

CINÉTICAS DE AMACIAMENTO E RECRISTALIZAÇÃO DE UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ISO 5832-9*

Giordani, E.J.⁽¹⁾, Balancin, O.⁽²⁾

Resumo

Este trabalho avaliou as cinéticas de amaciamento e recristalização de um aço inoxidável austenítico com adição de Nb e N de classificação ISO 5832-9 utilizado na fabricação de implantes ortopédicos. A cinética de amaciamento foi estudada a partir de ensaios isotérmicos interrompidos de torção a quente com duas deformações ($\epsilon_1 = \epsilon_2 = 0,3$), com taxa de 1 s^{-1} , onde verificou-se a fração amaciada nos intervalos entre passes de deformação (i_{pass}) variando entre 0,1 s e 1800 s, em temperaturas entre 1000°C e 1200°C. A fração recristalizada foi avaliada a partir de observações metalográficas. O material apresentou um rápido aumento da fração amaciada ($\approx 40\%$) para $i_{\text{pass}} \approx 1 \text{ s}$. Após esse período, o aço mostrou um aumento contínuo da fração amaciada para $T \geq 1100^\circ\text{C}$. Para $T \leq 1050^\circ\text{C}$, a evolução da fração amaciada para $i_{\text{pass}} > 1 \text{ s}$, foi praticamente nula até $i_{\text{pass}} = 10 \text{ s}$ e voltou a crescer com taxa muito baixa para tempos maiores. O estudo da cinética de recristalização mostrou que o material somente se recristaliza completamente para $T \geq 1100^\circ\text{C}$. Para $T \leq 1050^\circ\text{C}$ a fração recristalizada não vai além de aproximadamente 16%, mesmo para $i_{\text{pass}} = 1800 \text{ s}$. A precipitação de partículas da fase Z induzida por deformação foi apontada como o principal efeito inibidor da recristalização estática.

Palavras-chave: Cinética de amaciamento, Ensaio de torção a quente; ISO 5832-9

Abstract

This work investigated the softening and static recrystallization kinetics of a Nb- and N-bearing austenitic stainless steel biomaterial – ISO 5832-9. The softening behavior was studied through double hot torsion tests carried out at temperatures ranging from 1000 °C to 1200 °C, strain of 0.3 per pass ($\epsilon_1 = \epsilon_2 = 0.3$), and strain rate of 1 s^{-1} , in which the fractional softening was verified as a function of the interpass time varying from 0.1 to 1800 s. The recrystallized fraction was determined from metallographic observations. The material presented a rapid increase of the softened fraction ($\approx 40\%$) for $i_{\text{pass}} \approx 1 \text{ s}$. After this period of time, the steel presented a continuous increase of the softened fraction at $T \geq 1100 \text{ }^\circ\text{C}$. At $T \leq 1050 \text{ }^\circ\text{C}$, the softened fraction kept practically unchanged until $i_{\text{pass}} = 10 \text{ s}$, increasing again for longer times, but with very low rates. The study of the recrystallization kinetics showed that the material only recrystallizes completely at $T \geq 1100 \text{ }^\circ\text{C}$. At $T \leq 1050 \text{ }^\circ\text{C}$, the recrystallized fraction does not exceed approximately 16%, even for $i_{\text{pass}} = 1800 \text{ s}$. Strain induced Z phase precipitation was indicated as the main inhibitor of the static recrystallization.

Key-words: Recrystallization kinetic; Hot torsion test; ISO 5832-9

*VII Seminário Brasileiro de Aço Inoxidável INOX'2004, 23 a 25/novembro/2004, São Paulo - SP

⁽¹⁾ Pesquisador Dr. no Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos

⁽²⁾ Prof. Dr. no Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos

“As informações e opiniões contidas neste trabalho são de exclusiva responsabilidade dos autores”.

Introdução

Existem basicamente dois enfoques convencionais para o processamento termomecânico de aços do sistema C-Mn com adição de elementos microligantes, com o objetivo de se obter materiais com microestrutura final constituída de grãos refinados e homogêneos⁽¹⁾. O primeiro deles, conhecido como laminação controlada por recristalização (*recrystallization controled rolling - RCR*), envolve o processamento a quente em temperaturas onde o material recristaliza completamente ($>T_{95pct}$), onde uma combinação adequada de fração volumétrica e tamanho de precipitados promove o ancoramento de contornos dos grão recristalizados, impedindo seu crescimento subsequente. Desta forma, a força de ancoramento de contornos preexistente deve ser pequena o suficiente para permitir a recristalização estática e grande o suficiente para impedir o crescimento de grão⁽²⁾. O outro enfoque direcionado ao refino de grão é conhecido como laminação controlada convencional (*convencional controled rolling - CCR*), onde o trabalho a quente no material é conduzido em temperaturas onde não ocorre a recristalização do material ($<T_{5pct}$), onde a microestrutura austenítica deformada (encruada) resultante é refinada através da transformação de fase durante o resfriamento subsequente do aço⁽³⁾. Assim, para obtenção de uma microestrutura final refinada e homogênea, torna-se necessário o conhecimento das temperaturas T_{5pct} e T_{95pct} , tendo em vista que a etapa final do processamento não deve ser conduzida dentro desse intervalo de temperaturas.

Mais recentemente, estes conceitos técnico-científicos, inicialmente empregados nos processos de laminação a quente de chapas, têm sido empregados também na obtenção de forjados com considerável sucesso⁽²⁾. Os fundamentos científicos necessários à realização do controle microestrutural durante o processamento a quente de aços baixo carbono e microligados ao nióbio são bem estabelecidos⁽⁴⁾. Todavia, o mesmo não acontece com os aços inoxidáveis, particularmente com o aço ISO 5832-9⁽⁵⁾ – aço inoxidável austenítico com adição de nióbio e nitrogênio, utilizado como biomaterial. Em se tratando de um aço inoxidável austenítico com adição de elementos microligantes, onde a transformação de fase ($\gamma \rightarrow \alpha$) durante o resfriamento não ocorre, o processamento termomecânico para obtenção de peças com estrutura refinada e homogênea ao final do processo de forjamento necessariamente deve ser realizado em temperaturas acima de T_{95pct} . Caso contrário, a microestrutura parcialmente recristalizada resultante, com uma distribuição não uniforme de grãos, promove a deterioração das propriedades mecânicas⁽³⁾ e de corrosão do material⁽⁶⁾. Assim, o presente trabalho tem como objetivos avaliar as cinéticas de amaciamento e recristalização de um aço ISO 5832-9 a partir de ensaios isotérmicos interrompidos de torção a quente e análises metalográficas, assim como discutir a influência da precipitação induzida por deformação sobre essas cinéticas.

