

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS

Fernanda Aparecida Farias

PROCESSAMENTO DE AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX POR EXTRUSÃO EM
CANAL ANGULAR

PONTA GROSSA

2009

Fernanda Aparecida Farias

**PROCESSAMENTO DE AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX POR EXTRUSÃO EM
CANAL ANGULAR**

Dissertação apresentada para obtenção do título de mestre na Universidade Estadual de Ponta Grossa, Área Processamento de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho

PONTA GROSSA

2009

Ficha catalográfica elaborada pelo Setor de Processos Técnicos BICEN/UEPG

F224p Farias, Fernanda Aparecida
Processamento de aço inoxidável dúplex por extrusão em canal angular. / Fernanda Aparecida Farias. Ponta Grossa, 2009. 115f.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências de Materiais –Área de concentração : Processamento de Materiais) , Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho

1.Canal angular. 2. Aço inoxidável dúplex. 3.Deformação severa. I. Cintho, Osvaldo Mitsuyuki. II. T

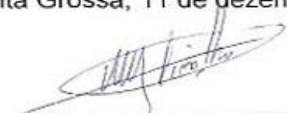
CDD : 669.1

FERNANDA APARECIDA FARIAS

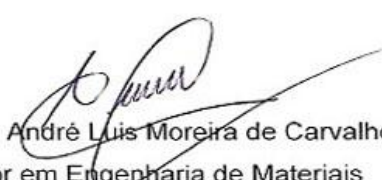
PROCESSAMENTO DE AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX POR EXTRUSÃO EM
CANAL ANGULAR

Dissertação apresentada para obtenção do título de mestre na Universidade
Estadual de Ponta Grossa, Área de Processamento de Materiais.

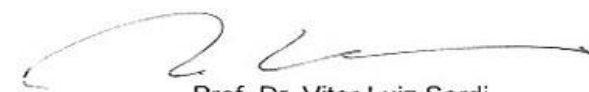
Ponta Grossa, 11 de dezembro de 2009.



Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho – Orientador
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Departamento de Engenharia de Materiais, UEPG/PR.



Prof. Dr. André Luis Moreira de Carvalho
Doutor em Engenharia de Materiais
Departamento de Engenharia de Materiais, UEPG/PR



Prof. Dr. Vitor Luiz Sordi
Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais
Departamento de Engenharia de Materiais, UFSCAR/SP

Ao meu querido e inesquecível pai:

Luiz Fernando Farias

(in memoriam)

“Foi sem você que eu pude entender que não é fácil viver sem te ter...”

AGRADECIMENTOS

A Deus, que iluminou meu caminho durante toda realização deste trabalho.

Ao meu orientador, professor e amigo Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho, pela orientação, pela oportunidade, incentivo, confiança, paciência, por compreender o pouco tempo que eu tinha e por não ter medido esforços para a conclusão deste trabalho.

Aos meus pais, Ione e Fernando (in memoriam), pelo amor incondicional, pelo carinho, pelo incentivo e apoio, sem que ao menos entendessem onde exatamente eu queria chegar, mas sempre entendendo que o futuro, é feito a partir da constante dedicação no presente. Minha gratidão será eterna, pois sem eles eu não seria nada.

Ao meu noivo e agora esposo Rodrigo, pelo amor e carinho, por compreender minha falta de tempo, por me apoiar incondicionalmente nos momentos de alegria, cansaço, tristeza, medo e incertezas, agradeço principalmente por sacrificar seus dias de descanso para se dedicar a este trabalho ao meu lado.

A minha irmã Fabiane, por ser um dos grandes motivos que me fazem querer crescer sempre mais e que não faz idéia do quanto é imprescindível em minha vida.

Ao Departamento de Engenharia Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa pelo acesso aos seus laboratórios.

Em especial, ao professor Marcio Ferreira Húpalo pelo auxílio na construção da matriz, que foi fundamental para conclusão deste trabalho.

A todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho e se tornaram parte da minha vida.

