

UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA

**LUCIENE ARAUJO NASCIMENTO**

**ESTUDO DA RECRISTALIZAÇÃO DINÂMICA DURANTE A DEFORMAÇÃO A  
QUENTE DE UM AÇO ISO 5832-9**

São Luís  
2010

**LUCIENE ARAUJO NASCIMENTO**

**ESTUDO DA RECRISTALIZAÇÃO DINÂMICA DURANTE A DEFORMAÇÃO A  
QUENTE DE UM AÇO ISO 5832-9**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Física da Universidade Federal do Maranhão para obtenção do título de Mestre em Física.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dra. Regina Célia de Sousa

São Luis  
2010

Nascimento, Luciene Araujo.

Estudo da recristalização dinâmica durante a deformação a quente de um aço ISO 5832-9/  
Luciene Araujo Nascimento. – São Luís, 2010.  
77p.

Impresso por computador (fotocópia)

Orientadora: Regina Célia de Sousa

Monografia (Mestrado) – Universidade Federal do Maranhão, Mestrado em Física, 2010.

1. Aços inoxidáveis austeníticos. 2. Aços inoxidáveis austeníticos com alto teor de Nitrogênio. 3. Deformação a quente. 4. Recristalização Dinâmica. 5. Biomaterial. 6. Implantes ortopédicos metálicos. I. Sousa, Regina Célia de, II Título.

CDU: 669.14.018.8

**LUCIENE ARAUJO NASCIMENTO**

**ESTUDO DA RECRISTALIZAÇÃO DINÂMICA DURANTE A DEFORMAÇÃO A  
QUENTE DE UM AÇO ISO 5832-9**

Dissertação apresentada ao Programa de pós Graduação em Física da Universidade Federal do Maranhão para obtenção do título de Mestre em Física.

Aprovada em \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

**BANCA EXAMINADORA**

---

**Prof . Carlos Alberto Carneiro Feitosa** (Presidente da banca)  
Doutor em Física  
Universidade Federal do Maranhão

---

**Prof. Gedeon Silva Reis**  
Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais  
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Maranhão – IFMA

---

**Prof. Jerias Alves Batista**  
Doutor em Física  
Universidade Federal do Maranhão

*A minha família e a minha professora  
Regina Célia de Sousa.*

## AGRADECIMENTOS

A Deus, por tudo o que ele tem feito em minha vida.

A minha família, minha mãe Maria Araujo, meu pai José Barbosa, meu irmão Marciel e ao meu sobrinho Kauã por sempre estarem ao meu lado em todos os momentos e pelo apoio ímpar dispensado ao meu favor.

À Prof.<sup>a</sup> Dra. Regina Célia de Sousa, pela valorosa orientação e por concordar em ser minha orientadora.

Aos meus colegas de aula pela união e companheirismo.

Ao colega de classe José Edilson pelo estudo e aprendizagem.

Ao colega Ornan Rodrigues, pela contribuição neste trabalho, na utilização de equipamentos.

Ao Prof. Humberto Filomeno pela generosa ajuda e importantes conselhos.

Ao Prof. Balancin e toda a equipe do Laboratório de Processamento Termomecânicos da Universidade Federal de São Carlos.

À UFMA, casa a qual me acolheu por todo esse período.

À Fundação Amparo à Pesquisa do Estado do Maranhão (**FAPEMA**) pelo apoio financeiro.

Aos professores, funcionários e colegas que direta ou indiretamente contribuíram para a elaboração deste trabalho.

*“Existem apenas duas maneiras de ver a vida;  
uma é pensar que não existem milagres e a  
outra é que tudo é um milagre.”*

*Albert Einstein*

## RESUMO

Os aços inoxidáveis austeníticos possuem um baixo valor econômico quando comparados ao titânio e suas ligas, considerados os mais resistentes à corrosão em meio biológico, e há mais de cinquenta anos são amplamente utilizados na confecção de implantes ortopédicos, em especial no serviço de saúde pública. Atualmente o aço ISO 5832-1 (ASTM F 138) é o mais utilizado na confecção de próteses ortopédicas, principalmente as temporárias. Entretanto, devido o mesmo ser suscetível à corrosão localizada quando em contato com tecido humano, ele está sendo gradativamente substituído pelo aço inoxidável austenítico de baixo teor de carbono e alto teor de nitrogênio denominado de ISO 5832-9. O mesmo já é utilizado em larga escala na Europa e nos Estados Unidos, enquanto no Brasil a sua utilização é mais recente e em menor escala. Este trabalho investiga o comportamento da recristalização dinâmica em um aço ISO 5832-9, através de ensaios de torção a quente e microscopia ótica, para diferentes condições de temperatura, deformação e taxa de deformação. Foi constatado através das curvas de escoamento plástico que o material estudado recristaliza dinamicamente e, que o alto valor da sua energia de ativação aparente para a deformação pode ser atribuído à presença de uma grande quantidade de partículas de precipitados e ao nitrogênio em solução na matriz. Micrografias confirmam que ensaios realizados a baixas temperaturas revelam um forte retardamento da recristalização dinâmica. Além disso, a presença de contornos de grão serrilhados e nucleação de novos grãos nos antigos contornos de grãos deformados, são fortes indícios de que a recristalização ocorreu por mecanismo colar. O comportamento do tamanho de grão médio recristalizado,  $D_{DRX}$ , com a temperatura, se assemelha ao comportamento do crescimento de grão austeníticos de aços microligados. A presença de um mínimo no comportamento do  $D_{DRX}$  com a taxa de deformação pode ser atribuído a uma taxa de deformação mínima necessária para que ocorra a maior quantidade de precipitação dinâmica.

Palavras chaves: Aços inoxidáveis austeníticos com alto teor de nitrogênio. Deformação a quente. Recristalização dinâmica. Biomateriais. Implantes ortopédicos metálicos.

## ABSTRACT

Austenitic stainless steels have low economic value compared to titanium and its alloys, considered the most resistant to corrosion in biological environment, and for over fifty years are widely used in the manufacture of orthopedic implants, particularly in public health service. Currently the ISO 5832-1 steel (ASTM F 138) is the most used in the manufacture of orthopedic prosthesis, especially the temporary ones. However, because it is susceptible to localized corrosion when in contact with human tissue, it is being gradually replaced by austenitic stainless steel of low carbon and high nitrogen called ISO 5832-9. The same is already used extensively in Europe and the United States, while in Brazil its use is more recent and smaller scale. This work investigates the behavior of dynamic recrystallization in an ISO 5832-9 steel through hot torsion tests and optical microscopy, for different conditions of temperature, strain and strain rate. It was found through the plastic flow curves of the studied material crystallizes dynamically and that the high value of its apparent activation energy for deformation can be attributed to the presence of a large amount of precipitated particles and nitrogen dissolved in the matrix. Micrographs confirmed that tests carried out at low temperatures reveal a strong retardation of dynamic recrystallization. Moreover, the presence of serrated grain boundaries and nucleation of new grains in the old deformed grain boundaries, are strong indications that the recrystallization occurred by a necklace mechanism. The behavior of the average recrystallized grain size, DDRX, with temperature resembles the behavior of the austenitic grain growth in microalloyed steels. The presence of a minimum in the behavior of DDRX with the strain rate can be attributed to a minimum strain rate required to cause the greatest amount of dynamics precipitation.

Keywords: High-nitrogen austenitic stainless steel. Hot deformation. Dynamic recrystallization. Biomaterials. Orthopedic metallic implants.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	Ilustração esquemática de uma curva tensão x deformação típica de um material que se recupera dinamicamente.	26
Figura 2.2	Esquema ilustrativo dos estágios de deformação indicando as mudanças que ocorrem na microestrutura de um metal que recupera dinamicamente.	26
Figura 2.3	Ilustração do desenvolvimento da recristalização dinâmica pelo mecanismo colar.	30
Figura 2.4	Ilustração esquemática de uma curva tensão x deformação típica de um material que recristaliza dinamicamente.	30
Figura 2.5	Curvas de tensão x deformação equivalentes de um aço com 0,25 %C, deformado a 1100 °C.	31
Figura 3.1	Geometria do corpo de prova (mm).	40
Figura 3.2	Esquema de uma máquina horizontal de ensaios de torção a quente computadorizada desenvolvida no Laboratório de Tratamentos Termomecânicos DEMa / UFSCar.	41
Figura 3.3	Diagrama esquemático dos testes de deformação a quente.	43
Figura 3.4	Ilustração mostrando detalhes do corte das amostras para a metalografia após ensaios de torção.	44
Figura 3.5	Analizador de imagens: (a) Microscópio Óptico OLYMPUS BX51 TRF; (b) Câmera Digital OLYMPUS PM C35DX; (c) Microcomputador; (d) Monitor.	45
Figura 3.6	a) Representação esquemática da evolução da taxa de encruamento, $\theta$ , em função da tensão aplicada, $\sigma$ , e; b) Definição da tensão de saturação hipotética, $\theta_{ss}^*$ , quando somente ocorre recuperação dinâmica.	48
Figura 3.7	Representação esquemática do comportamento da curva $\theta$ x $\sigma$ , de uma amostra de aço inoxidável 304, deformada com $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ a 882°C.	49
Figura 3.8	Curva da $\theta$ x $\sigma$ para um ensaio de torção isotérmico, com $T = 1000 \text{ °C}$ e $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ .	51
Figura 3.9	Dependência da derivada da taxa de encruamento com a tensão de escoamento plástico, para ensaio de torção isotérmico com $T = 1000 \text{ °C}$ a $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ .	51
Figura 3.10	Gráfico da taxa de encruamento x tensão equivalente, para temperatura de ensaio de 1050 °C e taxa de deformação de $1,0 \text{ s}^{-1}$ .	52
Figura. 4.1	Curvas de tensão equivalente x deformação equivalentes para diferentes temperaturas e taxas de deformação de: <b>(a)</b> $0,01 \text{ s}^{-1}$ ; <b>(b)</b> $0,5 \text{ s}^{-1}$ ; <b>(c)</b> $1,0 \text{ s}^{-1}$ e <b>(d)</b> $10 \text{ s}^{-1}$ .	55
Figura 4.2	Comportamento da tensão de pico <b>(a)</b> com a temperatura de ensaio e com <b>(b)</b> taxa de deformação.	57
Figura. 4.3	Comportamento da deformação de pico <b>(a)</b> com a temperatura de ensaio e com <b>(b)</b> taxa de deformação.	58

Figura 4.4	Mudanças microestruturais do aço para Comportamento da tensão crítica <b>(a)</b> com a temperatura e <b>(b)</b> com taxa de deformação. Comportamento da deformação crítica <b>(c)</b> com a temperatura e <b>(d)</b> com taxa de deformação.	59
Figura 4.5	Ajustes para determinação do parâmetro $n$ da Equação 2.3.	60
Figura 4.6	Ajustes para a determinação da $Q_{DRX}$ da Equação 2.3.	60
Figura 4.7	Ajustes para a determinação da constante $A$ da Equação 2.3.	61
Figura 4.8	Dependência do tamanho de grão médio recristalizado com o parâmetro de Zener-Hollomon.	63
Figura 4.9	As deformações crítica e de pico em função do parâmetro de Zener-Hollomon.	65
Figura 4.10	Micrografia do aço ISO 5832-9 para 1250 °C, após 300 s.	66
Figura 4.11	Mudanças microestruturais do aço para as seguintes condições: <b>(a)</b> $T_{ens}=1000$ °C, $\dot{\epsilon}=1,0$ s <sup>-1</sup> , para (i) $\epsilon_1=0,22$ , (ii) $\epsilon_2= 0,45$ , (iii) $\epsilon = 2,3$ e (iv) $\epsilon = 4,0$ . <b>(b)</b> $T_{ens}=1100$ °C, $\dot{\epsilon}=1,0$ s <sup>-1</sup> , para (i) $\epsilon_1=0,21$ , (ii) $\epsilon_2= 0,42$ , (iii) $\epsilon = 1,1$ e (iv) $\epsilon = 4,0$ . <b>(c)</b> $T_{ens}=1100$ °C, $\dot{\epsilon}=0,5$ s <sup>-1</sup> , para (i) $\epsilon_1=0,19$ , (ii) $\epsilon_2= 0,32$ , (iii) $\epsilon = 0,8$ e (iv) $\epsilon = 4,0$ .	67
Figura 4.12	Mudanças microestruturais do aço em estudo, obtidas após tempera para $\epsilon = 4$ e para as seguintes condições: <b>(a)</b> $T_{ens}=1050$ °C, <b>(b)</b> $T_{ens}=1100$ °C e <b>(c)</b> $T_{ens}=1200$ °C, com (i) $\dot{\epsilon}= 0,01$ s <sup>-1</sup> , (ii) $\dot{\epsilon}= 1,0$ s <sup>-1</sup> e (iii) $\dot{\epsilon}= 10,0$ s <sup>-1</sup> .	69
Figura 4.13	Tamanho médio de grão em função <b>(a)</b> da temperatura de ensaio e <b>(b)</b> da taxa de deformação.	70
Figura 4.14	Mudanças microestruturais do aço em estudo, obtidas para diferentes deformações e $T_{ens}=1100$ °C, para: <b>(a)</b> $\dot{\epsilon}= 0,5$ s <sup>-1</sup> e <b>(b)</b> $\dot{\epsilon}= 0,01$ s <sup>-1</sup> .	73
Figura 4.15	Comportamento da dureza do material em estudo, para testes realizados com temperatura de ensaio de 1100 °C e taxas de deformação de 0,01, 0,5 e 1,0 s <sup>-1</sup> .	74

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1	Composição química do aço ISO 5832-9 (% em peso).	40
Tabela 4.1	Tensões e deformações obtidas da análise das curvas de escoamento plástico do aço ISO 5832-9.	56
Tabela 4.2	Valores de Z e de diâmetros de grão médios recristalizados ( $D_{DRX}$ ), para diferentes condições de teste.	62

## LISTA DE SÍMBOLOS

min.....	minuto
K.....	Kelvin
T.....	temperatura absoluta
T <sub>ens</sub> .....	temperatura de ensaio
°C.....	grau Celsius
kPa.....	quiloPascal
kg.....	quilograma
kgf.....	quilogramaforça
MPa.....	megaPascal
rpm.....	rotações por minuto
g.....	grama
mm.....	milímetro
cm.....	centímetro
μ.....	microns
μm.....	micrometro
J.....	Joule
kJ.....	quilojoule
Q.....	energia de ativação aparente para a deformação
R.....	constante dos gases
Z.....	parâmetro de Zener-Hollomon.
θ.....	taxa de encruamento
θ.....	ângulo de rotação
R.....	raio útil do corpo de prova
L.....	comprimento útil do corpo de prova
s.....	segundos
M.....	torque aplicado
ε.....	deformação equivalente
ε <sub>p</sub> .....	deformação de pico
ε <sub>c</sub> .....	deformação crítica
σ.....	tensão equivalente
σ <sub>p</sub> .....	tensão de pico
σ <sub>ss</sub> .....	tensão de início de estado estacionário
ε <sub>ss</sub> .....	deformação de início de estado estacionário
σ* <sub>ss</sub> .....	tensão de saturação hipotética
D <sub>0</sub> .....	tamanho inicial de grão
D <sub>ss</sub> .....	tamanho de grão do estado estacionário
ε̇.....	taxa de deformação

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

C.....	Carbono
ccc.....	Cúbico de Corpo Centrado
Cr.....	Cromo
cfc.....	Cúbico de Face Centrada
Cu.....	Cobre
DEMa.....	Departamento de Engenharia de Materiais
ESR.....	Electro Slag Remelting
Fe.....	Ferro
ISO.....	International Organization for Standardization
Mn.....	Manganês
Mo.....	Mobilidênio
N.....	Nitrogênio
Nb.....	Nióbio
Ni.....	Níquel
P.....	Fósforo
S.....	Enxofre
S/A.....	Sociedade Anônima
Si.....	Silício
UFSCar....	Universidade Federal de São Carlos
VIM.....	Vacuum Induction Melting
AISI.....	American Iron and Steel Institute
ASTM.....	American Society for Testing and Materials
et al.....	e outros
%.....	porcentagem

## SUMÁRIO

<b>CAPITULO 1</b> .....	16
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	16
<b>CAPITULO 2</b> .....	18
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	18
<b>2.1 Biomateriais</b> .....	18
<b>2.1.1 Implantes Metálicos</b> .....	19
<b>2.1.1.1 Implantes ortopédicos metálicos</b> .....	21
<b>2.2 Aços Inoxidáveis Austeníticos Estabilizados de Alto Nitrogênio</b> .....	22
<b>2.3 Mudanças Microestruturais Durante a Deformação a Quente</b> .....	24
<b>2.3.1 Encruamento</b> .....	24
<b>2.3.2 Recuperação dinâmica</b> .....	25
<b>2.3.3 Recristalização dinâmica</b> .....	28
<b>2.4 Equações Constitutivas</b> .....	31
<b>2.5 Resultados Científicos mais Recentes Sobre o Aço ISO 5832-9</b> .....	33
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	35
<b>CAPITULO 3</b> .....	39
<b>3 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	39
<b>3.1 Material</b> .....	39
<b>3.2 Geometria do Corpo de Prova</b> .....	40
<b>3.3 Máquina Horizontal de Torção</b> .....	40
<b>3.4 Ensaio de Torção a Quente Isotérmico</b> .....	42
<b>3.5 Metalografia</b> .....	43
<b>3.6 Análise de Imagens</b> .....	44
<b>3.7 Cálculo da Energia de Ativação</b> .....	45
<b>3.8 Método de Determinação das Tensões Crítica, de Saturação Hipotética, de Pico e de Início do Estado Estacionário</b> .....	46
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	53
<b>CAPITULO 4</b> .....	54
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	54
<b>4.1 Caracterização do Comportamento Mecânico a Quente do Aço ISO 5832-9</b> .....	54
<b>4.1.1 Curvas de escoamento plástico</b> .....	54
<b>4.1.2 Tensão e deformação de pico, da tensão e deformação crítica, da tensão e deformação de início do estado estacionário</b> .....	55
<b>4.1.3 Cálculo da energia de ativação e do parâmetro de Zener-Hollomon</b> ..	59
<b>4.1.4 Determinação de equações constitutivas para <math>\epsilon_p</math>, <math>\epsilon_c</math>, e <math>D_{DRX}</math></b> .....	62

<b>4.1.4.1</b> Equação constitutiva para o tamanho de grão recristalizado.....	63
<b>4.1.4.2</b> Equação constitutiva para as deformações crítica e de pico.....	64
<b>4.2</b> Microestrutura.....	66
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	75
<b>CAPITULO 5</b> .....	77
<b>5 CONCLUSÕES</b> .....	77

## CAPITULO 1

### 1 INTRODUÇÃO

Implantes ortopédicos podem substituir parcialmente ou totalmente funções de parte do corpo humano de forma temporária ou permanente. Em implantes temporários, tais como placas de fixação para ossos fraturados, pinos e parafusos, é requerida uma resistência mecânica que seja suficiente para substituir temporariamente as funções desempenhadas pelo osso em uma determinada parte do esqueleto humano. O material deve também apresentar uma composição química que não provoque a degradação de tecidos, até que o osso esteja recuperado e o implante possa ser removido. Os implantes permanentes, por substituírem partes do esqueleto humano, tais como próteses de joelho, quadril e cotovelo, requerem adicionalmente ter que suportar movimentos contínuos e transmitir cargas. Dessa forma, os materiais ideais para a fabricação de implantes ortopédicos devem ter biofuncionabilidade (habilidade de desempenhar a função requerida), que está intrinsecamente relacionada com as propriedades mecânicas adequadas à sua funcionalidade, biocompatibilidade (compatibilidade do material com o corpo), que reflete na resistência à corrosão ao meio fisiológico, além de ter preço acessível.

Por apresentarem excelentes combinações das características requeridas para um biomaterial, os materiais metálicos tornaram-se os preferidos na fabricação de implantes ortopédicos. Dentre eles existem os aços inoxidáveis austeníticos, que há mais de meio século têm sido utilizados para tal finalidade. O aço inoxidável austenítico ASTM F 138 (classe especial do aço AISI 316 L para aplicações médicas) é amplamente utilizado na fabricação de implantes, pois possui boa aceitação pelo organismo, baixo custo, boa usinabilidade, boa conformabilidade, alta resistência mecânica – em especial quando trabalhado a frio – e razoável resistência à corrosão. Entretanto, apesar das boas características citadas acima, esse aço possui baixa resistência mecânica na condição de recozido e suscetibilidade à corrosão localizada, o que limita o tempo de sua permanência no interior do corpo humano para em torno de um ano. Pesquisas mais recentes levaram ao desenvolvimento de aços inoxidáveis austeníticos de alto nitrogênio de classificação ISO 5832-9. Esses aços possuem alta resistência à corrosão, alta resistência

mecânica, mesmo na condição de recozido e relativo baixo custo, tornando-se o substituto do aço ASTM F 138 na fabricação de implantes ortopédicos.

A conformação mecânica a quente de implantes ortopédicos pode ocorrer pelos processos de forjamento, laminação ou trefilação. O estudo do processamento a quente nas condições industriais é oneroso e de difícil realização. Uma alternativa é a realização de ensaios de torção a quente em laboratórios. Esses permitem a reprodução de sequências de passes característicos dos processos industriais e um resfriamento rápido das amostras em qualquer estágio da deformação, para que se possa verificar as mudanças na microestrutura. Esses ensaios permitem analisar e interpretar o comportamento mecânico e a evolução microestrutural do material sob a influência dos principais parâmetros de processamento (temperatura, deformação, tempo entre passes e taxa de deformação), impostos análogos aos utilizados em operações industriais.