Materiais e Métodos

O material estudado foi o aço inoxidável austenítico ISO 5832-9⁽⁵⁾ ou equivalente ASTM F 1586⁽⁷⁾, utilizado na fabricação de implantes ortopédicos. O aço foi produzido pela Villares Metals S.A. e fornecido pela Baumer S.A. na forma de barras laminadas com diâmetros de 15,87 (5/8”), na condição recozido a 1030 °C por 60 min e resfriado em água. A tabela I apresenta a composição química do aço.

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

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	S	P	Cu	N	Nb	Fe
0,017 (0,08 máx.)	0,16 (0,75 máx.)	3,62 (2-4,25)	10,6 (9-11)	21,06 (19,5-22)	2,44 (2-3)	0,0018 (0,01 máx.)	0,013 (0,025 máx.)	0,06 (0,25 máx.)	0,37 (0,25-0,5)	0,42 (0,25-0,8)	bal.

Os valores entre parênteses representam o intervalo de composição admitido pelas normas do material.

O estudo da cinética de amaciamento foi conduzido através de ensaios isotérmicos interrompidos de torção a quente com duas deformações, onde verificou-se a fração amaciada no intervalo entre passes de deformação para diversas temperaturas e tempos (ou intervalos) entre passes (i_{pass}). Os corpos de prova foram aquecidos por indução, com taxa de 3,3 °C/s, até uma temperatura de encharque (T_{ench}) de 1250 °C e mantidos nessa temperatura por 300 s. Posteriormente, foram resfriados, com taxa de 2 °C/s, até a temperatura de ensaio (T_{ensaio}), mantido nessa temperatura por 30 s e então deformado por torção, com deformação de 0,3 ($\epsilon_1 = 0,3$) e taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) de 1,0 s⁻¹. Após o primeiro passe, os corpos de prova eram mantidos na temperatura de ensaio por um período de tempo que variou de um ensaio para outro. Ao final desse período era aplicado o segundo passe de deformação também de 0,3 ($\epsilon_2 = \epsilon_1 = 0,3$), com mesma taxa. A figura 1(a) ilustra esquematicamente a rota de ensaios descrita e a geometria dos corpos de prova. As temperaturas de ensaio empregadas foram 1000, 1050, 1100 e 1200 °C para i_{pass} entre 0,1 e 1800 s. O controle e aquisição da temperatura foram feitos com o uso de um termopar introduzido em um furo ao lado da seção útil dos corpos de prova. A precisão dessas medidas foi verificada com um pirômetro ótico. A partir das curvas tensão – deformação verdadeiras determinou-se a fração amaciada (%S) segundo a equação apresentada na figura 1(b), onde σ_m é a tensão de escoamento máxima no primeiro passe de deformação e σ_{y1} e σ_{y2} são os limites de escoamento (em 0,2% de deformação plástica) do primeiro e segundo passes de deformação⁽⁸⁾. A fração recristalizada foi determinada a partir da análise metalográfica de amostras retiradas de corpos de prova resfriados em água depois do primeiro passe de deformação e imediatamente após o intervalo entre passes. As seções úteis dos corpos de prova foram embutidas com a superfície lateral externa posicionada paralelamente à superfície de observação no baquelite. As amostras foram lixadas, aprofundando-se aproximadamente 0,2 mm da superfície externa da seção útil. Posteriormente foram polidas e atacadas eletroliticamente com ácido nítrico a 70%.

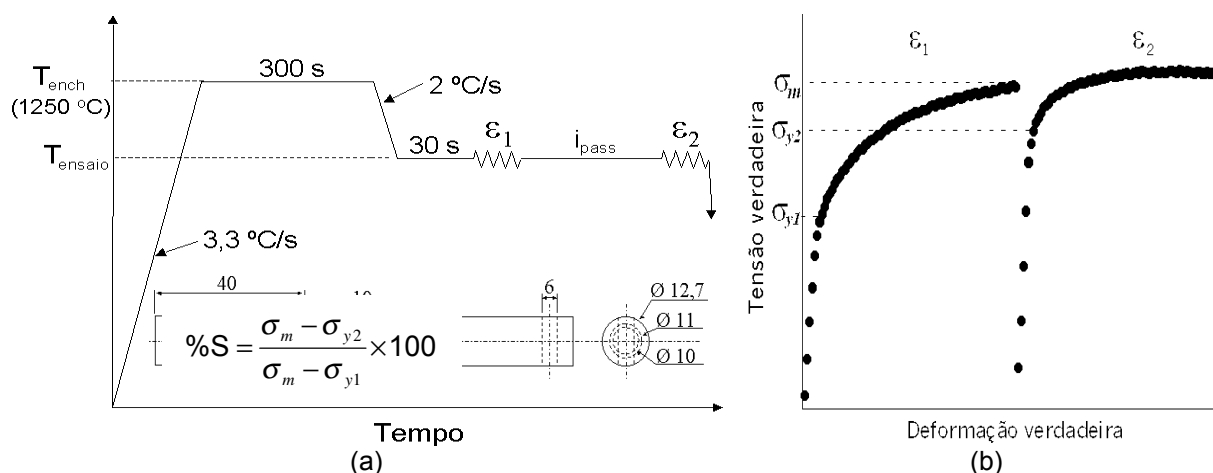


Figura 1. Metodologia utilizada nos ensaios isotérmicos interrompidos de torção a quente com duas deformações: (a) rota de ensaio e geometria dos corpos de prova; (b) representação da curva tensão verdadeira - deformação verdadeira.

Resultados e discussão

Fração amaciada

A figura 2 apresenta as curvas tensão verdadeira – deformação verdadeira obtidas a partir de ensaios de torção a quente realizados no intervalo de temperaturas entre 1000 °C e 1200 °C, com intervalos entre passes de 10 s. A fração amaciada para cada ensaio também está indicada nas curvas. Como primeira observação pode-se mencionar que, durante o primeiro passe de deformação (ϵ_1), o material apresenta um aumento contínuo da tensão em função da deformação, indicando a ausência do mecanismo de amaciamento por recristalização dinâmica. Desta forma, os mecanismos de amaciamento operantes são de natureza estática (recuperação e recristalização)⁽³⁾. Como esperado, a fração amaciada aumenta com T_{ensaio} . A figura 3 mostra as curvas obtidas a partir de ensaios conduzidos para $T_{\text{ensaio}} = 1100$ °C, com i_{pass} variando entre 0,1 e 200 s. A fração amaciada aumenta com o tempo entre passes de deformação para a mesma temperatura.