RESUMO

Este trabalho tem por objetivo processar um aço inoxidável dúplex de estrutura austenítica-ferrítica, tipo UNS S32205/S31803, através da extrusão em canal angular (ECA) e caracterizar o aço processado. O princípio da ECA está baseado na aplicação de uma deformação plástica severa, a uma temperatura relativamente baixa, sem nenhuma mudança nas dimensões da seção transversal do material. A matriz utilizada na extrusão foi construída a partir de um aço 1045, cementado e temperado, e os punções de aço ferramenta. A extrusão foi realizada a temperatura ambiente usando uma máquina de ensaios mecânicos, em três velocidades diferentes de aplicação da pressão de extrusão: 1,5, 6,0 e 12 mm/min. A tensão necessária para realizar a extrusão aumentou continuamente ao longo do processamento, atingindo valores próximos 3GPa. Isto é devido, principalmente, à força de atrito entre o corpo de prova e as paredes do canal da matriz. Os resultados também mostram que o aumento da tensão atingida durante o processamento está relacionado à velocidade de processamento e número de passes. A força de atrito promoveu grande heterogeneidade de deformação ao longo das seções das amostras com aumento de dureza de 257HV (material recebido) para 575HV (ponto que sofreu maior deformação). Este efeito foi observado pela morfologia e mudança de orientação dos grãos ao longo das dimensões da amostra processadas. Após o processamento, algumas amostras do material foram termicamente tratadas a 1000° e 1200°C por períodos 7,5, 15, 30 e 60 minutos. Na superfície das amostras processadas por 2 passes de ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 1,5 mm/min. e posterior tratamento térmico a 1200°C por 60 min, foi verificada formação de dois tipos de estruturas distintas com pequenas superfícies posicionadas com ângulos de 90° e ângulos próximos a 109° bem definidos entre si. A região de 90° entre as superfícies mostra uma estrutura predominante de formas cúbicas, provavelmente em consequências da aniquilação de empilhamento de discordância na superfície cúbica de corpo centrado da fase ferrita. Na estrutura cristalina, o sistema de deslizamento ocorre principalmente nos planos {110}, os quais têm ângulos de 90° entre si. Por outro lado, os planos de deslizamento da estrutura cúbica de face centrada, {111}, formam ângulos próximos a 109° entre eles e consequentemente, a aniquilação de discordância na superfície resulta em estruturas na região da austenita. A observação da superfície das amostras detectou uma morfologia semelhante a um telhado ("roof like") com estruturas com ângulos próximos a 109°, os quais sugerem a aniquilação de discordância na austenita. Outra estrutura detectada nas superfícies das amostras processado por ECA com 1 passe a velocidade de 1,5mm/min. e posterior tratamento térmico a 1200°C durante 60 minutos, foi a martensita induzida por deformação a frio. A avaliação preliminar da recristalização de algumas amostras processadas por ECA com 1 passe a velocidade de 1,5mm/min., e posterior tratamento térmico a 1000°C por 7,5, 15 e 30 minutos identificou pontos localizados de recristalização nos contornos de grão. Com o aumento do tempo de tratamento térmico de 7,5 para 15 minutos, aumentou o número de núcleos de recristalização, ao passo que após tratamento por 30 minutos foi verificado aumento no tamanho dos cristais formados sem expressivo aumento o número de núcleos.

Palavras-chave: Canal angular. Aço inoxidável dúplex. Deformação severa.

ABSTRACT

A duplex stainless steel with austenitic–ferritic structure, type S32205/S31803 was submitted to equal channel angular pressing, whose is based on very severe plastic deformation, at relatively low temperature, with no change in the dimensions along transversal section of the material. The processed material was heat treated at 1000° and 1200°C during 7.5, 15, 30 and 60 minutes, in order to evaluate the recovery aspects and recrystallization steps of the severely deformed duplex steel. The die was manufacturing from SAE 1045 steel (cemented, quenched and annealed) and heat treated and the plungers from tool steel. The extrusions were conducted at room temperature, using a universal type mechanical test machine, according three different pressing speeds: 1.5, 6.0 and 12.0 mm/min. The processing stress increase continuously during extrusion by friction forces between sample and die walls and very high pressing stress level was reached. The results show the increase of stress according to increase of speed processing. For 1,5 mm/min processing speed, the second pass could be done with maximum reached stress close to 3GPa. The friction forces promoted a very heterogeneous deformations process along the samples sections with increase of hardness from 257HV (start material) to 575HV (highest deformed point). This effect was observed by grains morphology and orientations changes after processing and along the sample dimensions. In the as heat treated samples surfaces two distinct structures type formation was verified with small surfaces positioned with well defined angles near of 90° and 109° between itself. The region with 90° between surfaces show a lot of cubic form structure probably as a consequence of dislocation pile up annihilation on the surface of body-centered-cubic phase (ferrite). In this crystalline structure, the slip system occurs mainly in the {110} planes which have 90° between then. In another side, the slip planes of face-centered-cubic structure slip systems (planes {111}) make 109° angles between then and consequently, dislocation annihilation on the surface may result in structures with this angles on the austenite regions. Sample surface observations detected “roof like” morphology with a well defined near 109° structures which suggest the dislocation annihilation on austenite. Another structure detected on the sample surface was the cold induced martensite. The preliminary evaluation of recrystallization of some processed and treated samples, at 1000°C for 7,5, 15 and 30 minutes identified located points of recrystallization in the grain contours. With increase of the time of heat treatment from 7,5 to 15 minutes, increase of recrystallization nuclei was detected, whereas after treatment of 30 minutes verifies increase of the size of crystals formed without expressive increase of the number of nuclei.