Diante da necessidade constante de otimização das propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis utilizados na fabricação de implantes ortopédicos, foi instituído um projeto de pesquisa intitulado “Predição da cinética de amaciamento no intervalo entre passes no forjamento do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 utilizados em implantes ortopédicos” (que faz parte do projeto maior “Consolidação de grupos de pesquisa vinculados ao Programa de Pós-Graduação em Física da Universidade Federal do Maranhão” (EDITAL MCT/CT-INFRA/CT-ENERG/CNPq 07/2006)), uma parceria entre pesquisadores dos grupos de pesquisa em Conformação Mecânica da Universidade Federal do Maranhão e da Universidade Federal de São Carlos.

Buscando verificar as condições em que ocorre a recristalização dinâmica de um aço ISO 5832-9, parte do referido projeto de pesquisa, neste trabalho serão obtidas curvas de escoamento plástico, bem como a verificação da evolução microestrutural para diferentes condições de temperatura e de taxa de deformação resultantes de ensaios isotérmicos de torção a quente.

## **CAPÍTULO 2**

### **2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### **2.1 Biomateriais**

Biomateriais são materiais empregados no tratamento, ampliação ou substituição de quaisquer tecidos, órgãos ou funções corporais como um todo ou parte integrante de um sistema, com o objetivo de recuperar a funcionalidade dos mesmos [2.1]. No princípio, materiais utilizados em outras finalidades eram adaptados para aplicação em medicina, todavia, com o aumento da demanda e uma vasta gama de aplicações, os assim chamados biomateriais passaram a ser desenvolvidos visando aplicações específicas.

Um biomaterial deve ser biocompatível, ou seja, não deve interferir no mecanismo de defesa do organismo, deve possuir propriedades físicas e mecânicas coerentes com a função específica de sua utilização, em outras palavras, ter biofuncionalidade, e apresentar resistência à corrosão. Além disso, eles devem ter baixo custo de obtenção, facilidade para a fabricação dos dispositivos, manuseio e esterilização [2.2].

Os dispositivos fabricados com biomateriais, quando em contato com tecidos e fluidos animais, comportam-se como objetos estranhos podendo gerar reações localizadas na interface biomaterial-tecido, tais como: carcinogênica, metabólica, imunológica e bacteriológica [2.3]. De acordo com RATNER et al. e NOORT [2.4, 2.5], as reações biológicas mais comuns que ocorrem nessas interfaces são: (i) a morte do tecido animal adjacente, se o biomaterial for tóxico e biologicamente inativo; (ii) o encapsulamento do dispositivo por um tecido fibroso, cuja espessura depende da severidade da reação do tecido ao dispositivo, se o biomaterial não for tóxico e for biologicamente inativo; (iii) ligações na interface entre o tecido adjacente e o dispositivo, se o biomaterial não for tóxico e for biologicamente ativo; (iv) o tecido adjacente substitui o dispositivo, no caso do biomaterial não for tóxico e se dissolver.

Os biomateriais geralmente são fabricados de metais, polímeros, cerâmicas e/ou compósitos e são caracterizados pelas propriedades de dureza, resistência a tração, módulo de elasticidade, alongamento, resistência à fadiga, tenacidade à fratura, resistência à abrasão, estabilidade dimensional a longo prazo, propriedades viscoelásticas e permeabilidade a fluidos [2.3, 2.4]. Como exemplos de aplicações de biomateriais têm-se válvulas cardíacas, marca-passos, stends, implantes dentários, lentes intraoculares, próteses mamárias, pinos e placas. Uma das principais utilizações de biomateriais metálicos é na fabricação de implantes metálicos.

### **2.1.1 Implantes metálicos**

A utilização de metais na substituição de partes da estrutura óssea do corpo humano é bastante antiga. Sabe-se que os romanos, chineses e astecas, há mais de 2000 anos, já utilizavam ouro em reparos dentários [2.2]. Entretanto, somente no século XVI ocorreram os primeiros registros. De acordo com a literatura [2.6], tais registros discutem a reparação do osso do palato através da utilização de uma placa de ouro, realizada por Petronius em 1565. De acordo com RATNER et al. e NOORT [2.4, 2.5], no início dos anos 40, Boothe, Beaton e Davenport implantaram diferentes metais em fêmur de ratos, sendo que nenhuma reação adversa significativa para alguns metais foi observada.

Até o final do século XIX, as tentativas de implantar metais em seres humanos foram na sua maioria fracassadas [2.7]. Segundo a literatura [2.4, 2.5], ocorreram dois fatos importantes que permitiram o avanço tecnológico na criação de novos materiais para serem usados em implantes. O primeiro foi desenvolvimento da metalurgia, alavancado pelos conflitos militares no mundo e o segundo, o desenvolvimento da patologia em face das descobertas de microrganismos associados a doenças e inflamações.

Para que uma cirurgia de implantação de prótese tenha sucesso, é preciso que o projeto e dimensionamento do(s) dispositivo(s) esteja(m) correto(s), as condições clínicas do paciente e a técnica cirúrgica empregada sejam

adequadas e, posteriormente à operação, o paciente não poderá sentir incômodo, ter perda de sensibilidade, ter problemas neurológicos relacionados ao biomaterial, sentir dor, ter infecção ou reabsorção do osso, em consequência de sua aplicação. Além disso, a prótese deve manter sua integridade e funcionalidade pelo maior período de tempo possível [2.2].

Em busca de ligas metálicas que apresentassem melhores propriedades mecânicas (resistência mecânica e tenacidade) e elevada resistência à corrosão, a partir de 1926 foram desenvolvidos os primeiros implantes de aço inoxidável austenítico. Em 1936 apareceram implantes produzidos de ligas a base de cromo-cobalto [2.6]. Embora essas ligas apresentassem alta resistência mecânica, alta resistência ao desgaste e alta biocompatibilidade, quando fundidas apresentavam propriedades mecânicas com valores heterogêneos ao longo do material, devido a presença frequente de uma granulometria grosseira, não uniforme e com microporosidades [2.8].

Na década de 60, teve o início da utilização de titânio e suas ligas na fabricação de implantes, sendo somente, na década seguinte, utilizados em larga escala [2.6, 2.9, 2.10]. Esses materiais apresentam excelente resistência à corrosão, alta relação resistência/peso e um alto grau de biocompatibilidade. Eles possuem módulo de elasticidade mais próximo ao do osso, de tal forma que, ao serem aplicados em implantes, faz com que o osso cresça livremente ancorado à superfície destes [2.11, 2.12]. Embora o titânio e suas ligas apresentem excelentes propriedades para um biomaterial, o custo na sua obtenção e na fabricação dos implantes, reduz significativamente a sua utilização pelas classes menos favorecidas economicamente e pelo sistema de saúde pública.

Ao projetar-se um biomaterial para utilização em prótese metálica deve-se levar em consideração os potenciais toxicológicos e de inibição à formação de hidroxiapatita, além da associação com problemas neurológicos, característico de cada elemento químico presente no material. Em quantidades elevadas, até mesmo metais contendo baixa toxicidade podem danificar o metabolismo normal ou ativar o sistema imunológico, gerando reações do tipo: asma, urticária e hipersensibilidade a um metal específico [2.2].

De acordo com JACOBS et al. [2.13] e ZAVAGLIA [2.3], experiências com animais mostraram que o cromo interferiu na resposta do organismo a ataques bacterianos. Segundo WANG [2.12], OKAZAKI ET AL. [2.11], NOORT [2.5], os metais vanádio, cobalto e níquel, possuem relativamente grande toxicidade. Já o estanho, zircônio, titânio, tântalo e paládio apresentam baixa toxicidade e alta biocompatibilidade, enquanto o ferro e o alumínio provocam o encapsulamento. Embora um determinado metal provoque reações alérgicas quando em contato com a pele, quando em conjunto com outros metais em uma liga, pode não provocar tais reações [2.2].

Os metais, entre os diversos materiais que existem atualmente, são os que se revelam mais adequados para a fabricação de implantes ortopédicos e, em especial, aqueles sujeitos a carregamento mecânico [2.14], visto que os mesmos possuem a melhor relação entre propriedades mecânicas. Os materiais metálicos mais utilizados na fabricação de implantes ortopédicos são os aços inoxidáveis, as ligas cobalto-cromo e o titânio e suas ligas [2.15, 2.16].

#### **2.1.1.1 Implantes ortopédicos metálicos**

De uma maneira geral, os implantes ortopédicos podem ser classificados de duas formas:

- a) implantes temporários de fixação de fraturas, e
- b) implantes permanentes de substituição de parte da estrutura óssea do corpo humano.

Os implantes temporários, tais como: placas de fixação para ossos fraturados, parafusos e hastas intramedulares para estabilização de fraturas, devem possuir resistência mecânica suficiente para substituir temporariamente a função do osso em determinado segmento do aparelho locomotor, somado a composições que não promovam reações indesejáveis no organismo. Já os implantes permanentes, no caso de substituição de articulações (próteses de joelho, quadril e cotovelo), devem ainda suportar movimentos contínuos e transmitir carga [2.8, 2.14].

De acordo com RATNER ET AL., RAMAN E PADMANABHAN [2.4, 2.17] dentre os metais, os aços inoxidáveis austeníticos são os mais utilizados na fabricação de implantes ortopédicos, que tem como objetivo fixar fraturas, tais como, pinos e placas temporárias. Isso ocorre por que além de possuir uma combinação ótima de propriedades mecânicas, esses aços apresentam ainda: boa resistência à corrosão no meio fisiológico, trabalhabilidade, boa tolerância fisiológica, comportamento não magnético e baixo custo.

Em 1960, a utilização, com sucesso, de uma prótese total do quadril, com o acetábulo revestido com polietileno de ultra-alto peso molecular, fixada ao fêmur com cimentos à base de polimetilmetacrilato, por CHARNLEY [2.6], marcou um significativo avanço na aplicação de próteses metálicas.

## **2.2 Aços Inoxidáveis Austeníticos Estabilizados de Alto Nitrogênio**

A International Organization for Standardization, em 1992, através da norma ISO 5832-9, fixou limites de composição, assim como características e métodos de ensaios para os aços inoxidáveis austeníticos com alto teor de nitrogênio para implantes. Esses aços possuem uma resistência à corrosão e uma resistência mecânica superiores aos outros aços inoxidáveis austeníticos. Isso se deve a adição do nitrogênio que possibilitou reduções significativas nos teores de carbono e níquel na composição do mesmo.

Os efeitos benéficos do nitrogênio estão geralmente associados a sua presença em solução sólida. GIORDANI [2.7] relacionou algumas vantagens da adição do nitrogênio como elemento de liga nos aços inoxidáveis. São elas: (i) Assim como o carbono, o nitrogênio é um elemento intersticial, porém a sua solubilidade é muito maior que a do carbono [2.18]. (ii) O nitrogênio estabiliza a austenita, reduzindo a formação de ferrita em altas temperaturas, assim como a formação de martensita em baixas temperaturas. Diminuindo custos, em face do valor mais baixo do nitrogênio em comparação a outros elementos estabilizantes [2.19]. (iii) O aumento da resistência mecânica, sem perda considerável da tenacidade, obtida com o nitrogênio em solução sólida, é superior a qualquer

outro elemento de liga em solução sólida [2.20, 2.21]. (iv) A formação de nitretos, mais estáveis do que os carbonetos, proporciona um aumento da resistência mecânica por precipitação, da resistência mecânica em temperaturas intermediárias e da resistência a fluência [2.20 e 2.22]. (v) O nitrogênio em solução aumenta o endurecimento por deformação a frio e suprime a formação de martensita induzida por deformação [2.20]. (vi) O nitrogênio em solução diminui a difusividade do carbono, o que leva ao retardo da precipitação de carbonetos, e como consequência, reduz o fenômeno de sensitização [2.21, 2.23]. (vii) O nitrogênio em solução melhora as propriedades de fadiga e de corrosão [2.19, 2.20, 2.22, 2.23]. (viii) O nitrogênio em solução e na forma de nitretos duros aumenta a resistência ao desgaste [2.22].

A adição de elementos microligantes (nióbio, tântalo, titânio e/ou vanádio) na matriz, com o objetivo de garantir ao material final uma elevada resistência à corrosão intergranular, é largamente utilizada em aços inoxidáveis austeníticos. Esses elementos reduzem drasticamente a quantidade de carbono disponível na matriz, evitando a formação de carbonetos de cromo, uma vez que eles possuem maior afinidade com o carbono do que o cromo e, induzem fortemente a formação de carbonetos, nitretos e carbonitretos. Por outro lado, a presença desses precipitados, na forma de finas partículas, inibe o crescimento de grão normal. Visto que, tanto esses elementos microligantes em solução, quanto as partículas finas de precipitados, ancoram os contornos de grãos. Assim, os elementos microligantes contribuem para melhorar a resistência ao crescimento de grão durante um reaquecimento do material e promovem um apreciável refino de grão durante um tratamento termomecânico [2.18], desde que, esses tratamentos não ultrapassem temperaturas suficientes para promover o coalescimento e a dissolução das partículas de precipitados, cujo resultado seria o desenvolvimento de uma microestrutura altamente heterogênea devido ao crescimento de grão anormal [2.24].

O nióbio presente em aços inoxidáveis austeníticos estabilizados de alto nitrogênio deve interagir com o carbono e com o nitrogênio. Comercialmente, o teor de nióbio colocado na matriz é muito superior àquele necessário devido à estequiometria. Esse procedimento é feito para garantir que nenhum átomo de carbono presente na matriz se ligue ao cromo. A fase Z presente nesses aços

apresenta em sua composição nióbio e nitrogênio, podendo conter ferro, manganês e molibdênio [2.18]. Foi comprovado experimentalmente que esta fase dificilmente dissolve através de tratamentos de solubilização, devido a mesma ser termodinamicamente estável em altas temperaturas [2.25, 2.26]. A presença dessa fase na matriz reduz, em torno de seus contornos, os teores de cromo e molibdênio. Embora a fase Z não tenha grandes influências sobre a resistência mecânica do aço, ela reduz a resistência à corrosão por pite.

### **2.3 Mudanças Microestruturais Durante a Deformação a Quente**

As propriedades finais a serem alcançadas em aços e ligas metálicas deformadas a quente, ou seja, em temperaturas maiores que  $0,6 T_F$ , onde  $T_F$  é a temperatura absoluta de fusão do material, dependem substancialmente do controle dos processos de encruamento e amaciamento que ocorrem durante e após o processamento dos mesmos. O amaciamento é caracterizado por dois processos de restauração, a recuperação e a recristalização. Esses são denominados de dinâmicos quando ocorrem durante a deformação e, de estático e metadinâmico, quando ocorrem após deformação.

#### **2.3.1 Encruamento**

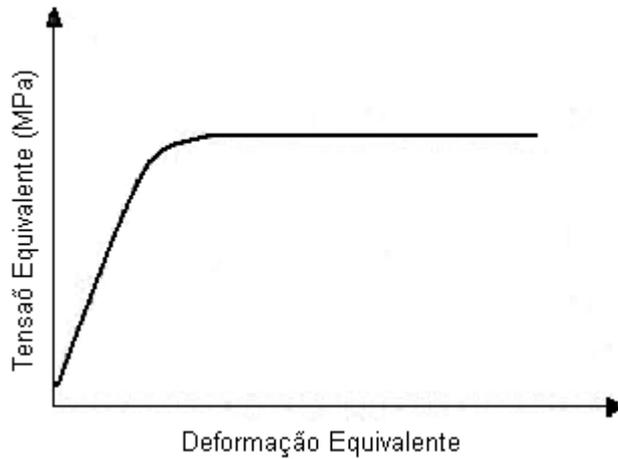
Quando um material metálico é deformado plasticamente, o mesmo passa por um processo de endurecimento, denominado de encruamento. Do ponto de vista microestrutural, o encruamento ocorre devido ao aumento da densidade de discordância e pelo tipo de arranjo que as mesmas formam. Quanto maior for o encruamento, maior é a dificuldade das discordâncias se moverem e de vencerem os campos de tensão gerados na rede cristalina. Durante a deformação plástica de materiais metálicos são criadas discordâncias, que com o prosseguimento da deformação, movem-se em seus sistemas de escorregamento. Ao interagirem, sistemas de escorregamento e contornos de grãos ou qualquer obstáculo

substancial, esses bloqueiam o escorregamento e empilhamentos de discordâncias são criados. Prosseguindo com a deformação, tanto o bloqueio de discordâncias como a geração das mesmas continuam, até que algumas discordâncias bloqueadas são capazes de escapar dos obstáculos [2.27, 2.28].

### **2.3.2 Recuperação dinâmica**

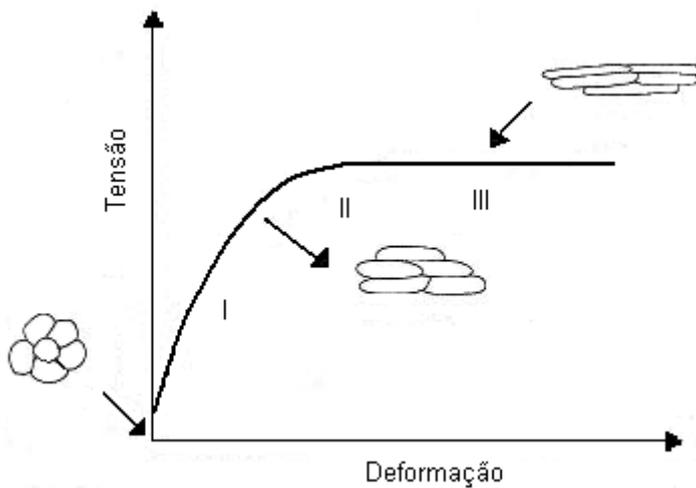
Durante o encruamento, a densidade de discordância aumenta com a deformação, tornando-as emaranhadas e, devido à operação de mecanismos de restauração, termicamente ativados, tais como deslizamentos cruzados e escalagem de discordâncias, acontece simultaneamente o rearranjo e a aniquilação de discordâncias [2.29], gerando regiões com relativamente baixa densidade de discordância, envolvidas por contornos de alta densidade de discordância, denominadas de estrutura celular [2.30]. Com o prosseguimento da deformação, a estrutura celular pode ser transformada em subgrãos.

Em materiais com alta energia de falha de empilhamento, os mecanismos termicamente ativados são mais efetivos, fazendo com que, durante o processo de deformação, a taxa de encruamento decresça gradualmente, devido ao aumento na taxa de aniquilação de discordâncias. Quando o equilíbrio dinâmico entre essas duas taxas é alcançado, ocorre o regime ou estado estacionário [2.31], caracterizado por uma tensão de escoamento constante, Figura 2.1. Nesse estágio as células são transformadas em subgrãos, cuja perfeição, dimensão e orientação dependem do material, da taxa de deformação e da temperatura de deformação [2.32]. Os subgrãos são produzidos pelo contínuo rearranjo de subcontornos, pela aniquilação de velhos contornos e pela geração de novos contornos [2.33]. A microestrutura resultante é formada de antigos grãos alongados, devido à deformação, mas com subgrãos com tamanho e forma constante. Materiais com esse tipo de comportamento só se recuperam dinamicamente. Os materiais que recuperam dinamicamente são geralmente os cúbicos de corpo centrado (ccc).



**Figura 2.1** Ilustração esquemática de uma curva tensão x deformação, típica de um material que se recupera dinamicamente.

A evolução microestrutural que ocorre durante a deformação de materiais metálicos, que somente recuperam dinamicamente, pode ser melhor entendida utilizando-se curvas de escoamento. Levando-se em consideração a interação competitiva dos mecanismos de geração e aniquilação de discordâncias, estas curvas podem ser divididas em três estágios, conforme ilustra a Figura 2.2.



**Figura 2.2** Esquema ilustrativo dos estágios de deformação, indicando as mudanças que ocorrem na microestrutura de um metal que recupera dinamicamente.

a) Estágio I: Nessa etapa, a taxa de deformação parte do zero até aproximadamente a taxa de ensaio. Tem-se um aumento relativamente grande da tensão com pequenas deformações e o material sofre apenas microdeformações. Tem-se evidência que nesse estágio ocorra alguma multiplicação no número de discordâncias, levando a densidade das mesmas a um aumento em uma ordem de grandeza variando de  $10^{10} - 10^{11} \text{ m}^{-2}$  para  $10^{11} - 10^{12} \text{ m}^{-2}$ . Nesse estágio os grãos são equiaxiais.

b) Estágio II: Nesse período, ocorre o decréscimo na inclinação da curva, inicia-se o escoamento plástico do material e o mesmo é denominado de encruamento, onde predominam os mecanismos de geração de discordâncias. Com o aumento da deformação, tem-se um aumento na densidade de discordâncias que leva a um aumento na taxa de recuperação, fazendo com que a taxa de encruamento decresça gradualmente, até que, no final desse estágio, a taxa resultante de encruamento se anule, caracterizando o início do estágio seguinte, ou seja, o estado estacionário. Nessa etapa os grãos encontram-se deformados, tendo no seu interior uma estrutura celular.

c) Estágio III: Nessa fase ocorre o estado estacionário, caracterizado pelo equilíbrio entre as taxas de geração e de aniquilação de discordâncias. A densidade de discordâncias chega a aproximadamente  $10^{14} - 10^{15} \text{ m}^{-2}$ , permanecendo constante. Nesse estágio, embora os grãos sejam alongados, os subgrãos são equiaxiais e com tamanhos estáveis mesmo para grandes deformações. Enquanto os grãos são continuamente deformados, novos subgrãos equiaxiais são formados, através do fenômeno da repoligonização, mantendo a densidade de discordâncias constante.