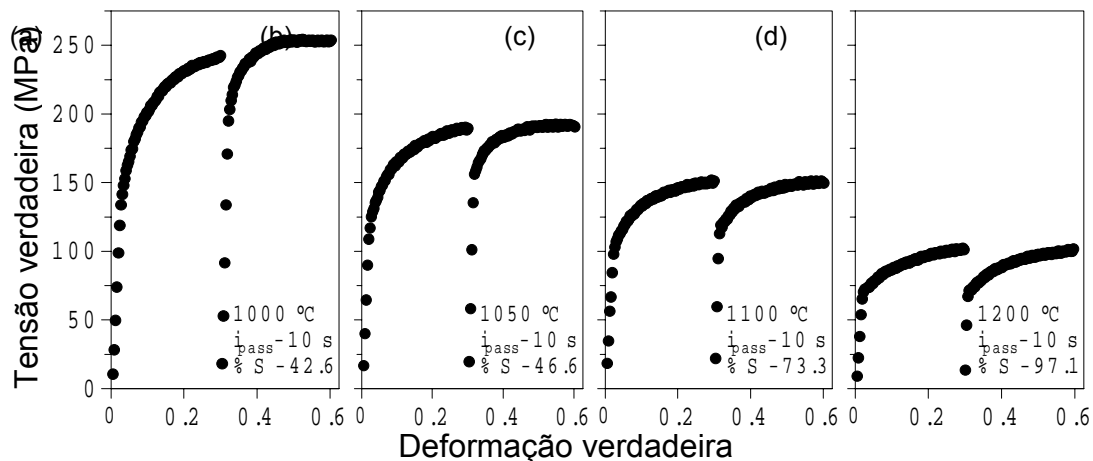


Figura 2. Curvas tensão verdadeira – deformação verdadeira obtidas nos ensaios isotérmicos interrompidos de torção a quente conduzidos com $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ e T_{ensaio} de: (a) 1000 °C; (b) 1050 °C (c); 1100 °C e (d) 1200 °C.

A figura 4 sintetiza a dependência da fração amaciada com o intervalo entre passes para o aço ISO 5832-9 para as temperaturas estudadas. Observar-se que o material apresenta um amaciamento considerável para i_{pass} de apenas 1 s para todas as temperaturas. Para T_{ensaio} mais baixas (≤ 1050 °C), observa-se a existência de um patamar após esse rápido amaciamento inicial de, onde a fração amaciada pouco se altera com o aumento do tempo entre passes até 10 s. A partir daí, a fração amaciada retoma seu crescimento com o aumento do i_{pass} , mas com uma taxa bem menor quando comparado ao período inicial ($i_{\text{pass}} < 1\text{s}$). Esse comportamento sugere que o mecanismo de amaciamento inicial ocorre por recuperação estática, que por sua vez, parece ocorrer com uma velocidade bastante alta. A partir daí, ocorre a inibição dos mecanismos de amaciamento, principalmente da recristalização estática, tendo em vista que a recuperação estática deva estar próxima de sua saturação. A inibição do amaciamento deve estar ocorrendo pela precipitação intensa de partículas induzida por deformação, retardando a nucleação e crescimento de grãos recristalizados. Esse mecanismo é típico de aços microligados ao Nb, V, e Ti. Medina⁽⁹⁾ menciona que a temperatura onde o patamar ocorre ou onde ocorre a supressão da recristalização pela precipitação aumenta com a

concentração de Nb da liga. Para $i_{pass} > 10$ s, o coalescimento das partículas de precipitados poderia estar desbloqueando alguns contornos de grão e favorecendo a ocorrência de alguma recristalização estática. Entretanto, para $i_{pass} > 900$ s a fração amaciada para T_{ensaio} de 1050 °C permanece praticamente constante, sugerindo que a recristalização estática não avançou mais. Já para $T_{ensaio} \geq 1100$ °C, o patamar não mais é observado, o que indica que a relação entre tamanho e fração volumétrica das partículas de precipitado nessas tências são insuficientes para suprimir a recristalização estática.

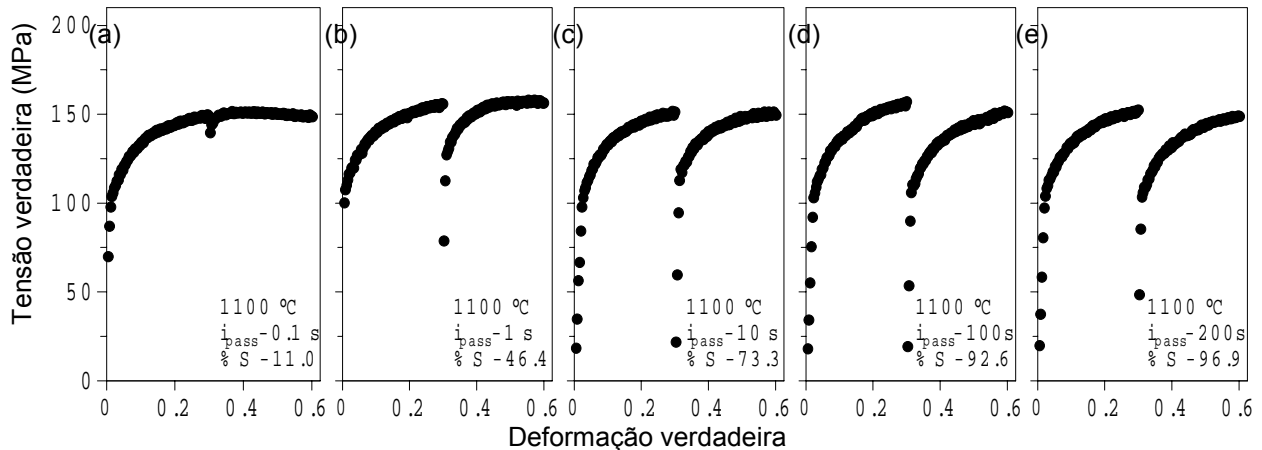


Figura 3. Curvas tensão verdadeira – deformação verdadeira obtidas nos ensaios isotérmicos interrompidos de torção a quente para T_{ensaio} de 1100 °C, $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ e i_{pass} de: (a) 0,1 s; (b) 1 s; (c) 10 s; (d) 100 s e (e) 200 s.