Keywords: Equal channel. Duplex stainless steel. Severe deformation.

SUMÁRIO

1	OBJETIVO	17
2	INTRODUÇÃO	18
3	REVISÃO DA LITERATURA	20
3.1	AÇOS INOXIDÁVEIS DÚPLEX.....	20
3.1.1	Composição Química.....	21
3.1.2	Propriedades Mecânicas dos Aços Inoxidáveis Dúplex.....	22
3.1.3	Propriedades Físicas dos Aços Inoxidáveis Dúplex	24
3.1.4	Resistência a Corrosão dos Aços Inoxidáveis Dúplex.....	24
3.1.5	Microestrutura dos Aços Inoxidáveis Dúplex	25
3.2	EXTRUSÃO POR CANAL ANGULAR – ECA.....	27
3.2.1	Parâmetros Fundamentais na ECA	30
3.2.2	Parâmetros já utilizados.....	42
3.2.3	ECA Convencional com barras e tubos	42
3.2.4	A aplicação da ECA em chapas.	44
3.2.5	Alternativas de processamento por ECA	45
3.2.6	Processamento Contínuo por ECA.....	48
3.3	TRATAMENTO TÉRMICO.....	49
3.3.1	Estrutura deformada a frio/ Encruamento.	50
3.3.2	Heterogeneidades de deformação.....	51
3.3.3	Recozimento e recristalização de metais trabalhados a frio.	53
3.3.4	Recozimento e Recristalização dos Aços inoxidáveis Dúplex	56
4	MATERIAIS E MÉTODOS	61
4.1	MATERIAIS UTILIZADOS.....	61
4.1.1	Aço inoxidável dúplex	61
4.2	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	63
4.2.1	Projeto e Confecção da matriz e dos punções	63
4.2.2	Extrusão por canal angular	65
4.3	TRATAMENTO TÉRMICO.....	66
4.4	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	67
4.4.1	Preparação das amostras para metalografia	67
4.4.2	Microscopia Ótica	68
4.4.3	Microscopia Eletrônica de Varredura.....	68
4.4.4	Microdureza	68
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	70
5.1	CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL COMO RECEBIDO	70
5.2	CARACTERIZAÇÃO DA TENSÃO PROCESSAMENTO	73
5.3	CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL PROCESSADO	76
5.3.1	Avaliação da microdureza.....	76
5.3.2	Avaliação da evolução microestrutural	79
5.3.3	Análise microestrutural das amostras tratadas a 1200°C.	87

5.4	AVALIAÇÃO PRELIMINAR DA RECRISTALIZAÇÃO	103
6	CONCLUSÃO	108
7	CONSIDERAÇÕES FINAIS	110
8	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	111
9	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	112