Em materiais metálicos de média ou baixa energia de falha de empilhamento, as células formadas, relativamente, possuem contornos muito emaranhados e são de tamanho menor. Durante a deformação, devido à baixa eficiência dos mecanismos termicamente ativados, a taxa de aniquilação é menor do que a taxa de geração de discordâncias. Quando a densidade de discordância alcança um valor crítico, ocorre a recristalização dinâmica [2.34].

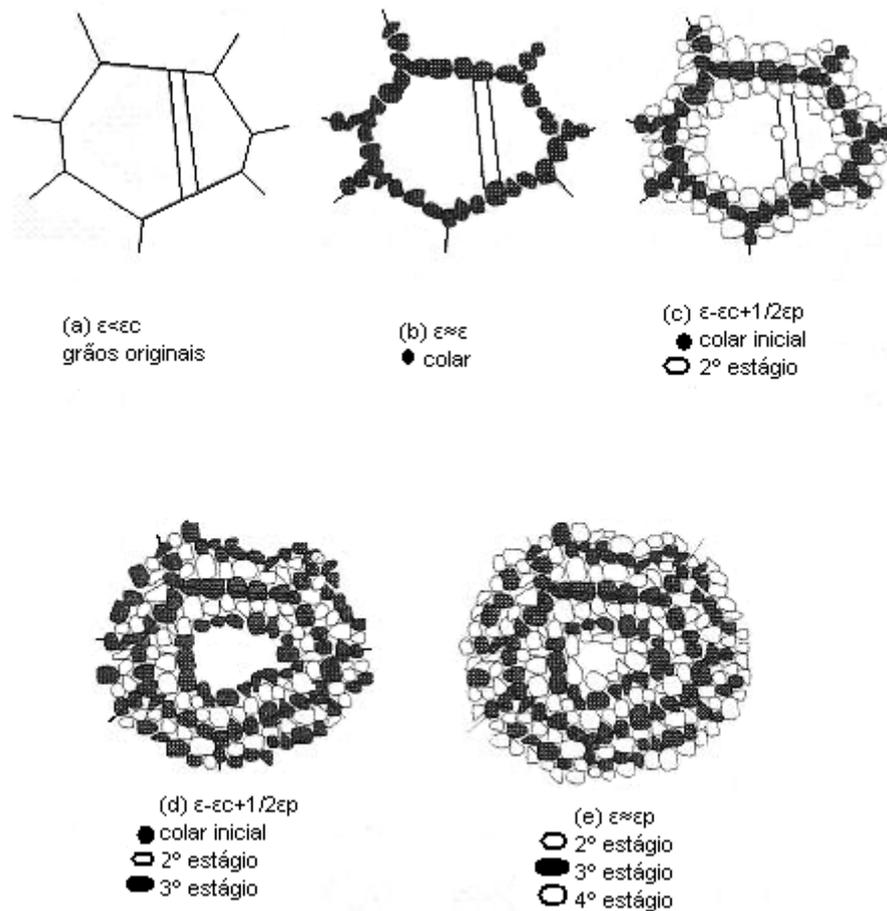
### 2.3.3 Recristalização dinâmica

Em materiais com baixa e média energia de falha de empilhamento, a recuperação dinâmica acontece de forma mais lenta, visto que, suas discordâncias têm baixa mobilidade devido ao fato das discordâncias parciais estarem muito afastadas entre si, dificultando a ocorrência dos fenômenos de deslizamento cruzado e escalagem, isto é, a aniquilação de discordâncias, exercida por tais fenômenos não consegue manter o equilíbrio com a geração de novos defeitos, indicando difícil recuperação dinâmica. As discordâncias geradas ao adquirirem baixa mobilidade tenderão a ter uma distribuição planar (homogênea) na microestrutura [2.35]. O resultado disso tudo é um considerável aumento na densidade de discordância, atingindo uma densidade denominada crítica, onde a energia armazenada é suficiente para a formação de novos grãos durante a deformação, pela aniquilação coletiva de discordâncias pelo movimento dos contornos de grãos, recristalizando o material. Esse fenômeno é chamado de recristalização dinâmica [2.36].

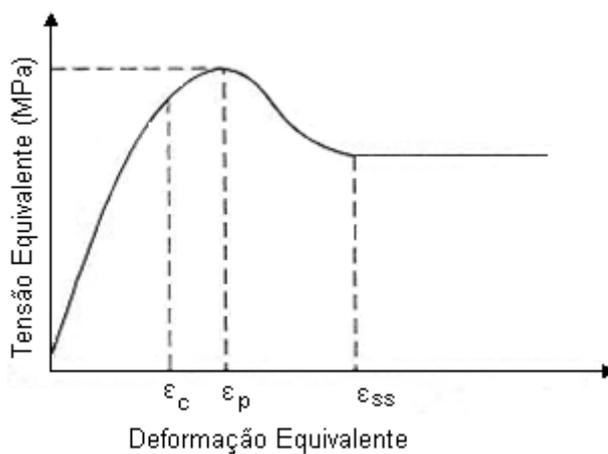
Os materiais que recristalizam dinamicamente formam uma subestrutura de discordâncias que não é recuperada completamente durante a deformação. De tal forma que suas células têm tamanhos relativamente menores e suas paredes são mais emaranhadas do que as dos materiais que passam por alto grau de recuperação dinâmica. De acordo com a literatura [2.37] a nucleação da recristalização dinâmica inicia em uma deformação crítica,  $\varepsilon_c$ , a qual corresponde a uma densidade de discordância crítica. A deformação crítica necessária para iniciar a recristalização dinâmica é inferior a deformação de pico,  $\varepsilon_p$ , correspondente ao pico de tensões ( $\varepsilon_c = 0,8\varepsilon_p$ ), visto que os primeiros núcleos amaciam o material apenas localmente, enquanto que o restante do material continua encruado. Para baixas taxas de deformação, uma vez alcançada a deformação crítica, a recristalização é iniciada pelo encurvamento de contornos de grãos pré-existentes [2.38]. Para altas taxas de deformação, a recristalização é iniciada pelo crescimento de células com alta desorientação dentro dos grãos, ou seja, células de contorno de alto ângulo, formadas pelo acúmulo de discordâncias [2.39]. Após a formação dos núcleos, esses crescem devido à diferença de densidade de discordâncias na frente

e atrás dos contornos que se movem [2.40]. Tudo isso ocorre, ou seja, nucleação e crescimento dos grãos, durante a deformação plástica. Com relação aos mecanismos de nucleação, para altas taxas de deformação, a nucleação ocorre essencialmente ao longo dos contornos de grãos e é denominado de mecanismo colar [2.41]. Nesse, após todos os sítios nos contornos de grãos serem esgotados, novos grãos são nucleados dentro do grão original, junto a interface do grão recristalizado e não recristalizado, e o crescimento de cada grão cessa quando um contorno de grão impede o crescimento de outros [2.38, 2.39], como pode ser observado na Figura 2.3. Para baixas taxas de deformação, o crescimento de cada novo grão é interrompido pelo ancoramento dos contornos [2.33].

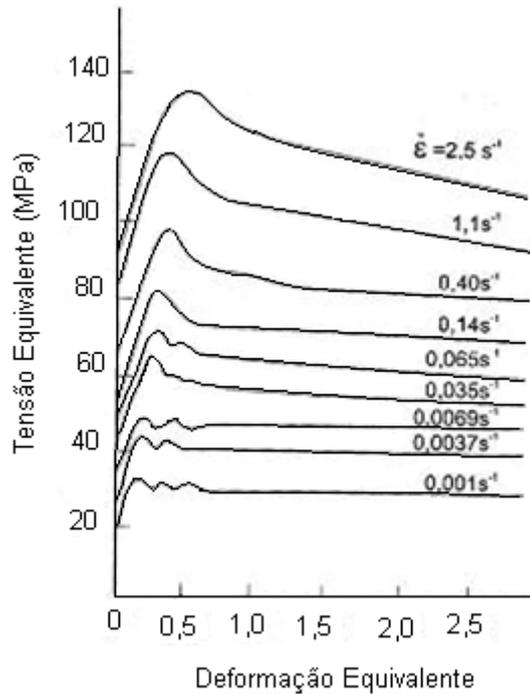
A curva de tensão x deformação características de um material que recristaliza dinamicamente, para taxa de deformação relativamente alta, apresenta um pico de tensão, como mostra a Figura 2.4. Após a tensão alcançar um valor máximo,  $\sigma_p$ , devido à recristalização dinâmica, a tensão diminui para um valor entre a tensão de início de escoamento plástico e a tensão de pico. Por fim, em ensaios com baixas taxas de deformação, a recristalização dinâmica é acompanhada pelo encruamento, originando uma curva cíclica com amplitudes que decrescem com o tempo [2.42], Figura 2.5.



**Figura 2.3** Ilustração do desenvolvimento da recristalização dinâmica pelo mecanismo colar.



**Figura 2.4** Ilustração esquemática de uma curva tensão x deformação, típica de um material que recristaliza dinamicamente.



**Figura 2.5** Curvas de tensão x deformação equivalentes de um aço com 0,25 %C, deformado a 1100 °C [2.42].

## 2.4 Equações Constitutivas

A recristalização dinâmica depende do tamanho de grão inicial,  $D_o$ , da temperatura de deformação,  $T$ , e da taxa de deformação,  $\dot{\epsilon}$ . Sabe-se que quanto menor for o tamanho inicial dos grãos, menores serão as deformações crítica,  $\epsilon_c$ , e de pico,  $\epsilon_p$ , enquanto a cinética da recristalização dinâmica será mais rápida. Isso significa dizer que a rápida taxa de recristalização dinâmica é causada pelo maior acúmulo de discordância e a pela maior área de contornos de grãos por unidade de volume [2.31]. O tamanho de grão inicial também influencia a tensão de pico,  $\sigma_p$ , entretanto a tensão de estado estacionário,  $\sigma_{ss}$ , e o seu tamanho de grão,  $D_{ss}$ , não dependem do tamanho de grão inicial [2.43].

De acordo com a literatura, vários pesquisadores têm apresentado evidências que indicam que os mecanismos que operam durante o trabalho a quente são uma extensão dos que operam em condição de fluência [2.37]. Desta forma, a

tensão aplicada,  $\sigma$ , na deformação a quente, está relacionada com a temperatura e taxa de deformação,  $\dot{\epsilon}$ , pela equação abaixo [2.44]:

$$\dot{\epsilon} = A (\sinh\alpha\sigma)^2 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (2.1)$$

onde  $A$ ,  $n$  e  $\alpha$  são constantes dependentes do material e independentes da temperatura.  $R$  é a constante universal dos gases (8,31J/mol·K),  $Q$  é a energia de ativação (J/mol) e  $T$  a temperatura absoluta durante a deformação (K).

Os efeitos da temperatura e da taxa de deformação são simultaneamente descritos utilizando-se o parâmetro de Zener-Hollomon,  $Z$  ( $s^{-1}$ ) [2.45]:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (2.2)$$

Combinando as equações acima, tem-se que:

$$Z = A [(\sinh\alpha\sigma_p)]^n = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (2.3)$$

onde  $\sigma_p$  é a tensão de pico (MPa) e  $Q_{DRX}$  é a energia de ativação aparente para a deformação a quente (J/mol).

O parâmetro  $Z$  é constante desde que a taxa de deformação e a temperatura de deformação sejam constantes. Uma vez calculado  $Z$ , a tensão de escoamento pode ser conhecida para muitas temperaturas e taxas de deformação. A interdependência entre os parâmetros de escoamento dá considerável percepção do mecanismo de deformação, visto que, a relação exponencial da temperatura é indicativo de mecanismo termicamente ativado e o  $Q$  indica o tipo de mecanismo.

Resultados obtidos para amostras de cobre e aços inoxidáveis austeníticos indicam que a relação entre a deformação de pico e Z é dada abaixo [2.46].

$$\varepsilon_p = AD_0^{0,5}Z^p \quad (2.4)$$

onde A e p são constantes e dependem da composição do material.

O tamanho de grão,  $D_{ss}$ , e a tensão,  $\sigma_{ss}$ , do estado estacionário dependem de Z segundo as equações que seguem [2.31]:

$$D_{ss} = A_{ds}Z^{m_{ss}} \quad (2.5)$$

e

$$\rho_{ss} = A_{ss}Z^{-q_{ss}} \quad (2.6)$$

onde  $A_{ds}$ ,  $m_{ss}$ ,  $A_{ss}$  e  $q_{ss}$  são constantes e dependem da composição do material.

## 2.5 Resultados Científicos Mais Recentes Sobre o Aço ISO 5832-9

GIORDANI, GUIMARAES, PINTO e FERREIRA [2.47], investigaram a correlação entre a microestrutura e o comportamento da nucleação de trinca por fadiga (ao ar e em solução de 0,9% de NaCl) para um aço inoxidável austenítico ISO 5832-9. Eles encontraram que o trincamento por fadiga e por fadiga-corrosão inicia preferencialmente em placas de fase Z precipitadas, que são paralelas a direção de tensão, e em precipitados grosseiros usualmente associados com inclusões não metálicas ricas em Al. Além disso, a nucleação de trinca é causada mais pela ruptura da partícula do que pela separação da interface partícula/matriz.

GIORDANI, JORGE Jr. e BALANCIN [2.48], estudaram a cinética de recristalização estática de um aço do tipo ISO 5832-9 através da análise metalográfica e de testes de torção. Através das frações recristalizadas em função da temperatura e tempo de espera após a deformação, eles encontraram que o material só recristaliza completamente para temperaturas igual e maiores que 1100 °C. Para  $T \leq 1050$  °C as frações recristalizadas encontradas não ultrapassam a 16%, mesmo para tempos longos como 900 s. Eles encontraram também, através de testes de torção de múltiplos passes, sob resfriamento contínuo, que ocorre a precipitação induzida por deformação da fase Z e que a inibição da recristalização estática acontece para temperaturas menores que 1100 °C.

GIORDANI, JORGE Jr. e BALANCIN [2.49], estudaram o amaciamento entre deformações de um aço do tipo ISO 5832-9 através de testes duplos de torção, metalografia e difração retro-espalhada de elétrons. Eles encontraram que altos níveis de amaciamento podem ser promovidos pela recuperação durante o tempo entre passes, antes e no início da recristalização.

GIORDANI, FERREIRA e BALANCIN [2.50], avaliaram comparativamente as propriedades mecânicas básicas, as propriedades de corrosão e de fadiga de dois aços, um do tipo ASTM F138 e o outro do tipo ISO 5832-9. Como resultado, o aço do tipo ISO 5832-9 apresentou comportamentos mecânico e eletroquímico bastante superior ao aço do tipo ASTM F138, bem como um melhor desempenho em fadiga em meio neutro e em meio agressivo.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 2.1. KLEIN, A.; FREDEL, M. C. WENDHAUSEN, P. A. P.. “Novos materiais: realidade e tendências de desenvolvimento”. **Revista Nexus**, maio de 2001. Disponível em: <<http://www.revistanexus.com.br>>. Acesso em: 7 de fev. 2004.
- 2.2. GUIMARÃES, V. A.. **Influência da microestrutura sobre as propriedades mecânicas e resistência à corrosão de um aço inoxidável isso 5832-9 - utilizado na fabricação de implantes ortopédicos**. 2002. 296f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2002.
- 2.3. ZAVAGLIA, C. A. C.. **Aplicações de biomecânicas em próteses ortopédicas**. 1993. 116f. Tese (Livre docência) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1993.
- 2.4. RETNER, B. D. et al.(Ed.). **Biomateriais science: An introdução to materiais in medicine**. New York: **Academic Press**, 484p. 1996.
- 2.5. NOORT, R. V.. **Titanium: the implant material of today**. **Journal of Materials Science**, New York, n. 22, p. 3801-3811, 1987.
- 2.6. LOPEZ, G. D.. **Biodeterioration and corrosion of metallic implants and prosthetic devices**. **Medicina Buenos Aires**, Buenos Aires, v. 53, n. 3, p. 260-274, 1993.
- 2.7. GIORDANI, E. J.. **Propriedades e mecanismos de nucleação de trincas por fadiga em meio neutro e meio fisiológico artificial de dois aços inoxidáveis austeníticos utilizados como biomateriais**. 2001. 300f.. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2001.
- 2.8. FRAKER, A. C.; RUFF, A. W.. **Metallic surgical implants: state of art**. **Journal of Metals**, New York, p. 22-28, May 1977.
- 2.9. GOTMAN, I.. **Characteristics of metals used in implants**. **Journal of Endourology**, v.11, n.6, p. 383-389, Dec. 1997.
- 2.10. ROSA, S. et al.. **In-vitro corrossions resistance study of ho worked Ti-6Al-7Nb alloy in a isotonic medium**. **Brazilian Journal of Chemica Engineering**, v. 18, n.1, p. 47-59, Mar. 2001.
- 2.11. OKAZAKI, Yet. Al.. **Effect of alloying elements on mechanical properties of Titanium alloys for medical implants**. **Materials Transaction, JIM**, v. 34, n.12, p. 1217-1222, 1993.
- 2.12. WANG, K.. **The use of titanium for medical applications in the USA**. **Materials Science and Engineering**, A 213, p. 134-137, 1996.

- 2.13. JOCOBS, J. J. et. Al.. Corrosion of metals orthopaedic implants: current concepts review. **The Journal of Bone and Surgery**, v. 80-A, n. 2, p. 268-282, Feb. 1998.
- 2.14. CHOHI, M.; KÖBERLE, G.; REIS, F. B.. Prótese metal/metal: uma tendência? **Revista Brasileira de Ortopedia**, v. 32, n. 10, p. 760-766, Out. 1997.
- 2.15. CHENG, T. P.; TSAI, W. T.; LEE, J. T.. Electrochemical and corrosion behavior of duplex stainless steels in Hank's solution. **Journal of Materials Science**. New York. 25, n. 2A, p. 936-943, Feb. 1990.
- 2.16. RIEU, J. et. Al.. Structural modifications induced by ion implantation in metals and polymers used for orthopaedic prostheses. **Materials Science and Technology**, v. 8, n. 7, p. 589-593, July, 1992.
- 2.17. RAMAN, S. G. R.; PADMANABHAN, K. A.. Influence of martensite formation and grain size on room temperature low cycle fatigue behavior of AISI 304LN austenitic stainless steel. **Materials Science and Technology**, v. 10, p. 614-620, July, 1994.
- 2.18. LILJAS, M.; NILSSON, J.O.. Development of commercial nitrogen-rich stainless steel. **Materials Science Forum**, v. 318/320, p. 189-200, 1999.
- 2.19. MACHADO, I. F.. Estabilidade microestrutural da austenita Fe-Cr-Ni contendo alto nitrogênio. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 50,1995, São Pedro, SP. **Anais**. São Paulo, 1995, p.515-527. v.1
- 2.20. STEIN, G.; MENEZEL, J.. Nitrogen alloyed steels- a new generation of materials with extraordinary properties. **International Journal of Materials and Products Technology**, v. 10, n.3-6, p.290-302, 1995.
- 2.21. REED, R. P.. Nitrogen in austenitic stainless steel. **Journal of the Mineral, Metal & Materials Society**, v. 41, p. 16-21, 1989.
- 2.22. BERNS, H.. Manufacture and application of high nitrogen steels. **ISIJ International**, v.36, n.7, p.909-914, 1996.
- 2.23. NYSTRÖM, M. et. Al.. Influence of nitrogen and grain size on deformation behavior of austenitic stainless steel. **Materials Science and Technology**, v.13, n.7, p.560-567, 1997.
- 2.24. SOUSA, R. C.. **Estudo dos efeitos dos parâmetros de processamento na temperatura de não recristalização.  $T_{nr}$ , de um aço médio carbono microligado ao vanádio**. 1996. 109f. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais)-UFSCar, São Carlos, 1996.
- 2.25. ÖRNHAGEN, C.; NILSSON, J. O.; VANNEVIK, H.. Characterization of nitrogen-rich austenitic stainless steel used for osteosynthesis devices. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 31, p. 97-103, 1996.