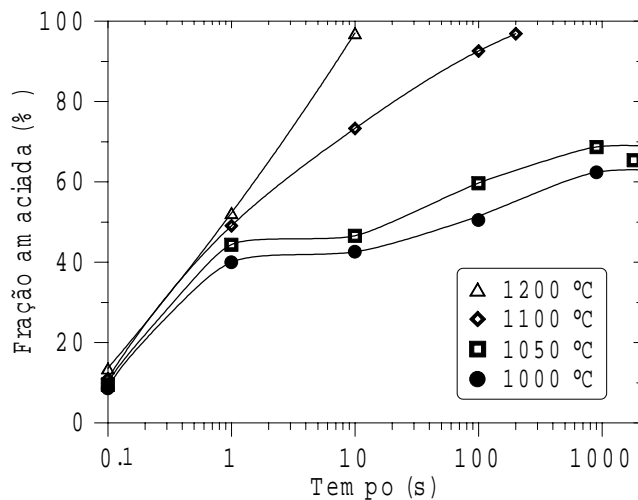


Figura 4. Fração amaciada em função do intervalo entre passes determinada a partir de ensaios isotérmicos interrompidos de torção a quente para o aço ISO 5832-9.

Fração recristalizada

A figura 5 mostra a microestrutura de partida para os ensaios de torção a quente, ou seja, do aço reaquescido a 1250 °C por 300 s. Observa-se nessa micrografia a presença de grãos equiaxiais com tamanho médio medido, $\bar{d} = 55 \mu\text{m}$. Observa-se também a presença de uma grande quantidade de precipitados grosseiros e finos da fase Z dispersos na matriz austenítica⁽¹⁰⁾, evidenciando a baixa solubilidade desses precipitados nessa temperatura. Estudos preliminares mostraram que esses precipitados não dissolvem nessa temperatura mesmo para tempos de até 24 horas.

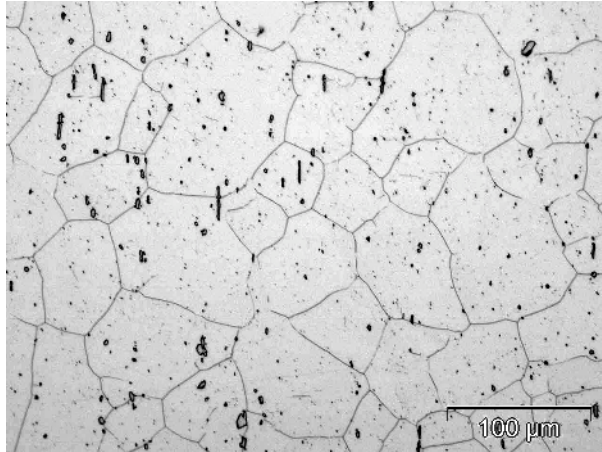


Figura 5. Microestrutura (microscopia ótica) do aço ISO 5832-9 na condição de partida para os ensaios de torção a quente – reaquecido a 1250 °C por 300 s. $\bar{d} = 55 \mu\text{m}$ (n° ASTM 5.5).

A figura 6 mostra microestruturas dos corpos de prova submetidos a ensaios de torção a 1050 °C para i_{pass} de 1, 100 e 900 s. Para essa temperatura, o tempo de 1 s mostrou-se insuficiente para o início da recristalização estática e a microestrutura resultante apresenta-se composta por grão deformados, com apenas alguns poucos pequenos núcleos de recristalização, confirmando a ocorrência do mecanismo de amaciamento apenas por recuperação estática, tendo em vista que o material apresentou %S de 44,4 % para essa condição (figura 4). Para intervalos entre passes maiores, a microestrutura mostra um avanço muito lento da fração recristalizada, atingindo 16,5 % para i_{pass} de 900 s. Apesar de não analisada, a figura 4 sugere que a fração recristalizada não vai além disso para tempos maiores, tendo em vista que a %S é ligeiramente menor para i_{pass} de 1800 s. A figura 7 mostra a evolução da recristalização de corpos de prova submetidos a ensaios a 1100 °C para i_{pass} de 1, 10 e 200 s. Nessa temperatura, a recristalização estática se mostra bem mais rápida. A figura 7(a) mostra uma estrutura deformada praticamente não recristalizada para i_{pass} de 1 s, enquanto a figura 7(b), para i_{pass} de 10 s, mostra uma estrutura mista, com grãos recristalizados ($\approx 34 \%$) e grãos deformados. Já a figura 7(c) mostra uma estrutura praticamente recristalizada, com grãos equiaxiais e $\bar{d} = 30 \mu\text{m}$.

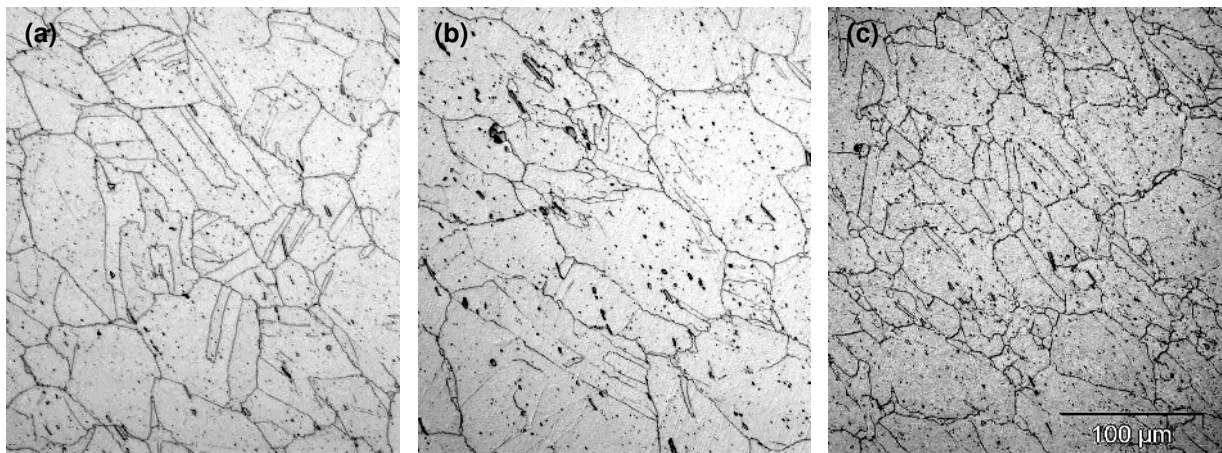


Figura 6. Micrografias óticas de corpos de prova submetidos a ensaios isotérmicos interrompidos a 1050 °C: (a) 0,6 % de recristalização para $i_{\text{pass}} = 1 \text{ s}$; (b) 6,5 % de recristalização para $i_{\text{pass}} = 100 \text{ s}$ e (c) 16,2 % de recristalização, para $i_{\text{pass}} = 900 \text{ s}$.

