido e o material testado por Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾.

O material laminado com 80% de redução em área apresentou o melhor desempenho dos materiais testados (figura 5.45). Neste caso, verifica-se a grande influência da temperatura de solubilização (1380°C), pois o resultado foi superior àquele obtido pelo mesmo material deformado a 90%, cuja temperatura de solubilização foi de 1300°C.

Considerando o processo de deformação a frio, verifica-se que o aumento da redução de área resulta em melhoria para a superplasticidade, pois levando em conta somente os materiais solubilizados a 1300°C, os valores de m aumentam e a taxa de deformação limite onde m é igual a 0,5 também aumenta, como se verifica nas figuras 5.45 e 5.46. Muito embora não se possa avaliar o tamanho de grão numa estrutura deformada a frio, este resultado deve estar correlacionado com tal propriedade, pois durante o ensaio, deve ocorrer recristalização e o tamanho de grão atingido pelos materiais é menor quanto maior o grau de redução.

Comparando os materiais do presente trabalho com o material testado por Pulino-Sagradi⁽⁴⁹⁾, verifica-se que as curvas aqui obtidas (figura 5.43) apresentam uma inclinação menor que aquela obtida para o referido material. Isto significa que os materiais com redução de área superior a 70% atingem valores de m maiores que 0,5 em uma faixa de taxa de deformação mais ampla, resultando em melhores condições para a fabricação de peças por deformação superplástica. O aço testado por Pulino-Sagradi provem do Japão, de onde também se originou uma patente para a fabricação de aços duplex superplásticos⁽⁵⁷⁾. Nesta patente, os autores indicam para o aço 2205 (21,9% Cr - 5,5% Ni - 3% Mo - 0,138% N) o mesmo processamento adotado para o material deformado a frio 50%. Observando a figura 5.43, verifica-se que, a partir da taxa de deformação onde m é igual a 0,5, o comportamento dos dois materiais é bem similar. Para taxas de deformação mais baixas, os valores mais altos de m atingidos pelo material japonês podem ser atribuídos a diferenças microestruturais, com a presença de 5% de fase σ neste último. Tal fase, por ser mais dura que as demais, poderia auxiliar o processo de recristalização dinâmica no início do processo de deformação superplástica, como afirma Maehara^(4-6,52) e Osada^(7,8).

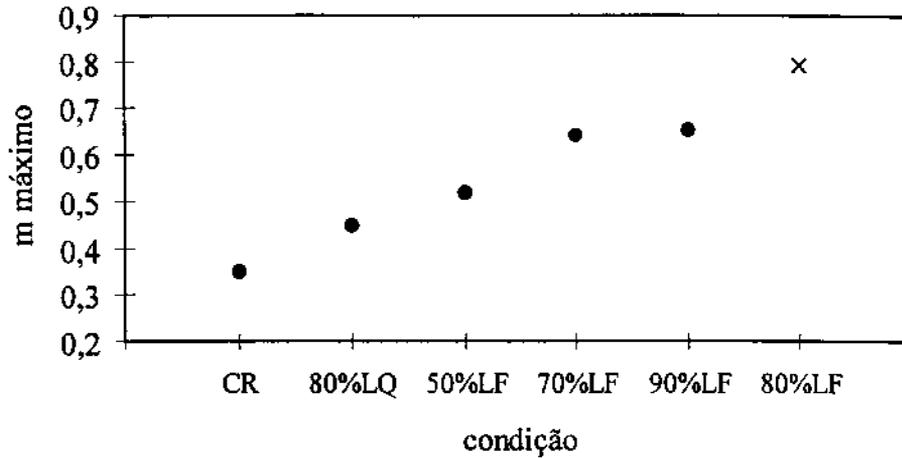


Figura 5.45 - Valores máximos de m em função do tamanho de fases e tratamento termomecânico para cada material solubilizado após laminação em comparação com o material como recebido.

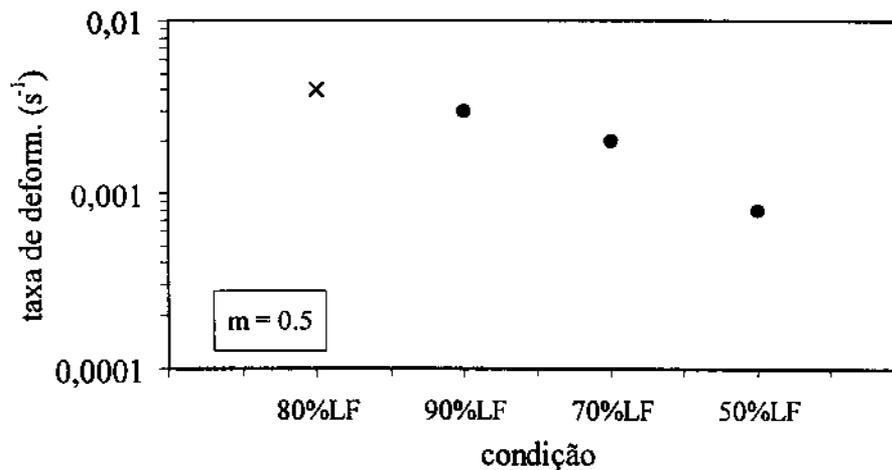


Figura 5.46 - Taxa de deformação onde m é igual a 0,5 nos materiais brutos de laminação em função do tratamento termomecânico.

Maehara⁽⁴⁾, comparando duas temperaturas diferentes de solubilização prévia, 1050°C e 1300°C, concluiu que o aumento desta temperatura resulta num aumento do alongamento para o aço 2205 (21,9% Cr - 5,5% Ni - 3% Mo - 0,138% N) deformado 50% a frio. Tal resultado é coerente com as observações feitas no presente trabalho.

Vale a pena lembrar que a microestrutura obtida após solubilização no campo α a 1300°C no material de origem japonesa é similar àquela obtida pela solubilização a 1380°C do aço estudado neste trabalho (ver figuras 5.15 e 5.17). Aparentemente, a melhor condição ocorre quando se consegue efetivamente tratar o material no campo ferrítico.

Com exceção do material deformado a frio 90%, pode-se verificar um outro aspecto importante nos resultados expostos nas figuras 5.43 e 5.44. Trata-se da ausência de um valor máximo local de m , ou seja, m aumenta continuamente com a diminuição da taxa de deformação. Isto quer dizer que na faixa de taxas de deformação investigada não se pode dizer que os materiais atingiram os seus valores máximos de m . Isto pode explicar a escolha mais comum do aço 2507 (25% Cr - 6,5% Ni - 3% Mo - 0,14% N) para os estudos de superplasticidade⁽⁴⁻¹⁰⁾, pois esse outro material apresenta um valor máximo de m nessa faixa de taxas de deformação⁽⁶⁾.

5.2.2 Materiais solubilizados após deformação

Os resultados obtidos em cada ensaio realizado com os materiais solubilizados, são apresentados na mesma forma do item anterior, ou seja, em cada ensaio, o valor de m calculado (conforme esquema da figura 2.16) é colocado em função da menor taxa de deformação nominal aplicada em cada ciclagem. Na tabela 5.8, podem ser vistos tais resultados.

Nas figuras 5.47 e 5.48, uma representação gráfica é feita para melhor visualizar os valores da tabela 5.8. Na figura 5.48 são mostrados os mesmos resultados da figura 5.47, porém com a introdução de barra de erros, como feito no item anterior.

Tabela 5.8 - Valor médio e desvio padrão de m em função do material (solubilizado após laminação) e da taxa de deformação:

Taxa de deformação (s^{-1})	Expoente m					
	C.R.	L.Q. (80%)	L.F. (50%)	L.F. (70%)	L.F. (90%)	L.F. (80%)
2×10^{-4}	$0,35 \pm 0,01$	0,46 (4)	$0,46 \pm 0,02$	$0,53 \pm 0,02$	$0,57 \pm 0,03$	$0,74 \pm 0,04$
3×10^{-4}	$0,31 \pm 0,02$	$0,36 \pm 0,02$	$0,43 \pm 0,04$	$0,53 \pm 0,02$	$0,59 \pm 0,01$	$0,64 \pm 0,09$
4×10^{-4}	$0,32 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,01$	$0,44 \pm 0,01$	$0,53 \pm 0,01$	(5)	$0,66 \pm 0,02$
8×10^{-4}	$0,27 \pm 0,01$	$0,27 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,02$	$0,47 \pm 0,01$	$0,60 \pm 0,01$	$0,58 \pm 0,01$
2×10^{-3}	$0,25 \pm 0,02$	$0,24 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,02$	$0,37 \pm 0,01$	$0,51 \pm 0,01$	$0,48 \pm 0,01$
3×10^{-3}	$0,20 \pm 0,01$	$0,20 \pm 0,05$	$0,27 \pm 0,01$	$0,34 \pm 0,02$	$0,45 \pm 0,03$	$0,43 \pm 0,01$
4×10^{-3}	$0,19 \pm 0,01$		0,25 (4)	$0,29 \pm 0,01$	$0,38 \pm 0,01$	$0,36 \pm 0,01$
8×10^{-3}			0,21 (4)	$0,25 \pm 0,01$	$0,29 \pm 0,01$	$0,27 \pm 0,01$
2×10^{-2}				$0,18 \pm 0,03$	$0,24 \pm 0,01$	$0,22 \pm 0,01$
3×10^{-2}					$0,22 \pm 0,02$	$0,20 \pm 0,02$
4×10^{-2}					$0,20 \pm 0,01$	$0,18 \pm 0,01$

Notas: (1) C.R. = Como recebido

(2) L.Q. = Laminado a quente

(3) L.F. = Laminado a frio

(4) Dois ou menos pontos válidos

(5) Resultado desprezado devido a acidente na curva experimental

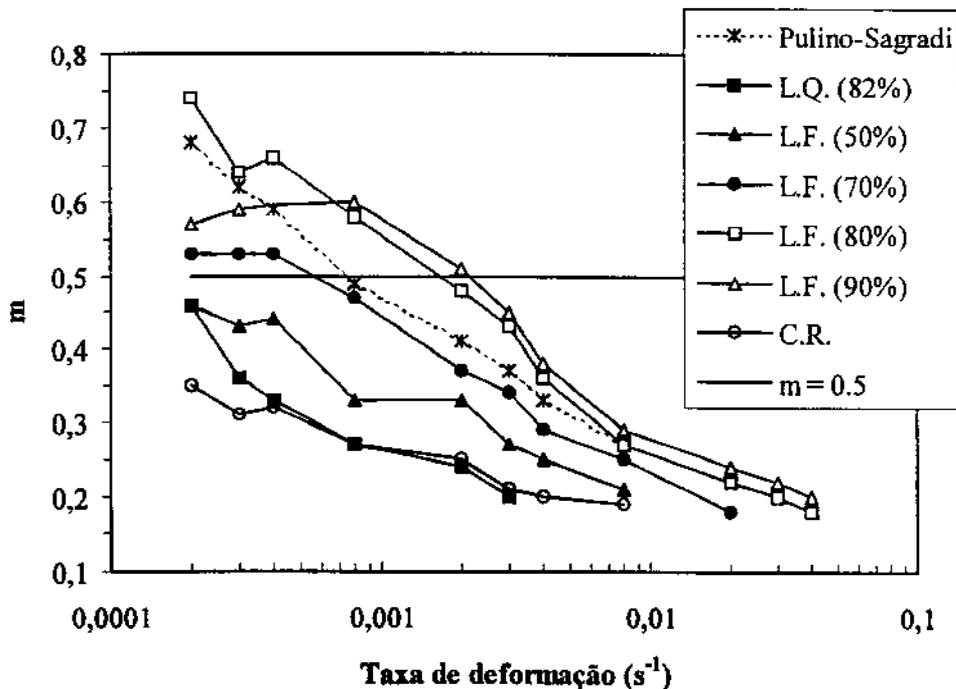


Figura 5.47 - Valores médios de m em função da taxa de deformação para cada material solubilizado após laminação em comparação com o material como recebido e o material testado por Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾.

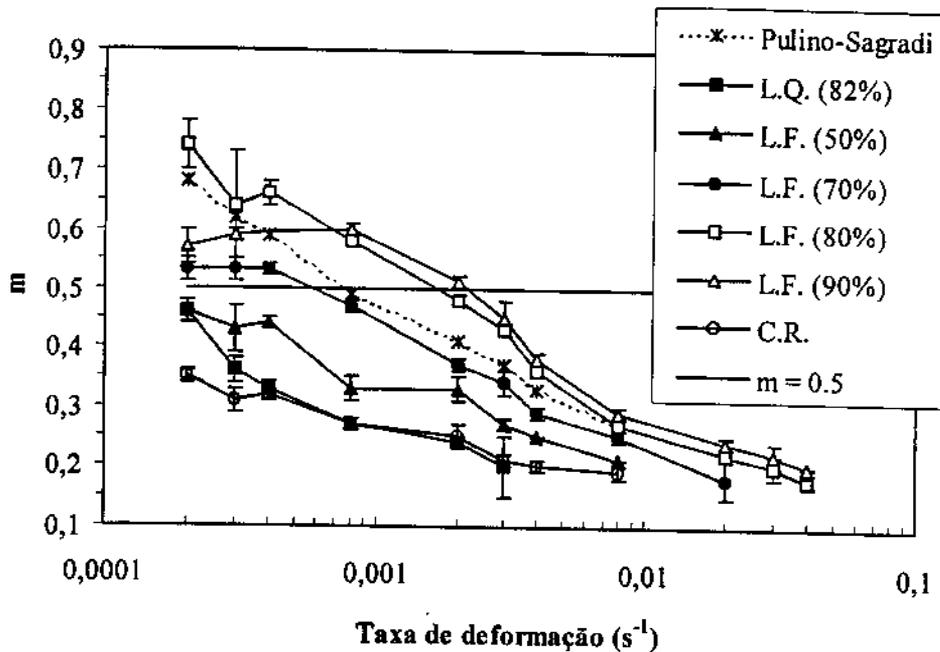


Figura 5.48 - Valores médios de m com desvio padrão em função da taxa de deformação para cada material solubilizado após laminação em comparação com o material como recebido e o material testado por Pulino-Sagradi ⁽⁴⁹⁾.

De uma forma geral, verifica-se que os materiais solubilizados após deformação apresentam um comportamento similar aos materiais brutos de laminação, ou seja, à medida que o grau de deformação aumenta, o material resultante é mais superplástico. Da mesma forma que no item anterior, o material de menor superplasticidade foi aquele deformado a quente 80% e o melhor, aquele deformado a frio 80% (solubilização no campo ferrítico a 1380°C).

É interessante salientar que no caso dos materiais solubilizados é possível fazer correlações com a microestrutura de partida. Na figura 5.49 observa-se a influência do tamanho de fases no valor máximo de m .

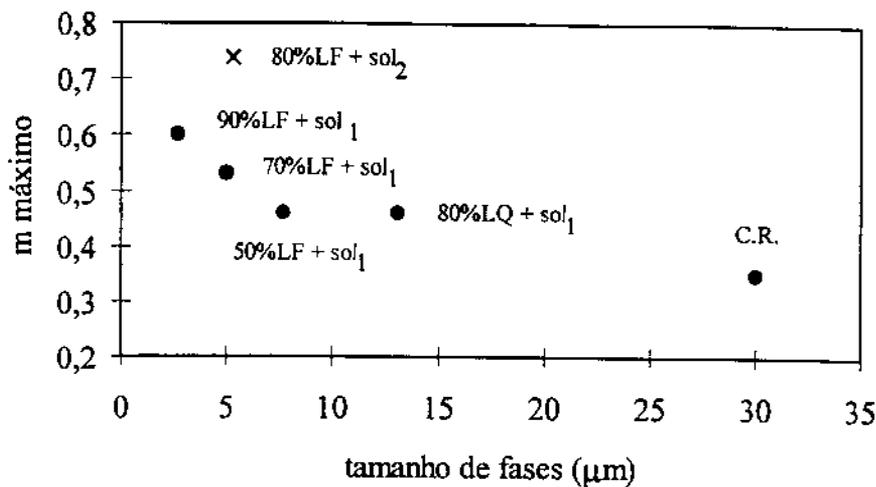


Figura 5.49 - Valores máximos de m em função do tamanho de fases e tratamento termomecânico para cada material solubilizado após laminação em comparação com o material como recebido. Nota: sol₁ = solubilização a 1300°C e sol₂ = solubilização a 1380°C.

É notável o efeito do refino microestrutural, pois quanto menor o tamanho das fases, maior o valor de m máximo. Este gráfico mostra também que o material deformado a frio com 80% de redução tem um comportamento diferente dos demais materiais, ou seja, apresenta o maior valor de m mesmo com um tamanho de fases maior que o material deformado 90%. A explicação para esse fenômeno vem da diferença de temperatura de solubilização no campo α . A temperatura mais alta utilizada no material deformado 80% lhe conferiu uma microestrutura muito mais homogênea que aquelas obtidas pelos demais materiais. Para verificar isto basta comparar a figura 5.40 (80%) com as figuras 5.23 (50%), 5.28 (70%), 5.32 (90%) e 3.2 (material como recebido). Ao contrário do primeiro, estes últimos apresentam fases alongadas em sua microestrutura.

Como se verifica na figura 5.50, o tamanho de fases também influi na taxa de deformação limite onde m é igual a 0,5. Quanto menor o tamanho das fases, maior é a taxa de deformação onde se obtém $m = 0,5$. Novamente aqui, o material deformado a 80% apresenta um comportamento distinto: apresenta uma taxa de deformação similar ao material deformado a 90%, tendo um tamanho de fases maior.

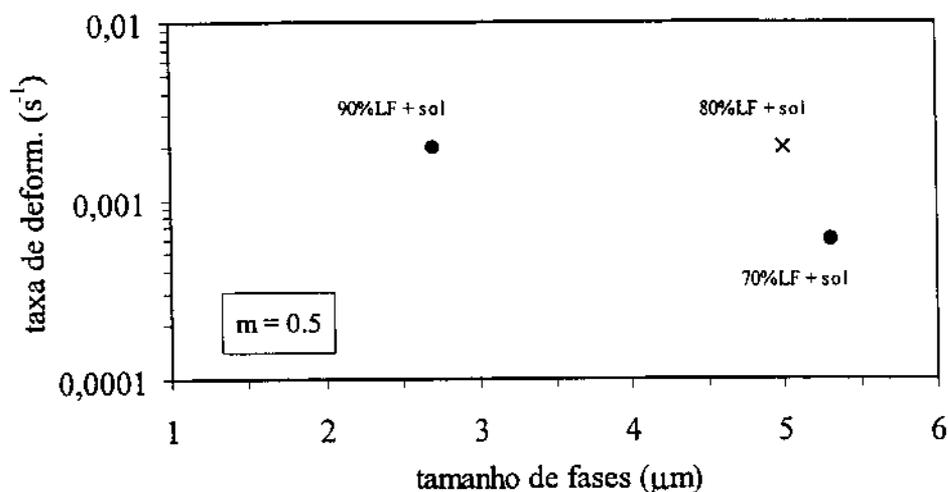


Figura 5.50 - Taxa de deformação onde m é igual a 0,5 nos materiais solubilizados após laminação em função do tamanho de fases.

Considerando os tratamentos termomecânicos, verifica-se que os materiais solubilizados apresentam uma queda de desempenho em relação aos materiais brutos de laminação. Enquanto estes últimos apresentam quatro condições (ver figura 5.46) nas quais é possível obter um valor de m igual a 0,5, os primeiros apresentam apenas três condições (figura 5.51), porém há sempre uma tendência para que a melhor condição se encontre em maiores graus de deformação. Uma comparação mais nítida entre os materiais brutos de laminação e solubilizados pode ser vista na seqüência de figuras 5.52 a 5.56. Em todos os casos houve queda no comportamento quando o material é solubilizado, porém em menor escala quanto maior o grau de deformação. Esta consequência é muito importante do ponto de vista tecnológico, pois é sabido que materiais deformados a frio severamente são frágeis e possuem alta resistência mecânica, dificultando o manuseio do mesmo. Dessa forma, o tratamento de solubilização aumentaria a ductilidade sem, entretanto, prejudicar muito o comportamento superplástico.