- 2.26. DEGALLAIX, S.; FOCT, J.; HENDRY A.. Mechanical behavior of high-nitrogen stainless steels. **Materials Science and Technology**, v.2, p. 946-950, Sept. 1986.
- 2.27. KOCKS, U. F.. Dislocations and Properties of Real Materials. Proc. Conf. Dec. 84, the Inst. Of Metals, London, p. 125, 1985.
- 2.28. NABARRO, F. R. N.. "Work Hardening and dynamical Recovery of F.C.C Metals in Multiple Glide". **Acta Metall**, v. 37, p. 1521-1546, 1989.
- 2.29. JONAS, J. J.; SELLARS, C. M.; McTEGART, W. J.. Strenht and structure under hot- working condition, **Met. Ver.**, v.14, p.1, 1969.
- 2.30. McQUEEN, H. J.. "The Production and Utility of Recovered Dislocation Substructures". **Met. Trans.**, 8A, p. 807-824, 1977.
- 2.31. ROBERTS, W.. Deformation, processing and structure, 1982 ASM **Materials Science Seminar**, ed. By G. Krauss, ASM, metals Park, Ohio, p. 109, 1984.
- 2.32. McQUEEN, H. J..J. **Applied Metal Working**, vol. 3, p. 233, 1984.
- 2.33. ROUCOULES, C.. **Dynamic and metadynamic recrystalization in HSLA steels**. 1992. Tese Doutorado - Department of Mining and Metallurgical Engineering, McGill University, Montreal, Canada, 1992.
- 2.34. MCQUEEN, H. J.; JONAS, J. J.. **Plastic deformation of materials**. R. J. Arsebalt, Academic Press e New York, p. 393, 1975.
- 2.35. SELLARS, C. M.; TEGART, W. J. Mc .. Hot workability. **International Metallurgical Reviews**, v.17, p. 1-24, 1972.
- 2.36. RYAN, N. D.; McQUEEN, H. J.; JONAS, J. J.. The deformation behavior of types 304, 316 and 317 austenitic stainless during hot torsion. **Can. Met. Q.**; 22, p. 369-378, 1983.
- 2.37. McQUEEN, H. J.; JONAS, J. J.. Recovery and recrystalization during high temperature deformation. In: ARSENAULT, R. J., ed Treatise on materials science and technology. New York, Academic Press, v. 6, p. 393-493, 1976.
- 2.38. OUCHI, C; OKITA, T.. **Trans. ISIJ**, vol. 22, p. 543, 1982.
- 2.39. McQUEEN, H. J.; BERGERSON, S.. **Metal Science**, v. 6, p. 25, 1972.
- 2.40. ROBERT, W.; AHLBLOM, B.. **Acta Metall**, v. 26, p. 801, 1978.
- 2.41. SELLARS, C. M.. PROC. 7TH INT.SYMP. ON METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE, 1986, Roskilde, Denmark, eds. N. Hansen et al., Riso National Laboratory, p.167, 1986.
- 2.42. SELLARS, C. M.. **Phil. Trans. Soc. Lond. A**, v. 288, p.174, 1978.
- 2.43. BLAZ, L.; SAKAI, T.; JONAS, J. J.. **Metal Science**, 17, p. 609, 1983.

- 2.44. CINGARA, A.; MCQUEEN, H. J.. New method for determining sinh constitutive constants for high temperature deformation of 300 austenitic steels. **Journal of Materials Processing Technology**, 36, p. 17-30, 1992.
- 2.45. ZENER, C.; HOLLomon, J. H.. Effect of strain rate upon plastic flow of steel. **Journal Applies Physics**, 15, p. 22-32, 1944.
- 2.46. LAASRAOUI, A.; JONAS, J. J.. Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates. **Met. Trans. A.**, v. 22A, p. 1545-1558, 1991.
- 2.47. GIORDANI, E. J.; GUIMARAES, V. A.; PINTO, T. B. e FERREIRA, I.. "Effect of precipitates on the corrosion-fatigue crack initiation of ISO 5832-9 stainless steel biomaterial", **International Journal of Fatigue**, v. 26, p. 1129-1136, 2004.
- 2.48. GIORDANI, E. J.; JORGE Jr, A. M. e BALANCIN, O.. "Evidence of strain-induced precipitation on a Nb- and N-bearing austenitic stainless steel biomaterial". **Materials Science Forum**, vols. 500/501, p. 179-186, 2005.
- 2.49. GIORDANI, E. J.; JORGE Jr, A. M. e BALANCIN, O.. " Proportion of recovery and recrystallization during interpass times at high temperatures on a Nb- and N-bearing austenitic stainless steel biomaterial". **Scripta Materialia**, v. 55, p. 743-746, 2006.
- 2.50. GIORDANI, E. J.; FERREIRA, I. e BALANCIN, O.. "Propriedades mecânicas e de corrosão de dois aços inoxidáveis austeníticos utilizados na fabricação de implantes ortopédicos". **R. Esc. Minas**, v. 60(1), p. 55-62, 2007.

## CAPITULO 3

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 Material

Neste trabalho foi utilizado um aço inoxidável austenítico com alto teor de nitrogênio, denominado de ISO 5832-9, utilizado na fabricação de implantes ortopédicos. Esse aço foi produzido pela Villares S/A e fornecido pela Baumer S/A na forma de barras laminadas com diâmetros de 15,87 mm (5/8”), na condição recozido a 1030 °C por 60 min e resfriado em água. O ISO 5832-9 é um aço a base de Cr-Ni-Mn-Mo com adição de N, o qual, entre outras coisas, aumenta a resistência à corrosão. O aço ISO 5832-9 foi produzido pelo processo de fusão em forno de indução sob vácuo (Vacuum Induction Melting - V.I.M) e posteriormente refundido pelo processo de refusão sob escória eletrocondutora (Electro Slag Remelting - E.S.R.). Esse último processo permite um controle mais rigoroso das heterogeneidades indesejáveis na microestrutura. Posteriormente, o material foi forjado no intervalo de temperaturas entre 1210 e 980 °C e em seguida laminado entre 1210 e 1150 °C. Nessa última etapa de conformação o material adquire dimensões próximas às finais.

A composição química (% em peso) do aço ISO 5832-9 utilizado neste trabalho encontra-se na Tabela 3.1.

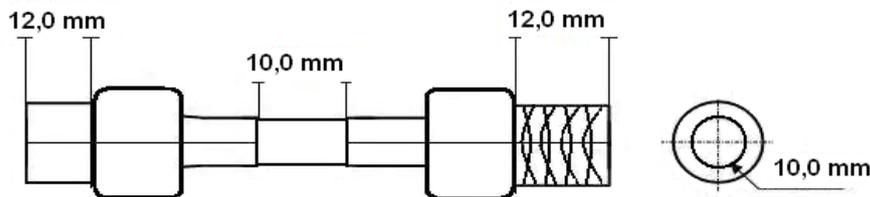
**Tabela 3.1** Composição química do aço ISO 5832-9 (% em peso).

Aço	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	S	P	Cu	N	Nb	Fe
ISO 5832-9	0,02 (0,08 máx)	0,16 (0,75 máx)	3,62 (2-4,25)	10,6 (9-11)	21,1 (19,5-22)	2,44 (2-3)	0,0018 (0,01 máx.)	0,013 (0,025 máx.)	0,06 (0,025 máx.)	0,37 (0,25-0,5)	0,42 (0,25-0,8)	Bal.

Os valores entre parênteses representam o intervalo de composição admitido por norma.

### 3.2 Geometria do Corpo de Prova

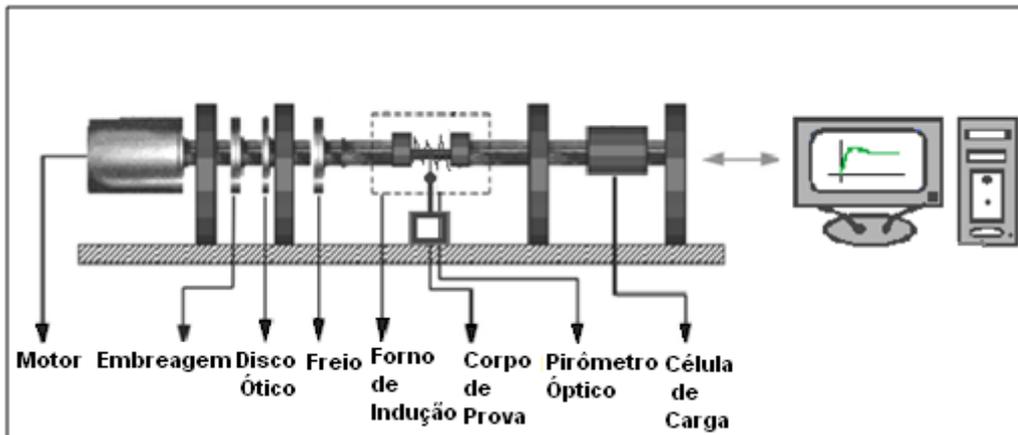
As barras do aço ISO 5832-9 foram trabalhadas através de usinagem para a confecção dos corpos de prova. A Figura 3.1 mostra a geometria dos mesmos. Uma das extremidades do corpo de prova era fixada à máquina de ensaios de torção por rosca, enquanto a outra por encaixe. A parte central, denominada de útil, pois consiste na região de deformação, possui comprimento e diâmetro de aproximadamente 10 mm cada.



**Figura 3.1** Geometria do corpo de prova (mm).

### 3.3 Máquina Horizontal de Torção

Os ensaios foram realizados em uma máquina horizontal de ensaios de torção a quente computadorizada (veja o esquema da máquina na Figura 3.2), desenvolvida e localizada no Laboratório de Processamento Termomecânicos do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos, DEMa/UFSCar. Durante os ensaios, os esforços mecânicos foram aplicados sobre os corpos de prova por um motovariador com velocidade entre 25 a 1000 r.p.m., sendo esses medidos por uma célula de carga com capacidade máxima de 1000 kgf.cm. O eixo da máquina de torção é dividido em duas partes. No lado esquerdo está o eixo torçor, ao qual estão acoplados um motor, uma embreagem, um freio eletromagnético e um dispositivo óptico que é utilizado para medidas do ângulo de rotação e da velocidade imposta pela máquina ao corpo de prova. No lado direito, o eixo possui movimento de translação, o que facilita a colocação e retirada dos corpos de prova. A esse eixo está acoplada à célula de carga.



**Figura 3.2** Esquema de uma máquina horizontal de ensaios de torção a quente computadorizada, desenvolvida no Laboratório de Tratamentos Termomecânicos DEMa / UFSCar.

O aquecimento e resfriamento controlados dos corpos de prova foram realizados utilizando-se um forno de indução. Para a medida e controle da temperatura foi utilizado um pirômetro óptico localizado em frente ao corpo de prova e focalizado no centro da seção útil dos mesmos. Esse equipamento apresenta um erro na medida de temperatura de aproximadamente 5 °C. O controle dos ensaios e aquisição de dados foram realizados por um microcomputador interfaceado à máquina de ensaios de torção. Uma vez realizados os ensaios, os dados obtidos foram arquivados e posteriormente tratados. O tratamento dos dados foi feito obtendo a tensão e a deformação equivalentes, através das equações abaixo [3.1 e 3.2]:

$$\sigma = \sqrt{3} \left[ \frac{M}{(2\pi R^3)} \right] (3 + n + m) \quad (3.1)$$

e

$$\varepsilon = \left[ \frac{R}{(\sqrt{3} L)} \right] \theta \quad (3.2)$$

Sendo  $M$  o torque aplicado,  $\theta$  o ângulo de rotação,  $R$  e  $L$  o raio e o comprimento úteis dos corpos de prova, respectivamente. Os coeficientes  $n$  e  $m$  têm ligação com a sensibilidade do material com relação à taxa de deformação e ao encruamento.

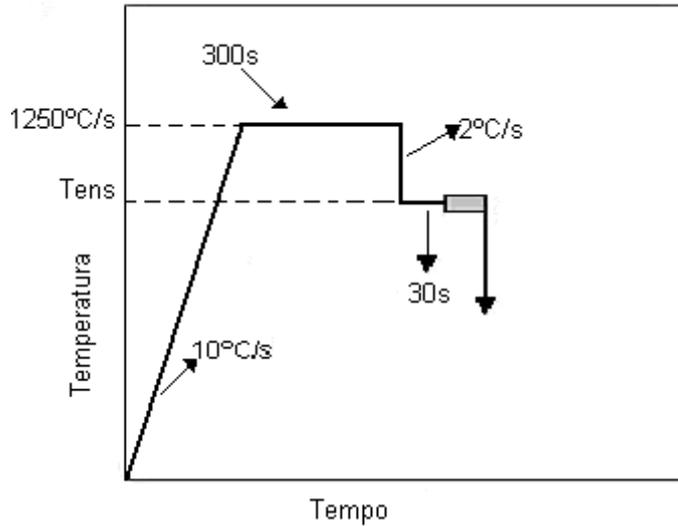
### 3.4 Ensaios de Torção a Quente Isotérmico

No presente trabalho, os ensaios de torção foram divididos em dois grupos:

a) Os ensaios de torção isotérmicos, para a deformação de 4,0, foram realizados visando prever o comportamento da deformação a quente, ou seja, determinar as equações constitutivas para as deformações crítica e de pico, para a tensão de pico e para o tamanho de grão recristalizado; e mudanças microestruturais para várias taxas de deformação e temperaturas. A energia de ativação aparente para a deformação a quente será determinada baseada em dados obtidos dessas curvas.

b) Os ensaios de torção isotérmicos, para deformações diferentes de 4,0 e para várias temperaturas e taxas de deformação, foram realizados visando identificar o tipo de recristalização dinâmica que ocorre para as várias condições de ensaios.

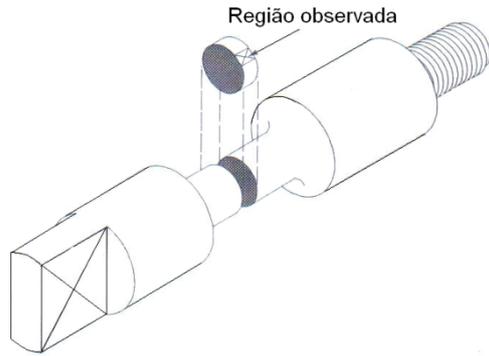
Em todos os ensaios de torção a quente, os corpos de prova foram aquecidos a temperatura de encharque de 1250 °C, por 300 s, em seguida, resfriados até a temperatura de ensaio (ou de deformação), que variou de 1000 a 1200 °C. Nessa temperatura eles permaneceram por 30 s para em seguida serem deformados a taxas de deformação de 0,01, 0,5, 1,0 e 10,0 s<sup>-1</sup>, para diferentes deformações. Imediatamente após a deformação desejada, os corpos de prova foram temperados em água. O procedimento foi realizado de acordo com o esquema da Figura 3.3.



**Figura 3.3** Diagrama esquemático dos testes de deformação a quente.

### 3.5 Metalografia

O procedimento para a análise microestrutural seguiu a seguinte ordem: primeiro as amostras foram cortadas perpendicularmente ao comprimento, logo após, foram embutidas a quente, lixadas e polidas com alumina. Finalmente, as amostras foram submetidas a ataque eletroquímico com ácido nítrico a 65%. A região de observação foi aquela próxima à superfície, paralela ao eixo perpendicular da amostra, conforme ilustra a Figura 3.4.



**Figura 3.4** Ilustração mostrando detalhes do corte das amostras para a metalografia.

### 3.6 Análise de Imagens

A microestrutura foi analisada por microscopia óptica. A determinação do diâmetro médio de grãos recristalizados foi realizada com o auxílio de um sistema de análise de imagem. Esse sistema é formado de um microscópio óptico interligado a uma câmara de vídeo e um microcomputador, Figura 3.5. Com o programa de imagens “Image-Pro Plus versão 4.5 for Windows”, as imagens obtidas eram congeladas e armazenadas no microcomputador para identificação das estruturas e medidas dos diâmetros.

A presença de diferentes tons de cinza e ruídos nas imagens, dificulta a análise imediata das mesmas. Para resolver esse problema foi necessário suavizar as imagens utilizando um filtro do tipo média para minimizar os ruídos dentro dos grãos. Depois foram feitas a reconstrução de alguns contornos com falhas. Essas falhas causariam erros no cálculo do tamanho médio dos grãos, pois o programa poderia contar dois ou mais grãos como se fosse apenas um. Em seguida, o contraste e o brilho foram ajustados até a obtenção de uma imagem binária monocromática. Finalmente, os grãos cortados pelas fronteiras das imagens foram eliminados.

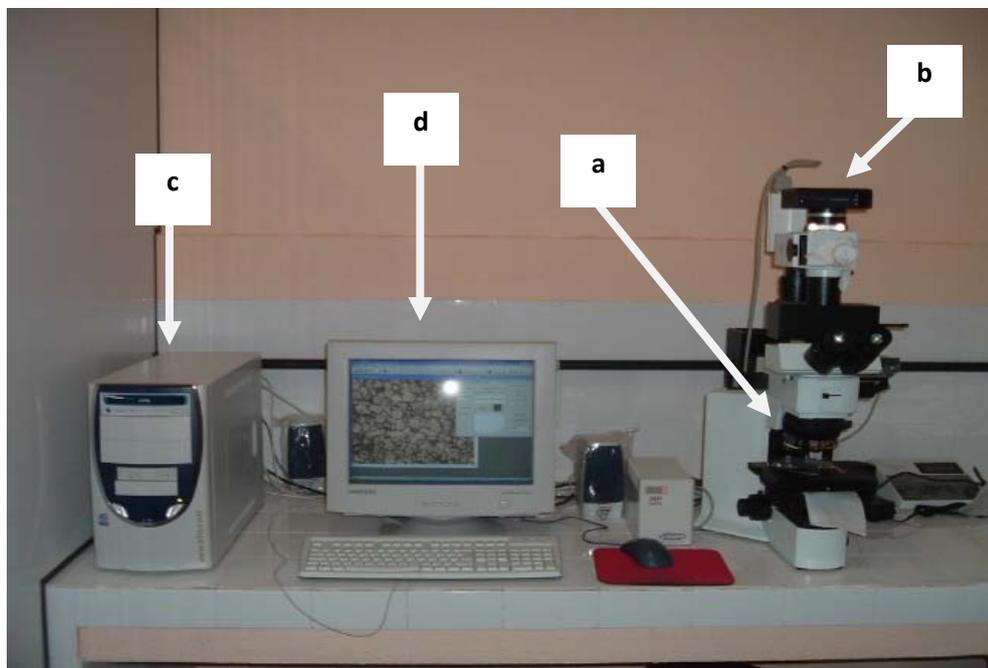
O diâmetro dos grãos austeníticos foram calculados através do diâmetro de “Ferret”, que é definido como diâmetro de um objeto circular fictício que tem o diâmetro igual ao diâmetro médio do objeto medido. Para o cálculo do diâmetro

médio de grãos recristalizados, dependendo do aumento da lente do microscópio, foram utilizadas em média 10 imagens por amostra.

### 3.7 Cálculo da Energia de Ativação

O cálculo da energia de ativação aparente para a deformação a quente foi feito através do ajuste de equação constitutiva que relaciona valores experimentais da tensão de pico, da temperatura e da taxa de deformação. Esses parâmetros podem ser ajustados segundo a Equação 2.3.

$$Z = A [(\sinh \alpha \sigma_p)]^n = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (2.3)$$



**Figura 3.5** Analisador de imagens: (a) Microscópio Óptico OLYMPUS BX51 TRF; (b) Câmera Digital OLYMPUS PM C35DX; (c) Microcomputador; (d) Monitor.

A metodologia utilizada neste trabalho para ajustar os dados experimentais à equação 2.3 é uma variante do método de UVIRA E JONAS [3.3]. Ao invés de tomar alguns valores arbitrários da constante  $\alpha$ , foi utilizado um método computacional para determinar o valor de  $\alpha$  que melhor se ajustasse à equação 2.3. Esse valor é determinado a partir da substituição dos valores de  $\dot{\epsilon}$  e  $\sigma_p$ , para cada temperatura de deformação. Os valores de  $n$  são determinados através de regressão linear, variando o valor de  $\alpha$  na faixa de 0,002 até 0,052, com intervalo de 0,0001. Plotando-se os valores dos desvios padrões de  $n$  em função de  $\alpha$ , para todas as temperaturas e taxas de deformação impostas, vai existir uma pequena faixa de valores de  $\alpha$  onde a constante  $n$  independe da temperatura. O valor de  $\alpha$  adequado é o que tem menor desvio padrão de  $n$ , em toda a faixa de temperaturas. Com  $\alpha$  e  $n$  determinados e considerando a equação 2.3, com taxa de deformação constante, as curvas  $\ln [\sinh (\alpha\sigma_p)]$  em função de  $1/T$  são determinadas e, através da inclinação média das retas, obtém-se a energia de ativação aparente,  $Q$ . Com esses valores, determina-se a curva  $\ln [\sinh (\alpha\sigma_p)] \times \ln(Z)$  e encontra-se o valor de  $A$  quando  $\sinh (\alpha\sigma_p) = 1$ . Existindo em toda faixa de tensão o mesmo comportamento, isto mostra que as variações da tensão com a taxa de deformação e temperatura se ajustam à equação seno-hiperbólico e com isto tem-se o valor da energia de ativação aparente da deformação a quente. Estes procedimentos foram colocados sob a forma de uma planilha de cálculo [3.4].

### **3.8 Métodos de Determinação das Tensões Crítica, de Saturação Hipotética, de Pico e de Início do Estado Estacionário**

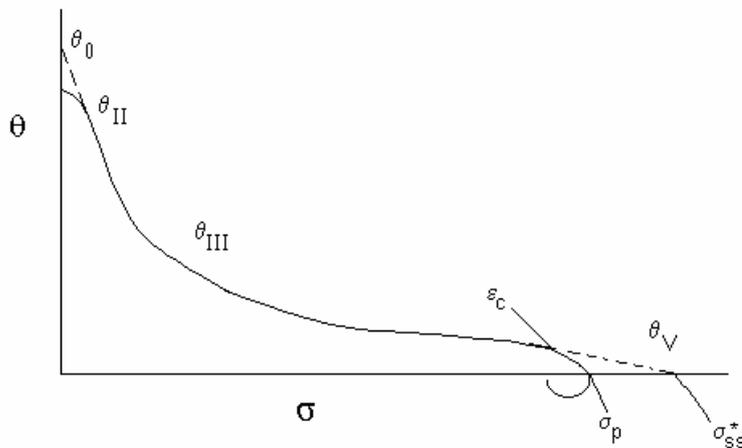
A análise da região de encruamento pode ser feita através de curvas da taxa de encruamento,  $\theta$ , em função da tensão,  $\sigma$ . A Figura 3.6 mostra a representação esquemática da curva de encruamento [3.5]. A taxa de encruamento, representada por  $\theta = (d\sigma/d\epsilon)$ , é determinada da derivada das curvas tensão x deformação equivalentes obtida experimentalmente.