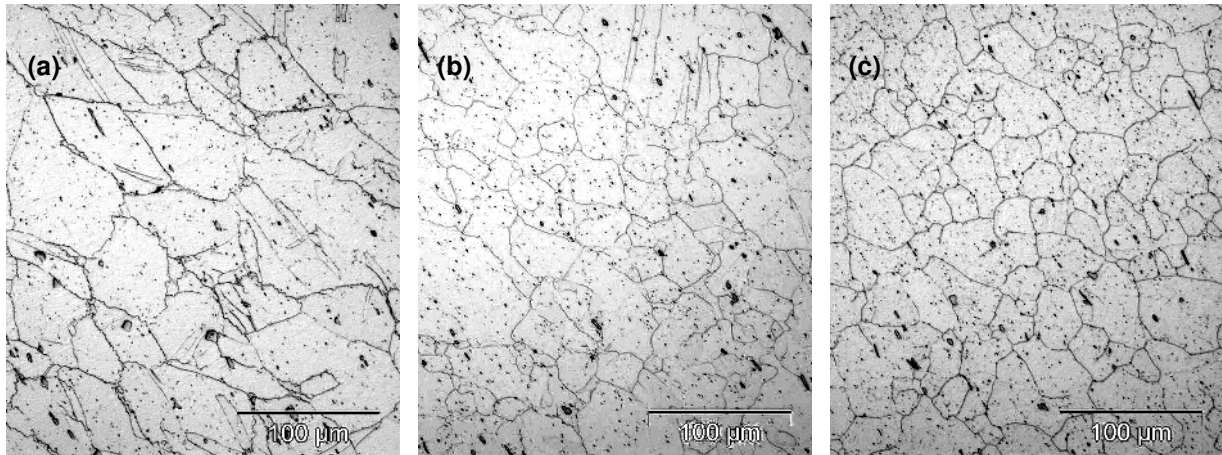
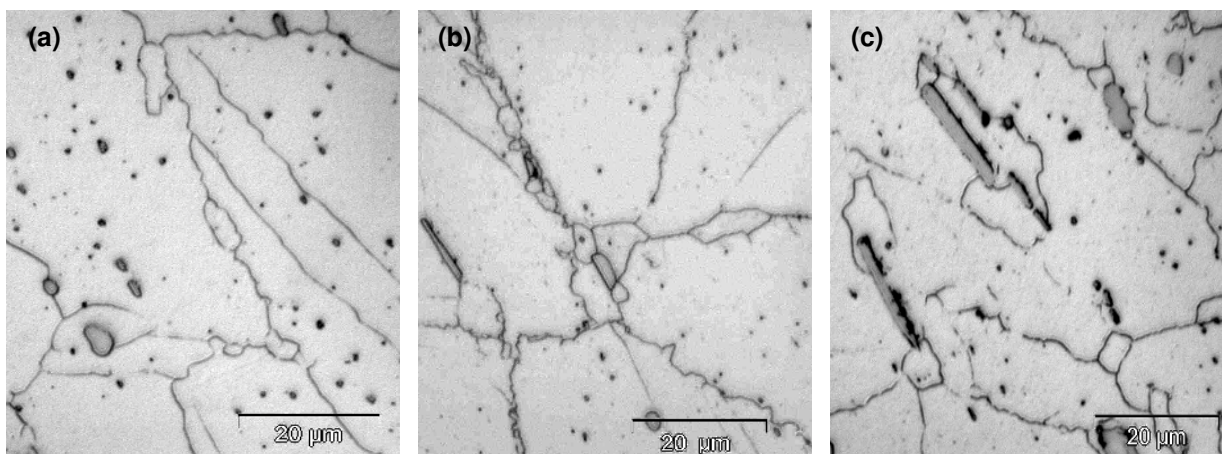


Figura 7. Micrografias óticas de corpos de prova submetidos a ensaios isotérmicos interrompidos a 1100 °C: (a) 4,4 % de recristalização para $i_{pass} = 1$ s; (b) 33,9 % de recristalização para $i_{pass} = 100$ s e (c) 94,0 % de recristalização para $i_{pass} = 200$ s.

Uma característica microestrutural comum às condições observadas é a presença de contornos de grão de alto ângulo com aparência serrilhada, particularmente os grãos não recristalizados (figura 8). Este aspecto sugere o mecanismo de nucleação por *migração de contornos de grão induzida pela deformação*. Nesse mecanismo, o contorno entre dois grãos, marcado por diferentes densidades de discordâncias, se encurva e caminha do grão com menor densidade para o grão maior densidade de discordâncias, levando ao crescimento de uma subestrutura livre de deformação. Esse mecanismo de nucleação foi também observado por Belyakov et al.⁽¹¹⁾ em um aço inoxidável 304. Assim, os sítios preferenciais para a nucleação da recristalização são os contornos de grão, como ilustra as micrografias 8(a) e 8(b). Entretanto, a participação dos precipitados da fase Z, principalmente os mais grosseiros, como sítios nucleadores também ficou evidente (figura 8(c)). Esse aspecto também foi observado por Mataya et al.⁽¹²⁾ em um aço de composição próxima a do ISO 5832-9 que também apresenta precipitados grosseiros da fase Z.



$T_{ensaio} = 1200$ °C, $i_{pass} = 1$ s

$T_{ensaio} = 1050$ °C, $i_{pass} = 1$ s

$T_{ensaio} = 1050$ °C, $i_{pass} = 100$ s

Figura 8. Micrografias óticas de corpos de prova submetidos a ensaios isotérmicos interrompidos: (a) contornos de grãos serrilhados; (b) nucleação em contornos de grão; (c) Nucleação em partículas da fase Z.