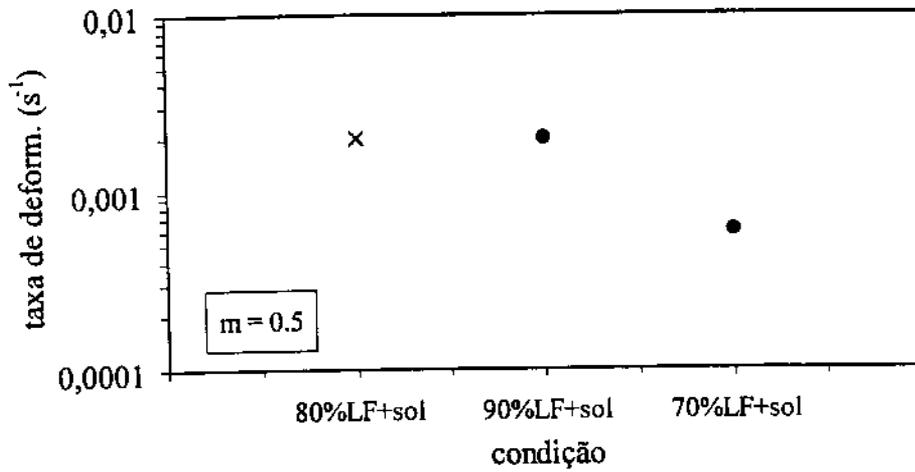


Figura 5.51 - Taxa de deformação onde m é igual a 0,5 nos materiais solubilizados após laminação em função do tratamento termomecânico.

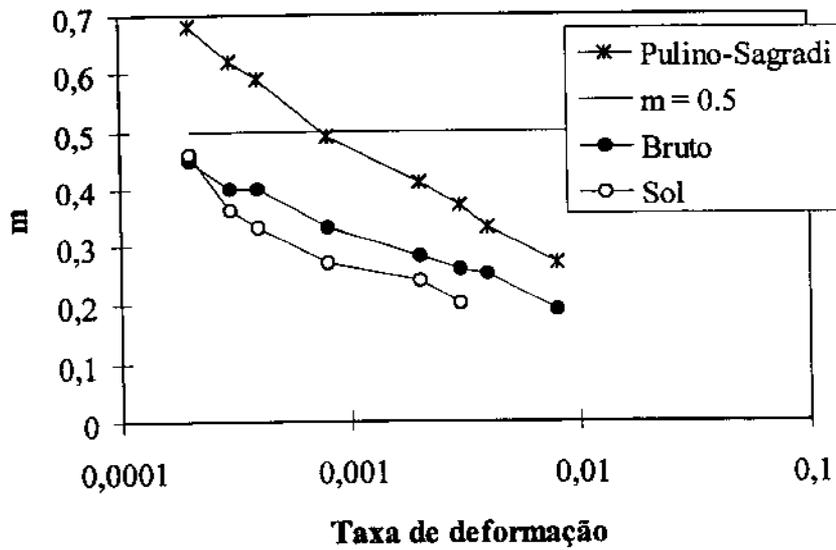


Figura 5.52 - Comparação entre os valores médios de m em função da taxa de deformação obtidos pelos materiais deformados a quente 80%, tanto bruto de laminação como solubilizado.

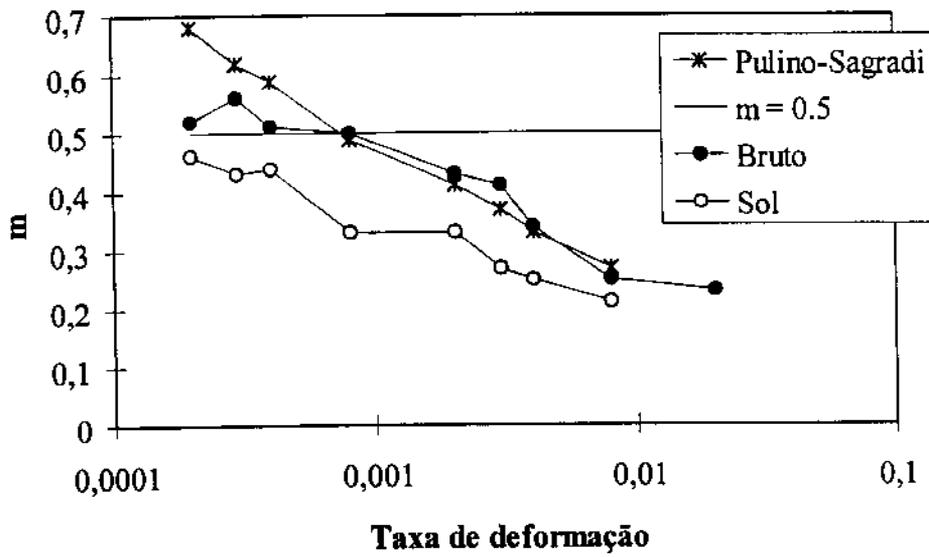


Figura 5.53 - Comparação entre os valores médios de m em função da taxa de deformação obtidos pelos materiais deformados a frio 50%, tanto bruto de laminação como solubilizado.

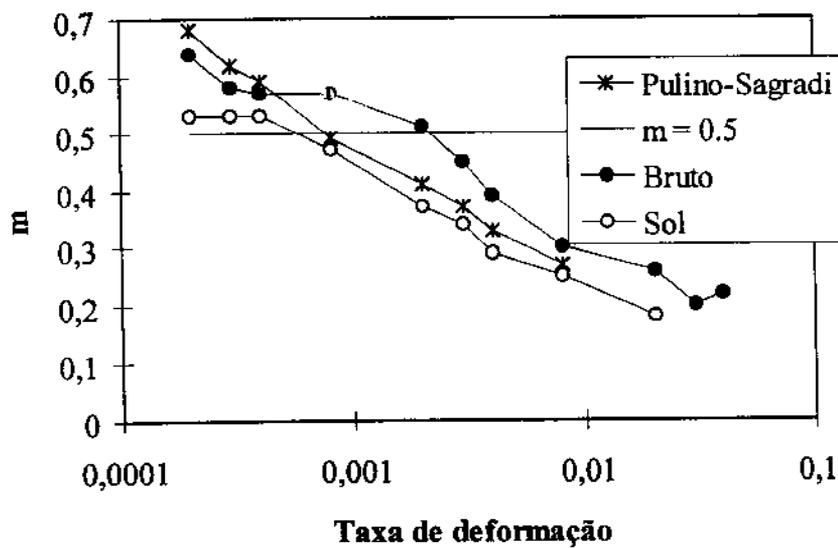


Figura 5.54 - Comparação entre os valores médios de m em função da taxa de deformação obtidos pelos materiais deformados a frio 70%, tanto bruto de laminação como solubilizado.

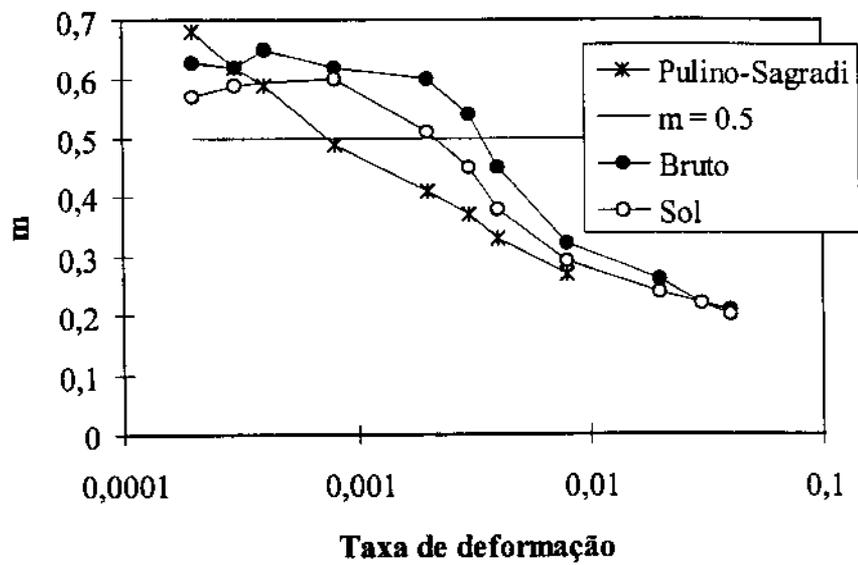


Figura 5.55 - Comparação entre os valores médios de m em função da taxa de deformação obtidos pelos materiais deformados a frio 90%, tanto bruto de laminação como solubilizado.

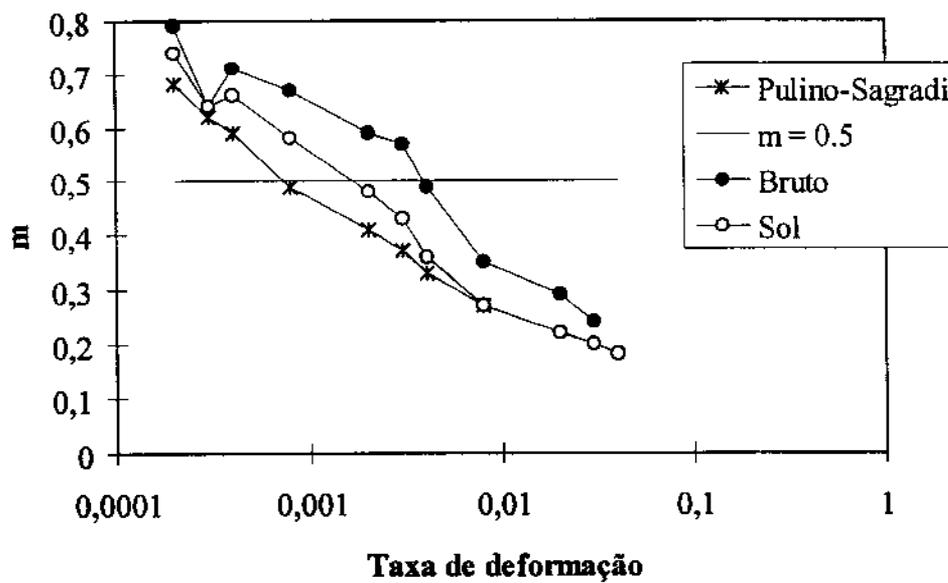


Figura 5.56 - Comparação entre os valores médios de m em função da taxa de deformação obtidos pelos materiais deformados a frio 80%, tanto bruto de laminação como solubilizado.

5.3 Avaliação da superplasticidade através de ensaios de tração a quente

Através dos ensaios de tração a quente até a fratura é possível obter vários tipos de informação. Das curvas carga x deslocamento são obtidos o valor do alongamento até a fratura e a uniformidade de deformação. Além disso, efetua-se a análise microestrutural do material após o ensaio. A seguir serão mostrados e discutidos os resultados obtidos em cada uma dessas três análises.

5.3.1 Curvas carga x deslocamento

As curvas experimentais obtidas nos ensaios de tração a quente são mostradas nas figuras 5.57 a 5.59 e os valores de alongamento obtidos são mostrados na tabela 5.9.

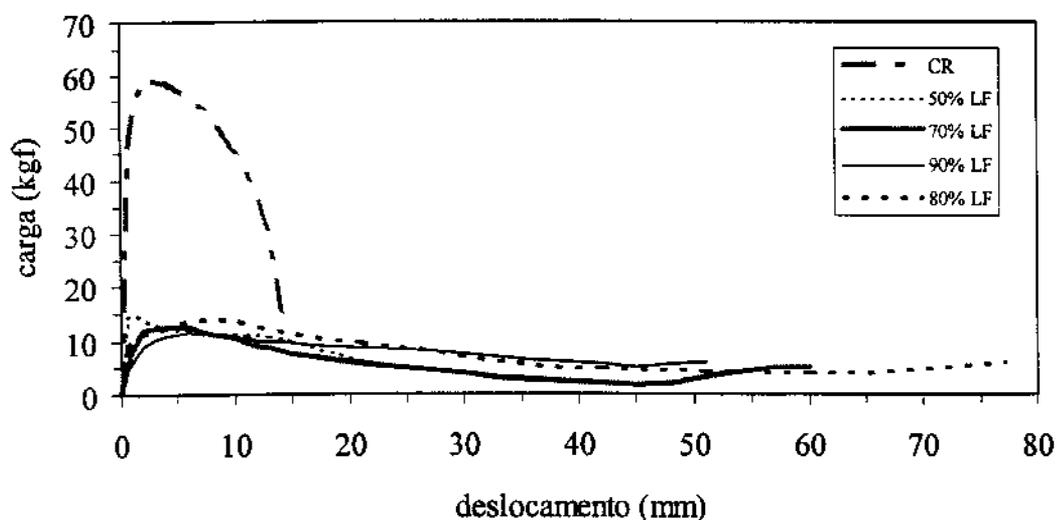


Figura 5.57 - Curvas carga deslocamento dos materiais brutos de laminação em comparação com o material como recebido. A taxa de deformação inicial empregada foi de $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e a temperatura de ensaio 980°C .

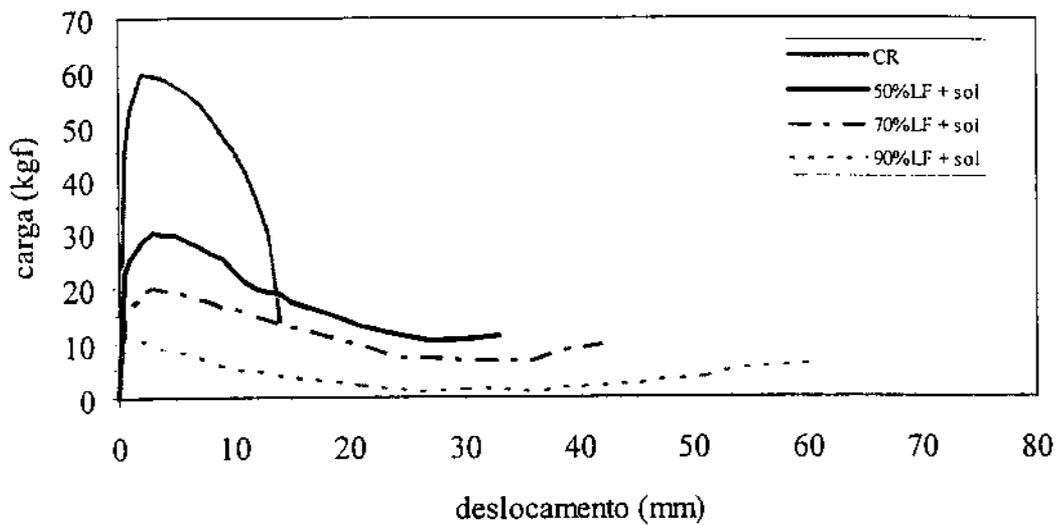


Figura 5.58 - Curvas carga deslocamento dos materiais solubilizados em comparação com o material como recebido. A taxa de deformação inicial empregada foi de $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e a temperatura de ensaio 980°C .

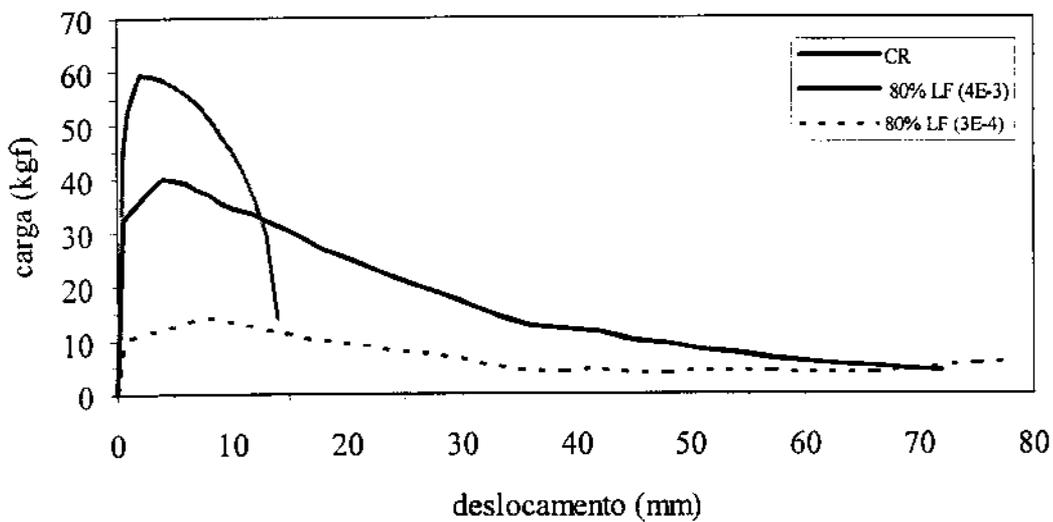


Figura 5.59 - Curvas carga deslocamento do material deformado a frio 80% bruto de laminação em duas taxas de deformação diferentes ($3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) em comparação com o material como recebido. A temperatura de ensaio foi de 980°C .

Observando as curvas da figura 5.57 e 5.58, verifica-se que há uma grande diferença entre o material como recebido e os materiais trabalhados, não só no alongamento, mas também nas cargas atingidas. O material como recebido apresenta um alongamento pequeno e uma carga máxima muito maior que os demais materiais, característico de um material não superplástico. A razão para isto é o tamanho de grão inicial do material como recebido, quase uma ordem de grandeza maior que os demais.

Comparando os materiais brutos de laminação com os materiais solubilizados, nota-se que tal tratamento promoveu o aumento da carga máxima de deformação. Além disso, aumentou as diferenças entre os materiais de diferentes graus de redução. Aqui, podem-se salientar dois pontos. O primeiro diz respeito ao tamanho de grão: os materiais solubilizados, pelo fato de já estarem recristalizados, devem ter um tamanho de grão maior que aqueles obtidos pelos materiais brutos, pois estes tem mais energia armazenada para auxiliar no processo de recristalização dinâmica. O outro ponto diz respeito ao processo de recristalização dinâmica em si, pois quando ocorre tende a baixar a carga de deformação. Nos materiais solubilizados deve ser mais difícil tal fenômeno ocorrer.

Com relação ao observado na figura 5.59, o resultado obtido era esperado, pois no processo de deformação a quente, quanto maior a taxa de deformação, maior a carga para executar o trabalho mecânico.

Observando a tabela 5.9, de uma forma geral, verifica-se que o alongamento aumenta com o aumento da redução de área, como pode ser visto também nas figuras 5.60 e 5.61. Novamente, o material deformado a frio 80% teve o melhor desempenho dentre os materiais testados, mesmo utilizando-se uma taxa de deformação uma ordem de grandeza maior. Como no caso dos ensaios anteriores, esse desempenho é causado pela sua microestrutura mais homogênea.