Estudos realizados em materiais cúbicos de face centrada (cfc) mostram que, em baixas temperaturas ( $T < 0,5T_F$ ), a taxa de encruamento pode ser dividida

em três estágios. O estágio I é um estágio de endurecimento com baixa linearidade, que corresponde à ativação de um único sistema de deslizamento. No estágio II aparece um endurecimento linear, que é caracterizado pela ativação de múltiplos sistemas de escorregamento. Em seguida, tem-se o estágio III, onde a taxa de encruamento diminui de forma parabólica, devido à superposição de dois fenômenos que caracterizam a recuperação dinâmica, isto é, acúmulo e rearranjo de discordâncias [3.6,3. 7,3. 8]. Em materiais cfc policristalinos, o encruamento começa no estágio II [3.7,3. 8,3. 9] e frequentemente é seguido pelo estágio III; ou seja, não existe o estágio I. Quando se produzem grandes deformações, dois regimes podem ser observados, sendo um secundário de endurecimento (estágio IV) e outro de recuperação (estágio V) [3.10].

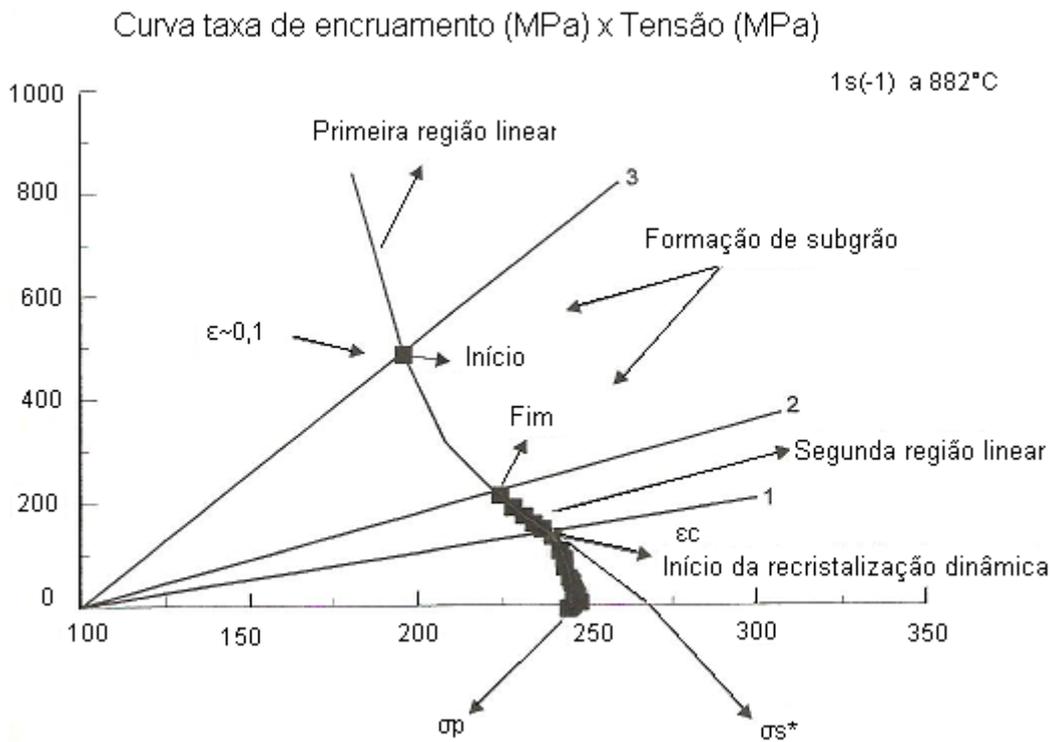
Para altas temperaturas, o encruamento em monocristais ou policristais puros, geralmente inicia no estágio III, onde ocorre a recuperação dinâmica (Figura 3.6). O estágio II é menos pronunciado com o aumento da temperatura e pode estar inteiramente ausente. A taxa de encruamento diminui com o aumento da tensão até atingir a deformação crítica para o início da recristalização dinâmica. Ao atingir esse ponto, a curva da taxa de encruamento muda de inclinação, alcançando um valor igual a zero, correspondente à tensão de pico.

A curva da taxa de encruamento pode ser extrapolada para uma tensão de saturação hipotética,  $\sigma_{ss}^*$ , devido apenas à ocorrência de recuperação dinâmica (estágio V) [3.5, 3.7,3. 8], Figura 3.6. Essa tensão de saturação fornece uma medida de amolecimento adicional que acontece depois do pico da tensão,  $\sigma_p$ , quando não ocorre recristalização dinâmica. Assim, a determinação da deformação crítica para o início da recristalização dinâmica consiste em determinar o ponto na curva  $\theta \times \sigma$ , em que a taxa de encruamento decresce significativamente devido ao início da recristalização dinâmica, não alcançando  $\sigma_{ss}^*$ , mas sim  $\sigma_p$ .



**Figura 3.6** Representação esquemática da evolução da taxa de encruamento,  $\theta$ , em função da tensão,  $\sigma$  [3.5].

Um exemplo de uma curva da taxa de encruamento em função da tensão, na região de recuperação dinâmica, encontra-se representado na Figura 3.7 [3.4]. Observa-se nessa figura a existência de duas regiões lineares: a primeira é constituída pelos pontos iniciais de recuperação e de formação de subgrão, e a segunda envolve o ponto final da formação de subgrãos e o de inflexão, o qual corresponde ao início da recristalização dinâmica [3.11, 3.12]. As linhas que partem da origem identificam os seguintes pontos: de início de formação de subgrãos (3) ( $\epsilon \approx 0,1$ ), o seu término (2) e o começo da recristalização dinâmica (1) ( $\sigma_c$ ). A linha que parte do cruzamento das curvas  $\theta \times \sigma$  com a linha 2 e atinge o eixo das tensões em  $\theta = 0$  representa a extrapolação da curva  $\theta \times \sigma$ , quando somente ocorre recuperação dinâmica.



**Figura 3.7** Representação do comportamento da curva  $\theta \times \sigma$ , de uma amostra de aço inoxidável 304, deformada com  $\dot{\epsilon} = 1s^{-1}$  e  $T = 882\text{ }^{\circ}C$  [3.10].

O início da recristalização dinâmica está associado ao ponto de inflexão nas curvas da taxa de encruamento,  $\theta \times \sigma$ , que caracteriza uma tensão crítica,  $\sigma_c$ . De acordo com o método proposto por NAJAFIZADEH e JONAS [3.13], para identificar o ponto de inflexão correspondente a uma tensão crítica, primeiramente determina-se um polinômio de 3ª ordem que descreva o comportamento experimental da curva  $\theta \times \sigma$  correspondente, Equação 3.3.

$$\sigma = A\sigma^3 + B\sigma^2 + C\sigma + D \quad (3.3)$$

onde  $A$ ,  $B$ ,  $C$  e  $D$  são as constantes para uma dada condição de deformação.

Em segundo lugar, diferencia-se a equação acima com relação à  $\sigma$ , Equação 3.4. E por último, determina-se o ponto de mínimo dessa equação, ou seja, quando a derivada segunda de  $\theta$  em relação a  $\sigma$  for igual a zero, Equação 3.5, que

permite determinar a tensão crítica para o início da recristalização dinâmica,  $\sigma_c$ , Equação 3.6.

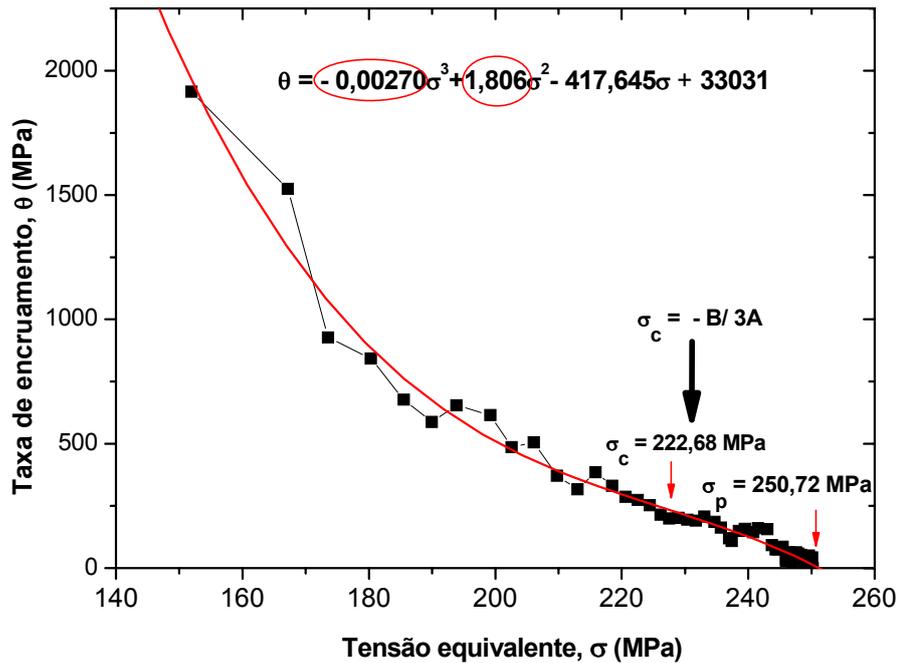
$$\frac{\delta\theta}{\delta\sigma} = 3A\sigma^2 + 2B\sigma + C \quad (3.4)$$

$$\frac{\delta^2\theta}{\delta\sigma^2} = 6A\sigma + 2B = 0 \quad (3.5)$$

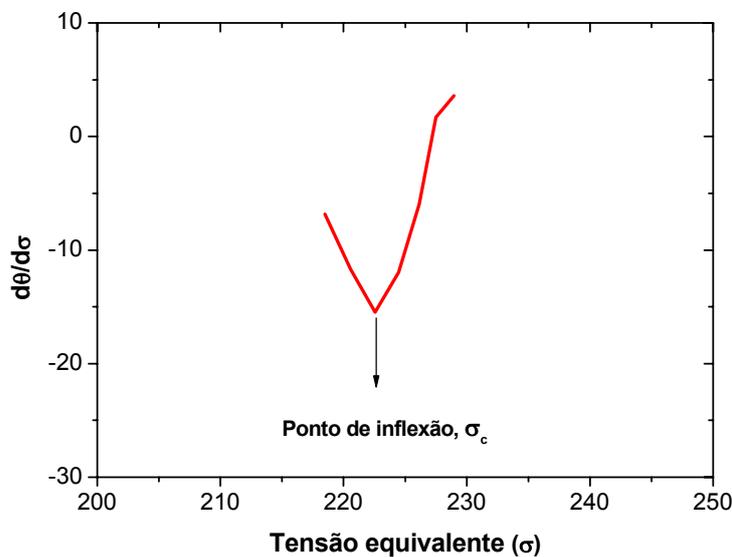
$$\sigma_c = \left(\frac{-B}{3A}\right) \quad (3.6)$$

Este procedimento permite obter matematicamente os valores das tensões críticas sob todas as condições impostas. A Figura 3.8 apresenta esse método aplicado para os dados experimentais obtidos de um ensaio torção, com temperatura de deformação de 1000 °C e taxa de deformação de 1 s<sup>-1</sup>, para o aço em estudo. Os coeficientes A = - 0, 00270 e B = 1, 806, obtidos da equação exposta na figura, foram substituídos na Equação 3.6 resultando em um valor de  $\sigma_c = 222,68$  MPa.

A Figura 3.9 mostra a curva obtida para a Equação 3.5, para dados desse mesmo ensaio de torção, onde se observa o ponto mínimo correspondente à tensão crítica,  $\sigma_c$ , para início da recristalização dinâmica. De posse dos valores das  $\sigma_c$ , os valores correspondentes as deformações críticas,  $\varepsilon_c$ , foram identificadas diretamente nas curvas experimentais de  $\sigma \times \varepsilon$  equivalentes. As tensões e deformações de pico,  $\sigma_p$  e  $\varepsilon_p$ , também foram obtidas diretamente das curvas experimentais.



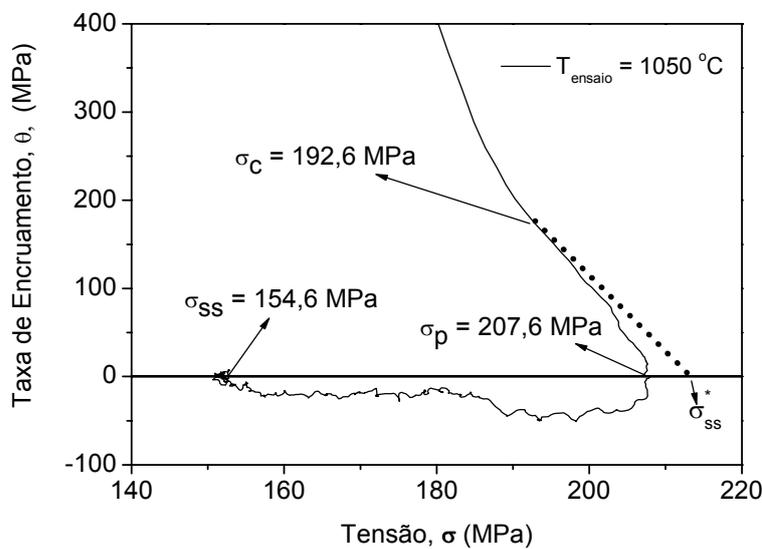
**Figura 3.8** Curva da  $\theta$  x  $\sigma$  para um ensaio de torção isotérmico, com  $T = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ .



**Figura 3.9** Dependência da derivada da taxa de encruamento com a tensão, para ensaio de torção isotérmico com  $T = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$  a  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ .

A Figura 3.10 apresenta um exemplo do procedimento de determinação das tensões para o início do estado estacionário e de saturação hipotética,  $\sigma_{ss}$  e  $\sigma_{ss}^*$  [3.14]. Nesse, um corpo de prova foi ensaiado para temperatura de deformação igual

a 1050 °C e taxa de deformação de 1,0 s<sup>-1</sup>. A partir do ponto onde foi determinado a  $\sigma_c$  é traçada uma reta de extrapolação da curva. No ponto de cruzamento dessa reta com o eixo das  $\sigma$  tem-se  $\sigma = \sigma_{ss}^*$ . A  $\sigma_{ss}$  é determinada no ponto de segundo cruzamento da curva com o eixo das  $\sigma$ , como pode ser observado na figura. Transportando os valores encontrados de  $\sigma_{ss}$  para os gráficos experimentais de tensão x deformação equivalentes, encontram-se as deformações de início de estado estacionário,  $\varepsilon_{ss}$ .



**Figura 3.10** Gráfico da taxa de encruamento x tensão equivalente, para temperatura de ensaio de 1050 °C e taxa de deformação de 1,0 s<sup>-1</sup>.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 3.1 FIELDS, D. S., BANCKOFEN, W. A.. Determination of strain hardening characteristics by torsion testing. **Proc. Amer. Soc. Test. Mater.**, v. 57, p.1263, 1957.
- 3.2 HOFFMANN, W. A. M.. **Tabalhabilidade a quente de aços inoxidáveis duplex** (Austeno-ferríticos), 1995. 153f. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de materiais)-UFSCar, São Carlos, SP, 1995.
- 3.3 REGONE, W.. **Simulação da laminação a quente de um aço livre de interticiais (if) através de ensaios de torção**. 1996. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de materiais)- UFSCar, SP, 1996.
- 3.4 JORGE JR., A. M.. **Análise do comportamento de aços inoxidáveis em altas temperaturas e altas taxas de deformação**. 1997. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de materiais) – Universidade Federal de São Carlos, p. 208, 1997.
- 3.5 LAASRAOUI, A.. Ph.D. Theis - McGill University, Montreal, 1989.
- 3.6 MECKING, H., GOTTSTEIN, G.. Recovery and Recrystallization During Deformation. In: RECRYSTALLIZATION OF METALLIC MATERIALS, 1978, Verlag, ed. F. Haessner, Dr. Riederer, p. 195-222, 1978.
- 3.7 KOCKS, U. F.. **Trans. OF AIME**, Jan., p. 76-85, 1976.
- 3.8 CHOQUET, P., et al.. A new model form accurate prediction of rolling force: application on the solmer hot strip mill. 4th INT. STEEL ROLLING CONF., 1987, 1, Deauville, France: IRSID/ATS, eds. B. Fazan et alii, p. B. 5.1, 1987.
- 3.9 MECKING, H.; GRINBERG, A.. Strenght of metals and alloys. **PROC. CONF., ICSSMA5**, 1979, 1, New York , eds P. Haasen et alii, Pergamon Press, p 289, 1979.
- 3.10 ANOGBA, P. N. B.. 1989. Docteur es sciences's thesis - Ecole Polytechnique Federale de Lausanne, Suisse, 1989.\*\*
- 3.11 RYAN, N. D.; MCQUEEN, H. J.. **Can Metall. Quart.**, 29, p. 147, 1990.
- 3.12 RYAN, N. D.; MCQUEEN, H. J.; EVANGELISTA, E.. **Metallurgy and Materials Science**, 1986, Roksilde, Denamrk, eds. N. Hansen et alii, Riso National Laboratory, 1986, p. 527-34.
- 3.13 NAJAFIZADEH A., JONAS J.J., **ISIJ International** 46, p.1679–1684, 2006.
- 3.14 STEWART R., JONAS J.J., **ISIJ International** 44, p.1581–1589, 2004.

## CAPITULO 4

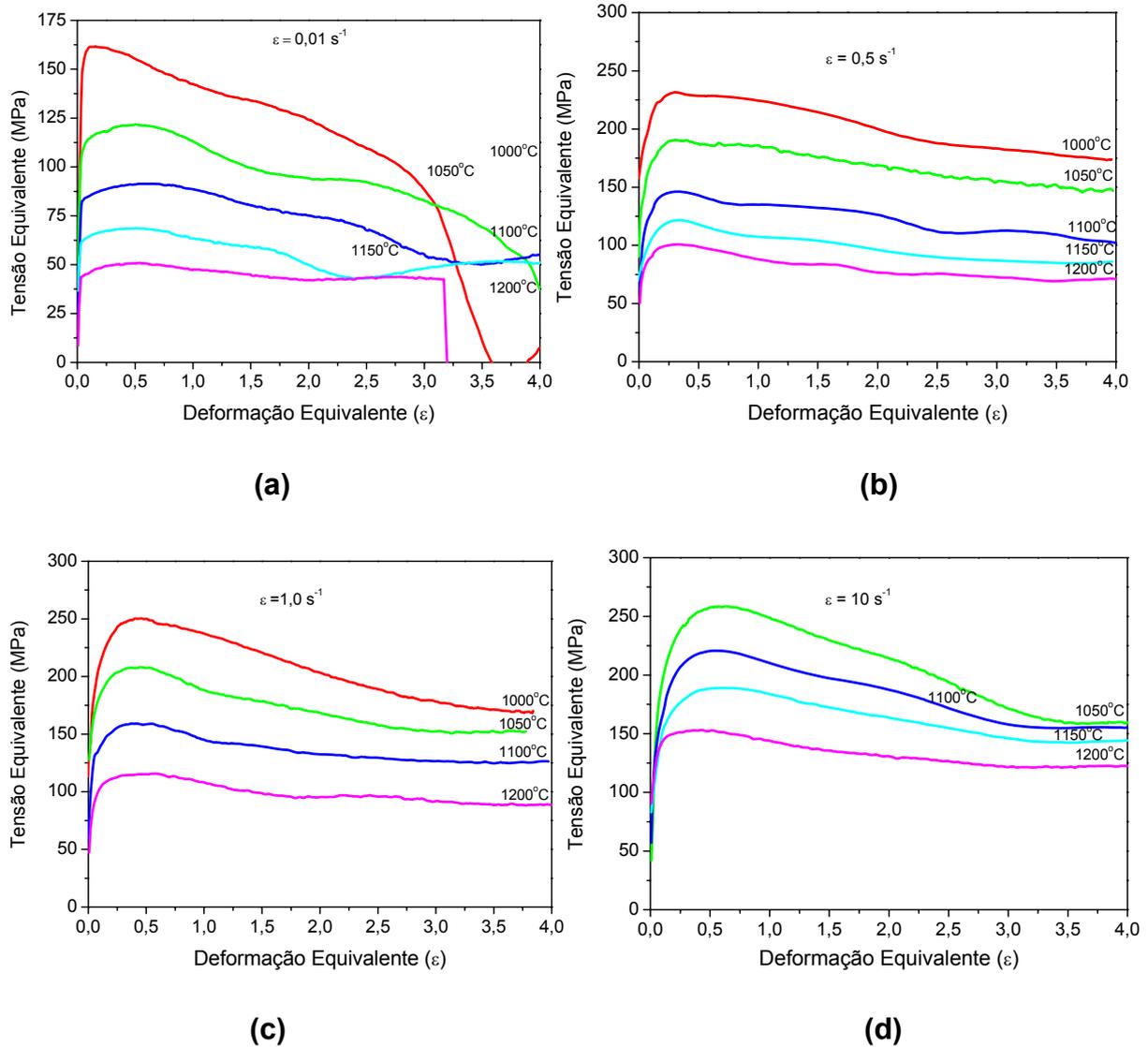
### 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 4.1 Caracterização do Comportamento Mecânico a Quente do Aço ISO 5832-9

##### 4.1.1 Curvas de escoamento plástico

A Figura 4.1 apresenta as curvas de tensão x deformação equivalentes obtidas dos ensaios isotérmicos para a deformação de 4,0, mantendo-se a taxa de deformação constante. Observa-se nessas curvas, que a tensão aumenta com a deformação até alcançar um valor máximo, para em seguida decrescer até um valor intermediário, entre a tensão de início de escoamento plástico e a tensão máxima. Tal comportamento é típico de materiais que recristalizam dinamicamente. Observa-se ainda, nessas curvas, que à medida que a temperatura de deformação (ou de ensaio) diminui (para taxa de deformação constante) ou a taxa de deformação aumenta (para temperatura constante), as curvas aparentemente são amaciadas além do pico. Esse fenômeno também foi observado por DEHGHAN-MANSHADI et al. [4,1] ao investigarem a recristalização de um aço AISI 304. De acordo com eles, isso ocorre devido à deformação de aquecimento ou, em alguns casos, devido à deformação localizada e/ou amostra fraturada. Em geral, nas curvas apresentadas na Figura 4.1, o estado estacionário só é atingido para valores relativamente altos de deformação. Segundo GIORDANI [4,2], isso é um indício de que a recristalização dinâmica demora a se completar e pode estar sendo retardada por uma intensa precipitação induzida por deformação.