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1- Microscopia óptica do aço inoxidável dúplex em estudo neste trabalho, como recebido.....	26
Figura 2 - Deformação no processo de Extrusão em Canal Angular (ECA).....	27
Figura 3 - Quatro rotas fundamentais de processamento utilizadas na ECA. ¹	31
Figura 4 - Resultados do ensaio de tração: tensão de escoamento, limite de resistência e alongamento em uma liga de alumínio.....	32
Figura 5 - Princípios da ECA, onde Φ é o ângulo de intercessão dos dois canais e Ψ é o ângulo subtendido para o arco da curvatura do ponto de intercessão.(a)corresponde à situação limite onde $\Psi = 0^\circ$, (b) corresponde para a segunda situação limite, onde $\Psi = (\pi - \Phi)^\circ$ e; (c) representa uma condição intermediária onde $0^\circ < \Psi < (\pi - \Phi)^\circ$ ¹	34
Figura 6 - Gráfico da variação da deformação equivalente, e , com o canal do ângulo Φ , sobre uma faixa de ângulos de 45° a 180° , para valores de ângulo do arco de curvatura, Ψ , de 0° a 90° : as deformações são mostradas para passes simples onde $N=1$. ²⁵	36
Figura 7 - Variação da tensão de deformação com a velocidade de extrusão de uma liga de Al-Mg depois de 1, 2, 3 e 4 passes por ECA. A temperatura ambiente usando uma taxa de deformação de $1.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$. ¹	37
Figura 8 - Alongamento superplástico de mais de 1000% é atingido em uma liga de alumínio.....	38
Figura 9 - Tamanho de grão depois da ECA versus a temperatura de pressão para Alumínio puro e duas liga de Al-Mg. ¹	39
Figura 10 - Propriedades mecânicas de aço inoxidável 304L processadas por ECA: (a) curva de tensão-deformação de engenharia. (b) a evolução do limite de escoamento ($\sigma_{0.2}$), limite de resistência (σ_b) e alongamento antes da fratura (ϵ_{UTS}). ²⁶	40
Figura 11 - Ilustração esquemática mostrando o princípio de aplicação da pressão de retorno durante a ECA, onde: P é a força de pressão, e P_b é a pressão de retorno. ⁷	41
Figura 12 - Esquema do típico processo de ECA simplificado: os planos, Y e Z denotam o plano transversal, o plano de fluxo e o plano longitudinal, respectivamente. ¹⁹	42
Figura 13 - O princípio da ECA mostrando o plano de deslizamento: os elementos numerados 1 e 2 são transpostos por deslizamento como indicado na parte inferior da figura. ¹	43
Figura 14 - Aplicação de ECA de amostras de capas: (a) configuração vertical e (b) configuração horizontal. ¹	44

Figura 15 - Produção adotada para pressionar a chapa na configuração horizontal usando a rota B _{CZ} . ¹	45
Figura 16 - O processo ECA usando a matriz rotatória. (a) estado inicial (b) depois de um passe e (c) depois de rotacionar 90° a matriz. ¹	46
Figura 17 - Um esquema do processo de extrusão lateral para a ECA. ¹	47
Figura 18 - Ilustração esquemática de matriz multipasses para ECA: o número de ângulos equivale a cinco passes. ¹	47
Figura 19 - O princípio do processo de ECA com canais paralelos. Uma ilustração esquemática onde N é uma direção de deslizamento, K é a distância entre os dois canais, Φ é o ângulo de intercessão entre as duas partes e o canal e a área interna de deslizamento como a amostra da zona de deslizamento transversal. (b) uma vista das zonas de deformação obtidas por ECA com canais paralelos e (c) visão geral de um experimento de ECA onde $\Phi = 100^\circ$ e K é igual o diâmetro de canal de 18 mm. ¹	48
Figura 20 - Esquema do processo de deslizamento de chapa continua confinada ¹	49
Figura 21 - Bandas de transição confinadas no interior dos grãos. ³²	53
Figura 22 - Diagrama de transformação isotérmica de um aço inoxidável dúplex (26Cr–5Ni) para a transformação da ferrita em austenita com o resfriamento após um tratamento de solubilização a 1300°C por 30 s. ³⁷	57
Figura 23 - Diagrama de transformação tempo-temperatura de um aço inoxidável dúplex recozido após laminação com redução de 20% de espessura. RS: início de recristalização. TS: início da transformação eutetóide da ferrita em σ . ⁴⁰	58
Figura 24 - Precipitação da fase σ num aço inoxidável dúplex de baixo carbono observada ao microscópio eletrônico com elétrons secundários. A= austenita, F=ferrita, S= fase σ . ¹²	60
Figura 25 - Comportamento da dureza e energia de impacto com envelhecimento a 475°C. ³⁶	60
Figura 26 - Esquema mostrando as medidas aproximadas dos corpos de prova utilizados na extrusão.....	62
Figura 27 - Modelo dos corpos de prova utilizado na extrusão.	62
Figura 28 - Matriz que foi construída para o processo de extrusão por canal angular, mostrando os dois canais e as dimensões aproximadas da matriz.....	64
Figura 29 - Matriz que foi utilizada no processo de extrusão por canal angular, fechada, mostrando a entrada e a saída de um dos canais.	64
Figura 30 - Matriz montada sob a máquina de tração durante o processamento do aço inoxidável dúplex pelo processo de extrusão por canal angular....	65