Tabela 5.9 - Valores de alongamento obtidos nos ensaios de tração a quente (980°C):

Condição	Taxa de deformação (s ⁻¹)	Alongamento (%)
Como recebido	3×10^{-4}	289
L.F. 50% - bruto	3×10^{-4}	529
L.F. 70% - bruto	3×10^{-4}	1165
L.F. 90% - bruto	3×10^{-4}	1058
L.F. 80% - bruto	3×10^{-4}	1508
L.F. 80% - bruto	4×10^{-3}	1460
L.F. 50% - solubilizado	3×10^{-4}	650
L.F. 70% - solubilizado	3×10^{-4}	835
L.F. 90% - solubilizado	3×10^{-4}	1154

No entanto, observa-se na tabela 5.9 acima dois resultados inesperados, o alongamento menor do material deformado 90% bruto de laminação, em relação ao material deformado 70%, também bruto de laminação e o alongamento menor do material deformado 50% bruto de laminação, em comparação com o mesmo material solubilizado. A afirmação de que este comportamento é estranho baseia-se no fato de que materiais com valores maiores de m devem apresentar alongamentos maiores^(13,58). Pelo menos a princípio um dos motivos pelos quais isso pode ocorrer é a dispersão de resultados que este tipo de ensaio gera^(13,58), o outro motivo será estudado no item 5.3.3, trata-se de variações microestruturais que podem ocorrer durante o processo de deformação.

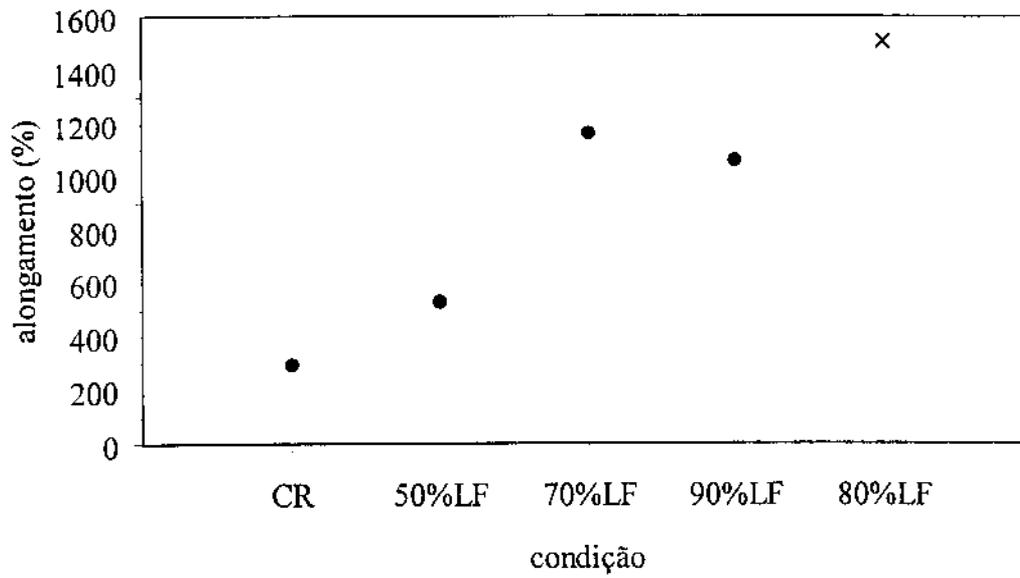


Figura 5.60 - Alongamentos obtidos nos ensaios de tração a quente (980°C) com taxa de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ em função do tratamento termomecânico, materiais brutos de laminação.

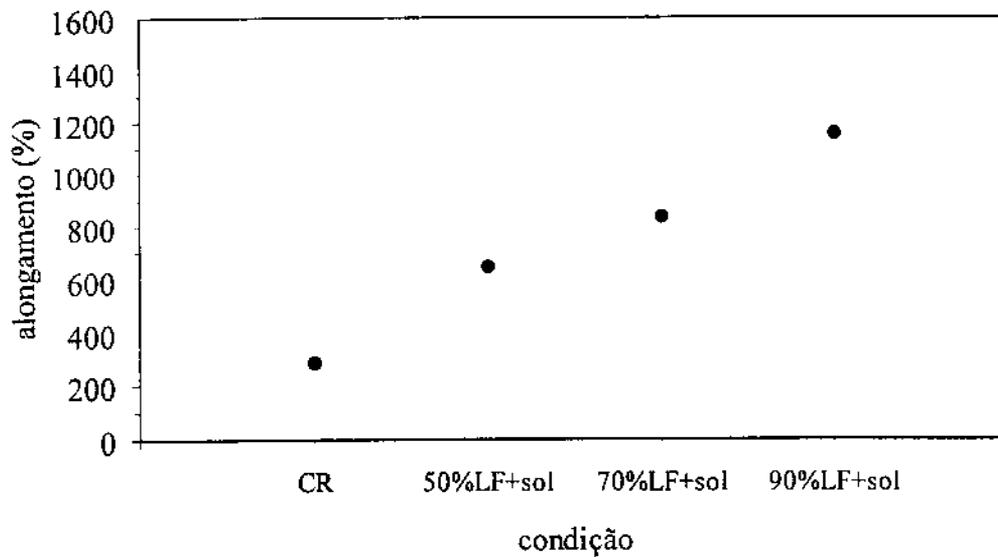


Figura 5.61 - Alongamentos obtidos nos ensaios de tração a quente (980°C) com taxa de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ em função do tratamento termomecânico, materiais solubilizados.

Confrontando os resultados obtidos pelo material deformado a frio 80%, vistos na figura 5.62, observa-se uma diferença pequena entre os valores de alongamento obtidos em taxas de deformação de quase uma ordem de grandeza diferentes ($3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$). Esperaria-se um alongamento muito maior na taxa de $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, pois o valor de m nesta taxa de deformação menor é de 0,64 e na taxa maior, de 0,49. Em termos de valor de m e de microestrutura de partida, não há como explicar tal acontecimento. Para tanto, torna-se necessária a observação da microestrutura resultante em cada um dos casos.

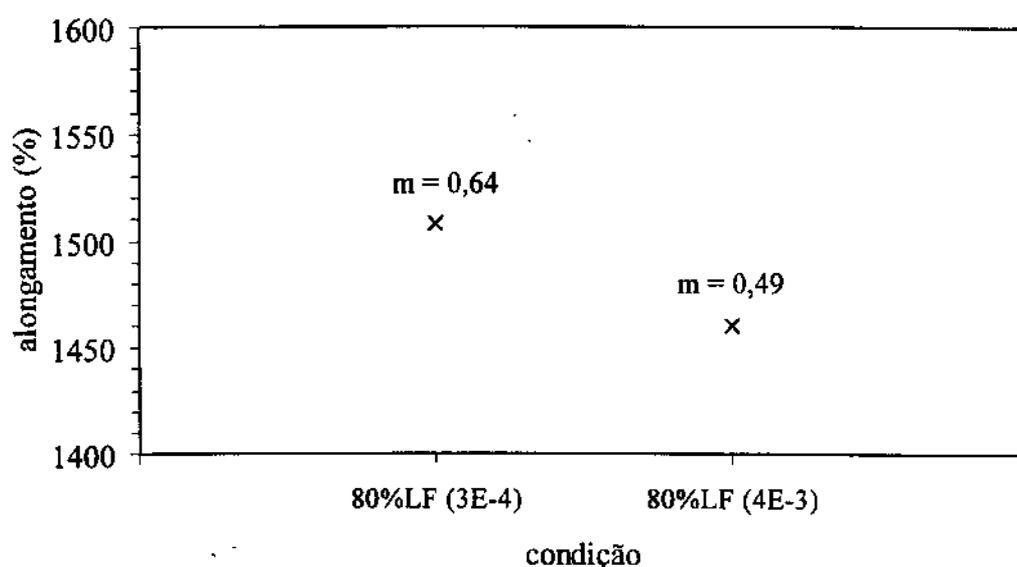


Figura 5.62 - Comparação entre os alongamentos obtidos nos ensaios de tração a quente (980°C) do material deformado a frio 80% bruto de laminação ensaiados com duas taxas de deformação diferentes : $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Da mesma forma que o tamanho de grão influencia no valor de m , espera-se que o mesmo aconteça com o alongamento, ou seja, que o alongamento aumente com a diminuição do tamanho de grão. Isto de fato ocorre, como pode-se observar na figura 5.63. Sob este aspecto, os resultados estão bem coerentes, onde a melhor condição dos materiais solubilizados foi obtida pelo aço de menor tamanho de fases (material deformado a frio 90%).

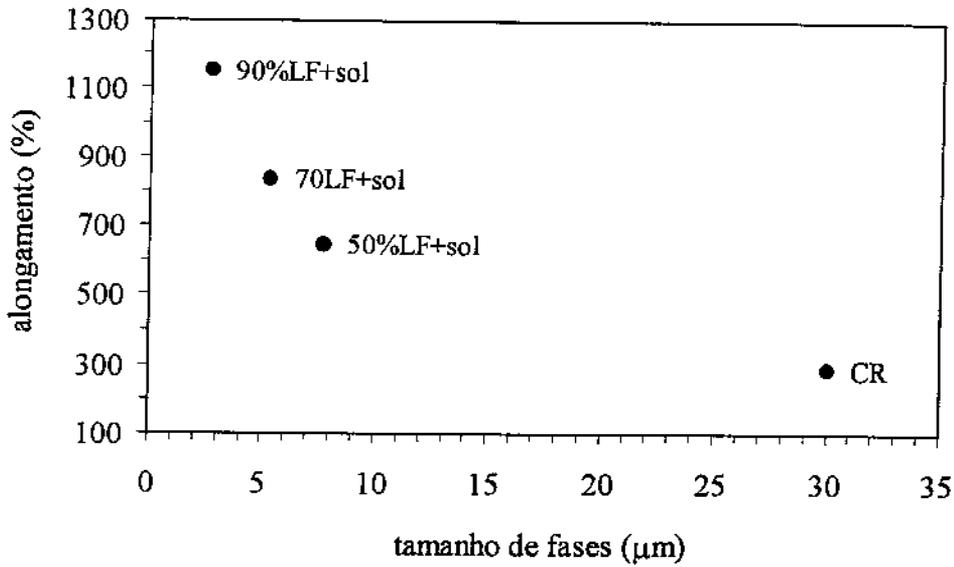


Figura 5.63 - Alongamento em função do tamanho de fases, materiais solubilizados e material como recebido.

Agrupando todos os materiais brutos de laminação ensaiados e comparando alongamento com o valor de m , no geral, chega-se a uma tendência esperada, ou seja, quanto maior o valor de m , maior o alongamento obtido. Analisando o caso da figura 5.64 (materiais brutos de laminação), verifica-se uma discrepância: o material com 90% de redução de área deveria apresentar um alongamento maior que o material com 70% de redução.

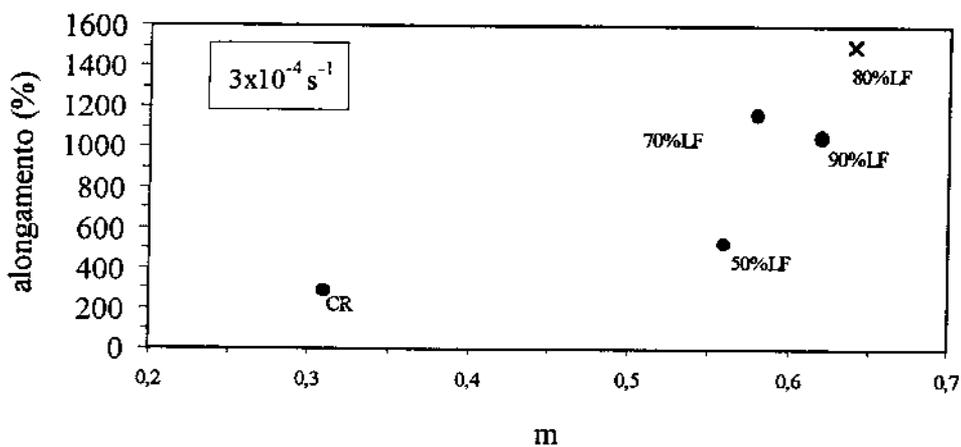


Figura 5.64 - Alongamento em função do valor de m , materiais brutos de laminação e material como recebido.

No caso dos materiais solubilizados, a curva alongamento x valor m apresenta um comportamento esperado, ou seja, o alongamento aumenta com o valor de m . Isto sugere outra possibilidade para explicar a discrepância no material bruto laminado a 90%. Provavelmente é algum fenômeno relacionado com estabilidade microestrutural, pois os materiais solubilizados apresentam uma estrutura mais estável.

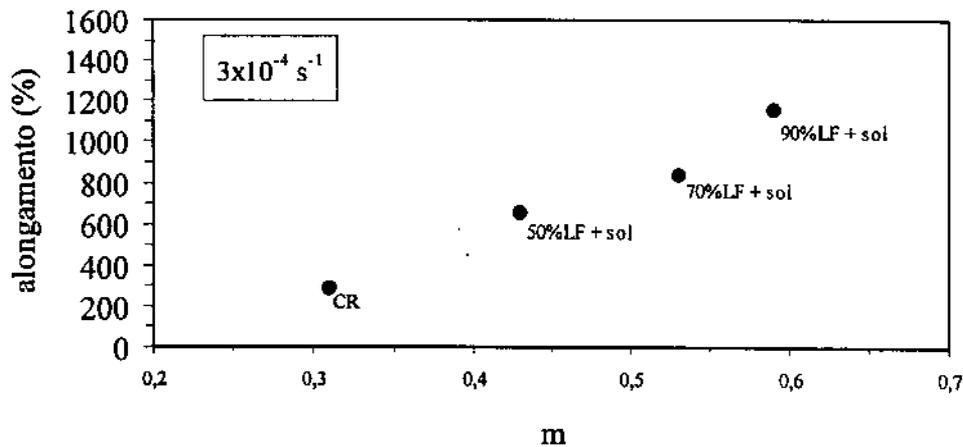


Figura 5.65 - Alongamento em função do valor de m , materiais solubilizados e material como recebido.

Para avaliar a qualidade dos resultados obtidos, é interessante compará-los com os disponíveis na literatura. Porém, para a liga em questão, foram encontradas somente dois trabalhos, sendo os dois de autoria de Maehara^(4,57). O primeiro refere-se a um estudo comparativo feito com três aços diferentes. O melhor resultado obtido foi um alongamento da ordem de 500% num material solubilizado a 1300°C e deformado a frio 50%. As condições de ensaio foram as seguintes: temperatura 900°C e taxa de deformação $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. O segundo trabalho é uma patente requerida pela empresa Sumitomo Metal Industries de Osaka, Japão. Nesta patente, Maehara afirma que o mesmo aço, submetido ao mesmo tratamento termomecânico pode atingir 480% de alongamento quando ensaiado a 950°C com uma taxa de deformação de $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Comparando com o resultado obtido pelo material deformado a frio 50% bruto de laminação, verifica-se que o material de Maehara é superior, pois conseguiu praticamente o mesmo alongamento, porém com uma taxa de deformação uma ordem de grandeza superior. Contudo, é importante lembrar o efeito da composição química, pois 1300°C para o aço utilizado por Maehara equivale a 1380°C para o aço do presente trabalho, de tal forma que não seria uma comparação muito boa, mas sim aquela que é possível de ser feita, em virtude da escassez de trabalhos publicados sobre o referido material.

Pelas observações feitas acima, verifica-se que aspecto interessante do presente estudo encontra-se na utilização de outros tratamentos termomecânicos possíveis para o aço em questão, tendo inclusive como resultado valores bem mais altos de alongamento. O maior valor de alongamento obtido no presente trabalho (1508 %) pode ser comparado com os valores alcançados por Maehara⁽⁶⁾ e Osada⁽⁷⁾ testando o aço 2507 (25% Cr - 6,5% Ni - 3% Mo - 0,14% N). O primeiro conseguiu 2500%, ensaiando o material a 950°C numa taxa de deformação $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e o segundo alcançou 3000%, ensaiando o material a 1000°C numa taxa de deformação $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Tal comparação é possível se for levada em conta a diferença de composição química entre os dois materiais, pois o aço do presente estudo tem menos elementos de liga, o que o torna menos dispendioso e mais fácil de processar.

Como ilustração, são apresentados nas figuras 5.66 a 5.68 os corpos-de-prova após os ensaios de tração a quente, em comparação com um não ensaiado.

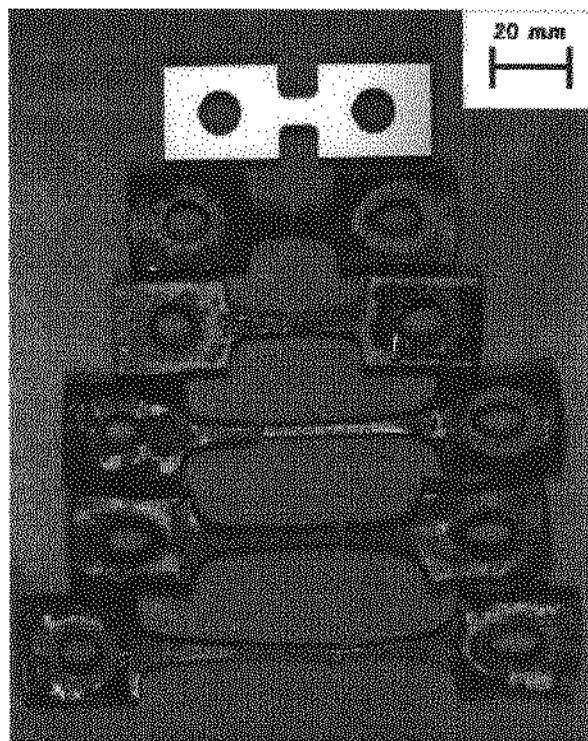


Figura 5.66 - Corpos-de-prova dos materiais brutos de laminação após ensaio de tração a quente (980°C) com taxa de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. De cima para baixo: CP antes do ensaio, material como recebido, material deformado a frio 50%, material deformado a frio 70%, material deformado a frio 90% e material deformado a frio 80%.

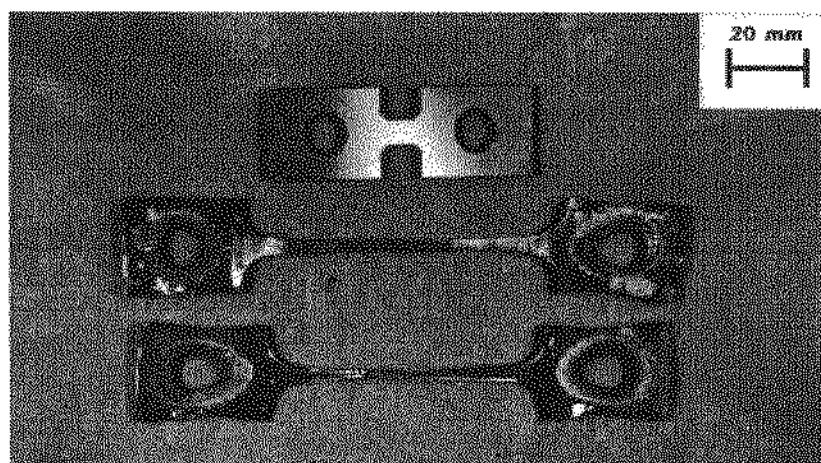


Figura 5.67 - Corpos-de-prova do material deformado a frio 80% após ensaio de tração a quente (980°C) com duas taxas de deformação. De cima para baixo: CP antes do ensaio, material ensaiado a $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e material ensaiado a $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

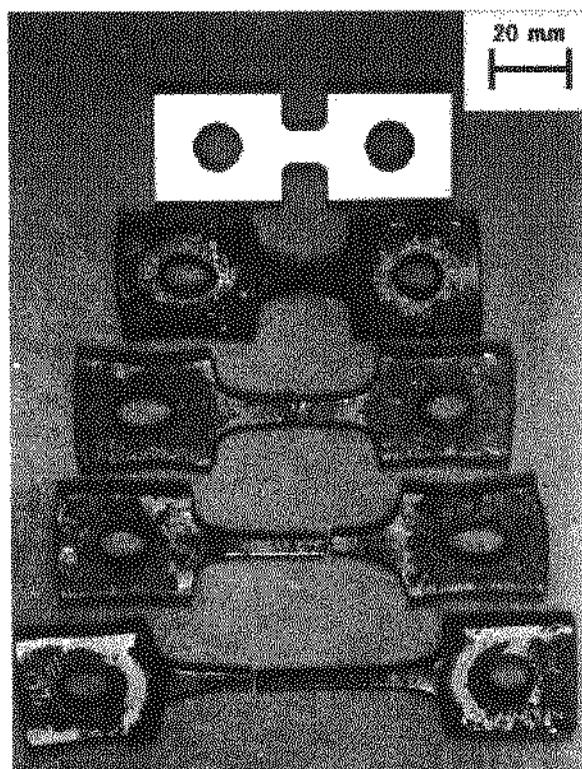


Figura 5.68 - Corpos-de-prova dos materiais solubilizados após ensaio de tração a quente (980°C) com taxa de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. De cima para baixo: CP antes do ensaio, material como recebido, material deformado a frio 50%, material deformado a frio 70%, material deformado a frio 90% .