Na Figura 4.1(a), as curvas de tensão x deformação equivalentes, obtidas para a taxa de deformação de  $0,01 \text{ s}^{-1}$ , têm características diferentes das demais, especialmente para deformações muito pequenas.



**Figura 4.1** Curvas de tensão equivalente x deformação equivalentes para diferentes temperaturas e taxas de deformação de: **(a)**  $0,01 \text{ s}^{-1}$ ; **(b)**  $0,5 \text{ s}^{-1}$ ; **(c)**  $1,0 \text{ s}^{-1}$  e **(d)**  $10 \text{ s}^{-1}$ .

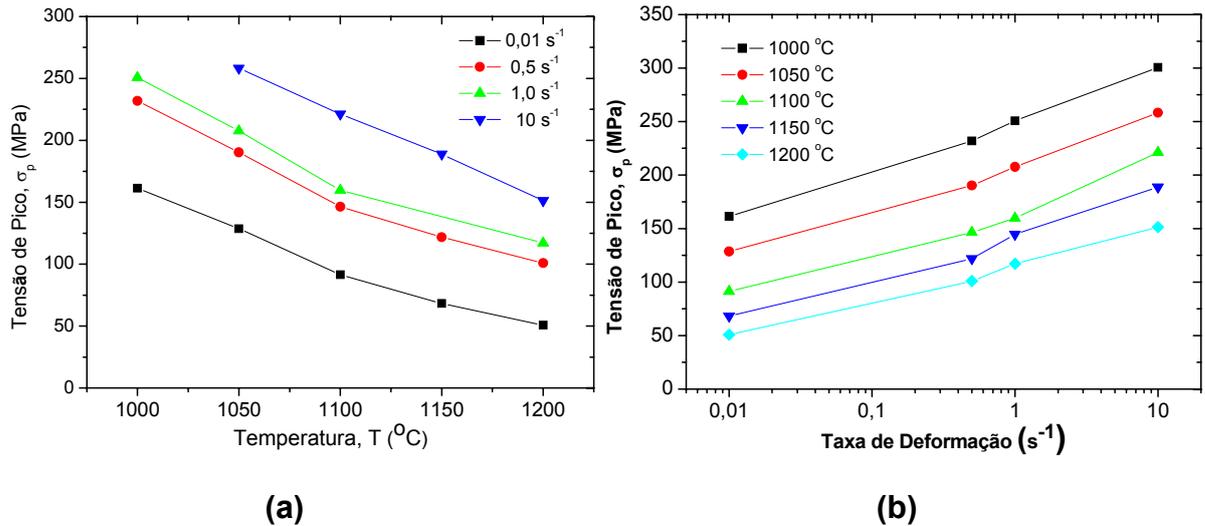
#### 4.1.2 Tensão e deformação de pico, tensão e deformação crítica e tensão e deformação de início do estado estacionário

A Tabela 4.1 apresenta todos os valores obtidos para as tensões e deformações características dos ensaios de torção realizados neste trabalho.

**Tabela. 4.1** Tensões e deformações obtidas das análises das curvas de escoamento plástico do aço ISO 5832-9.

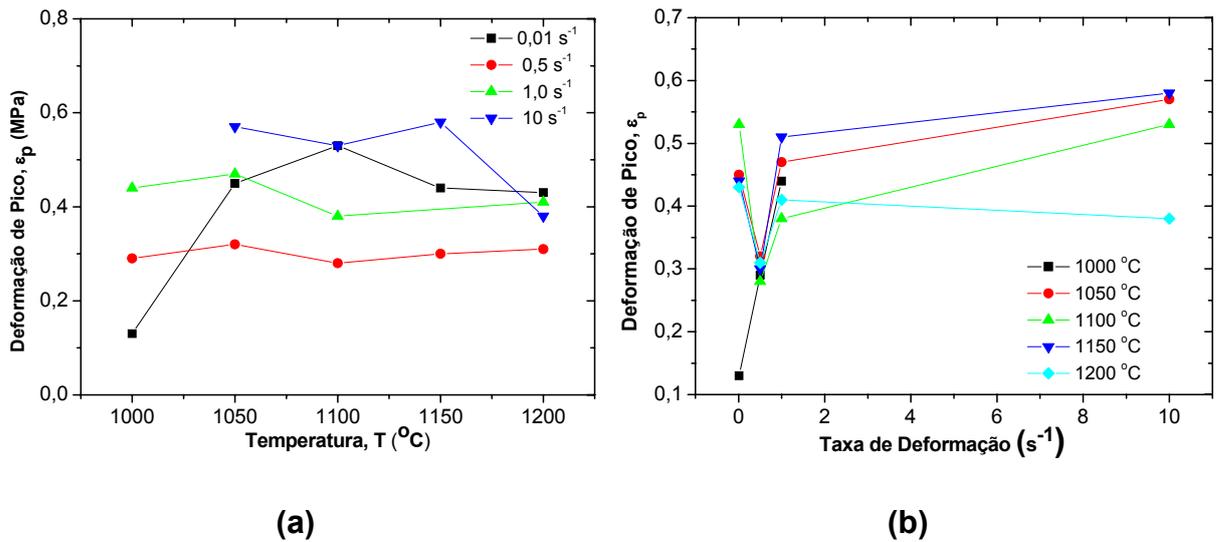
$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	T (°C)	$\sigma_c$ (MPa)	$\epsilon_c$	$\sigma_p$ (MPa)	$\epsilon_p$	$\sigma_{ss}$ (MPa)	$\epsilon_{ss}$
0,01	1000	143,22	0,05	161,38	0,13	-	-
	1050	119,38	0,10	128,61	0,45	103,31	2,01
	1100	88,57	0,25	91,37	0,53	53,66	3,00
	1150	63,99	0,09	68,28	0,44	44,44	2,30
	1200	48,74	0,15	50,8	0,43	41,43	2,10
0,5	1000	198,72	0,08	231,88	0,29	180,65	3,24
	1050	177,23	0,14	190,26	0,32	150,96	3,25
	1100	129,59	0,09	146,39	0,28	112,10	2,46
	1150	102,44	0,11	121,78	0,3	89,44	2,75
	1200	91,02	0,13	100,93	0,31	75,58	2,50
1,0	1000	252,02	0,12	300,63	0,47	-	-
	1050	192,64	0,14	207,63	0,47	154,59	2,80
	1100	148,4	0,15	159,76	0,38	129,10	2,53
	1200	103,84	0,11	117,1	0,41	94,46	2,73
10,0	1050	225,78	0,18	258,27	0,57	161,19	3,40
	1100	205,01	0,23	221,19	0,53	155,12	3,25
	1150	170,41	0,21	188,86	0,58	144,67	3,20
	1200	130,87	0,06	151,34	0,38	124,12	2,85

Usando dados da Tabela 4.1, a Figura 4.2(a) apresenta o comportamento da tensão de pico com a temperatura de deformação. Nela, se observa claramente que ocorre uma queda acentuada da tensão de pico com o aumento da temperatura, para todas as taxas de deformação aplicadas. O comportamento da tensão de pico com a taxa de deformação, ilustrado na Figura 4.2(b), mostra que a mesma aumenta com a taxa, para todas as temperaturas aplicadas, ou seja, diminuindo a temperatura e/ou aumentando a taxa de deformação, tem-se um aumento na tensão de pico, ou seja, para essa condição de temperatura e taxa de deformação, ocorre um maior encruamento no interior dos grãos, resultando em um maior acúmulo de energia de deformação elevando a tensão de pico.



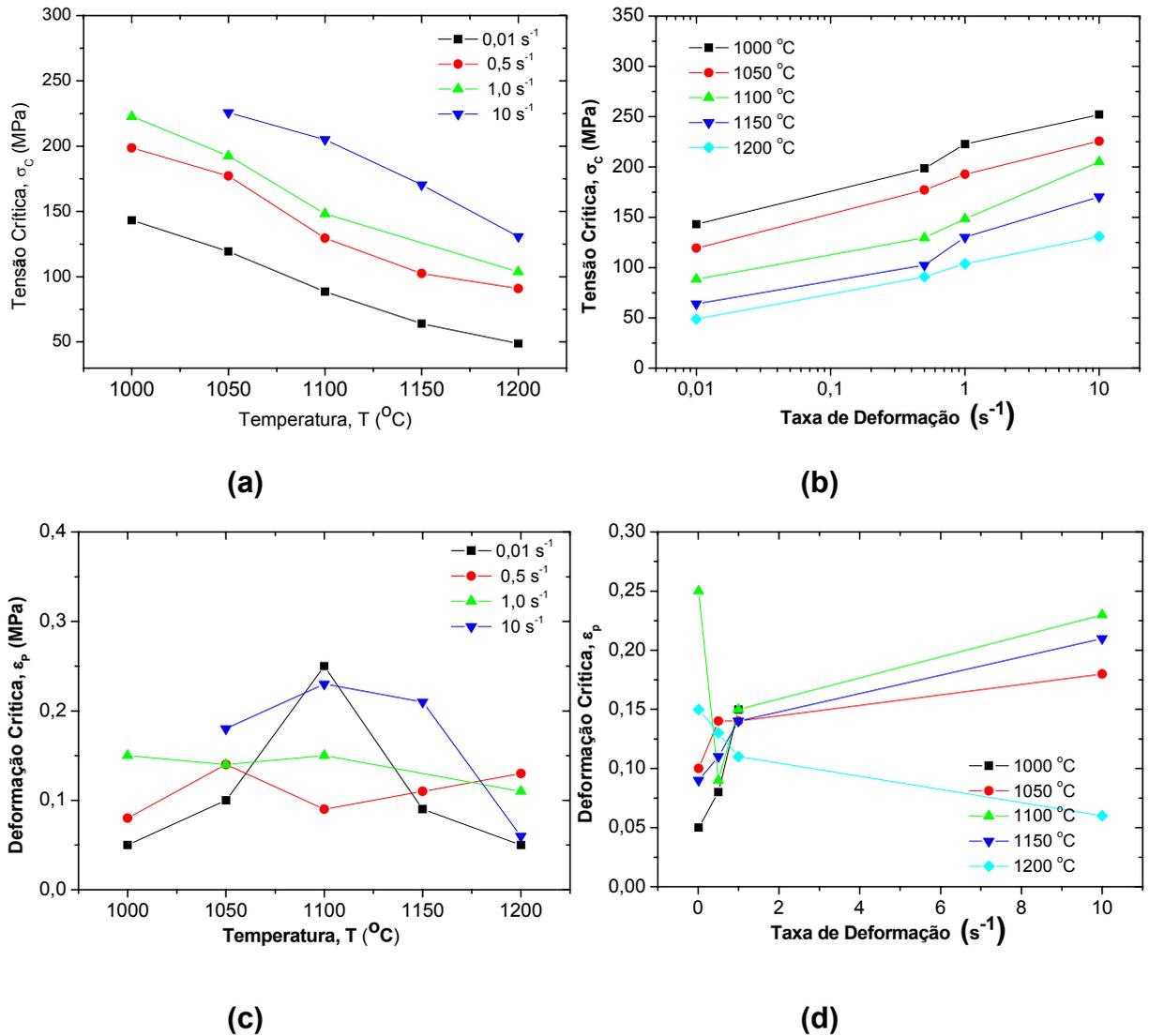
**Figura 4.2** Comportamento da tensão de pico (a) com a temperatura de ensaio e com a (b) taxa de deformação.

Utilizando-se ainda dados da Tabela 4.1, a Figura 4.3(a) mostra o comportamento da deformação de pico com a temperatura de deformação. Em geral, a dispersão dos resultados dificultou o estabelecimento preciso de uma tendência desse comportamento. Entretanto, a deformação de pico parece aumentar para baixas temperaturas. Verifica-se ainda, nessa figura, que para a taxa de deformação de  $0,01 \text{ s}^{-1}$ , os valores das deformações de pico são geralmente superiores àqueles obtidos para taxas de deformação  $0,5$  e  $1,0 \text{ s}^{-1}$ , exceto para a  $T_{\text{ens}} = 1000 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . Já o comportamento da deformação de pico com a taxa de deformação apresenta um ponto de mínimo para  $0,5 \text{ s}^{-1}$ , com exceção dos pontos para a temperatura de  $1000 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , Figura 4.3(b). Esses resultados mostram que pode haver precipitação ocorrendo para temperaturas em torno de  $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . Além disso, a presença de um mínimo para a deformação de pico, para a taxa de deformação  $0,5 \text{ s}^{-1}$ , carece de maiores esclarecimentos.



**Figura 4.3** Comportamento da deformação de pico (a) com a temperatura de ensaio e com (b) taxa de deformação.

A Figura 4.4 mostra o comportamento da tensão e da deformação crítica frente à temperatura e a taxa de deformação. Observa-se que esses se apresentam semelhantes, respectivamente, àqueles observados nas Figuras 4.2 e Figura 4.3. De acordo com LUTON e SELLERS [4,5], em geral, a deformação crítica para a recristalização dinâmica aumenta com o decréscimo da temperatura e com o aumento da taxa de deformação. Sendo que isso não ocorre a taxas de deformação muito baixas, onde a deformação crítica aparentemente aumenta com o decréscimo da taxa de deformação. O aumento da deformação crítica com o decréscimo da temperatura é atribuído ao decréscimo das taxas de recuperação e de nucleação em baixas temperaturas. Já, quando a taxa de deformação é aumentada em temperatura constante, existe um decréscimo no tempo necessário para o início da recristalização. Esse decréscimo é insuficiente para sobrepor o aumento da taxa de deformação de forma que há um aumento líquido na deformação crítica [4.6].

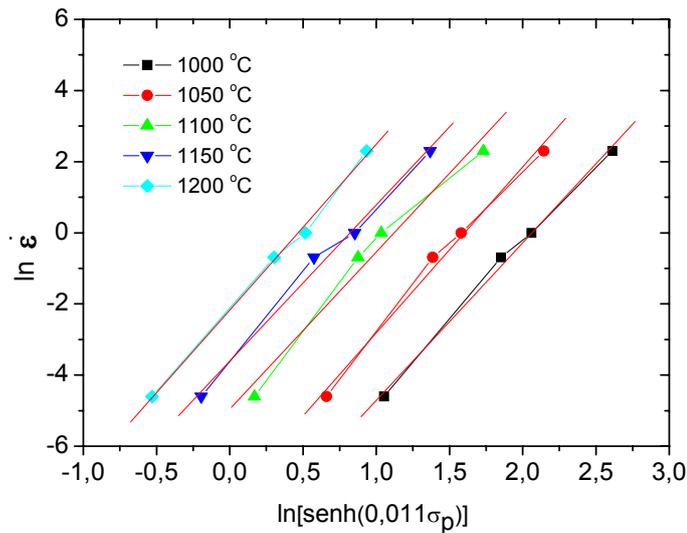


**Figura 4.4** Comportamento da tensão crítica (a) com a temperatura e (b) com taxa de deformação. Comportamento da deformação crítica (c) com a temperatura e (d) com taxa de deformação.

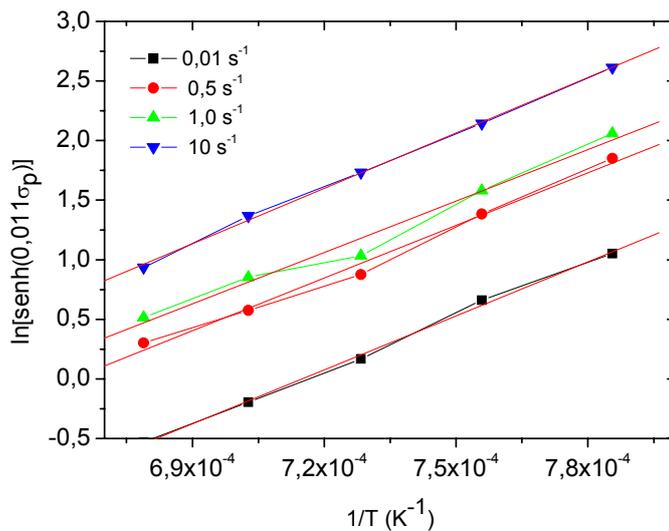
#### 4.1.3 Cálculo da energia de ativação e do parâmetro de Zener-Hollomon

A energia de ativação aparente para a deformação a quente,  $Q_{\text{DRX}}$ , foi calculada ajustando a Equação 2.3 [4,7], que relaciona os valores experimentais da tensão de pico, da temperatura e da taxa de deformação. Após os cálculos, utilizando uma variante do método de UVIRA E JONAS [3.3], foi encontrado o valor de  $\alpha = 0,011 \text{ MPa}^{-1}$ . Os ajustes dos pontos, para cada temperatura de ensaio, de  $\ln \times \ln [\sinh (0,011 \cdot \sigma_p)]$  mostrados na Figura 4.5, permitiram encontrar, através da inclinação das retas, o valor de  $n = 4,65$ . De posse dos valores de  $\alpha$  e de  $n$ , fez-se os

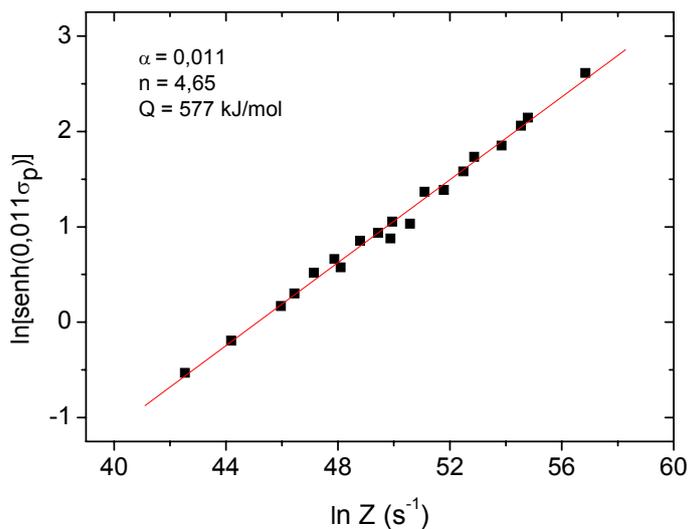
ajustes lineares de acordo com a Figura 4.6, onde foi possível determinar o valor da energia de ativação aparente,  $Q = 577$  kJ/mol, através da inclinação média das retas. De posse desses valores, determinou-se a curva  $\ln [\sinh(\alpha\sigma_p)]$  em função de  $\ln(Z)$ , como mostra a Figura 4.7. Determina-se o valor de  $A$ , ajustando os pontos dessa figura para uma reta, encontrando-se  $A = 3,96 \times 10^{19} \text{ s}^{-1}$ .



**Figura 4.5** Ajustes para determinação do parâmetro  $n$  da Equação 2.3.



**Figura 4.6** Ajustes para a determinação da  $Q_{DRX}$  da Equação 2.3.



**Figura 4.7** Ajustes para a determinação da constante A da Equação 2.3.

Sabe-se que o valor da energia de ativação aparente para a deformação é um indicativo da resistência mecânica do material. De acordo com a literatura, o aço inoxidável austenítico AISI 304 possui  $Q_{DRX} = 400 \text{ kJ/mol}$  [4.1,4. 8], já o aço inoxidável austenítico AISI 316 tem  $Q_{DRX} = 398 \text{ kJ/mol}$  [4.9]. Comparando o valor de  $Q_{DRX}$  obtido neste trabalho, para o aço ISO 5832-9, com os dos outros aços citados acima, verifica-se que o mesmo é mais resistente frente a deformações. Segundo GIORDANI [4,2] a alta resistência imposta pelo aço ISO 5832-9 durante a deformação a quente pode ser atribuída a presença de uma grande quantidade de partículas de precipitados da fase Z ou mesmo a precipitação adicional dessa e de outras possíveis fases durante a deformação a quente. Além das presenças das segundas fases, o material também apresenta nitrogênio em solução na matriz, que entre outros efeitos, causa a redução acentuada da energia de falha de empilhamento de aços inoxidáveis austeníticos [4,10], levando a um aumento na taxa de encruamento, devido ao aumento na eficiência dos contornos de grão em ancorar as discordâncias [4,11, 4,12].

Os valores para os parâmetros de Zener-Hollomon obtidos, após a determinação de  $Q_{DRX}$  e com a ajuda da Equação 2.2, para as diferentes condições de ensaios deste trabalho, são apresentados na Tabela 4.2.