Figura 31 - Microscopia ótica do aço inoxidável dúplex, como recebido nas direções: (a) longitudinal, (b) superior e (c) transversal. Região clara: austenita. Região escura: matriz ferrítica.....	71
Figura 32 - Apresentação tridimensional da microestrutura do aço inoxidável dúplex, como recebido, nas direções: (a) longitudinal, (b) superior e (c) transversal. Região clara: austenita. Região escura: matriz ferrítica...	72
Figura 33 – Dispersão encontrada nas medidas de microdureza, em cada uma das faces do aço duplex como recebido. As letras (a), (b) e (c), correspondem às seções apresentadas na Figura 32.....	73
Figura 34 - Gráfico de tensão em função do deslocamento durante a ECA do aço inoxidável dúplex com velocidades de 1,5, 6,0 e 12 mm/min.....	74
Figura 35 - Gráfico de tensão em função do deslocamento durante a ECA do aço inoxidável dúplex com velocidade de 1,5 mm/min.....	75
Figura 36 - Caracterização da microdureza das amostras de aço inoxidável dúplex, processadas por ECA em função da velocidade de processamento. ..	76
Figura 37 - Dispersão dos resultados encontrados na medição da microdureza Vickers do aço duplex processado por ECA em função da velocidade de processamento.....	77
Figura 38 - Caracterização da microdureza da liga de Alumínio 7050-T7451 em função da velocidade de processamento em Canal Angular	78
Figura 39 - Gráfico da microdureza das amostras de aço inoxidável dúplex, como recebido, laminado a frio e processado por ECA com 1 e 2 passes com a mesma velocidade de processamento.	79
Figura 40 - Corpo de prova após um passe no processamento por ECA	79
Figura 41 - Seção longitudinal do corpo de prova do aço inoxidável dúplex durante a passagem pelo canal da matriz de ECA. Velocidade de processamento 1,5 mm/min.....	81
Figura 42 - Detalhe superior da seção longitudinal do corpo de prova do aço inoxidável dúplex durante a passagem pelo canal da matriz de ECA. Velocidade de processamento 1,5 mm/min.....	82
Figura 43 - Detalhe intermediário da seção longitudinal do corpo de prova do aço inoxidável dúplex durante a passagem pelo canal da matriz de ECA. Velocidade de processamento 1,5 mm/min.....	82
Figura 44 - Detalhe inferior da seção longitudinal o corpo de prova do aço inoxidável dúplex durante a passagem pelo canal da matriz de ECA com velocidade de processamento 1,5 mm/min, mostrando também, à direita, a evolução dos valores da microdureza.	83
Figura 45 - Microscopia ótica do aço inoxidável dúplex, após processamento por	

- ECA com 1 passe a 1.5 mm/min., a temperatura ambiente e sem tratamento térmico. Ataque com reagente Behara. (a) direção transversal (b) direção longitudinal.84
- Figura 46 - Microscopia ótica do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA com 1 passe a 6.0 mm/min., a temperatura ambiente e sem tratamento térmico. Ataque com reagente Behara. (a) (a) direção transversal (b) direção longitudinal.....85
- Figura 47 - Microscopia ótica do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA com 1 passe a 12.0 mm/min., a temperatura ambiente e sem tratamento térmico. Ataque com reagente Behara.(a) (a) direção transversal (b) direção longitudinal.....86
- Figura 48 - Microestrutura da superfície resultante das amostras processadas por ECA a velocidade de 1,5 mm/min., tratadas termicamente a 1200°C por (a) 15 (b)30 e (c)60 minutos e sem nenhum tipo de preparação metalográfica.....87
- Figura 49 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 1.5mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 15 min. (a)2000x (b)8000x89
- Figura 50 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 1.5mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 30 min. (a)2000x (b)8000x90
- Figura 51 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 1.5mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 60 min. (a)2000x (b)8000x91
- Figura 52 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 6,0 mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 15 min. (a)2000x (b)8000x92
- Figura 53 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 6,0 mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 30 min. (a)2000x (b)8000x93
- Figura 54 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 6,0 mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 60 min. (a)2000x (b)8000x94
- Figura 55 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 12,0 mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 15 min.