5.3.2 Uniformidade de deformação

Uma outra forma de avaliar a superplasticidade é a medida da uniformidade de deformação ⁽⁴⁹⁾. A princípio, tal medida deve estar relacionada com o valor de m , pois quanto maior este valor, maior a resistência do material à formação de estrição ^(11,13,49). Isto equivale a dizer que um material com deformação localizada deve possuir um valor baixo de m . As medidas que serão mostradas a seguir (figuras 5.69 a 5.71) foram feitas para confrontar o valor de m com a uniformidade de deformação.

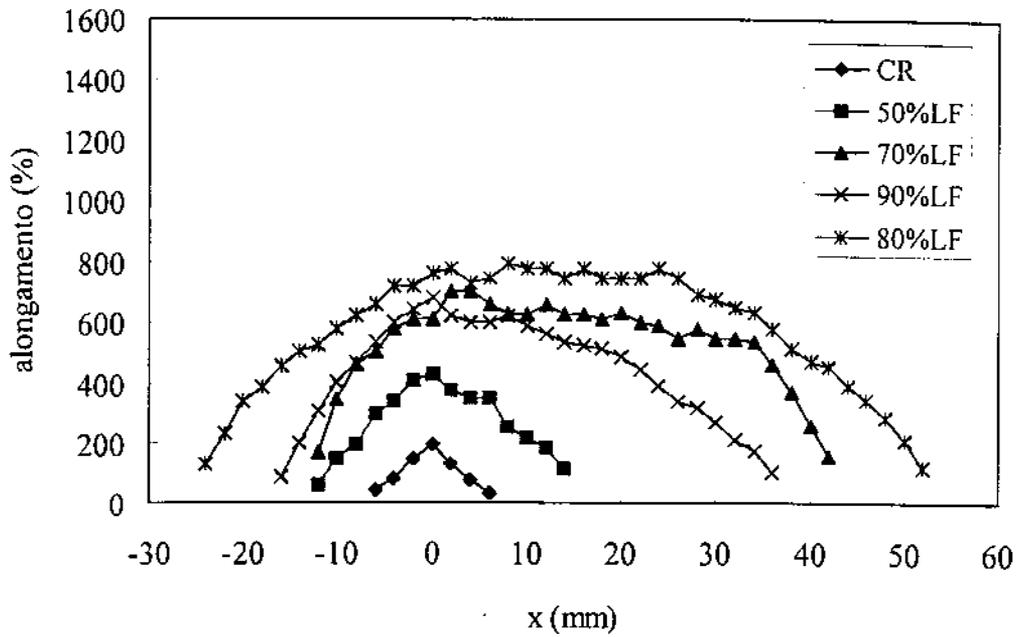


Figura 5.69 - Variação do alongamento ao longo da região útil do corpo-de-prova para os materiais brutos de laminação, ensaiados a quente (980°C) na taxa $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

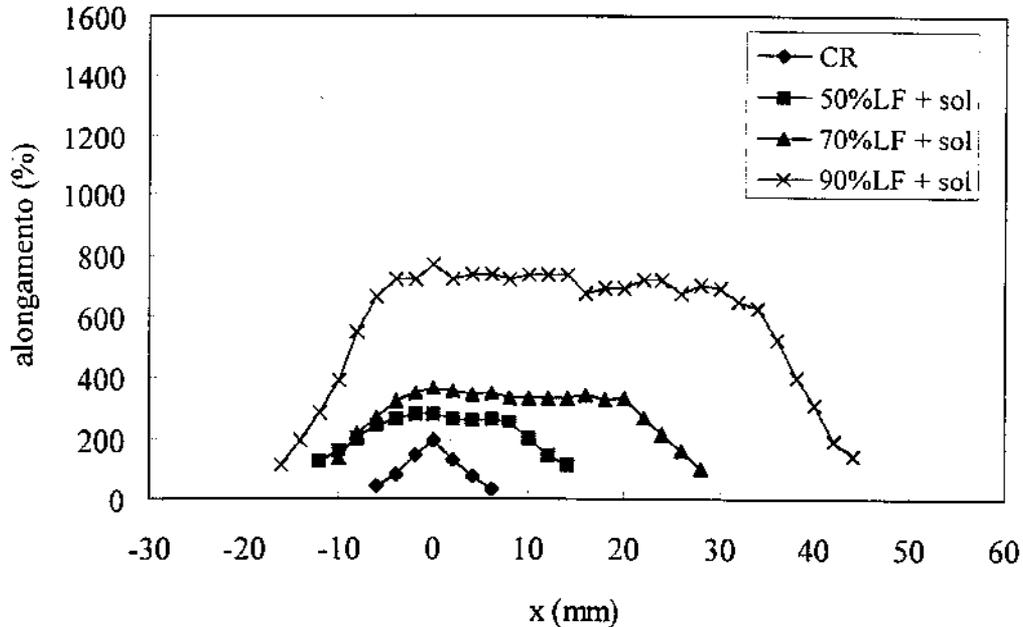


Figura 5.70 - Variação do alongamento ao longo da região útil do corpo-de-prova para os materiais solubilizados, ensaiados a quente (980°C) na taxa $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

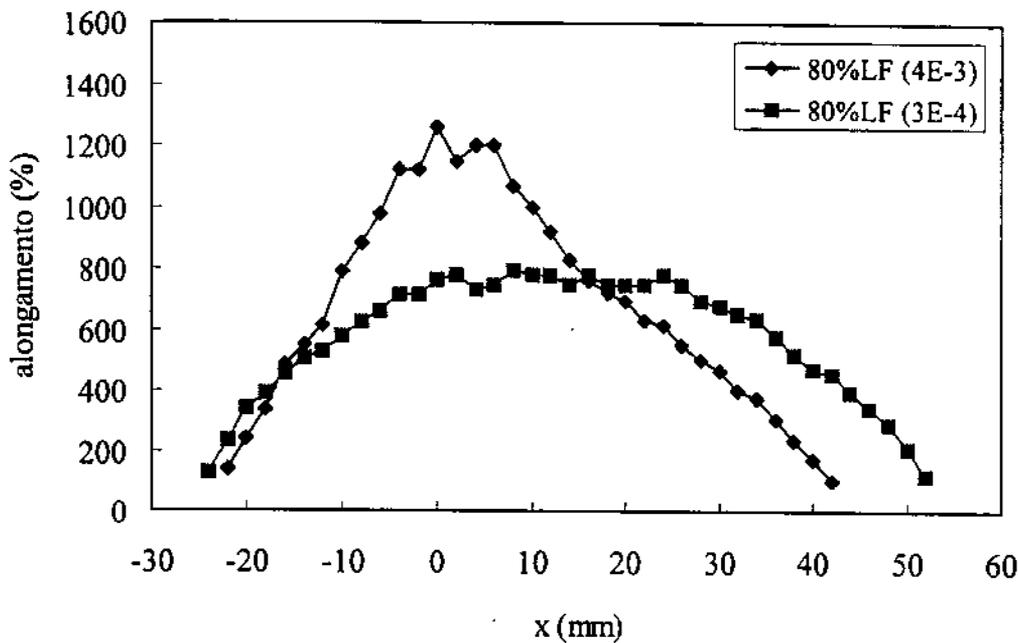


Figura 5.71 - Variação do alongamento ao longo da região útil do corpo-de-prova para os materiais deformados a frio 80% e ensaiados a quente (980°C) nas taxas de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Observando a figura 5.69, verifica-se que os materiais com maior valor de alongamento possuem uma deformação mais homogênea. Apesar de quantificado o alongamento a cada 2 mm, o critério para comparar dois materiais é de certa forma subjetivo. Quanto mais o formato da curva se aproximar de um triângulo, menos uniforme é a deformação, por outro lado, quanto mais o formato da curva se aproximar de um trapézio, ou retângulo, mais uniforme é a deformação. Sob essa ótica, verifica-se que o material como recebido é o pior deles e o material deformado 80% a frio, o melhor. Este fato foi também comprovado pelos valores de m . Comparando os materiais deformados 70% e 90% a frio, nota-se novamente uma discrepância em relação ao valor de m , pois o material deformado 90% tem um valor de m maior. O motivo para isto é que, provavelmente, o valor de m neste último mudou durante o ensaio, atingindo valores mais baixos que o do material deformado 70%. Este fato deve estar ligado com variação microestrutural durante o ensaio, que é demasiado longo, cerca de 9 a 10 horas.

Comparando a figura 5.70 com a figura 5.69, verifica-se que apesar dos valores mais baixos de alongamento, os materiais solubilizados após deformação apresentam uma homogeneidade de deformação maior que os materiais brutos. Isto revela uma maior estabilidade estrutural nos materiais solubilizados. Convém notar a diferença que existe entre o material deformado 90% bruto e o material deformado 90% solubilizado.

Com relação aos resultados da figura 5.70, comparando os materiais entre si, verifica-se uma coerência com os valores de m obtidos em cada caso. Quanto maior o valor de m , mais homogênea a deformação.

Na figura 5.71, são comparados os resultados obtidos pelo material deformado 80% em duas taxas de deformação. Novamente, o resultado obtido está de acordo com os valores de m , ou seja, na maior taxa de deformação, o valor de m é menor e a uniformidade de deformação também.

5.3.3 Microestrutura resultante

Foram feitas micrografias dos materiais após o ensaio de tração a quente. A seguir, nas figuras 5.72 a 5.84, tais micrografias serão apresentadas e discutidas em função dos resultados obtidos anteriormente.

A microestrutura resultante após o ensaio de tração no material como recebido pode ser vista na figura 5.72. Trata-se de uma estrutura duplex $\alpha + \gamma$ com fases alongadas e traços de fase σ (pontos escuros em alguns contornos de fases). Este fato confirma a hipótese de que o material de partida não é superplástico, pois em regime superplástico a microestrutura resultante fica praticamente equiaxial, como resultado do mecanismo de deformação por escorregamento de grãos^(11,31,36,41,46,49).

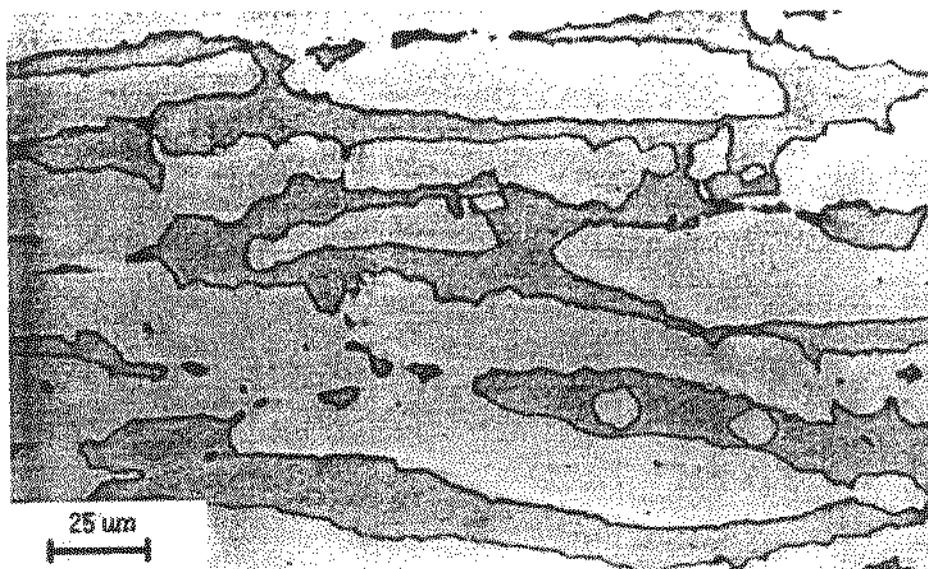


Figura 5.72 - Micrografia do material como recebido após ensaio de tração a quente, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

Como se observa nas figuras seguintes, em todos os materiais deformados a frio, a estrutura resultante foi equiaxial e mais refinada que aquela do material de partida. Comparando os materiais entre si, não se pode avaliar ao certo o efeito do grau de deformação no tamanho de grão, pois as microestruturas variaram de caso a caso.

Através das variações, porém, verifica-se uma grande influência do tratamento termomecânico prévio na quantidade e morfologia da fase sigma¹. Um bom exemplo disso é a comparação entre as figuras 5.73 e 5.80, nota-se que na microestrutura do material bruto deformado 50% a frio há ocorrência de uma decomposição da ferrita (fase escura) em austenita e sigma (aparência de um microconstituente eutetóide), enquanto que o material solubilizado não apresenta tal morfologia e quantidade, aparecendo somente traços de sigma.

¹ Convém lembrar que o ensaio de tração a quente foi realizado a 980°C, apesar de elevada a temperatura, pode ainda ocorrer a precipitação da fase sigma, pois os ensaios de tração são demorados, geralmente empregam tempos superiores a 4 horas.

Um outro aspecto observado foi que a partir de 70% de deformação a frio, material bruto (figura 5.75) ou solubilizado (figura 5.82), a microestrutura resultante foi praticamente a mesma, ou seja, uma mistura de austenita (fase clara) e fase sigma (fase mais escura) de morfologia lamelar eutetóide (ver detalhes na figura 5.83), além disso há a ocorrência de cavidades. Com relação a fase sigma, há basicamente dois motivos para a sua ocorrência, o primeiro refere-se ao efeito do grau de deformação, pois a deformação, tanto a quente como a frio acelera a cinética de precipitação de sigma^(22,26) e o segundo refere-se ao tempo prolongado do ensaio, pois no aço em questão, entre 950°C e 1000°C a fase sigma demora de 3 a 4 horas para precipitar⁽²¹⁾. Desta forma, espera-se que os materiais com maior grau de deformação tenham uma precipitação de sigma mais precoce que os materiais menos deformados. Tal raciocínio é também aplicável na comparação entre os materiais brutos e solubilizados, pois os solubilizados tem sua energia de deformação aliviada pelo tratamento.

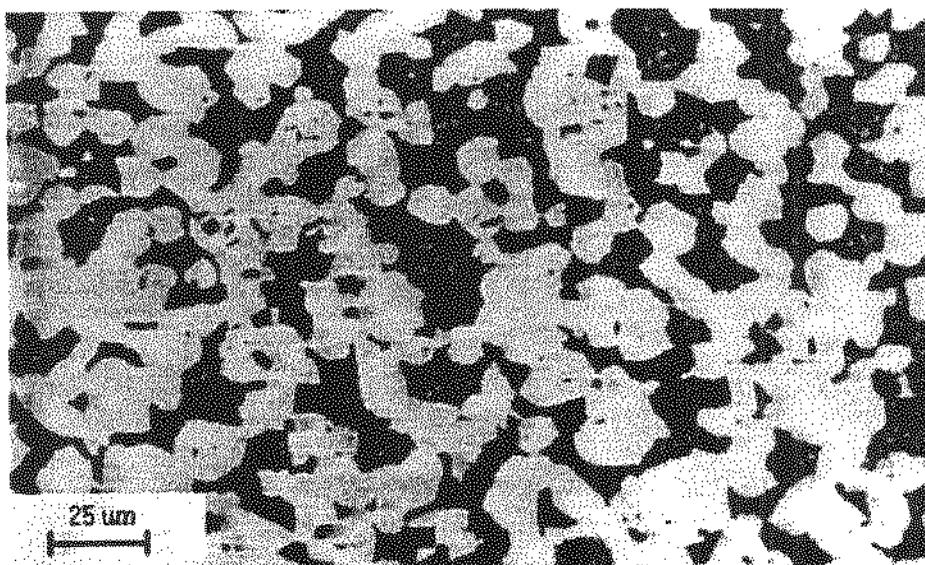


Figura 5.73 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 50% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal longe da superfície de fratura. Ataque KOH 10N eletrolítico.

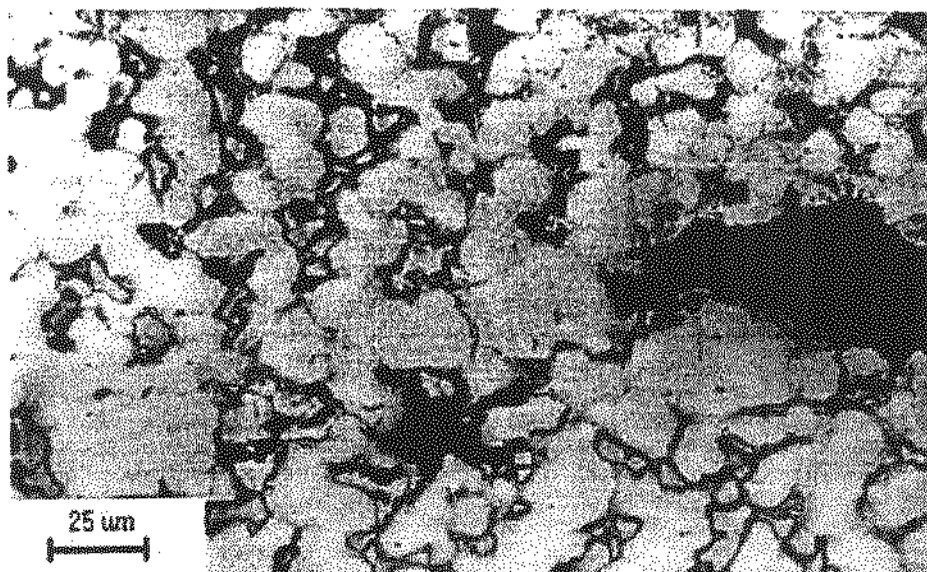


Figura 5.74 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 50% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal próxima da superfície de fratura. Ataque KOH 10N eletrolítico.