A figura 9 sintetiza a cinética de recristalização determinada pelas análises metalográficas. Com base nessas curvas pode-se afirmar que uma estrutura final completamente deformada (não-recristalizada) pode ser obtida para tempos entre passes muito curtos ($i_{\text{pass}} < 1\text{ s}$) ou então para $T < 1050\text{ }^\circ\text{C}$ e $i_{\text{pass}} < 100\text{ s}$. Já uma microestrutura completamente recristalizada pode ser obtida para $T > 1100\text{ }^\circ\text{C}$. O processamento final do material em condições intermediárias às mencionadas leva a uma estrutura final mista, formada por uma distribuição não homogênea de grãos grosseiros e deformados e grãos refinados e recristalizados, com prejuízos às propriedades mecânicas⁽³⁾ e de corrosão do material⁽⁶⁾.

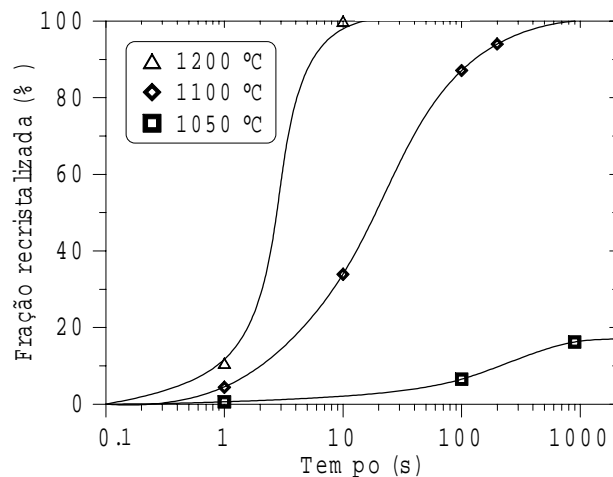


Figura 9. Fração recristalizada medida em função do tempo entre passes de deformação ($\epsilon = 0,3$) em diferentes temperaturas para o aço ISO 5832-9.

Com base na evolução das frações amaciada (figura 4) e recristalizada (figura 9), determinadas a partir dos ensaios isotérmicos interrompidos e análises metalográficas, foi possível idealizar, em função T e i_{pass} , as condições de processamento termomecânico que levam a completa supressão da recristalização e a recristalização total do aço ISO 5832-9 deformado a quente com $\epsilon = 0,3$ e $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$. A figura 10 ilustra esses limites. É importante ressaltar que esses limites podem ser deslocados para deformações e taxas de deformação diferentes. O aumento de ϵ e $\dot{\epsilon}$ desloca estas curvas limites para tempos menores^(3,12), pois estes dois fatores promovem o aumento da densidade de discordâncias, aumentando o potencial termodinâmico para a nucleação e crescimento de grãos recristalizados.

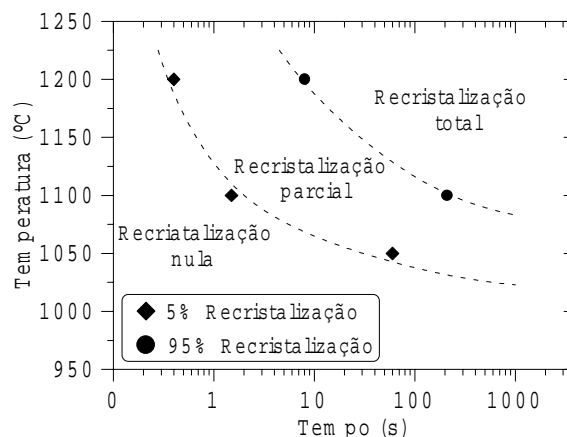


Figura 10. Limites para recristalização em função da temperatura e tempo entre passes para o aço ISO 5832-9 deformado a quente para $\epsilon = 0,3$ e $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$.

Analisando as figuras 4 e 9 verifica-se que não existe uma concordância muito precisa entre a fração amaciada e a fração recristalizada para o aço ISO 5832-9 nas condições estudadas, principalmente para i_{pass} menores. O material apresentou fração amaciada de aproximadamente 40 % já no primeiro segundo para $T < 1100$ °C (figura 4), sendo que suas microestruturas se mostraram totalmente encruadas nessas condições (figuras 6(a) e 7(a)). Esse fato sugere uma alta capacidade de amaciamento pelo mecanismo de recuperação estática. Segundo Mataya et al.⁽¹²⁾, essa característica é atribuída ao relativamente alto valor de EFE dessa classe de aços (64 mJ/m^2) quando comparado, por exemplo, com a do o aço 304L (18 mJ/m^2)⁽¹³⁾. Como se sabe, alta EFE favorece o deslizamento cruzado e a escalagem de discordâncias, que são os principais mecanismos responsáveis pelo amaciamento pela recuperação do material deformado⁽¹⁴⁾.

Fica evidente também que a recristalização do aço ISO 5832-9 é lenta e somente ocorre, mesmo que parcialmente, em temperaturas elevadas (≥ 1050 °C). Certamente a precipitação de partículas da fase Z contribui significativamente para esse fato. Segundo esse mecanismo de retardo, a precipitação inibe a recristalização do material deformado até que ocorra o coalescimento das partículas e a liberação da frente de recristalização. Sabe-se que a evolução da estrutura em aços microligados durante a deformação a quente é governada pela interação competitiva entre recristalização e precipitação⁽¹⁾. A força motriz para a recristalização (F_{rxn}) é dada pela diferença na densidade de discordâncias na frente e atrás da frente de recristalização. Kang e colaboradores⁽¹⁵⁾, que estudaram a influência dos estágios da precipitação (nucleação, crescimento e coalescimento) na cinética de recristalização de um aço C-Mn microligado ao Nb, defendem que, no estágio de crescimento dos precipitados, a força de ancoramento aumenta com o aumento da fração volumétrica e tamanho desses precipitados, tornando-se alta o suficiente para inibir o início da recristalização. Após o estágio de crescimento, a recristalização pode ocorrer durante o estágio de coalescimento devido a redução da força de ancoramento, mesmo que a fração volumétrica de precipitados permaneça constante. Assim, para $T \leq 1050$ °C, a recristalização do aço ISO 5832-9 pode ocorrer após períodos bastante longos de permanência nessas temperaturas. Para $T > 1100$ °C, a recristalização se completa antes que o estágio de precipitação se inicie efetivamente. Então, a cinética de recristalização é mais rápida que a de precipitação nessas temperaturas. Neste caso, a precipitação poderia ocorrer para tempos maiores, sem a influência da deformação.