(a)2000x (b)8000x	95
Figura 56 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 12,0 mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 30 min. (a)2000x (b)8000x	96
Figura 57 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 12,0 mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 60 min. (a)2000x (b)8000x	97
Figura 58 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por 2 passes de ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 1,5 mm/min. e posterior tratamento térmico a 1200°C por (a)15min (b) 30min	99
Figura 59 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por 2 passes de ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 1,5 mm/min. e posterior tratamento térmico a 1200°C por 60 minutos.....	100
Figura 60 - Micrografia da superfície de fratura de monocristais <110> feita por microscópio eletrônico de transmissão $\epsilon = 5 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ e solução MgCl_2 a 117°C. ⁴¹	101
Figura 61 – Ponto triplo numa amostra processada por ECA a velocidade de 1,5 mm/min. e dois passes. Tratamento térmico de 60 min a 1200°C.	101
Figura 62 - Comparação da microestrutura obtida no aço dúplex processado por ECA a velocidade de 1,5mm/min., após 1 passe e tratamento térmico a 1200°C durante 60 minutos com o esquema do mecanismo de deformação da austenita durante deformação plástica severa e posterior formação de martensita induzida por deformação.....	102
Figura 63 - Microestrutura obtida no aço dúplex processado por ECA a velocidade de 1,5mm/min, após 1 passe (a) sem tratamento térmico e tratamento térmico a 1000°C por (b) 7,5 minutos (c) 15 minutos e (d) 30 minutos.	105
Figura 64 - Resultado da análise de EDS numa amostra processada por ECA a 1,5 mm/min e posterior tratamento térmico por 30 minutos.	106
Figura 65 - Resultado da análise de EDS numa amostra processada por ECA a 1,5 mm/min. e posterior tratamento térmico por 30 minutos.	107

INDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Faixa de composição dos aços dúplex (% em peso)	21
Tabela 2 - Composição química dos principais aços inoxidáveis ¹³	22
Tabela 3 - Comparação entre as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis de microestrutura dúplex com as ligas de estrutura austenítica. ¹³	24
Tabela 4 - Quatro rotas de processamento fundamentais no ECA	31
Tabela 5 - Alguns de parâmetros utilizados em experimentos de ECA com diversos materiais:	42
Tabela 6 - Composição química em porcentagem em peso	61
Tabela 7 - Algumas propriedades mecânicas do aço inoxidável dúplex ³⁸	61
Tabela 8 - Relação entre velocidade de extrusão e resistência do punção durante os passes:	66
Tabela 9 - Esquema da combinação de velocidade, número passes, tempo e temperatura de tratamento térmico das amostras utilizadas neste trabalho:	66
Tabela 10 – Composição química encontrada pela análise de EDS.	106

INDICE DE EQUAÇÕES

Equação 1 - Expressão desenvolvida por Iwahashi para calcular o grau de deformação em cisalhamento (γ) ¹	33
--	----

1 OBJETIVO

Este trabalho tem por objetivo processar um aço inoxidável dúplex de estrutura austenítica-ferrítica, tipo UNS S32205/S31803, por meio da extrusão em canal angular (ECA) e caracterizar o aço processado.

2 INTRODUÇÃO

Embora as propriedades físicas e mecânicas dos metais sejam determinadas por diversos fatores, o tamanho de grão do material é geralmente muito significativo e freqüentemente é um fator dominante na determinação das propriedades e aplicações finais dos metais.¹

O fato de a resistência mecânica aumentar com a redução de tamanho de grão torna interessante a fabricação de materiais com tamanho de grão extremamente pequeno. As ligas metálicas comerciais são geralmente fabricadas para aplicações específicas, através de tratamentos termomecânicos pré-determinados, nos quais as ligas são submetidas a processos mecânicos e de temperatura específicos. Entretanto estes procedimentos não podem ser usados para produzir materiais com tamanho de grão submicrométrico, porque apresentam um limite inferior fixo, da ordem de poucos micrometros, que representa o tamanho mínimo de grão atingido por estes processos.¹

Para transformar materiais de grão grosseiros em materiais de grãos ultrafinos, é necessária a imposição de uma deformação extremamente alta, a fim de introduzir alta densidade de discordâncias, para que estas passem por um subsequente rearranjo para formar contornos de grãos ordenados. Entretanto, na prática, esta situação é restrita em processos de conformação convencionais por duas razões: a deformação total que pode ser imposta ao material é limitada devido à redução de área transversal da peça, e, a deformação total imposta é insuficiente para introduzir uma estrutura de grãos ultrafinos, devida baixa trabalhabilidade destes materiais em temperatura ambiente.