#### 4.1.4 Determinação de equações constitutivas para $\epsilon_p$ , $\epsilon_c$ , e $D_{DRX}$

A energia de ativação, através do parâmetro de Zener-Hollomon, pode ser usada para prever equações constitutivas, entre outras, para: deformação de pico,  $\epsilon_p$ , deformação crítica para o início da recristalização dinâmica,  $\epsilon_c$ , e tamanho de grão recristalizado,  $D_{DRX}$ .

**Tabela 4.2** Valores de Z e de diâmetros de grão médios recristalizados ( $D_{DRX}$ ), para diferentes condições de teste.

T(°C)	$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	VALOR DE Z (s <sup>-1</sup> )	$D_{DRX}$ (μm)
1000	0,01	$4,88 \times 10^{21}$	-
	0,5	$2,44 \times 10^{23}$	$1,5 \pm 0,1$
	1,0	$4,88 \times 10^{24}$	-
1050	0,01	$6,21 \times 10^{20}$	$5,3 \pm 0,3$
	0,5	$3,10 \times 10^{22}$	$2,8 \pm 0,4$
	1,0	$6,21 \times 10^{22}$	$4,0 \pm 0,3$
	10,0	$6,21 \times 10^{23}$	$7,5 \pm 0,5$
1100	0,01	$9,18 \times 10^{19}$	$11,7 \pm 0,4$
	0,5	$4,59 \times 10^{21}$	$4,9 \pm 0,2$
	1,0	$9,18 \times 10^{21}$	$4,7 \pm 0,3$
	10,0	$9,18 \times 10^{22}$	$8,9 \pm 0,3$
1150	0,01	$1,55 \times 10^{19}$	$18,5 \pm 0,3$
	0,5	$7,76 \times 10^{20}$	$8,8 \pm 0,5$
	10,0	$1,55 \times 10^{22}$	$15,2 \pm 0,8$
1200	0,01	$2,96 \times 10^{18}$	$28,4 \pm 0,7$
	0,5	$1,48 \times 10^{20}$	$23,5 \pm 0,9$
	1,0	$2,96 \times 10^{20}$	$25,9 \pm 0,8$
	10,0	$2,96 \times 10^{21}$	$26,6 \pm 0,8$

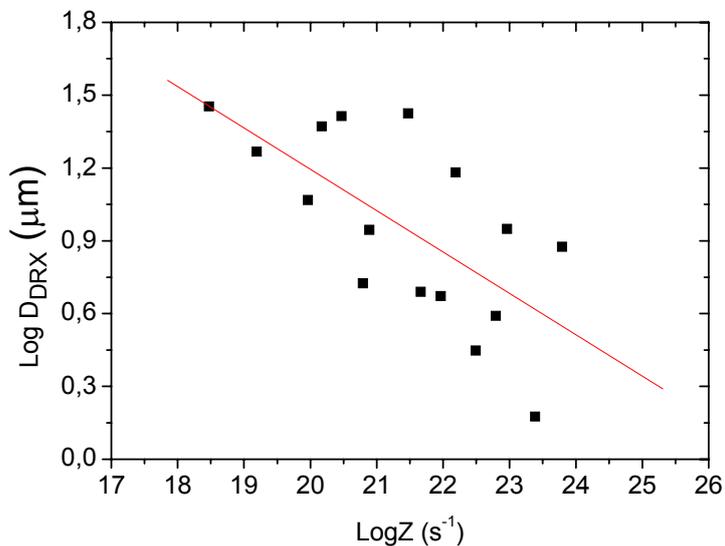
#### 4.1.4.1 Equação constitutiva para o tamanho de grão recristalizado

O tamanho do grão médio recristalizado dinamicamente ( $D_{DRX}$ ) é frequentemente determinado como uma função da lei de potência do parâmetro de Zener-Hollomon, segundo a relação abaixo [4.1]:

$$D_{DRX} = A' Z^{m'} \quad (4.1)$$

onde  $A'$  e  $m'$  são constantes.

Os presentes tamanhos de grão médio determinados neste trabalho são dados na Tabela 4.2, juntamente com os valores de  $Z$ . A Figura 4.8 ilustra a dependência do  $D_{DRX}$  com o parâmetro de Zener-Hollomon.



**Figura 4.8** Dependência do tamanho de grão médio recristalizado com o parâmetro de Zener-Hollomon.

Após o ajuste dos pontos na figura acima se encontra a equação a seguir.

$$D_{DRX} = 400,41 \times 10^2 (Z^{-0,17}) \quad (4.2)$$

Pela relação anterior, pode-se ver que o tamanho de grão recristalizado dinamicamente diminui com o aumento de Z. De acordo com J. P. SAH et. al. [4.13], o crescimento dos grãos recristalizados dinamicamente está limitado pelo encruamento no interior dos grãos, que é maior a baixas temperaturas e a altas taxas de deformação (valores de Z altos). Ou seja, as microestruturas das amostras deformadas para valores de Z grande são mais finas que as amostras deformadas para baixos valores de Z.

#### 4.1.4.2 Equação constitutiva para as deformações crítica e de pico

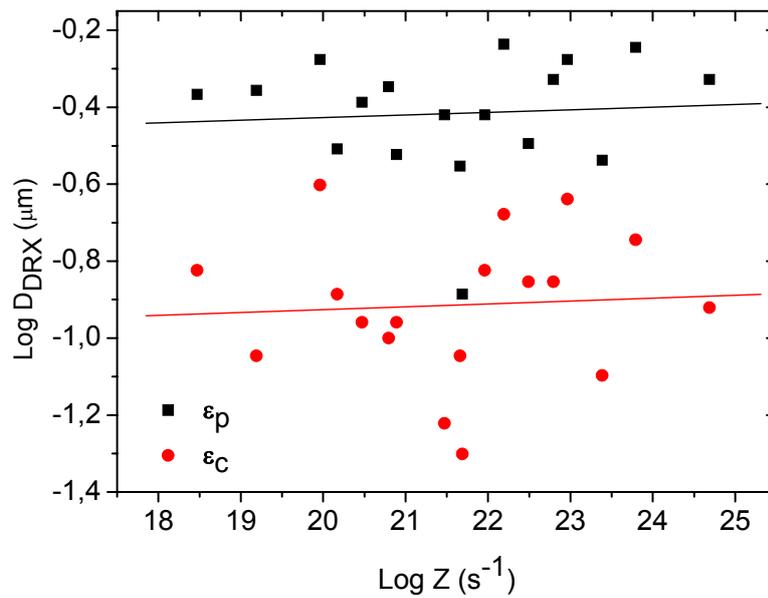
De acordo com a literatura [4,14, 4.15] a  $\varepsilon_c$  e de  $\varepsilon_p$  dependem do tamanho de grão inicial e de Z. Se o tamanho de grão é mantido constante, as relações entre as deformações (crítica e de pico) e Z são mostradas abaixo [4.16]. A Figura 4.9 apresenta a dependência das deformações crítica e de pico com o parâmetro de Zener-Hollomon, obtida neste trabalho.

$$\varepsilon_c = KZ^{m''} \quad (4.3)$$

e

$$\varepsilon_p = K'Z^{m''' } \quad (4.4)$$

onde as constantes  $K$ ,  $K'$ ,  $m''$  e  $m'''$  dependem da composição da liga.



**Figura. 4.9** As deformações crítica e de pico em função do parâmetro de Zener-Hollomon.

De acordo com o ajuste linear para os pontos correspondentes a deformação de pico e a deformação crítica, na Figura 4.9, tem-se que as equações acima se tornam, respectivamente:

$$\varepsilon_c = 0,0845 Z^{0,07} \quad (4.5)$$

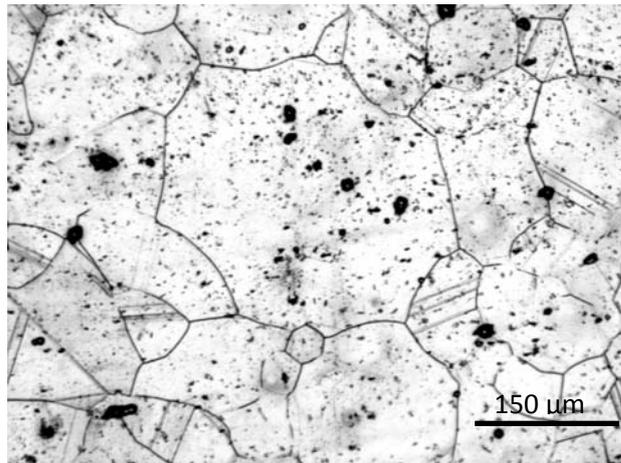
e

$$\varepsilon_p = 0,2736 Z^{0,07} \quad (4.6)$$

De acordo com as equações acima, as deformações crítica e de pico, para ensaios com taxas de deformação entre  $0,01$  e  $10 \text{ s}^{-1}$ , aumentam com o aumento de  $Z$ , ou seja, elas aumentam com a taxa de deformação e com o decréscimo da temperatura.

## 4.2 Microestrutura

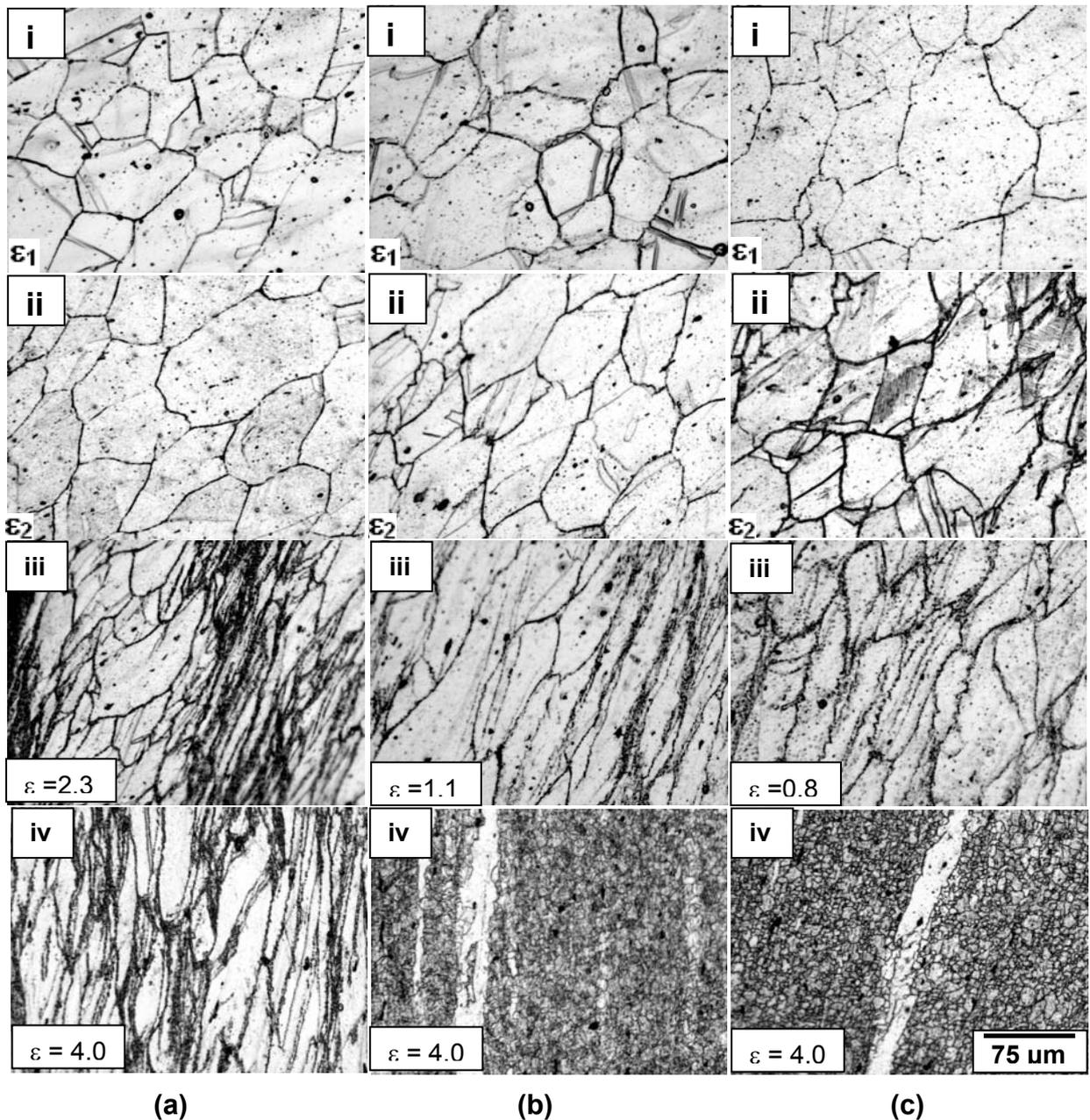
As microestruturas das amostras, congeladas por t mpera, para diferentes condi es de deforma o, foram analisadas por microscopia  ptica. A microestrutura obtida ao fim do encharque, consiste em gr os equiaxiais (Figura 4.10), onde o di metro de gr o m dio obtido foi de 86  $\mu\text{m}$ .



**Figura. 4.10** Micrografia do a o ISO 5832-9 para 1250  $^{\circ}\text{C}$ , ap s 300 s.

A Figura 4.11 mostra algumas micrografias de experimentos realizados para verificar o desenvolvimento da recristaliza o din mica que ocorre durante um ensaio de tor o, ou seja, durante o processamento do material. Verifica-se nessa figura que a deforma o da microestrutura inicial, para baixas deforma es, causa pouco alongamento dos gr os equiaxiais (Figura 4.11(a), 4.11 (b) e 4.11 (c) - i). O alongamento aumenta com o aumento da deforma o (Figura 4.11 (a), 4.11 (b) e 4.11 (c) – ii e iii). Finalmente, na regi o do estado estacion rio, com exce o da primeira condi o de ensaio (Figura 4.11 (a)), tem-se uma microestrutura quase completamente recristalizada, visto que existem algumas  reas remanescentes de gr os n o recristalizados, real ando que n o h  homogeneidade no processo de recristaliza o din mica (Figura 4.11 (b) e 4.11 (c) – iv). Esse fen meno tem sido relatado na literatura [4.1, 4.9]. Verifica-se ainda, na Figura 4.10 que, para a condi o de  $\epsilon = 4,0$  (Figura 4.11 (a) e 4.11 (b) - iv), mantendo-se a taxa de deforma o constante de  $1,0 \text{ s}^{-1}$ , a quantidade de recristaliza o aumenta com a

temperatura, mas para a condição de temperatura de ensaio igual a 1100 °C Figura 4.11 (b) e 4.11 (c) - iv), com a diminuição da taxa de deformação, a quantidade de recristalização e tamanho de grão médio permanecem aparentemente constante.



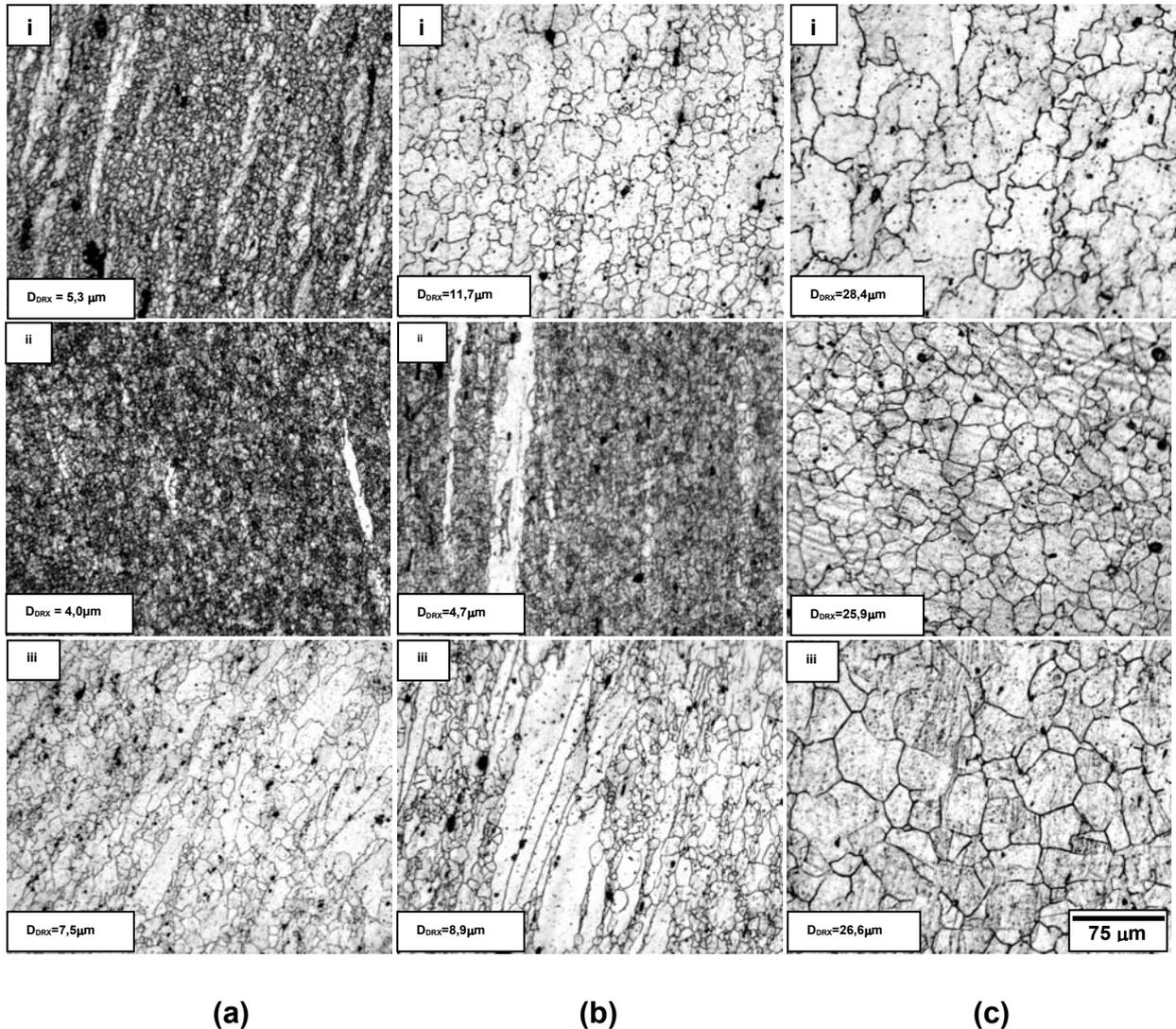
**Figura 4.11** Mudanças microestruturais do aço para as seguintes condições:  
**(a)**  $T_{\text{ens}}=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\varepsilon}=1,0\text{ s}^{-1}$ , para (i)  $\varepsilon_1=0,22$ , (ii)  $\varepsilon_2=0,45$ , (iii)  $\varepsilon=2,3$  e (iv)  $\varepsilon=4,0$ .  
**(b)**  $T_{\text{ens}}=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\varepsilon}=1,0\text{ s}^{-1}$ , para (i)  $\varepsilon_1=0,21$ , (ii)  $\varepsilon_2=0,42$ , (iii)  $\varepsilon=1,1$  e (iv)  $\varepsilon=4,0$ .  
**(c)**  $T_{\text{ens}}=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\varepsilon}=0,5\text{ s}^{-1}$ , para (i)  $\varepsilon_1=0,19$ , (ii)  $\varepsilon_2=0,32$ , (iii)  $\varepsilon=0,8$  e (iv)  $\varepsilon=4,0$ .

**Obs.:** A tarja de aumento mostrada na última micrografia pode ser utilizada em todas as micrografias dessa figura.

As microestruturas apresentadas na Figura 4.11(a) (i a iv) revelam um forte retardamento da recristalização dinâmica, onde para deformação de 4,0, a microestrutura apresenta-se ainda fortemente encruada. Esse efeito já havia sido especulado, quando se observou que a curva de escoamento plástico correspondente a esse ensaio é amaciada além da deformação de pico (Figura 4.1(c)). Com relação ao parâmetro de Zener-Hollomon, a recristalização dinâmica ocorre por mecanismo colar para altos valores de Z (temperaturas menores e taxas de deformação maiores) e de outro modo, por nucleação e crescimento convencional para baixos valores de Z. Na figura anterior, as micrografias (Figura 4.11 (a), 4.11 (b) e 4.11 (c) – iii) apresentam contornos de grãos serrilhados e nucleação de novos grãos nos antigos contornos de grãos deformados, que são fortes indícios de que a recristalização ocorreu por mecanismo colar.

A Figura 4.12 mostra as micrografias de um conjunto de testes realizados para temperaturas de ensaio no intervalo de 1000 a 1200 °C, com taxas de deformação de 0,01 a 10,0 s<sup>-1</sup>, até a deformação de 4, para verificar com maior clareza o efeito da temperatura e da taxa de deformação no tamanho de grão médio recristalizado. Verifica-se nessa figura, tanto para baixos como para altos valores Z, que as microestruturas resultantes apresentam-se quase que completamente recristalizadas, com exceção de algumas que apresentam grãos nos quais os contornos da austenita original não mostram evidência de recristalização dinâmica.

Observa-se ainda, na Figura 4.12 que a diminuição da temperatura, para taxa de deformação constante, leva a redução do  $D_{DRX}$ , como ilustrado na Figura 4.13(a). Nessa figura, verifica-se que os tamanhos de grão para a taxa de 0,01 s<sup>-1</sup> têm uma tendência a serem superiores à taxa de 10 s<sup>-1</sup>. Voltando a Figura 4.12, observa-se que o aumento da taxa de deformação de 0,01 para 0,5 s<sup>-1</sup>, para a temperatura constante, também leva a diminuição do  $D_{DRX}$ . Já, para o intervalo de taxa de deformação de 0,5 a 10,0 s<sup>-1</sup>, o  $D_{DRX}$  aumenta (Figura 4.13(b)).