Outro aspecto de deve ser levado em consideração é a influência da supersaturação de átomos de soluto em solução na austenita na temperatura de deformação. Tendo em vista que os corpos de prova foram mantidos na temperatura de encharque de 1250 °C por 300 s para todas as condições de ensaio, a supersaturação de Nb na austenita aumenta com a redução da temperatura de ensaio. Sabe-se que a precipitação induzida por deformação somente ocorre devido a essa supersaturação que, quanto maior, 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⁽¹⁶⁾. Desta forma, a precipitação em temperaturas maiores ($T > 1100$ °C) pode ser lenta ou mesmo insuficiente (no tocante à relação tamanho/fração volumétrica) para inibir a recristalização, o que não ocorre para temperaturas menores ($T < 1050$ °C). Entretanto, a simples comparação entre a supersaturação em diferentes temperaturas e suas conseqüências sobre as

cinéticas de recristalização e precipitação é um pouco mais complexa. Outros parâmetros dependentes da temperatura estão envolvidos, como por exemplo, a difusividade dos elementos que compõem a matriz austenítica, que afeta a recristalização, e a difusividade do Nb na austenita, que afeta a precipitação⁽¹⁶⁾.

A figura 11 ilustra o efeito de ancoramento de contornos de grão pela precipitação no aço deformado a 1050 °C e mantido nessa temperatura por 900 s. A curvatura do contorno entre as partículas de precipitados evidencia o efeito de ancoramento⁽¹²⁾. Uma vez que para formar uma nova fase dentro da matriz é necessário criar interfaces, a precipitação ocorre com maior facilidade em sítios de alta energia livre, tais como contornos de grãos, bandas de deformação e contornos de subgrãos, ou seja, em regiões que apresentam alta densidade de discordâncias acumuladas durante a deformação. Assim, a precipitação é induzida pela deformação, diminuindo-se o tempo necessário para iniciá-la. Adicionalmente, um aspecto que contribui para precipitação preferencial nos contornos de grão e para o retardo na recristalização é a tendência que os átomos de soluto em solução têm de segregar-se nos contornos de grão da austenita na temperatura de reaquecimento. Isso porque os contornos são sítios energeticamente favoráveis a essa segregação⁽¹⁷⁾. Palmiere e colaboradores⁽²⁾ verificaram que a ocorrência de precipitados (Nb(CN)) em contornos de grão é da ordem de 1,5 a 2 vezes maior que no interior dos grãos da austenita prévia. Mais uma vez, esse aspecto sugere que as temperaturas onde a recristalização ocorre ou é inibida totalmente ($T_{95\%}$ e $T_{5\%}$, respectivamente) são influenciadas por T_{ench} , que, quanto maior, maior será a segregação de soluto nos contornos e maior a influência sobre as cinéticas de precipitação e recristalização.

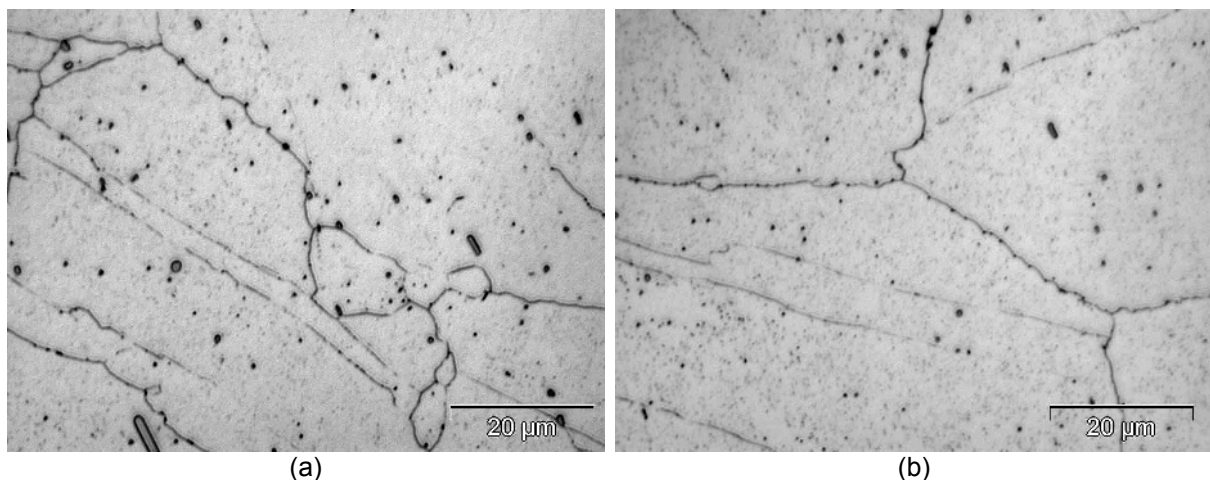


Figura 11. Precipitação de partículas da fase Z em contornos de grãos impedindo a recristalização do material deformado em $T = 1050$ °C e mantido por 900 s (microscopia ótica).

Além do efeito inibidor da recristalização exercido pela precipitação, alguns estudos sugerem que o Nb em solução sólida substitucional⁽¹⁶⁾ e o N em solução sólida intersticial⁽⁸⁾ exercem um papel importante, retardando a recristalização estática pelo ancoramento de contornos pelo efeito retardador por átomos de soluto. Esse mecanismo ocorre quando átomos de soluto estão localizados ou “presos” ao contorno de grão. Com isso, a taxa de migração do contorno, resultante de uma dada força motriz, será influenciada pelos átomos de soluto, e será reduzida com o aumento do volume de soluto em solução sólida⁽¹⁾. Os átomos de soluto tendem a ancorar por difusão os contornos de grão em movimento. No caso onde a taxa de