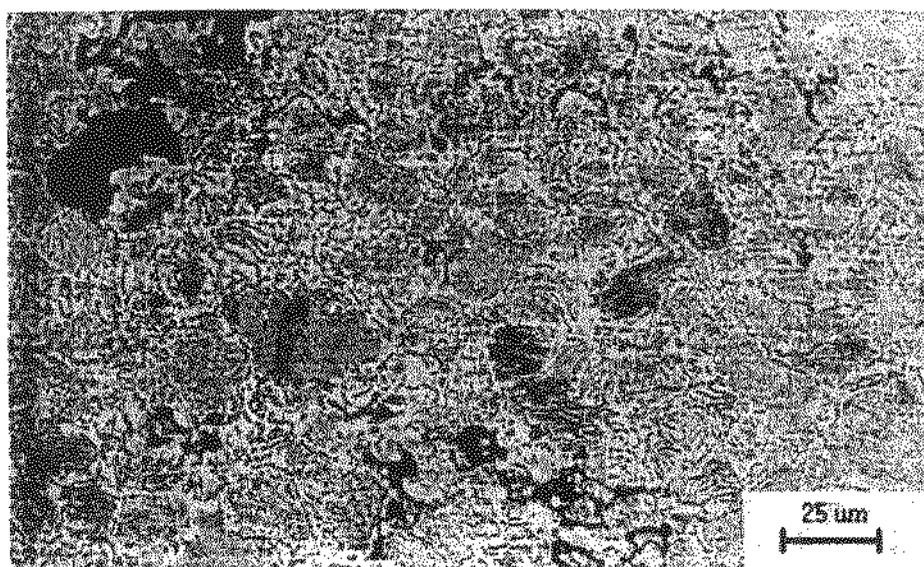


Figura 5.75 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 70% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

Em relação à fase sigma, há ainda três observações muito importantes. A primeira refere-se a ocorrência acentuada desta fase nas proximidades da região da fratura nos materiais deformados 50% a frio, tanto bruto como solubilizado (figuras 5.74 e 5.81). A segunda refere-se ao material deformado 80% a frio bruto de laminação, pois verifica-se comparando as figuras 5.78 e 5.79 que no ensaio mais rápido, utilizando a taxa de deformação de $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, correspondente a 55 minutos, a quantidade de sigma foi bem menor do que no ensaio mais demorado utilizando a taxa de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, onde se gastou 14 horas para terminar o ensaio. A terceira é decorrência de um acidente em um dos ensaios de tração, trata-se do material bruto de laminação deformado 70% onde a experiência foi interrompida antes da ruptura devido à má escolha do curso do pistão da máquina MTS. É possível verificar que até 960% de alongamento (figura 5.76), a quantidade de fase sigma é muito menor do que após a falha com 1165% (figura 5.75). Todas estas observações levam à formulação da hipótese de que a fase sigma deve auxiliar o processo de falha do material, ou seja, quando presente seu efeito é prejudicial à superplasticidade. A princípio, tal pressuposição vai contra as afirmações de Maehara^(4-6,52) e Osada^(7,8), porém é interessante lembrar os resultados obtidos por Pulino-Sagradi⁽⁴⁹⁾ em comparação com o material bruto deformado 50% a frio, onde se verifica que no início do ensaio a baixas taxas de deformação os valores de m deste material são bem mais baixos que o anterior. Aparentemente, no início do ensaio, onde ocorre o processo de recristalização⁽⁴⁹⁾, a fase sigma pode ser benéfica, mas após recristalização, tal fase pode contribuir para a falha do material. Para dar suporte a essa afirmação, recorre-se ao trabalho de Smith et al⁽¹⁾, onde ficou provado que partículas duras de carbonitreto de titânio auxiliam a nucleação de cavidades no aço IN 744 (26% Cr - 6,5% Ni - 0,4% Ti). Como a fase sigma é também dura e aparece nos contornos, aparentemente não há razão pela qual o mesmo tipo de mecanismo não ocorra com o aço do presente trabalho.

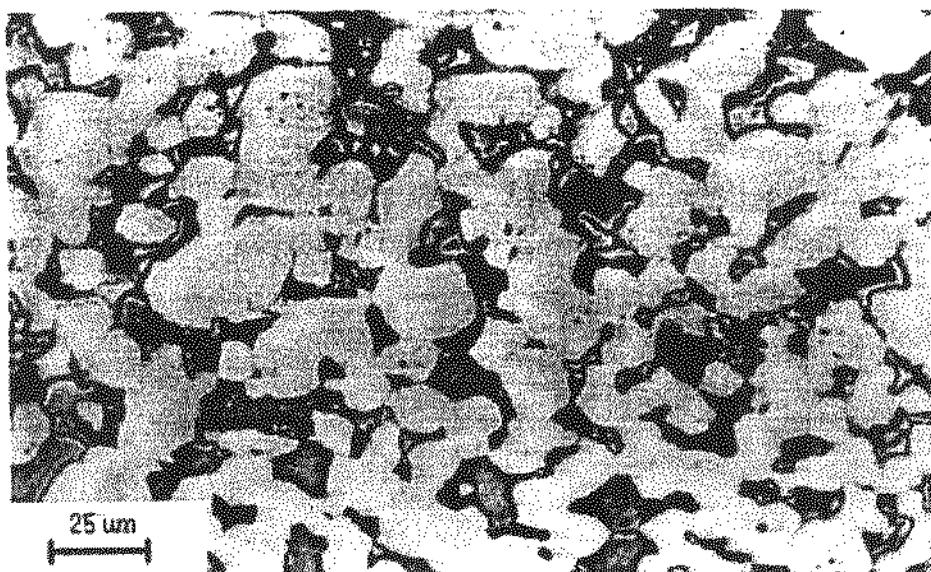


Figura 5.76 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 70% de redução após ensaio de tração a quente na deformação nominal 960%, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

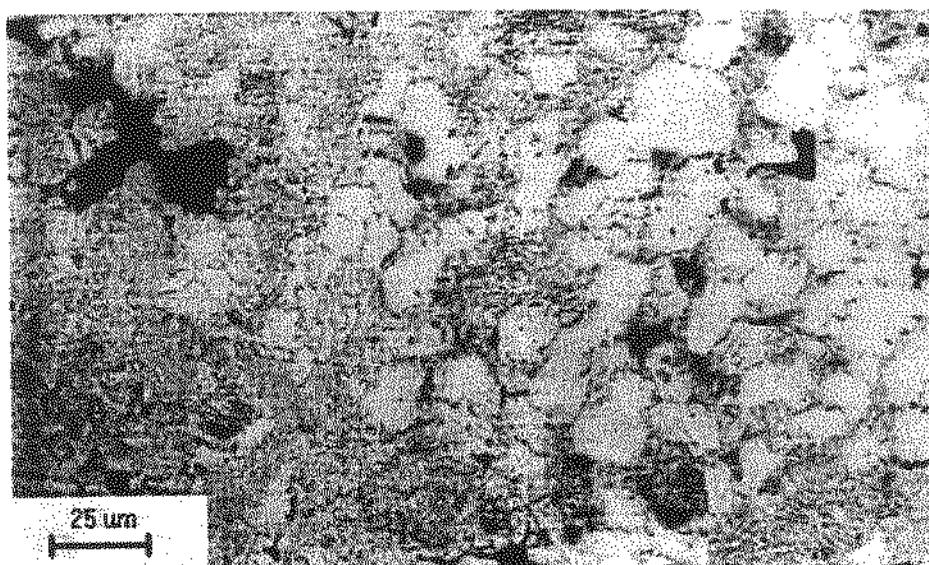


Figura 5.77 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 90% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

Com base na hipótese descrita anteriormente, é possível explicar alguns resultados já discutidos nos itens anteriores.

O primeiro deles diz respeito à falha prematura do material bruto laminado a frio 90%, em relação ao mesmo tipo de material deformado 70%. Como já foi mencionado, o grau de deformação acelera a precipitação de fase sigma. Logo, como esta ocorre mais cedo, a falha também ocorrerá. Para que isto seja verdade considera-se que o efeito do refino de grão foi suplantado pelo efeito da fase sigma. A menor homogeneidade de deformação também se explica pela precipitação prematura de sigma. Quando esta ocorre, o valor de m diminui, abaixando a resistência à formação de pescoço do material. Vale a pena ressaltar ainda que, apesar de possuírem valores mais baixos de m , os materiais solubilizados apresentaram uma homogeneidade de deformação maior. Isto torna claro a influência da fase sigma. Como os materiais solubilizados apresentam uma cinética mais lenta para sigma, a uniformidade da deformação será maior.

O segundo resultado diz respeito à diferença de comportamento entre o material bruto e o solubilizado, ambos com 50% de redução a frio. Vale o mesmo comentário descrito acima, ou seja, a fase sigma precipitando mais rápido contribuiu para a falha prematura do material bruto. Contudo, resta uma dúvida: por que o mesmo não ocorreu com o material deformado 70%? Para responder essa pergunta é necessário fazer um acompanhamento da microestrutura dos dois materiais ao longo do ensaio. Porém, é possível especular que se trata de um compromisso entre tamanho de grão e a precipitação de fase sigma. Por exemplo, o material deformado 50% tem, com ou sem fase sigma, uma estrutura grosseira, portanto a fase sigma só pode contribuir para a falha. O material deformado 90%, quando solubilizado tem uma estrutura extremamente fina, ideal para a superplasticidade, mas quando bruto, propicia a precipitação de grandes quantidades de sigma. O material deformado 70% é um meio termo entre os dois casos, ou seja, a quantidade de sigma é menor durante o ensaio, comparando com o material deformado 90%, mas o tamanho das fases pode ser menor do que o material solubilizado, compensando o efeito de sigma, diferentemente do que ocorre com o material deformado 90%.

Convém mencionar ainda o caso do material deformado a 80% e a pequena diferença de alongamento entre os dois ensaios ($3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$). O resultado estranho é relativo ao ensaio lento, que deveria atingir um valor muito mais alto de alongamento. Isto só não ocorreu porque houve precipitação de fase sigma (devido à temperatura e ao tempo do ensaio), levando à fratura prematura do material.

Com relação ao material deformado 80% a frio, vale a pena salientar uma outra observação importante, com relação a cavidades, o corpo-de-prova ensaiado a $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (figura 5.79) apresentou quantidade e dimensões das mesmas muito menores do que o corpo-de-prova ensaiado a $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (figura 5.78). Este fato está de acordo com os resultados do trabalho de Smith et al⁽¹⁾, onde verificaram que o aumento da taxa de deformação leva a uma diminuição da quantidade de cavidades para o aço IN 744. Isto tem uma grande importância tecnológica, pois material com cavidades tem seu campo de aplicação restringido.

Outra consequência do ensaio realizado a $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ é o tempo do ensaio, cerca de 55 minutos para 1460%. Considerando que na prática nem sempre é necessário deformar o material até esse valor, é possível considerar esta condição de fabricação como viável industrialmente.

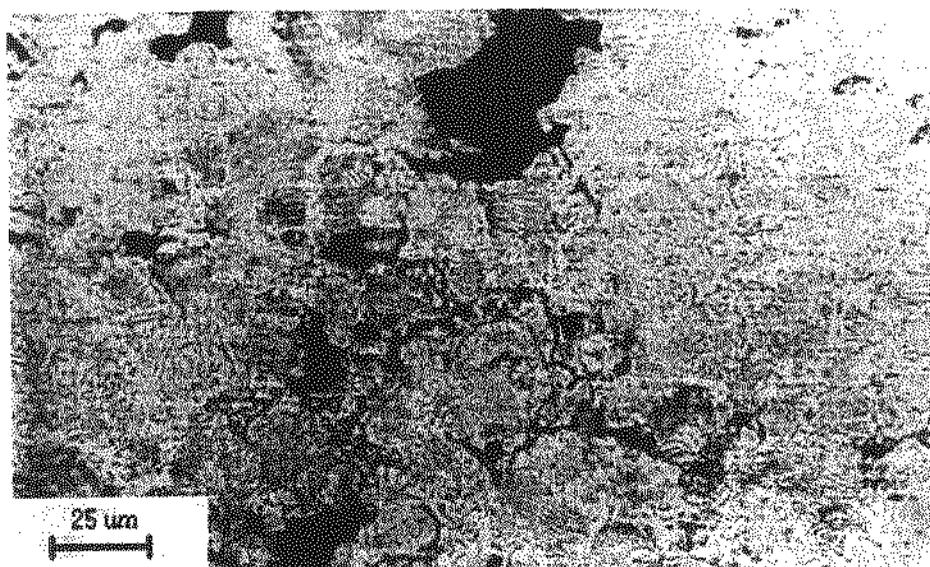


Figura 5.78 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 80% de redução após ensaio de tração a quente com taxa de deformação $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

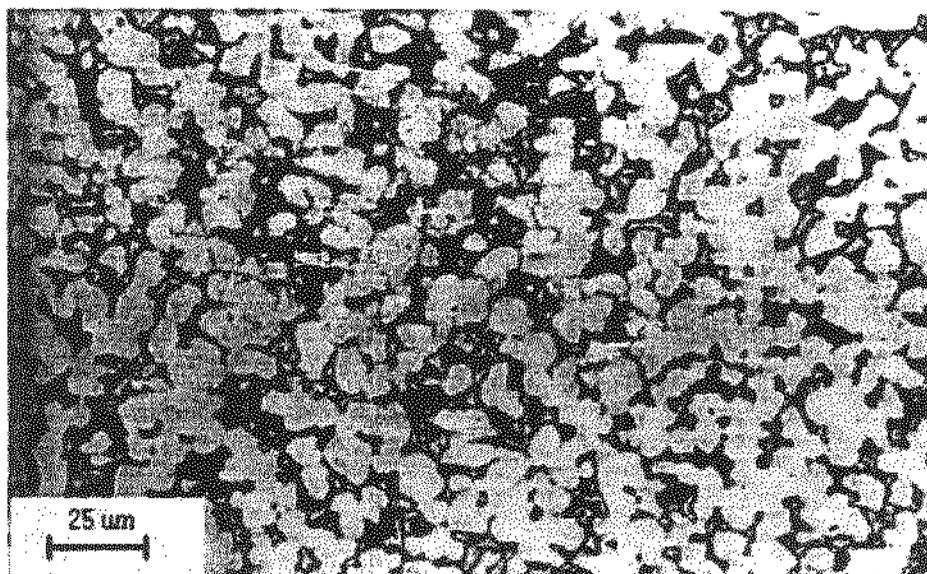


Figura 5.79 - Micrografia do material bruto de laminação deformado a frio com 80% de redução após ensaio de tração a quente com taxa de deformação $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

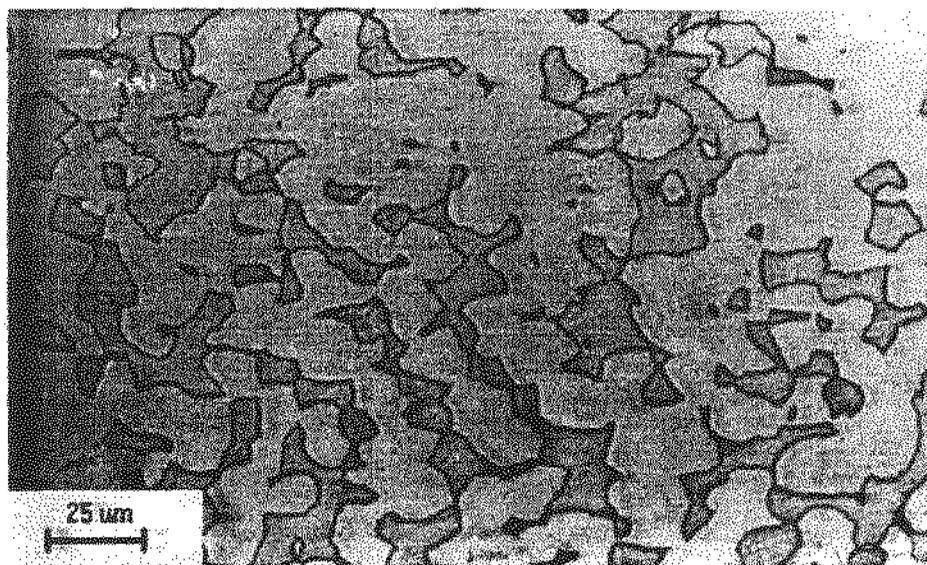


Figura 5.80 - Micrografia do material solubilizado deformado a frio com 50% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal longe da superfície de fratura. Ataque KOH 10N eletrolítico.

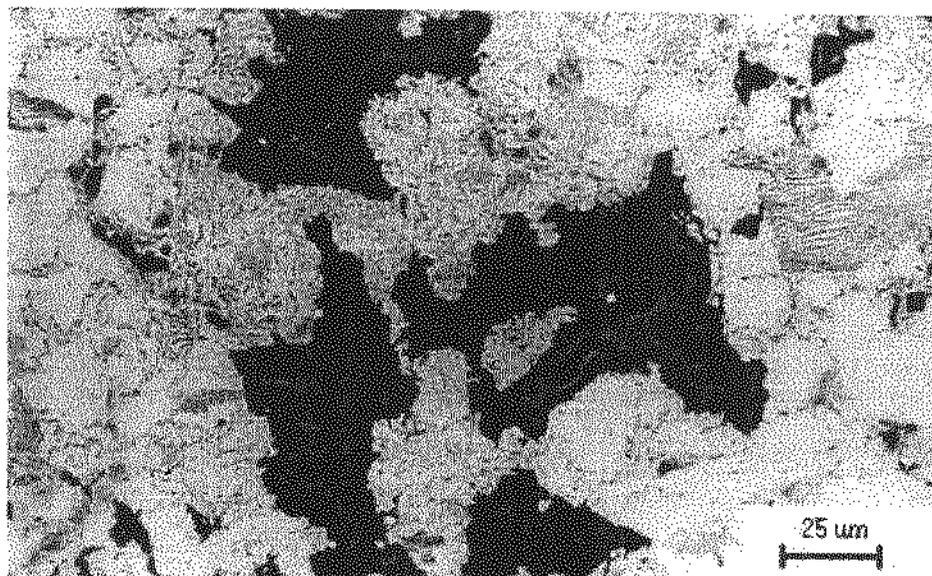


Figura 5.81 - Micrografia do material solubilizado deformado a frio com 50% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal próxima da superfície de fratura. Ataque KOH 10N eletrolítico.