A partir destas limitações, diversos estudos têm sido direcionados para desenvolver novas técnicas que possam ser usadas para fabricar materiais com grãos ultrafinos e proporcionar o entendimento do comportamento durante os fenômenos de recristalização.^{1,25}

Entre estas técnicas, foi desenvolvida a ECA (Extrusão por Canal Angular), também chamada de ECAP (Equal Channel Angular Pressing). O princípio da ECA está baseado na aplicação de uma deformação plástica severa, através da imposição de uma deformação extremamente alta a uma temperatura relativamente baixa, sem nenhuma mudança nas dimensões da seção transversal do material.¹

Durante as últimas décadas, a ECA tem se mostrado um processo muito eficiente para refinamento de grão, através de operações de multipasses do material por um canal angular. São vários passes aplicados ao tarugo processado resultando numa variação de textura cristalográfica no decorrer do processo por um acúmulo de deformação.^{1,2,3,4,5}

Muitos trabalhos têm relatado este tipo de processamento em metais puros, mas pouco se tem estudado este processo em ligas comerciais. Neste mesmo sentido, um material que possui propriedades muito interessantes para serem estudadas em relação ao tamanho de grão e comportamento durante o processo de recristalização, é o aço inoxidável dúplex.^{6,7,8}

Os aços deste tipo vêm tendo um aumento gradual de utilização nas mais diversas aplicações tais como a indústria química, petroquímica, geração de energia, instrumentos cirúrgicos além de uma infinidade de outros produtos de uso doméstico e comercial. Isso se deve, principalmente, a sua alta resistência a corrosão.^{9,10}

O aço inoxidável dúplex é um material que apresenta uma estrutura composta por ferrita e austenita, o que proporciona a estes aços resistência mecânica e resistência à corrosão, maiores do que dos aços inoxidáveis comuns, além disso, apresentam cerca do dobro do limite de escoamento dos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos e maior plasticidade que dos aços inoxidáveis martensíticos. Enfim a combinação de propriedades dos aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos, proporciona ao inoxidável dúplex, propriedades superiores a destes dois tipos de aço,^{9,10} e, dessa forma os aços inoxidáveis dúplex tem sido uma alternativa aos aços inoxidáveis monofásicos, perfeitamente justificada, devido suas excelentes propriedades mecânicas e anticorrosivas. E, além das qualidades destacadas, a complexidade do processamento destes materiais, constitui outra motivação para diversas pesquisas.¹⁰

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 AÇOS INOXIDÁVEIS DÚPLEX

Os aços inoxidáveis dúplex podem ser definidos como uma família de aços contendo duas fases, formando uma microestrutura ferrítica-austenítica. O termo “dúplex” é destinado a ligas nas quais a ferrita e austenita estão presentes em quantidades relativamente grandes com frações volumétricas aproximadamente iguais. A existência de um campo bifásico composto por ferrita e austenita em sistemas Fe-Cr-Ni foi mencionada em 1927, por Bain e Griffiths. A partir da década de 70, a adição de nitrogênio e diminuição do teor de carbono possibilitou desenvolver os aços inoxidáveis dúplex e também, a partir daí os metalurgistas já tinham uma razoável idéia de relação desejável de austenita/ferrita assim como dos teores máximos aceitáveis de impurezas nos aços inoxidáveis. No entanto, isto não era possível de ser realizado com os processos de fabricação disponíveis na época, somente com a introdução dos processos VOD (“vacuum-oxygen decarburization”) e AOD (“argon- oxygen decarburization”) foi possível fabricar aço dúplex com baixos teores dos elementos residuais tais como enxofre, oxigênio e outros e com propriedades controladas. O primeiro componente feito de aço inoxidável dúplex foi um trocador de calor tipo Brobeck, por volta dos anos 30, e, uma aplicação interessante de aço dúplex nos anos 60, foi o primeiro submarino utilizando o aço UR50, pela empresa COMEX, em 1964.^{10,11,12}