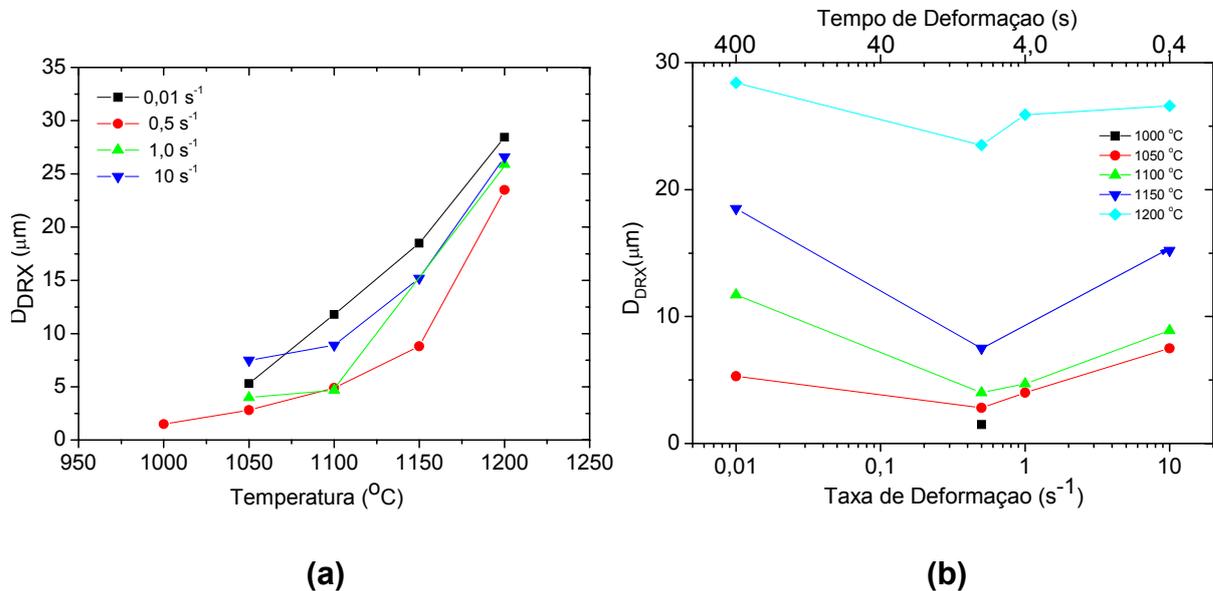


**Figura 4.12** Mudanças microestruturais do aço em estudo, obtidas após tempera para  $\varepsilon = 4$  e para as seguintes condições: **(a)**  $T_{ens} = 1050 \text{ }^\circ\text{C}$ , **(b)**  $T_{ens} = 1100 \text{ }^\circ\text{C}$  e **(c)**  $T_{ens} = 1200 \text{ }^\circ\text{C}$ , com (i)  $\dot{\varepsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ , (ii)  $\dot{\varepsilon} = 1,0 \text{ s}^{-1}$  e (iii)  $\dot{\varepsilon} = 10,0 \text{ s}^{-1}$ .

**Obs.:** A tarja de aumento mostrada na última micrografia pode ser utilizada em todas as micrografias dessa figura.

A Figura 4.13(a) revela que o comportamento do  $D_{DRX}$  com a temperatura se assemelha ao comportamento do crescimento de grão austeníticos de aços que contém microadições de V, Ti e Nb, tais como os aços inoxidáveis austeníticos estabilizados e os aços microligados. Verifica-se nessa figura que a taxa de crescimento de grão no intervalo de temperatura de 1000 a 1100  $^\circ\text{C}$  é bem mais baixa do que a correspondente ao intervalo de temperatura de 1100 a 1200  $^\circ\text{C}$ . Nesses aços, a redução na taxa de crescimento de grão é devida principalmente as partículas de precipitados que ancoram os contornos de grão. Segundo GIORDANI [4.2], o aço ISO 5832-9 apresenta uma temperatura crítica para o crescimento de

grão,  $T_{cg}$ , de aproximadamente  $1050^{\circ}\text{C}$ . Para temperaturas abaixo da  $T_{cg}$  os precipitados da fase Z ancoram os contornos, inibindo assim o crescimento de grão e mantendo a microestrutura refinada.



**Figura 4.13** Tamanho médio de grão em função (a) da temperatura de ensaio e (b) da taxa de deformação.

As curvas de tensão x deformação equivalentes para a taxa de deformação de  $0,01\text{ s}^{-1}$ , Figura 4.1(a), são esteticamente diferentes das outras curvas para taxas de  $0,5$ ,  $1,0$  e  $10\text{ s}^{-1}$ . Esse comportamento é refletido nos valores das deformações críticas para o início da recristalização, Figura 4.4 (c), que são geralmente inferiores àqueles obtidos para as outras taxas de deformação, bem como nos  $D_{DRX}$ , que são geralmente maiores que os outros valores obtidos, Figura 4.13(a). De tal forma que se o material é submetido a uma menor quantidade de deformação, antes da tensão de pico, o que leva a uma menor quantidade de energia armazenada, resultará em grãos recristalizados dinamicamente maiores.

A Figura 4.13(b) mostra mais claramente o comportamento do  $D_{DRX}$  com a taxa de deformação. Verifica-se nessa figura que o  $D_{DRX}$  decresce com o aumento da taxa de deformação para um valor mínimo, em  $0,5\text{ s}^{-1}$ , e então aumenta com a continuação do aumento da taxa de deformação, para todas as temperaturas de ensaio.

Partículas da fase Z, um nitreto complexo, que apresenta em sua composição nióbio e nitrogênio, podendo conter ferro, manganês e molibdênio [2.18], encontra-se presente na matriz do aço ISO 5832-9 desde a sua solidificação. GIORDANI [4.2] observou nas micrografias desse aço, para a condição de encharque (1250 °C, 300 s), a presença de uma grande quantidade de partículas de precipitados finos e grosseiros da fase Z dispersos na matriz austenítica. Posteriormente, ele observou que esses precipitados não se dissolvem completamente nessa temperatura, mesmo para tempos de tratamentos isotérmicos de 24 horas. Tais evidências comprovam a baixa solubilidade desses precipitados, nessa temperatura.

Em todos os ensaios de torção realizados neste trabalho, os corpos de prova foram mantidos na temperatura de encharque de 1250 °C por 300 s, onde provavelmente partículas menores da fase Z foram totalmente ou parcialmente dissolvidas. Após o encharque, os corpos de prova foram levados a temperatura de deformação, onde ficavam por 30 s, para em seguida serem ensaiados. Dessa forma, a supersaturação de Nb dissolvido na austenita aumentava com a redução da temperatura de ensaio. De acordo com Speer & Hansen [1989], a precipitação ocorre impulsionada por essa supersaturação e, quanto maior a supersaturação, maior será a taxa de nucleação e mais rápida será a cinética de precipitação e, conseqüentemente, maior será sua influência sobre a cinética de recristalização. Assim, diferente do que ocorre para temperaturas menores, a precipitação em temperaturas maiores pode ser lenta ou mesmo insuficiente, quando se leva em conta a relação tamanho/fração volumétrica de partículas, para inibir a recristalização. A precipitação inibe a recristalização do material deformado até que ocorra a dissolução e/ou coalescimento das partículas, favorecendo a liberação das frentes de recristalização.

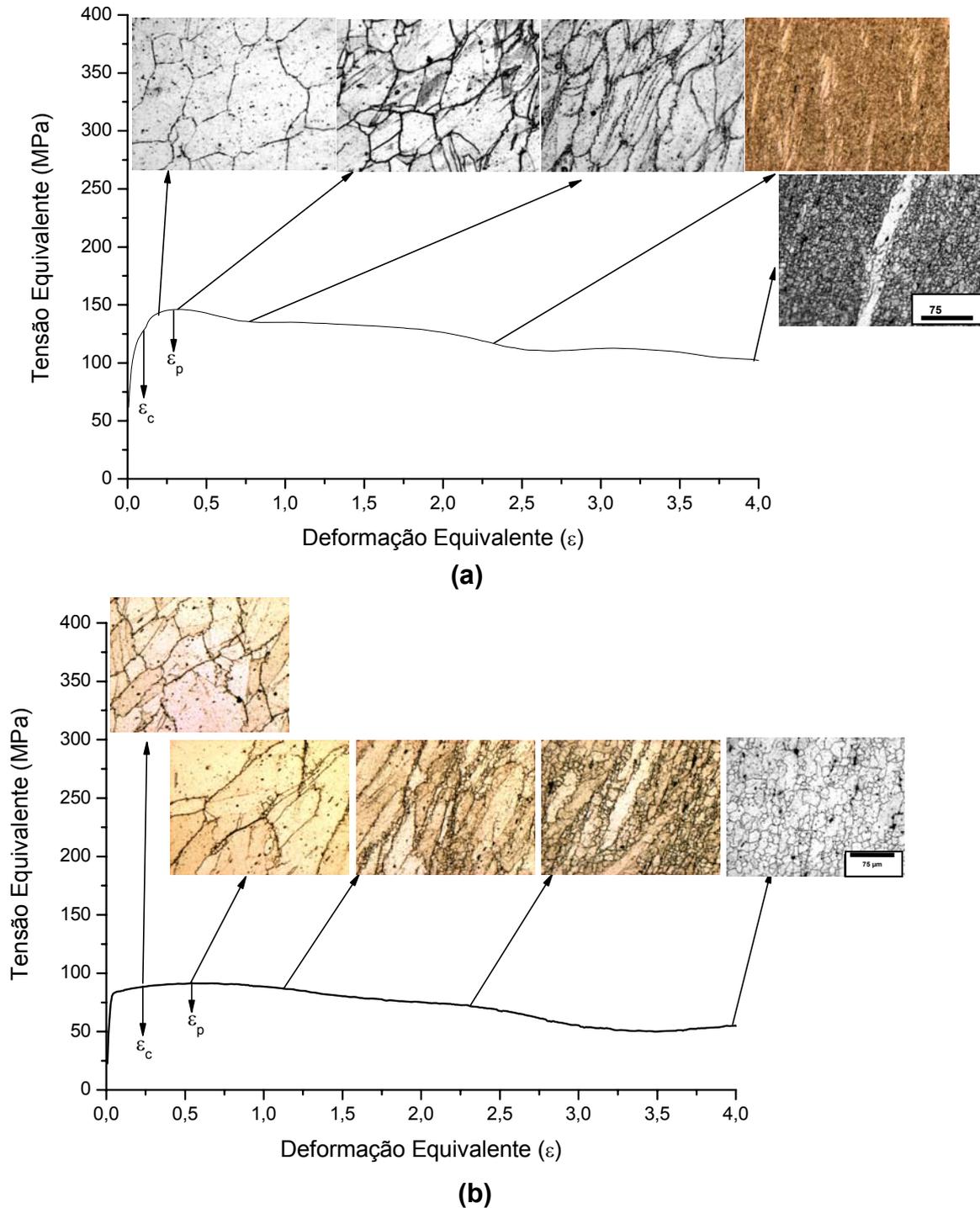
Ao se analisar os resultados dos ensaios de torção feitos neste trabalho, tem que se levar em conta que a evolução microestrutural dos mesmos, durante a deformação a quente, é governada pela interação competitiva entre a recristalização e a precipitação. GIORDANI [4.2] observou que a recristalização estática do aço ISO 5832-9 é lenta e somente ocorre, mesmo que parcialmente, para temperaturas maiores que 1050 °C, provavelmente devido à precipitação da fase Z. Ele observou ainda que o tempo mínimo de 10 s permitiu o coalescimento das partículas de

precipitados e, por sua vez, a liberação de alguns contornos de grãos. Além disso, para temperaturas de ensaio de 1100 °C a recristalização se completava antes que o estágio de precipitação se iniciasse efetivamente.

A presença de um mínimo no comportamento do  $D_{DRX}$  com a taxa de deformação, para todas as temperaturas de ensaio utilizadas neste trabalho, indica que deformações realizadas com essa taxa de deformação promovem uma maior quantidade de precipitação dinâmica neste material. Esse efeito é reduzido à medida que a temperatura aumenta. Com a diminuição da taxa de deformação, ocorre um maior crescimento e/ou coalescimento das partículas de precipitados, permitindo a liberação gradual dos contornos de grão, de forma que a recristalização se inicia para deformações menores, resultando em tamanhos de grão médio recristalizados maiores. Esse resultado pode ser visualizado na Figura 4.14, que mostra a evolução da microestrutura para: (a)  $\dot{\epsilon} = 0,5 \text{ s}^{-1}$  e  $T_{\text{ens}} = 1100 \text{ °C}$  onde se observa que em torno da deformação de pico não há vestígios de novos grãos e (b)  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$  e  $T_{\text{ens}} = 1100 \text{ °C}$  onde na deformação de pico se observa novos grãos substituindo parte dos antigos contornos deformados. Por outro lado, quando a taxa de deformação é aumentada, após o mínimo, o fenômeno da precipitação também diminuiu ou não ocorre de tal forma que a recristalização dinâmica se sobrepõe a precipitação e como resultado o tamanho de grão médio recristalizado aumenta. Com o aumento da temperatura de ensaio, a recristalização é potencializada e o tamanho de grão médio recristalizado também aumenta.

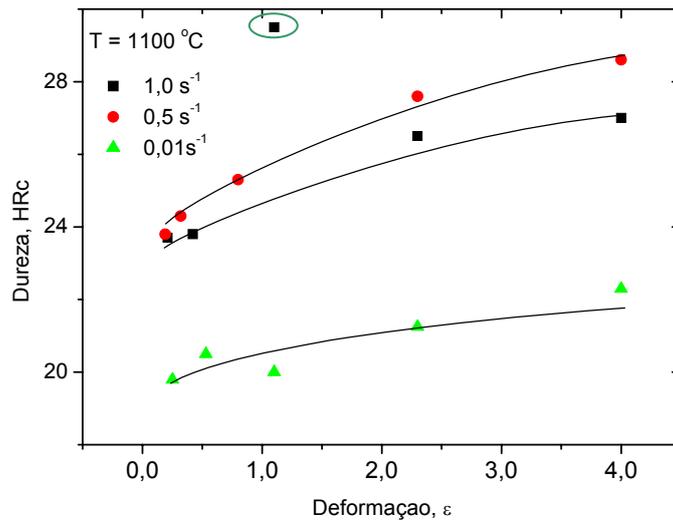
Medidas de dureza feitas em amostras submetidas para diferentes deformações, mantendo-se a taxa de deformação e a  $T_{\text{ens}} = 1100 \text{ °C}$  constantes, são mostradas na Figura 4.15. Observa-se nessa figura que em geral a dureza aumenta com o aumento da deformação. Isso ocorre porque, para baixas deformações a microestrutura é deformada, encruando. Em seguida ocorre precipitação e recristalização e ao final na deformação de 4,0, tem-se uma microestrutura, na maioria das vezes ainda não totalmente recristalizada, mas muito mais fina que a inicial, ou seja, ocorre um aumento muito grande no número de contornos de grão, levando a aumentar mais ainda a dureza do material. Além disso, nessa figura, se observa que os valores de dureza para a taxa de  $0,5 \text{ s}^{-1}$  é maior para todas as deformações, devido uma maior quantidade de partículas de precipitados presente no material. Já para a taxa de deformação de  $0,01 \text{ s}^{-1}$ , verificam-se os menores

valores da dureza, em face da dissolução e/ou coalescimento das partículas de precipitados resultando em uma maior recristalização da microestrutura. Os resultados para a taxa de  $1,0 \text{ s}^{-1}$  refletem a redução da precipitação.



**Figura 4.14** Mudanças microestruturais do aço em estudo, obtidas para diferentes deformações e  $T_{\text{ens}}=1100 \text{ }^\circ\text{C}$ , para: (a)  $\dot{\epsilon} = 0,5 \text{ s}^{-1}$  e (b)  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ .

**Obs.:** A tarja de aumento mostrada na última micrografia pode ser utilizada em todas as micrografias dessa figura.



**Figura 4.15** Comportamento da dureza do material em estudo, para testes realizados com temperatura de ensaio de 1100 °C e taxas de deformação de 0,01, 0,5 e 1,0 s<sup>-1</sup>.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 4.1. DEHGHAN, A. et al.. Recrystallization in AISI 304 austenitic stainless steel during and after hot deformation. **Materials science & Engineering A**, v. 485, p. 664-672, 2008.
- 4.2. GIORDANE, E. J.. **Estudo da conformação a quente de um aço inoxidável austenítico ISSO 5832-9, utilizado na fabricação de implantes ortopédicos e avaliação de suas propriedades mecânicas e físico-químicas**. 1995, ano 1, 71f. Relatório 1 (Pós-Doutoramento em Ciências e Engenharia de Materiais)-UFSCar, São Carlos, 2003.
- 4.3. POLIAK, E. I.; JONAS, J.J.. A one-parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization. **Acta Mater**, v.44, n. 1, p. 127-136, 1996.
- 4.4. POLIAK, E. I.; JONAS, J. J.. Initiation of dynamic recrystallization in constant strain rate hot deformation. **ISIJ International**, v.43, n. 5, p. 684-691, 2003.
- 4.5. LUTON, M. J.; SELLARS, C. M.. Dynamic Recrystallization in Nickel and Nickel-Iron Alloys During Temperature Deformation. **Acta Metall.**, v. 17, p. 1033-1043, 1969.
- 4.6. SAH, J. P.; RICHARDSON, G. J.; SELLARS, C. M.. Grain-size Effects During Dynamic Recrystallization of Nickel. **Metal Science**, v. 8, p. 325-331, 1974.
- 4.7. SELLARS, C. M.; McG TEGART, W. J.. On the Mechanism of Hot Deformation. **Acta Metall.**, v. 14, p. 1136-1138, 1966.
- 4.8. BELYAKOV, A.; MIURA, H.; SAKAI, T.. Dynamic Recrystallization under warm deformation of 304 type austenitic stainless steel. **Materials science & Engineering A**, v. 255, p. 139-147, 1998.
- 4.9. JAFARI, M., NAJAFIZADEH, A.; RASTI, J.. Dynamic Recrystallization by Necklace Mechanism During Hot Deformation of stainless steel. **International Journal of ISSI**, v.4, n.1. 2, p.16-23, 2007.
- 4.10. STOLTZ, R.E., VANDER SANDE, J.B.. The effect of nitrogen on stacking fault energy of Fe-Ni-Cr-Mn steels. **Metallurgical Transactions A**, v.11A, p.1033-1037, 1980.
- 4.11. STEIN, G., MENZEL, J.. Nitrogen alloyed steels- a new generation of materials with extraordinary properties, **International Journal of Materials and Products Technology**, v.10, n.3-6, p.290-302, 1995.
- 4.12. SIMMONS, J.W. et al.. Effect of nitride (Cr<sub>2</sub>N) precipitation on the mechanical, corrosion and wear properties of austenitic stainless steel. **ISIJ International**, v.36, n.7, p.846-854, 1996.
- 4.13. SAH, J. P.; RICHARDSON, G. J.; SELLARS, C. M.. Grain-size effects during dynamic recrystallization of nickel. **Metal Science**, American Chemical Society, v.8, p. 325-31, 1974.

- 4.14. LAASRAOUI, A.; JONAS, J. J.. Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates. **Met. Trans. A.**, v. 22A, p. 1545-1558, 1991.
- 4.15. SAKAI, T.; JONAS, J.J.. Dynamic recrystallization: mechanical and microstructural considerations. **Acta Metallurgica**, Overview, v.32, n. 35, p. 189-209, 1984.
- 4.16. WAHABI, M. EI; CABRERA; J. M. PRADO, J.M.. Hot working of two AISI 304 steels: a comparative study. **Materials Science & Engineering A.**, Spain: v.343, p. 116-125 M, 2003.

## CAPITULO 5

### 5 CONCLUSÕES

- Verificou-se através das curvas de escoamento plástico que o material estudado recristaliza dinamicamente.
- A tensão de pico aumenta com a diminuição da temperatura e com o aumento da taxa de deformação.
- O valor obtido de  $Q_{DRX} = 577$  kJ/mol indica que o aço ISO 5832-9 é mais resistente frente a deformações que outros aços inoxidáveis austeníticos.
- A presença de contornos de grão serrilhados e a nucleação de novos grãos nos antigos contornos de grão são fortes indícios de que a recristalização ocorreu por mecanismo colar.
- A redução na taxa de crescimento de grão, entre 1000 e 1100 °C, é atribuída principalmente às partículas de precipitados que ancoram os contornos de grão.
- Testes de torção realizados com taxa de deformação de  $0,5$  s<sup>-1</sup>, para todas as  $T_{ens}$ , promovem uma maior quantidade de precipitação dinâmica. Esse efeito diminuiu quando a temperatura aumenta.
- As medidas de dureza em função da deformação, para várias taxas de deformação, indicaram que: (a) para  $0,5$  s<sup>-1</sup>, o material apresenta uma maior quantidade de partículas de precipitados; (b) para  $0,01$  s<sup>-1</sup>, os efeitos de dissolução e/ou coalescimento das partículas de precipitados são mais acentuados; e (c) para  $0,1$  s<sup>-1</sup> refletem a redução na quantidade de partículas presentes no material.