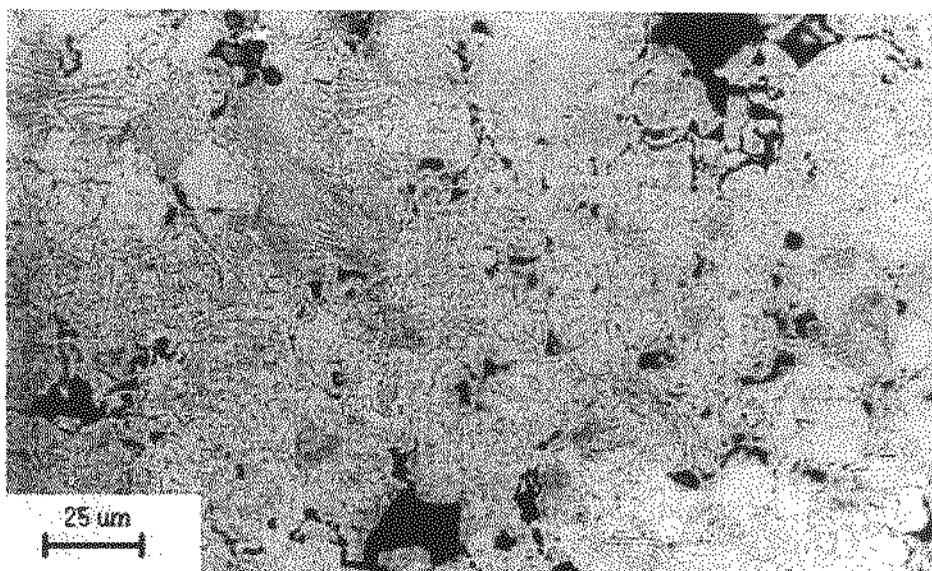


Figura 5.82 - Micrografia do material solubilizado deformado a frio com 70% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

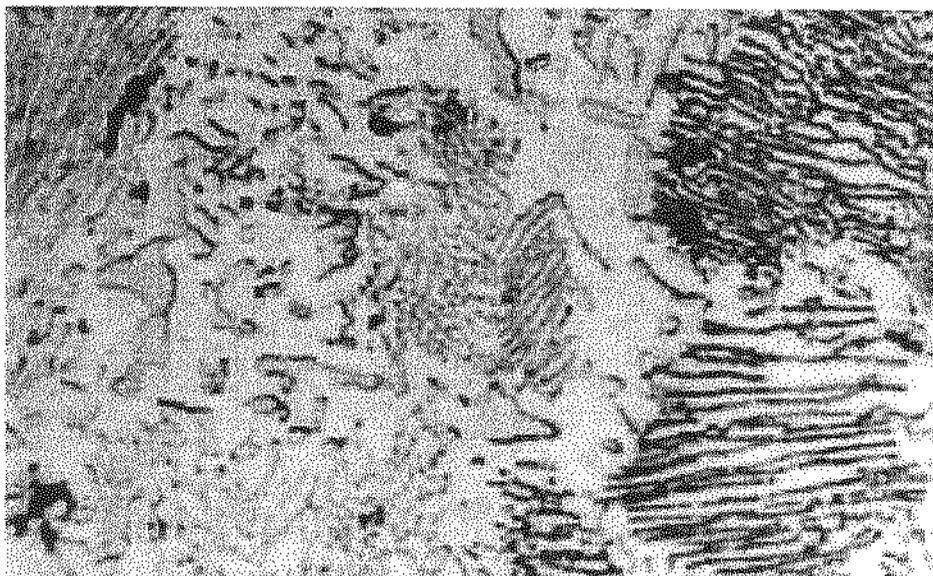


Figura 5.83 - Micrografia do material solubilizado deformado a frio com 70% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

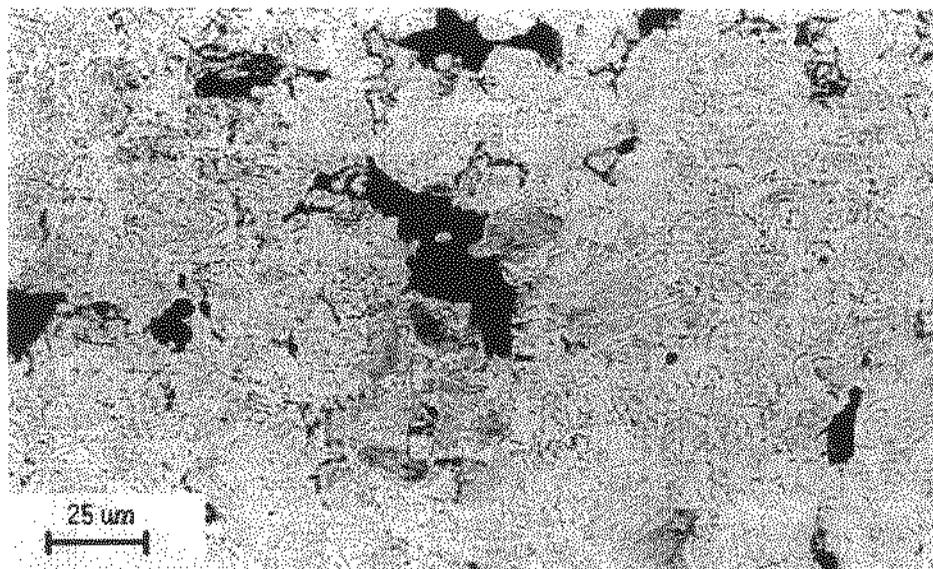


Figura 5.84 - Micrografia do material solubilizado deformado a frio com 90% de redução após ensaio de tração a quente, posição longitudinal. Ataque KOH 10N eletrolítico.

CAPÍTULO 6

CONCLUSÕES

A seguir serão apresentadas as principais conclusões obtidas pelo desenvolvimento do presente trabalho. Serão abordados dois aspectos básicos da pesquisa. O primeiro refere-se à obtenção de uma estrutura refinada. O segundo trata da influência da microestrutura de partida ou tratamento termomecânico sobre a superplasticidade.

Obtenção da estrutura refinada:

- Embora o grau de superplasticidade atingido não seja elevado, evidencia-se que o tratamento de solubilização no campo bifásico propicia um refino microestrutural no material deformado a quente.
- Os tratamentos termomecânicos envolvendo deformação a frio a partir de materiais solubilizados em alta temperatura produzem um refino microestrutural mais eficaz que o processo de deformação a quente.
- O aumento do grau de redução a frio provoca um refino microestrutural mais eficaz.
- A temperatura de solubilização afeta consideravelmente a microestrutura final do material. Quanto mais alta esta temperatura, mais homogênea será a microestrutura obtida.

Influência tratamento termomecânico (microestrutura) sobre a superplasticidade:

- De forma geral, tanto nos materiais brutos de laminação quanto nos laminados e solubilizados verificou-se que um maior grau de redução implica um menor tamanho das fases presentes no material e, portanto, maiores alongamentos, homogeneidade da deformação e valores de m .
- Além disso, quanto mais fina a estrutura, maior é a taxa de deformação que se pode utilizar na obtenção de um valor de m igual a 0,5. Isto significa que ao se refinar a estrutura, o material torna-se mais superplástico em taxas de deformação maiores.
- Não só o tamanho das fases, mas também a homogeneidade da microestrutura tem influência sobre a superplasticidade: o material solubilizado a 1380°C e laminado a 80% mostrou-se mais superplástico (em termos de m e alongamento) do que o material solubilizado a 1300°C e laminado com um grau de redução maior (90%), pois a estrutura deste último, apesar de mais fina, é mais heterogênea, apresentando fases alongadas de austenita dispersas na microestrutura.
- A mudança microestrutural importante que ocorreu durante o ensaio foi a precipitação de fase sigma, responsável pela queda na superplasticidade especialmente durante os ensaios mais longos efetuados para avaliação do alongamento.
- Os materiais laminados a frio (brutos ou posteriormente solubilizados) apresentam valores de m superiores aos laminados a quente.

- Verificou-se que em todos os casos o tratamento de solubilização após deformação diminui a superplasticidade do material (em termos de m). Isto é atribuído ao maior tamanho das fases do material solubilizado. Por outro lado, o tratamento de solubilização após deformação resulta em deformações superplásticas mais homogêneas, devido à estrutura também mais homogênea conseguinte deste tratamento e pela cinética mais lenta de precipitação de fase σ .
- Do ponto de vista científico, o melhor comportamento superplástico foi alcançado com o material deformado a frio 80%, que apresentou para 980°C e taxa de deformação de $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ uma deformação homogênea ao lado de um valor de m igual a 0,64 e alongamento de 1500%.
- Do ponto de vista tecnológico, o melhor comportamento foi alcançado também com o material deformado a frio 80% ensaiado a 980°C, mas em uma taxa de deformação uma ordem de grandeza maior, $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Neste caso, o valor de m igualou-se a 0,49 e o alongamento atingiu 1460%.

CAPÍTULO 7

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Procura pelas condições ótimas de processamento da matéria prima, aço 2205, em conjunto com as melhores condições de ensaio. Como ponto de partida, testar um material solubilizado a 1380°C deformado 90% a frio em temperaturas mais altas, ao redor de 1050°C.
- Estudo da evolução microestrutural durante o ensaio de tração a quente, visando determinar quando e sob que condições a fase sigma precipita e começa a nuclear cavidades.
- Avaliar as propriedades mecânicas e resistência à corrosão dos diferentes materiais obtidos pela conformação superplástica.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1-SMITH, C.I., NORGATE, B., RIDLEY, N. Superplastic deformation and cavitation in a microduplex stainless steel. **Metal Science**, London, v.10, n.5, p.182-188, May, 1976.
- 2-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.
- 3-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.
- 4-MAEHARA, Y. Superplasticity of δ -ferrite/austenite duplex stainless steels. **Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan**, Tokyo, v.25, N..., p.69-76, 1985.
- 5-MAEHARA, Y. Superplastic deformation mechanism of δ/γ duplex stainless steels. **Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan**, Tokyo, v.27, N..., p.705-712, 1987.
- 6-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.
- 7-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.
- 8-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.
- 9-MAEHARA, Y. High strain rate superplasticity of a 25 %Cr - 7% Ni - 3%Mo - 0.14%N duplex stainless steel. **Metallurgical Transactions**, New York, v.22A, n.5, p.1083-1091, May, 1991.

- 10-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.
- 11-COURTNEY, T.H. **Mechanical behavior of materials**. New York : McGraw-Hill, 1990. Cap. 7, p.295-309.
- 12-RIDLEY, N. Superplastic microstructures. **Materials Science and Technology**, London, v.6, n.11, p.1145-1156, Nov. 1990.
- 13-EDINGTON, J.W., MELTON, K.N., CUTLER, C.P. Superplasticity. **Progress in Materials Science**, Oxford, v.21, n.2, p.61-158, 1976.
- 14-SNAPE, E., CHURCH, N.L. Microduplex processing of low alloy steels. **Journal of Metals**. New York, v.24, p.23-29, Jan. 1972.
- 15-MILLER, R.L. Ultrafine-grained microstructures and mechanical properties of alloy steels. **Metallurgical Transactions**. New York, v.3A, p.905-912, Apr. 1972.
- 16-GIBSON, R. Structure and constitution of wrought microduplex stainless steels. In: PECKNER, D., BURNSTEIN, I.M. (ed) **Handbook of stainless steels**. New York: McGraw-Hill, 1977. Cap. 8, p.8.1-8.22.
- 17-HORNBOGEN, E. , KÖSTER, V. Recrystallization of two-phase alloys. In: HAESSNER, F. (ed) **Recrystallization of metallic materials**. Stuttgart: Dr. Riederer Verlag, 1978. Cap. 8, p.159-193.
- 18-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.
- 19-NILSSON, J.-O. Super duplex stainless steels. **Materials Science and Technology**, London, v.8, n.8, p.685-700, Aug. 1992.
- 20-REICK, W., POHL, M., PADILHA, A.F. O desenvolvimento dos aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex. **Metalurgia e Materiais ABM**, São Paulo, v.48, n.409, p.551-563, Set. 1992.
- 21-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.
- 22-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.

- 23-KOBAYASHI, D.Y. **Efeito da fase sigma na resistência à corrosão por pite de aços inoxidáveis duplex**. São Paulo: EPUSP, USP, 1995. Tese (Doutorado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 1995. p.1-21.
- 24-PRYCE, L., ANDREWS, K.W. Practical estimation of composition balance and ferrite content in stainless steels. **Journal of the Iron and Steel Institute**, London, v. 195, part 4, p.415-417, Aug. 1960.
- 25-HERBSLEB, G., SCHWAAB, P. Precipitation of intermetallic compounds, nitrides and carbides in AF 22 duplex steel and their influence on corrosion behavior in acids. In: DUPLEX STAINLESS STEELS CONFERENCE, 1., St. Louis, Oct. 25-28, 1982. **Proceedings...** Metals Park : American Society for Metals, 1983, p. 15-40.
- 26-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.
- 27-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.
- 28-REDJAIMIA, A., METAUER, G., GANTOIS, M. Decomposition of delta ferrite in a Fe-22Cr-5Ni-3Mo-0.03C duplex stainless steel: a morphological and structural study. In: DUPLEX STAINLESS STEELS CONFERENCE. 5., Beaune, Oct. 28-30, 1991. **Proceedings...** Beaune:Les Éditions de Physique, 1991. p.119-126.
- 29-KRAUSS, G. **Steels: Heat treatment and processing principles**. Materials Park - Ohio: ASM, 1990. Cap.10: Stainless steels. p.351-399.
- 30-KRAUSS, G. **Steels: Heat treatment and processing principles**. Materials Park - Ohio: ASM, 1990. Cap.13: Tool steels. p.351-399.
- 31-CHOKSI, 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.
- 32- LANGDON, T.G. The physics of superplastic deformation. **Materials Science and Engineering**, Lausanne, v.137A, n.1-2, p.1-11, May15, 1991.
- 33-SHERBY, O.D. Advances in superplasticity and in superplastic materials. **ISIJ International**. Tokyo, v.29, n.8, p.698-716, Aug. 1989.
- 34-HAYDEN, H.W., FLOREEN, S., GOODELL, P.D. The deformation mechanisms of superplasticity. **Metallurgical Transactions**, New York, v.3A, n.4, p.833-842, April, 1972.

- 35-LANGDON, T.G. The mechanical properties of superplastic materials. **Metallurgical Transactions**, New York, v. 13A, n.5, 689-701, May, 1982.
- 36-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.
- 37-JOHNSON, R.H. Superplasticity. **Metallurgical Reviews**, London, v.15, p. 115-134, 1970.
- 38- HAYDEN, H.W., GIBSON, R.C., BROPHY, J.H. Superplastic metals. **Scientific American**, New York, v.220, n.3, p.28-35, March, 1969.
- 39- 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 .
- 40- DIETER, G.E. **Mechanical Metallurgy**, 2.ed. New York : McGraw-Hill, 1988. Cap. 13: Creep and stress rupture, p.451-489.
- 41-ALDEN, T.H. The origin of superplasticity in the Sn-5%Bi alloy. **Acta Metallurgica**, New York, v.15, n.3, p.469-480, March, 1967.
- 42-BALL, A., HUTCHISON, M.M. Superplasticity in the aluminium-zinc eutectoid. **Metal Science Journal**, London, v.3, p.1-7, Jan. 1969.
- 43-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.
- 44-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.
- 45-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.
- 46-GEÇKINLI, A.E. Grain boundary sliding model for superplastic deformation. **Metal Science**, London, v.17, n.1, p.12-18, Jan. 1983.
- 47- 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, July15, 1993.
- 48-ASHBY, M.F, VERRALL, R.A. Diffusion-accommodated flow and superplasticity. **Acta Metallurgica**, Belfast, v.21, n.2, p.149-163, Feb. 1973.

- 49-PULINO-SAGRADI, D. **Superplasticidade de um aço inoxidável duplex.** Campinas: FEM, UNICAMP, 1996. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1996.
- 50-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.
- 51- EVANS, A.G., RAWLINGS, R.D. The thermally activated deformation of crystalline materials. **Physica Status Solidi**, Berlin, v.34, p.9-29, 1969.
- 52-MAEHARA, Y., LANGDON, T.G. Superplasticity of steels and ferrous alloys. **Materials Science and Engineering**, Lausanne, v.128A, n.1, p.1-13, Aug.15, 1990.
- 53-SOYLU, B., HONEYCOMBE, R.W.K. Microstructural refinement of duplex stainless steels. **Materials Science and Technology**, London, v.7, p.137-145, Feb. 1991.
- 54-PADILHA, A.F., AMBRÓZIO, F., F. **Técnicas de análise microestrutural.** São Paulo : Hemus Ed., 1985. p.113-137.
- 55-ROYET, J.P. Stereology: a method for analyzing images. **Progress in Neurobiology**, CIDADE, v.37, p.433-474, 1991.
- 56-SATO, E., KURIBAYASHI, K. On the mechanism of internal stress superplasticity. **Materials Science Forum**, Aedermannsdorf, v.170-172, p.89-94, 1994.
- 57-SUMITOMO METAL INDUSTRIES LTD, Osaka - Japan, Yasuhiro Machara, Yoshio Tarutani. **Hot working method for producing a superplastic ferrous duplex-phase alloy.** U.S. Patent 4,812,177. 25 jan 1988. **Official Gazete**, Washington D.C., 14 mar 1989.
- 58-LANGDON, T.G. Fracture processes in superplastic flow. **Metal Science**, London, v.16, n.4, p.175-183, April, 1982.

ANEXO 1

Tamanho de fases e fração volumétrica das fases do material como recebido

Tabela A1.1 - Resultados obtidos nas medida de tamanho de fases do material como recebido:

Posição / referência	Interceptos	Aumento	Linha (mm)*	Tamanho de fases (mm)	Média / Desvio padrão
L/L1	7	32	100	446	Comprimento
L/L1	8	32	100	391	
L/L1	12	32	100	260	Média
L/L1	16	32	100	195	
L/L1	14	32	100	223	S
L/L1	12	32	100	260	
L/L1	9	32	100	347	86,8
L/L1	9	32	100	347	
L/L1	16	32	100	195	
L/L1	13	32	100	240	
L/T2	33	125	100	24	Altura
L/T2	25	125	100	32	
L/T2	25	125	100	32	Média
L/T2	27	125	100	30	
L/T2	23	125	100	35	S
L/T2	27	125	100	30	
L/T2	30	125	100	27	3,1
L/T2	24	125	100	33	
L/T2	27	125	100	30	
L/T2	28	125	100	29	
T/T1	22	125	100	36	Largura
T/T1	21	125	100	38	
T/T1	22	125	100	36	Média
T/T1	18	125	100	44	
T/T1	16	125	100	50	S
T/T1	13	125	100	62	
T/T1	22	125	100	36	9,5
T/T1	14	125	100	57	
T/T1	23	125	100	35	
T/T1	19	125	100	42	

(*) Já corrigido pelo aumento da ocular, 10 X

Tabela A1.2 - Resultados obtidos nas medida de fração volumétrica do material como recebido:

n_i	n_i	$V_{V\gamma}(\%)$
285	441	64,6
282	441	64,0
278	441	63,0
275	441	62,4
275	441	62,4
282	441	64,0
292	441	66,2
275	441	62,4
268	441	60,8
254	441	57,6
	Média	62,8
	S	2,3

ANEXO 2

Tamanho de fases do material deformado a quente 80%

Tabela A2.1 - Resultados obtidos nas medida de tamanho de fases do material laminado a quente com 80% de redução em área:

Posição / referência	Interceptos	Aumento	Linha (mm)*	Tamanho de fases (mm)	Média / Desvio padrão
L/L1	6	125	100	133	Comprimento
L/L1	5	125	100	160	
L/L1	6	125	100	133	Média
L/L1	10	125	100	80	166,0
L/L1	4	125	100	200	S
L/L1	5	125	100	160	62,7
L/L1	5	125	100	160	
L/L1	8	125	100	100	
L/L1	3	125	100	267	
L/L1	3	125	100	267	
L/T2	48	125	100	17	Altura
L/T2	53	125	100	15	
L/T2	53	125	100	15	Média
L/T2	58	125	100	14	15,0
L/T2	61	125	100	13	S
L/T2	64	125	100	13	2,0
L/T2	43	125	100	19	
L/T2	46	125	100	17	
L/T2	56	125	100	14	
L/T2	58	125	100	14	
T/T1	10	125	100	80	Largura
T/T1	8	125	100	100	
T/T1	7	125	100	114	Média
T/T1	13	125	100	62	83,5
T/T1	11	125	100	73	S
T/T1	12	125	100	67	18,4
T/T1	8	125	100	100	
T/T1	11	125	100	73	
T/T1	8	125	100	100	
T/T1	12	125	100	67	

(*) Já corrigido pelo aumento da ocular, 10 X

Tabela A2.2 - Resultados obtidos nas medida de tamanho de fases do material laminado a quente com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 15 minutos:

Posição / referência	Interceptos	Aumento	Linha (mm)*	Tamanho de fases (mm)	Média / Desvio padrão
L/L1	12	80	100	104	Comprimento
L/L1	13	80	100	96	
L/L1	11	80	100	114	Média
L/L1	9	80	100	139	
L/L1	12	80	100	104	S
L/L1	12	80	100	104	
L/L1	13	80	100	96	15,8
L/L1	11	80	100	114	
L/L1	16	80	100	78	
L/L1	11	80	100	114	
L/T2	63	80	50	10	Altura
L/T2	58	80	50	11	
L/T2	53	80	50	12	Média
L/T2	49	80	50	13	
L/T2	46	80	50	14	S
L/T2	64	80	50	10	
L/T2	47	80	50	13	1,4
L/T2	51	80	50	12	
L/T2	57	80	50	11	
L/T2	60	80	50	10	
T/T1	12	125	100	67	Largura
T/T1	15	125	100	53	
T/T1	16	125	100	50	Média
T/T1	14	125	100	57	
T/T1	9	125	100	89	S
T/T1	8	125	100	100	
T/T1	14	125	100	57	18,7
T/T1	11	125	100	73	
T/T1	8	125	100	100	
T/T1	11	125	100	73	

(*) Já corrigido pelo aumento da ocular, 10 X

Tabela A2.3 - Resultados obtidos nas medida de tamanho de fases do material laminado a quente com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 30 minutos:

Posição / referência	Interceptos	Aumento	Linha (mm)*	Tamanho de fases (mm)	Média / Desvio padrão
L/L1	11	80	100	114	Comprimento
L/L1	5	80	100	250	
L/L1	7	80	100	179	Média
L/L1	14	80	100	89	150,0
L/L1	6	80	100	208	S
L/L1	9	80	100	139	49,2
L/L1	9	80	100	139	
L/L1	9	80	100	139	
L/L1	12	80	100	104	
L/L1	9	80	100	139	
L/T2	50	80	50	13	Altura
L/T2	47	80	50	13	
L/T2	55	80	50	11	Média
L/T2	45	80	50	14	12,6
L/T2	43	80	50	15	S
L/T2	64	80	50	10	1,6
L/T2	51	80	50	12	
L/T2	57	80	50	11	
L/T2	49	80	50	13	
L/T2	43	80	50	15	
T/T1	15	80	100	83	Largura
T/T1	18	80	100	69	
T/T1	15	80	100	83	Média
T/T1	16	80	100	78	81,2
T/T1	17	80	100	74	S
T/T1	15	80	100	83	7,2
T/T1	13	80	100	96	
T/T1	16	80	100	78	
T/T1	15	80	100	83	
T/T1	15	80	100	83	

(*) Já corrigido pelo aumento da ocular, 10 X

Tabela A2.4 - Resultados obtidos nas medida de tamanho de fases do material laminado a quente com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 1 hora:

Posição / referência	Interceptos	Aumento	Linha (mm)*	Tamanho de fases (mm)	Média / Desvio padrão
L/L1	8	80	100	156	Comprimento
L/L1	9	80	100	139	
L/L1	9	80	100	139	Média
L/L1	8	80	100	156	107,7
L/L1	7	80	100	179	S
L/L1	12	80	100	104	31,1
L/L1	11	80	100	114	
L/L1	7	80	100	179	
L/L1	7	80	100	179	
L/L1	10	80	100	125	
L/T2	38	80	50	16	Altura
L/T2	60	80	50	10	
L/T2	53	80	50	12	Média
L/T2	45	80	50	14	12,9
L/T2	50	80	50	13	S
L/T2	39	80	50	16	2,0
L/T2	58	80	50	11	
L/T2	52	80	50	12	
L/T2	50	80	50	13	
L/T2	49	80	50	13	
T/T1	27	80	100	46	Largura
T/T1	18	80	100	69	
T/T1	18	80	100	69	Média
T/T1	15	80	100	83	65,7
T/T1	21	80	100	60	S
T/T1	18	80	100	69	9,3
T/T1	19	80	100	66	
T/T1	20	80	100	63	
T/T1	19	80	100	66	
T/T1	19	80	100	66	

(*) Já corrigido pelo aumento da ocular, 10 X

Tabela A2.5 - Resultados obtidos nas medida de tamanho de fases do material laminado a quente com 80% de redução em área e solubilizado a 1050°C por 2 horas:

Posição / referência	Interceptos	Aumento	Linha (mm)*	Tamanho de fases (mm)	Média / Desvio padrão
L/L1	11	80	100	114	Comprimento
L/L1	7	80	100	179	
L/L1	17	80	100	74	Média
L/L1	8	80	100	156	136,1
L/L1	7	80	100	179	S
L/L1	11	80	100	114	40,9
L/L1	17	80	100	74	
L/L1	7	80	100	179	
L/L1	9	80	100	139	
L/L1	8	80	100	156	
L/T2	44	80	50	14	Altura
L/T2	45	80	50	14	
L/T2	52	80	50	12	Média
L/T2	43	80	50	15	13,1
L/T2	50	80	50	13	S
L/T2	43	80	50	15	1,3
L/T2	55	80	50	11	
L/T2	56	80	50	11	
L/T2	48	80	50	13	
L/T2	44	80	50	14	
T/T1	36	80	100	35	Largura
T/T1	26	80	100	48	
T/T1	21	80	100	60	Média
T/T1	34	80	100	37	46,7
T/T1	26	80	100	48	S
T/T1	28	80	100	45	8,2
T/T1	21	80	100	60	
T/T1	26	80	100	48	
T/T1	28	80	100	45	
T/T1	29	80	100	43	

(*) Já corrigido pelo aumento da ocular, 10 X

Anexo 3

Fração volumétrica das fases do material como recebido após solubilização no campo α

Tabela A3.1 - Resultados obtidos nas medida de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a 1300°C por 15 minutos:

n_i	n_t	$V_{V\gamma}(\%)$
150	441	34
132	441	30
119	441	27
141	441	32
123	441	28
146	441	33
141	441	32
114	441	26
114	441	26
137	441	31
	Média	29,9
	S	2,9

Tabela A3.2 - Resultados obtidos nas medida de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a 1300°C por 30 minutos:

n_i	n_t	$V_{V\gamma}(\%)$
93	441	21
101	441	23
97	441	22
106	441	24
79	441	18
88	441	20
110	441	25
106	441	24
84	441	19
101	441	23
	Média	21,9
	S	2,2

Tabela A3.3 - Resultados obtidos nas medida de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a **1350°C por 15 minutos**:

n_i	n_t	$V_{V\gamma}(\%)$
242	441	55
198	441	45
203	441	46
212	441	48
229	441	52
234	441	53
212	441	48
238	441	54
216	441	49
221	441	50
	Média	50,0
	S	3,2

Tabela A3.4 - Resultados obtidos nas medida de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a **1350°C por 30 minutos**:

n_i	n_t	$V_{V\gamma}(\%)$
123	441	28
119	441	27
110	441	25
132	441	30
137	441	31
110	441	25
141	441	32
132	441	30
110	441	25
119	441	27
	Média	28,0
	S	2,5

Tabela A3.5 - Resultados obtidos nas medida de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a **1350°C por 1 hora**:

n_i	n_t	$V_{V\gamma} (\%)$
88	441	20
102	441	23
94	441	21
106	441	24
79	441	18
88	441	20
102	441	23
106	441	24
79	441	18
102	441	23
	Média	21,5
	S	2,3

Tabela A3.6 - Resultados obtidos nas medida de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a **1380°C por 30 minutos**:

n_i	n_t	$V_{V\gamma} (\%)$
237	441	54
234	441	53
212	441	48
221	441	50
203	441	46
207	441	47
216	441	49
221	441	50
212	441	48
247	441	56
	Média	50,1
	S	3,0

Tabela A3.7 - Resultados obtidos nas medida de fração volumétrica do aço E4462 após tratamento térmico de solubilização a 1380°C por 1 hora:

n_i	n_t	$V_{V\gamma}(\%)$
247	441	56
229	441	52
220	441	50
212	441	48
216	441	49
203	441	46
207	441	47
216	441	49
216	441	49
243	441	55
	Média	50,1
	S	3,1

Anexo 4

Tamanho de fases e fração volumétrica das fases dos materiais deformados a frio após solubilização a 1050°C

Tabela A4.1 - Tamanho das fases na matriz do aço E4462 após laminação a frio com **50% de redução**, seguido de um tratamento térmico de solubilização a **1050°C por 2 horas**:

Posição / referência	interceptos	Aumento	Linha (mm)*	Tamanho de fases (µm)	Média / Desvio padrão
L/L1	48	250	100	8,3	Comprimento
L/L1	37	250	100	10,8	
L/L1	44	250	100	9,1	Média
L/L1	30	250	100	13,3	
L/L1	48	250	100	8,3	S
L/L1	40	250	100	10,0	
L/L1	48	250	100	8,3	1,7
L/L1	39	250	100	10,3	
L/L1	44	250	100	9,1	
L/L1	34	250	100	11,8	
L/T2	26	250	50	7,7	Altura
L/T2	26	250	50	7,7	
L/T2	24	250	50	8,3	Média
L/T2	25	250	50	8,0	
L/T2	26	250	50	7,7	S
L/T2	27	250	50	7,4	
L/T2	27	250	50	7,4	0,7
L/T2	29	250	50	6,9	
L/T2	29	250	50	6,9	
L/T2	22	250	50	9,1	

(*) Já corrigido pelo aumento da ocular, 10 X

Tabela A4.2 - Tamanho das fases na matriz do aço E4462 após laminação a frio com **70% de redução**, seguido de um tratamento térmico de solubilização a **1050°C por 1 hora**:

Posição / referência	interceptos	Aumento	Linha (mm)*	Tamanho de fases (μm)	Média / Desvio padrão
L/L1	25	250	50	8,0	Comprimento
L/L1	30	250	50	6,7	
L/L1	28	250	50	7,1	Média
L/L1	31	250	50	6,5	7,6
L/L1	29	250	50	6,9	S
L/L1	30	250	50	6,7	1,0
L/L1	24	250	50	8,3	
L/L1	28	250	50	7,1	
L/L1	21	250	50	9,5	
L/L1	23	250	50	8,7	
L/T2	35	250	50	5,7	Altura
L/T2	35	250	50	5,7	
L/T2	41	250	50	4,9	Média
L/T2	34	250	50	5,9	5,3
L/T2	38	250	50	5,3	S
L/T2	36	250	50	5,6	0,5
L/T2	44	250	50	4,5	
L/T2	41	250	50	4,9	
L/T2	35	250	50	5,7	
L/T2	40	250	50	5,0	

(*) Já corrigido pelo aumento da ocular, 10 X

Tabela A4.3 - Tamanho das fases na matriz do aço E4462 após laminação a frio com **90% de redução**, seguido de um tratamento térmico de solubilização a **1050°C por 15 minutos**:

Posição / referência	interceptos	Aumento	Linha (mm)*	Tamanho de fases (μm)	Média / Desvio padrão
L/L1	31	400	50	4,0	Comprimento
L/L1	28	400	50	4,5	
L/L1	27	400	50	4,6	Média
L/L1	26	400	50	4,8	4,4
L/L1	27	400	50	4,6	S
L/L1	31	400	50	4,0	0,6
L/L1	29	400	50	4,3	
L/L1	26	400	50	4,8	
L/L1	38	400	50	3,3	
L/L1	23	400	50	5,4	
L/T2	44	400	50	2,8	Altura
L/T2	44	400	50	2,8	
L/T2	52	400	50	2,4	Média
L/T2	42	400	50	3,0	2,7
L/T2	47	400	50	2,7	S
L/T2	45	400	50	2,8	0,2
L/T2	55	400	50	2,3	
L/T2	52	400	50	2,4	
L/T2	44	400	50	2,8	
L/T2	50	400	50	2,5	

(*) Já corrigido pelo aumento da ocular, 10 X

Tabela A4.4 - Tamanho das fases na matriz do aço E4462 após laminação a frio com **80% de redução**, seguido de um tratamento térmico de solubilização a **1050°C por 1 hora**:

Posição / referência	interceptos	Aumento	Linha (mm)*	Tamanho de fases (µm)	Média / Desvio padrão
L/L1	33	250	50	6,1	Comprimento
L/L1	24	250	50	8,3	
L/L1	29	250	50	6,9	Média
L/L1	33	250	50	6,1	6,9
L/L1	31	250	50	6,5	S
L/L1	33	250	50	6,1	0,8
L/L1	29	250	50	6,9	
L/L1	25	250	50	8,0	
L/L1	29	250	50	6,9	
L/L1	29	250	50	6,9	
L/T2	36	250	50	5,6	Altura
L/T2	36	250	50	5,6	
L/T2	43	250	50	4,7	Média
L/T2	35	250	50	5,7	5,0
L/T2	39	250	50	5,1	S
L/T2	44	250	50	4,5	0,5
L/T2	46	250	50	4,3	
L/T2	45	250	50	4,4	
L/T2	44	250	50	4,5	
L/T2	36	250	50	5,6	

(*) Já corrigido pelo aumento da ocular, 10 X

Tabela A4.5 - Fração volumétrica das fases alongadas (austenita γ) no aço E4462 após laminação a frio com **50%, 70% e 90% de redução**, seguido de um tratamento térmico de solubilização a **1050°C**:

Material	50% + sol		70% + sol		90% + sol	
	ni	Vv γ along. (%)	ni	Vv γ along. (%)	ni	Vv γ along. (%)
441	65	15	88	20	85	19
441	60	14	112	25	80	18
441	116	26	90	20	82	19
441	128	29	96	22	80	18
441	58	13	132	30	79	18
441	62	14	94	21	90	20
441	135	31	81	18	85	19
441	55	12	85	19	90	20
441	118	27	112	25	78	18
441	130	29	115	26	79	18
Média		21,0		22,8		18,8
S		7,5		3,5		1,0

Tabela A4.6 - Comprimento das fases alongadas (γ) do aço E4462 após laminação a frio com **50%, 70% e 90% de redução**, seguido de um tratamento térmico de solubilização a **1050°C**. Medidas realizadas com 250X de aumento:

Medida (mm)			Tamanho de fases (μm)		
50% L.F. + Sol	70% L.F. + Sol	90% L.F. + Sol	50% L.F. + Sol	70% L.F. + Sol	90% L.F. + Sol
55	132	140	220,0	528,0	560,0
14	132	85	56,0	528,0	340,0
35	32	94	140,0	128,0	376,0
16	15	27	64,0	60,0	108,0
31	37	50	124,0	148,0	200,0
51	35	130	204,0	140,0	520,0
51	115	65	204,0	460,0	260,0
130	31	45	520,0	124,0	180,0
16	35	130	64,0	140,0	520,0
20	74	110	80,0	296,0	440,0
		Média	167,6	255,2	350,4
		S	139,0	183,2	159,5

Tabela A4.7 - Altura das fases alongadas (γ) do aço E4462 após laminação a frio com **50%, 70% e 90% de redução**, seguido de um tratamento térmico de solubilização a **1050°C**. Medidas realizadas com 250X de aumento:

Medida (mm)			Tamanho de fases (μm)		
50% L.F. + Sol	70% L.F. + Sol	90% L.F. + Sol	50% L.F. + Sol	70% L.F. + Sol	90% L.F. + Sol
12	4	5	48,0	16,0	20,0
7	7	3	28,0	28,0	12,0
7	5	3	28,0	20,0	12,0
7	6	3	28,0	24,0	12,0
8	5	2	32,0	20,0	8,0
4	6	2	16,0	24,0	8,0
7	4	2	28,0	16,0	8,0
12	4	2	48,0	16,0	8,0
4	3	2	16,0	12,0	8,0
5	7	2	20,0	28,0	8,0
		Média	29,2	20,4	10,4
		S	11,3	5,5	3,9

Anexo 5

Resultados obtidos nos ensaios de tração a quente com mudança de taxa de deformação

Tabela A5.1 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a quente 80%.

$V_1 / V_2 (s^{-1})$	PA (mm)	PB (mm)	m_i	m médio	S
2×10^{-4} 3×10^{-4}	83,5	70,0	0,435	0,45	0,01
	83,0	69,0	0,455		
	82,0	68,0	0,461		
	81,5	67,5	0,464		
3×10^{-4} 4×10^{-4}	92,0	82,0	0,400	0,40	0,01
	90,0	80,0	0,409		
	89,0	79,0	0,414		
	88,0	78,5	0,393		
4×10^{-4} 8×10^{-4}	115,5	88,0	0,393	0,40	0,01
	113,0	86,5	0,400		
	110,5	83,5	0,404		
	106,5	80,5	0,403		
8×10^{-4} 2×10^{-3}	143,0	105,0	0,337	0,33	0,01
	128,5	95,0	0,331		
	123,0	91,0	0,329		
2×10^{-3} 3×10^{-3}	135,5	120,5	0,289	0,28	0,01
	128,0	115,0	0,275		
	122,0	108,5	0,287		
	115,0	103,0	0,271		
3×10^{-3} 4×10^{-3}	120,5	112,5	0,238	0,26	0,02
	113,5	105,0	0,273		
	106,5	99,5	0,236		
	99,5	92,0	0,275		
4×10^{-3} 8×10^{-3}	96,0	96,0	0,261	0,25	0,01
	90,0	90,0	0,236		
	82,0	82,0	0,242		
8×10^{-3} 2×10^{-2}	112,0	93,5	0,195	0,19	0,01
	100,0	83,0	0,177		

Nota: 1,0 mm = 0,5 kgf

Tabela A5.2 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 50% após solubilização a 1300°C.

$V_1 / V_2 (s^{-1})$	PA (mm)	PB (mm)	m_i	m médio	S
2×10^{-4} 3×10^{-4}	47,5	39,0	0,49	0,52	0,03
	46,5	38,0	0,50		
	46,0	37,0	0,54		
	45,5	36,5	0,54		
3×10^{-4} 4×10^{-4}	53,0	45,5	0,53	0,56	0,04
	52,0	44,5	0,54		
	51,0	43,5	0,55		
	50,0	42,0	0,61		
4×10^{-4} 8×10^{-4}	70,0	49,5	0,50	0,51	0,01
	69,0	48,5	0,51		
	67,5	48,0	0,49		
	66,0	46,0	0,52		
8×10^{-4} 2×10^{-3}	103,5	65,0	0,51	0,50	0,01
	100,0	63,0	0,50		
	95,5	60,0	0,51		
	91,5	58,5	0,49		
2×10^{-3} 3×10^{-3}	107,5	90,5	0,42	0,43	0,02
	102,5	86,5	0,42		
	98,0	82,0	0,44		
	93,5	78,0	0,45		
3×10^{-3} 4×10^{-3}	102,5	91,5	0,39	0,41	0,02
	97,5	86,5	0,42		
	92,5	82,5	0,40		
	88,0	78,0	0,42		
4×10^{-3} 8×10^{-3}	107,0	85,0	0,33	0,34	0,01
	94,0	74,0	0,35		
	89,0	70,0	0,35		
8×10^{-3} 2×10^{-2}	107,5	87,0	0,23	0,25	0,01
	100,0	79,0	0,26		
	92,5	73,5	0,25		
	85,0	67,5	0,25		
2×10^{-2} 3×10^{-2}	89,0	81,0	0,23	0,23	-
	79,0	72,0	0,23		
	68,0	62,0	0,23		

Nota: 1,0 mm = 0,5 kgf

Tabela A5.3 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 70% após solubilização a 1300°C.

$V_1 / V_2 (s^{-1})$	PA (mm)	PB (mm)	m_i	m médio	S
2 x 10-4	32,0	24,0	0,71	0,64	0,05
3 x 10-4	32,0	24,5	0,65		
	32,0	25,0	0,61		
	32,5	25,5	0,59		
3 x 10-4	38,5	33,0	0,55	0,58	0,02
4 x 10-4	39,0	33,0	0,58		
	37,5	32,0	0,56		
	37,0	31,0	0,61		
4 x 10-4	55,0	36,5	0,59	0,57	0,03
8 x 10-4	55,0	38,0	0,53		
	53,5	36,0	0,57		
	53,0	35,0	0,60		
8 x 10-4	87,0	51,5	0,57	0,57	0,01
2 x 10-3	89,0	52,0	0,58		
	85,5	51,0	0,56		
	83,0	49,0	0,57		
2 x 10-3	96,0	78,0	0,51	0,51	0,01
3 x 10-3	101,0	82,0	0,51		
	99,0	80,0	0,52		
	93,0	76,0	0,50		
3 x 10-3	98,0	86,0	0,45	0,45	0,01
4 x 10-3	105,0	92,0	0,46		
	101,0	89,0	0,44		
4 x 10-3	112,5	86,0	0,39	0,39	0,01
8 x 10-3	118,0	89,0	0,40		
	109,0	83,0	0,39		
8 x 10-3	125,0	95,0	0,30	0,29	0,02
2 x 10-2	138,0	110,0	0,25		
	131,0	100,0	0,29		
	119,5	90,0	0,31		
2 x 10-2	115,5	104,0	0,26	0,24	0,02
3 x 10-2	128,0	117,0	0,22		
	121,5	110,0	0,25		
	109,0	99,5	0,22		
3 x 10-2	101,0	95,5	0,20	0,2	0,01
4 x 10-2	112,5	107,0	0,18		
	107,0	101,0	0,20		
	95,5	90,0	0,21		
4 x 10-2	99,0	85,0	0,22	0,21	0,01
8 x 10-2	106,0	91,5	0,21		
	91,0	79,0	0,2		

Nota: 1,0 mm = 0,5 kgf

Tabela A5.4 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 90% após solubilização a 1300°C.