migração do contorno é pequena, os átomos de soluto acompanham o contorno, exercendo assim uma força retardadora. Se a interação entre soluto e contorno de grão for de natureza elástica, esta será dependente do campo de tensão elástica nas vizinhanças dos átomos de soluto. Assim, quanto maior a diferença entre os raios atômicos de soluto e solvente, maior o campo de tensão elástica, maior a tendência de segregação e maior o efeito retardador na migração dos contornos⁽¹⁷⁾. Para o aço ISO 5832-9 o Nb e o N devem exercer uma influência significativa nesse sentido, tendo em vista que ambos tem raios atômicos bem distintos do raio médio da matriz. Mesmo que todo o nióbio disponível tenha precipitado como fase Z, o excesso de N em solução na liga poderia ainda exercendo efeito retardador sobre a cinética de recristalização. Entretanto, Speer & Hansen⁽¹⁶⁾ concluíram que o efeito retardador por átomos de soluto é menor quando comparado com o efeito retardador pela precipitação. No entanto, efeito retardador por átomos de soluto pode ganhar importância pelo seu potencial em tornar a migração de contornos mais lenta, retardando a migração de contornos durante o período de encubação (*cluster formation*) ou de nucleação dos precipitados. Já no estágio de crescimento, a força de ancoramento passa a ser governada pela precipitação. A movimentação mais lenta da frente de recristalização, durante o seu estágio incipiente, deve ainda favorecer o arraste e o conseqüente enriquecimento ainda maior de soluto nos contornos a medida que eles se deslocam. Como a precipitação é fortemente influenciada pelo grau de supersaturação, é coerente supor que o arraste de soluto pela frente de recristalização ocorra até que se atinja uma supersaturação crítica para a nucleação e crescimento de precipitados e o conseqüente ancoramento dos contornos. O desbloqueio dos contornos de grão e avanço da frente de recristalização somente seria possível, para mesma temperatura, como o coalescimento das partículas, de tal forma que $F_{pin} < F_{rx}$. Assim, esse mecanismo de retardo poderia ocorrer de forma intermitente.

Conclusões

A partir dos ensaios isotérmicos interrompidos de torção a quente com duas deformações verificou-se que o aço ISO 5832-9 apresentou um rápido aumento da fração amaciada ($\approx 40\%$) para $i_{pass} = 1$ s. Após esse período, o aço mostrou um aumento contínuo da fração amaciada para $T \geq 1100$ °C e uma inibição do amaciamento para $T \leq 1050$ °C, até $i_{pass} = 10$ s. Após esse período, a evolução da fração amaciada voltou a crescer com taxa muito baixa. O estudo da cinética de recristalização mostrou que o material somente se recristaliza completamente para $T \geq 1100$ °C. Para $T \leq 1050$ °C a fração recristalizada não vai além de aproximadamente 16%, mesmo para $i_{pass} = 1800$ s. A precipitação de partículas da fase Z (CrNbN) induzida por deformação foi apontada como o principal mecanismo inibidor da recristalização estática do material. Entretanto, o efeito retardador por átomos de soluto (Nb e N), principalmente na etapa inicial de nucleação de precipitados, não pode ser descartado.

Agradecimentos

À FAPESP pelo apoio financeiro. À Baumer S.A. pelo fornecimento do material (aço ISO 5832-9). Ao LME/LNLS, onde foram realizadas as análises por MEV/EDS.

Referências Bibliográficas

- (1) DeARDO, A.J. Modern Thermomechanical processing of microalloyed steels: a physical metallurgy perspective. In: Microalloying'95, The Mineral, Metals and Materials Society, Warrendale, p. 15-33, 1995
- (2) PALMIERE, E.J.; GARCIA, C.I.; DeARDO, A.J. The influence of niobium supersaturation in austenite on the static recrystallization behavior of low carbon microalloyed steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 27, p.951-960, April, 1996.
- (3) DUTTA, B.; PALMIERE, E.J. Effect of prestrain and deformation temperature on the recrystallization behavior of steels microalloyed with niobium. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.34, p. 1237-1247, June, 2003.
- (4) SICILIANO Jr., F. Mathematical modelling of the hot strip rolling of Nb microalloyed steels. *Ph.D Thesis*, McGill University, Montreal, 1999.
- (5) International Organization for Standardization, Switzerland, 5832-9; Implants for surgery - Metallic materials - Part 9: Wrought high nitrogen stainless steel. Switzerland, 1992. 4p.
- (6) Sudarshan, T.S.; Srivatsan, T.S.; Harvey II, D.P. Fatigue processes in metals - role of aqueous environments. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 36, n. 6, p. 827-852, 1990.
- (7) American Society for Testing and Materials, Philadelphia. F 1586; Standard specification for wrought nitrogen strengthened stainless steel bar for surgical implants. Philadelphia, 1995. 3p.
- (8) MARUYAMA, N.; SMITH, G.D.W. Effect of nitrogen and carbon on the early stage of austenite recrystallisation in iron-niobium alloy. **Materials Science and Engineering**, v. A327, p. 34-39, 2002.
- (9) MEDINA, S.F. The influence of niobium on the static recrystallization of hot deformed austenite and on strain induced precipitation kinetics. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 32, n. 1, p. 43-48, 1995.
- (10) GIORDANI, E.J.; GUIMARÃES, V.A.; PINTO, T.B.; FERREIRA, I. Effect of precipitates on the corrosion-fatigue crack initiation of ISO 5832-9 stainless steel biomaterials. **International Journal of Fatigue**. v. 26, n.10, p. 1129-1136, 2004.
- (11) BELYAKOV, A.; SAKAI, T.; MIURA, H.; KAIBYSHEV, R. Grain refinement under multiple warm deformation in 304 type austenitic stainless steel. **ISIJ International**, v. 39, n. 6, p. 592-599, 1999.
- (12) MATAYA, M.C.; PERKINS, C.A.; THOMPSON, S.W.; MATLOCK, D.K. Flow stress and microstructural evolution during hot working of alloy 22Cr-13Ni-5Mn-0.3N austenitic stainless steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v. 27, p. 1251-1266, May 1996.
- (13) SCHRAMM, R.E.; REED, R.P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. **Metallurgical Transaction A**, v. 6, p. 1345-1351, July, 1975.
- (14) MCQUEEN, H.J.; BLUM, W. Dynamic recovery: sufficient mechanism in the hot deformation of Al (<99.99), **Materials Science and Engineering A**, v. 290, p. 95-107, 2000.
- (15) KANG, K.B.; KWON, O.; LEE, W.B.; PARK, C.G. Effect of precipitation on the recrystallization behavior of a Nb containing steel. *Scripta Materialia*, v. 36, n. 11, p. 1303-1308, 1997.
- (16) SPEER, J.G.; HANSEN, S.S. Austenite recrystallization and carbonitride precipitation in niobium microalloyed steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 20, p. 25-38, January, 1989.
- (17) PADILHA, A.F; SICILIANO JR, F. Recristalização de metais impuros e ligas. In: **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 1996. cap. 8, p. 81-92.