$V_1 / V_2 (s^{-1})$	PA (mm)	PB (mm)	m_i	m médio	S
2×10^{-4} 3×10^{-4}	26,0	20,0	0,65	0,63	0,04
	26,5	21,0	0,57		
	27,5	21,0	0,67		
	28,5	22,0	0,64		
3×10^{-4} 4×10^{-4}	34,5	29,0	0,60	0,62	0,01
	34,0	28,5	0,61		
	33,5	28,0	0,62		
	33,0	27,5	0,63		
4×10^{-4} 8×10^{-4}	52,0	33,0	0,66	0,65	0,02
	50,5	32,0	0,66		
	48,5	31,0	0,65		
	47,0	30,5	0,62		
8×10^{-4} 2×10^{-3}	80,5	46,0	0,61	0,62	0,02
	78,0	44,5	0,61		
	75,5	42,5	0,63		
	72,5	40,5	0,64		
2×10^{-3} 3×10^{-3}	91,5	71,5	0,61	0,60	0,01
	88,5	69,5	0,60		
	85,0	67,0	0,59		
	82,5	65,0	0,59		
3×10^{-3} 4×10^{-3}	95,0	81,0	0,55	0,54	0,01
	91,0	78,0	0,54		
	87,0	75,0	0,52		
	84,0	72,0	0,54		
4×10^{-3} 8×10^{-3}	113,0	83,0	0,45	0,45	0,01
	107,0	78,5	0,45		
	102,0	75,0	0,44		
	97,0	71,0	0,45		
8×10^{-3} 2×10^{-2}	125,5	95,0	0,30	0,32	0,02
	118,5	87,5	0,33		
	112,0	83,0	0,33		
	106,5	78,5	0,33		
2×10^{-2} 3×10^{-2}	114,0	103,5	0,24	0,26	0,02
	107,0	97,0	0,24		
	101,0	91,0	0,26		
	94,0	84,0	0,28		
3×10^{-2} 4×10^{-2}	97,5	91,0	0,21	0,21	0,01
	91,0	85,5	0,21		
	85,0	80,0	0,22		
	78,0	73,5	0,19		
4×10^{-2} 8×10^{-2}	86,5	75,0	0,24	0,22	0,01
	77,5	67,0	0,22		
	68,5	59,0	0,21		
	59,5	52,0	0,21		

Nota: 1,0 mm = 0,5 kgf

Tabela A5.5 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 80% após solubilização a 1380°C.

$V_1 / V_2 (s^{-1})$	PA (mm)	PB (mm)	m_i	m médio	S
2×10^{-4} 3×10^{-4}	24,0	17,0	0,85	0,79	0,06
	24,0	17,5	0,78		
	24,5	17,5	0,83		
	24,0	17,5	0,71		
3×10^{-4} 4×10^{-4}	29,0	18,0	0,66	0,64	0,04
	28,5	24,0	0,60		
	28,0	23,5	0,61		
	28,0	23,0	0,68		
4×10^{-4} 8×10^{-4}	45,5	28,0	0,70	0,71	0,02
	44,0	27,5	0,68		
	43,5	26,5	0,72		
	41,5	25,0	0,73		
8×10^{-4} 2×10^{-3}	75,0	41,0	0,66	0,67	0,01
	72,0	39,5	0,66		
	70,0	38,0	0,67		
	67,5	36,0	0,69		
2×10^{-3} 3×10^{-3}	84,5	65,5	0,63	0,59	0,03
	80,0	63,0	0,59		
	76,5	60,5	0,58		
	72,5	58,0	0,55		
3×10^{-3} 4×10^{-3}	84,0	72,0	0,54	0,57	0,02
	80,5	68,5	0,56		
	77,0	65,0	0,59		
	73,0	62,0	0,57		
4×10^{-3} 8×10^{-3}	99,0	71,5	0,47	0,49	0,01
	94,0	67,0	0,49		
	89,0	63,5	0,49		
	84,0	60,0	0,49		
8×10^{-3} 2×10^{-2}	113,0	82,0	0,35	0,35	0,01
	105,0	75,5	0,36		
	99,5	72,0	0,35		
	94,0	68,0	0,35		
2×10^{-2} 3×10^{-2}	102,0	92,0	0,25	0,29	0,03
	96,0	85,0	0,30		
	92,0	81,0	0,31		
	87,0	77,0	0,30		
3×10^{-2} 4×10^{-2}	90,0	84,5	0,22	0,24	0,02
	85,5	80,0	0,23		
	81,0	75,5	0,24		
	76,5	71,0	0,26		

Nota: 1,0 mm = 0,5 kgf

Tabela A5.6 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material como recebido.

$V_1 / V_2 (s^{-1})$	PA (mm)	PB (mm)	m_i	m médio	S
2×10^{-4} 3×10^{-4}	96,0	83,0	0,36	0,35	0,01
	96,5	83,5	0,36		
	94,5	82,0	0,35		
	91,5	80,0	0,33		
3×10^{-4} 4×10^{-4}	101,0	92,0	0,32	0,31	0,02
	102,0	94,0	0,28		
	105,5	96,0	0,33		
	107,0	98,0	0,31		
4×10^{-4} 8×10^{-4}	134,5	108,0	0,32	0,32	-
	134,0	107,5	0,32		
	132,5	106,0	0,32		
	132,0	105,5	0,32		
8×10^{-4} 2×10^{-3}	168,0	131,0	0,27	0,27	0,01
	165,0	129,0	0,27		
	164,0	127,0	0,28		
	160,0	124,5	0,27		
2×10^{-3} 3×10^{-3}	175,0	159,0	0,24	0,25	0,02
	173,0	155,0	0,27		
	168,0	152,0	0,25		
	164,0	149,0	0,24		
3×10^{-3} 4×10^{-3}	173,0	163,0	0,21	0,21	0,01
	167,0	157,0	0,21		
	162,0	152,0	0,22		
	156,0	147,0	0,21		
4×10^{-3} 8×10^{-3}	177,0	154,0	0,20	0,20	-
	170,0	148,0	0,20		
	162,5	141,0	0,20		
	154,0	134,0	0,20		
8×10^{-3} 2×10^{-2}	178,5	149,5	0,19	0,19	0,01
	168,0	141,0	0,19		
	156,0	131,0	0,19		
	142,5	121,0	0,18		

Nota: 1,0 mm = 0,5 kgf

Tabela A5.7 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a quente 80% e solubilizado a 1050°C.

$V_1 / V_2 (s^{-1})$	PA (mm)	PB (mm)	m_i	m médio	S
2×10^{-4}	109,0	91,0	0,45	0,46	0,01
3×10^{-4}	114,0	94,5	0,46		
3×10^{-4}	128,0	114,5	0,39	0,36	0,02
4×10^{-4}	128,0	115,5	0,36		
	126,0	114,0	0,35		
	124,0	112,0	0,35		
4×10^{-4}	154,0	121,5	0,34	0,33	0,01
8×10^{-4}	146,5	116,5	0,33		
	140,0	112,0	0,32		
	134,0	107,0	0,32		
8×10^{-4}	167,0	131,0	0,27	0,27	0,01
2×10^{-3}	158,0	123,0	0,27		
	148,5	116,0	0,27		
	140,0	108,5	0,28		
2×10^{-3}	149,5	136,0	0,23	0,24	0,01
3×10^{-3}	139,0	126,0	0,24		
	128,5	116,5	0,24		
	117,5	106,0	0,25		
3×10^{-3}	120,0	112,5	0,22	0,20	0,03
4×10^{-3}	106,0	99,5	0,22		
	90,0	86,0	0,16		

Nota: 1,0 mm = 0,5 kgf

Tabela A5.8 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 50% (solubilização prévia a 1300°C) com solubilização a 1050°C após deformação.

$V_1 / V_2 (s^{-1})$	PA (mm)	PB (mm)	m_i	m médio	S
2×10^{-4} 3×10^{-4}	65,0	54,5	0,43	0,46	0,02
	63,5	53,0	0,45		
	63,0	52,0	0,47		
	62,0	51,0	0,48		
3×10^{-4} 4×10^{-4}	69,5	62,5	0,37	0,43	0,04
	72,0	63,0	0,46		
	72,0	63,5	0,44		
	72,0	63,0	0,46		
4×10^{-4} 8×10^{-4}	97,0	72,0	0,43	0,44	0,01
	95,0	70,0	0,44		
	91,5	67,5	0,44		
	89,0	65,5	0,44		
8×10^{-4} 2×10^{-3}	115,0	88,0	0,29	0,33	0,02
	111,5	81,5	0,34		
	108,0	79,0	0,34		
	112,0	83,0	0,33		
2×10^{-3} 3×10^{-3}	130,0	113,0	0,35	0,33	0,02
	132,0	115,0	0,34		
	132,0	116,0	0,32		
	132,0	117,0	0,30		
3×10^{-3} 4×10^{-3}	139,5	129,0	0,27	0,27	0,01
	133,0	123,0	0,27		
	127,0	117,0	0,29		
	120,0	111,5	0,26		
4×10^{-3} 8×10^{-3}	137,0	115,5	0,25	0,25	-
	127,0	107,0	0,25		
8×10^{-3} 2×10^{-2}	121,0	100,0	0,21	0,21	-
	104,0	86,0	0,21		

Nota: 1,0 mm = 0,5 kgf

Tabela A5.9 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 70%(solubilização prévia a 1300°C) com solubilização a 1050°C após deformação.

V_1 / V_2 (s-1)	PA (mm)	PB (mm)	m_i	m médio	S
2×10^{-4} 3×10^{-4}	62,5	51,0	0,50	0,53	0,02
	62,0	50,0	0,53		
	61,0	49,0	0,54		
	60,0	48,0	0,55		
3×10^{-4} 4×10^{-4}	71,0	61,0	0,53	0,53	0,02
	68,5	59,0	0,52		
	66,0	57,0	0,51		
	64,5	55,0	0,55		
4×10^{-4} 8×10^{-4}	91,5	64,0	0,52	0,53	0,01
	88,5	61,5	0,53		
	85,0	58,5	0,54		
	81,0	56,0	0,53		
8×10^{-4} 2×10^{-3}	122,5	80,0	0,47	0,47	0,01
	118,0	77,0	0,47		
	113,0	74,0	0,46		
	107,0	70,0	0,46		
2×10^{-3} 3×10^{-3}	123,0	106,0	0,37	0,37	0,01
	116,5	100,0	0,38		
	110,0	95,0	0,36		
	105,5	90,5	0,38		
3×10^{-3} 4×10^{-3}	112,0	102,0	0,33	0,34	0,02
	106,0	96,5	0,33		
	100,5	91,5	0,33		
	95,5	86,0	0,36		
4×10^{-3} 8×10^{-3}	113,0	93,0	0,28	0,29	0,01
	106,0	87,0	0,29		
	100,0	82,0	0,29		
	94,0	76,5	0,30		
8×10^{-3} 2×10^{-2}	112,5	89,5	0,25	0,25	0,01
	104,0	83,0	0,25		
	96,0	76,5	0,25		
	87,5	70,0	0,24		
2×10^{-2} 3×10^{-2}	90,0	84,0	0,17	0,18	0,01
	80,0	74,0	0,19		
	68,0	64,5	0,13		

Nota: 1,0 mm = 0,5 kgf

Tabela A5.10 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 90%(solubilização prévia a 1300°C) com solubilização a 1050°C após deformação.

$V_1 / V_2 (s-l)$	PA (mm)	PB (mm)	m_i	m médio	S
2×10^{-4} 3×10^{-4}	39,0	31,5	0,53	0,57	0,03
	38,0	30,0	0,58		
	38,0	30,0	0,58		
	38,0	30,0	0,58		
3×10^{-4} 4×10^{-4}	45,0	38,0	0,59	0,59	-
	45,0	38,0	0,59		
	45,0	38,0	0,59		
	45,0	38,0	0,59		
8×10^{-4} 2×10^{-3}	106,0	61,0	0,60	0,60	0,01
	102,0	59,5	0,59		
	99,5	58,0	0,59		
	96,0	55,5	0,60		
2×10^{-3} 3×10^{-3}	119,0	97,0	0,50	0,51	0,01
	115,0	94,0	0,50		
	111,0	90,0	0,52		
	106,5	86,5	0,51		
3×10^{-3} 4×10^{-3}	121,0	105,5	0,48	0,45	0,03
	116,0	101,5	0,46		
	111,0	97,5	0,45		
	106,0	94,0	0,42		
4×10^{-3} 8×10^{-3}	136,0	103,5	0,39	0,38	0,01
	129,0	99,0	0,38		
	123,0	95,0	0,37		
	117,0	89,0	0,39		
8×10^{-3} 2×10^{-2}	140,0	107,0	0,29	0,29	-
	134,0	102,5	0,29		
	127,0	97,0	0,29		
2×10^{-2} 3×10^{-2}	136,0	123,0	0,25	0,24	0,01
	128,0	116,0	0,24		
	121,0	110,0	0,24		
	114,0	103,5	0,24		
3×10^{-2} 4×10^{-2}	118,0	111,5	0,20	0,22	0,02
	111,5	104,5	0,23		
	104,5	97,5	0,24		
	97,5	91,5	0,22		
4×10^{-2} 8×10^{-2}	107,5	94,0	0,19	0,20	0,01
	100,0	86,0	0,21		
	90,0	78,0	0,21		
	80,5	70,0	0,20		

Nota: 1,0 mm = 0,5 kgf

Tabela A5.11 - Valores experimentais obtidos no ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação em ciclos múltiplos. Material laminado a frio 80%(solubilização prévia a 1380°C) com solubilização a 1050°C após deformação.

$V_1 / V_2 (s^{-1})$	PA (mm)	PB (mm)	m_i	m médio	S
2×10^{-4}	41,0	31,0	0,69	0,74	0,04
3×10^{-4}	36,5	27,0	0,74		
	37,0	27,0	0,78		
3×10^{-4}	47,0	38,0	0,74	0,64	0,08
4×10^{-4}	46,0	39,0	0,58		
	44,0	37,0	0,60		
4×10^{-4}	70,5	44,0	0,68	0,66	0,02
8×10^{-4}	71,0	45,0	0,66		
	71,0	45,5	0,64		
8×10^{-4}	121,0	71,0	0,58	0,58	0,01
2×10^{-3}	119,0	70,0	0,58		
	116,0	68,5	0,57		
	113,0	67,0	0,57		
2×10^{-3}	135,0	111,0	0,48	0,48	0,01
3×10^{-3}	129,0	106,0	0,48		
	123,5	102,0	0,47		
	119,0	98,0	0,48		
3×10^{-3}	132,5	118,0	0,40	0,43	0,02
4×10^{-3}	127,0	112,0	0,44		
	121,5	107,5	0,43		
	116,5	103,0	0,43		
4×10^{-3}	145,0	114,0	0,35	0,36	0,01
8×10^{-3}	137,0	107,0	0,36		
	130,0	101,0	0,36		
	124,0	97,0	0,35		
8×10^{-3}	153,0	122,0	0,25	0,27	0,01
2×10^{-2}	145,0	113,0	0,27		
	138,0	107,0	0,28		
	131,0	101,5	0,28		

Nota: 1,0 mm = 0,5 kgf

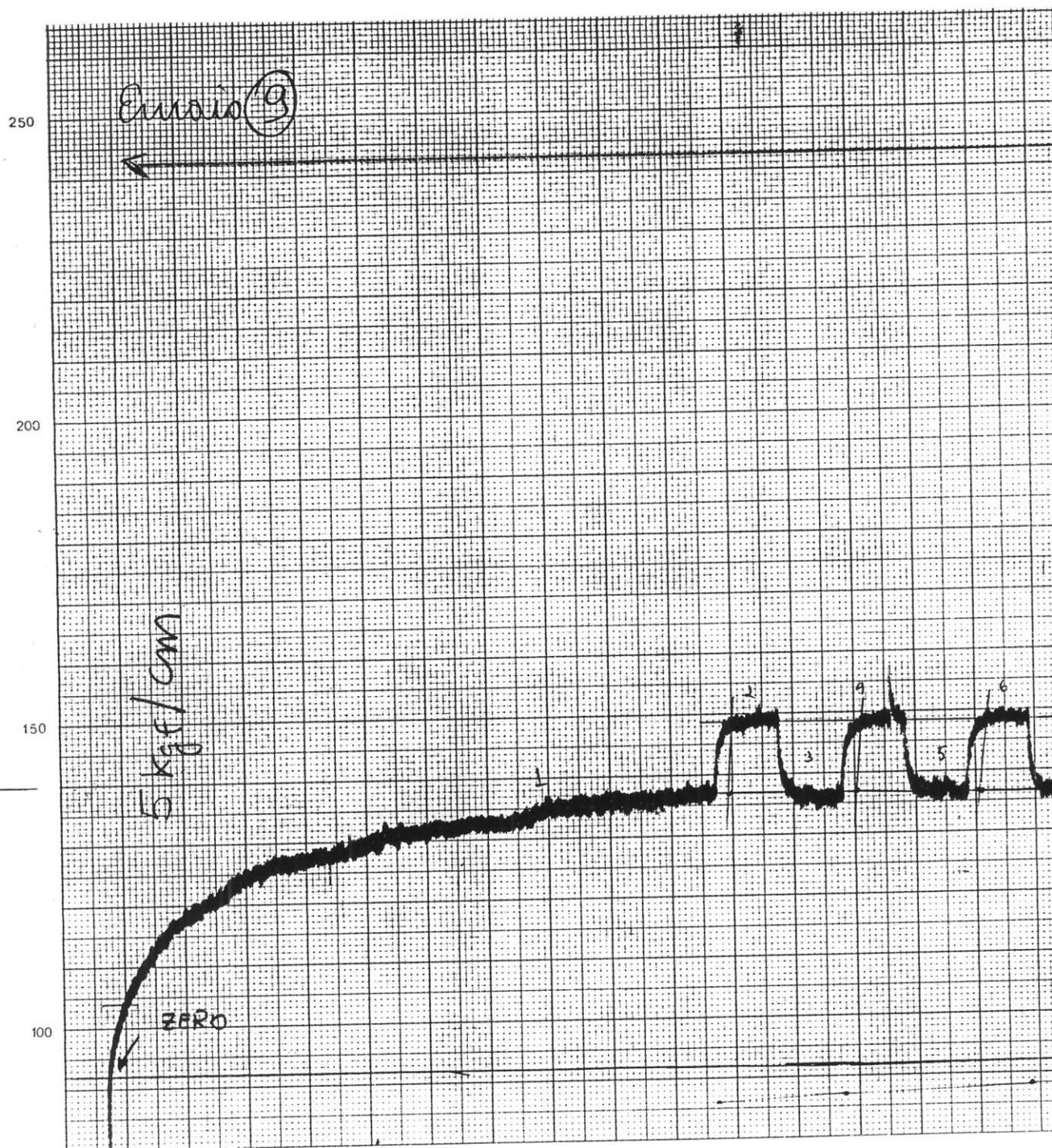


Figura A5.1 - Curva experimental de um ensaio de tração a quente com mudança de taxa de deformação. Material solubilizado a 1300°C, laminado a frio 70% de redução e solubilizado a 1050°C.