Nas etapas iniciais de desenvolvimento, o aço dúplex continha baixos teores de nitrogênio e era bastante susceptível à corrosão por pites, já alguns tipos de aços inoxidáveis dúplex mais modernos, contêm percentuais mais elevados de nitrogênio (0,2 a 0,32% em massa), que confere à austenita uma resistência à corrosão por pite comparável à da ferrita, mas, deve-se considerar que um aumento exagerado de nitrogênio eleva a quantidade de austenita, provocando prejuízo para a resistência mecânica. Deve-se acrescentar ainda que os aços inoxidáveis dúplex são praticamente imunes à corrosão sob tensão, quando comparados com os aços inoxidáveis austeníticos.^{10,11,12}

Diversas composições de aços tipo dúplex, com diferentes combinações de propriedades mecânicas, resistência à corrosão e resistência ao desgaste, vêm sendo produzidas e um contínuo aperfeiçoamento de composições e

processamento. Como resultado de todos esses desenvolvimentos, um grande número de ligas foi introduzido no mercado. Hoje cerca de 20 grandes fabricantes mundiais produzem cerca de 80 composições diferentes.^{10,11,12}

3.1.1 Composição Química

As características mais marcantes desses aços resultam da atuação de mecanismos que dependem da composição química de cada liga, ou seja, dos efeitos de elementos de liga em solução sólida substitucional e em solução sólida intersticial, particularmente do N, e também da fração volumétrica de cada uma das fases.

Os aços inoxidáveis dúplex apresentam altos níveis de elementos de liga, como cromo, níquel, molibdênio e nitrogênio, os quais devem ser balanceados para atingir frações volumétricas similares de ambas as fases, ferrita e austenita e propor o máximo de resistência mecânica e resistências corrosão.¹²

Elementos de liga como o níquel, cobre, manganês e nitrogênio tendem a promover a formação da austenita. Por outro lado, elementos de liga como o cromo, molibdênio e silício tendem a promover a formação da ferrita. Ou seja, a existência da microestrutura bifásica nos aços inoxidáveis dúplex é determinada pela partição preferencial dos elementos de liga que compõem as fases ferrítica e austenítica.^{12,13}

A faixa de composição química dos aços inoxidáveis dúplex está mostrada na Tabela 1:¹²

Tabela 1 - Faixa de composição dos aços dúplex (% em peso)¹²

Elemento	Cr	Ni	Mo	N	C	Si	Mn
% em peso	18,0-29,0	2,5-8,0	1,0-5,0	0,0-0,35	< 0,20	<2,0	<2,0

A Tabela 2 mostra um comparativo entre as composições químicas dos aços inoxidáveis dúplex e os tradicionais aços inoxidáveis austeníticos AISI 304L e 316L, largamente utilizados na indústria brasileira.¹³

Tabela 2 - Composição química dos principais aços inoxidáveis¹³

AISI / UNS	%C máx.	%Si	%Mn	%Cr	%Ni	%Mo	%N	%Cu	Microestrutura
304L	0,0030	0,5	1,3	18,5	10	-	-	-	Austenita
316L	0,0030	0,4	1,7	17,5	13	2,6	-	-	Austenita
S32304	0,0030	0,5	1,0	23	4,5	-	0,1	-	Dúplex
S31803	0,0030	1,0	2,0	22	5,5	3,2	0,18	-	Dúplex
S32750	0,0030	0,8	1,2	25	7,0	4,0	0,30	-	Dúplex

Com relação à composição química, os diferentes tipos de aços inoxidáveis dúplex são usualmente separados em três grupos principais,¹³ formando diversas combinações de propriedades mecânicas e de corrosão. São estes:^{11,13}

a) **Aços inoxidáveis dúplex de baixa liga:** devido ao menor teor de elementos de liga são materiais econômicos, não possuem molibdênio na composição química e podem substituir aços inoxidáveis austeníticos como TP304L/316L.^{6,11,13}

b) **Aços inoxidáveis dúplex de média liga:** nesta família enquadram-se os aços tipo dúplex mais utilizados. Um aço típico é o UNS S31803 (SAF 2205). Apresentam resistência à corrosão intermediária entre os austeníticos comuns TP304L/316L e aços inoxidáveis superausteníticos com 5 e 6% de molibdênio.^{6,11,13}

c) **Aços inoxidáveis dúplex de alta liga:** comumente designados por superdúplex. O UNS S32750 (SAF 2507) apresenta elevada resistência à corrosão comparável aos superausteníticos que possuem entre 5 e 6% de molibdênio.^{6,11,13}

3.1.2 Propriedades Mecânicas dos Aços Inoxidáveis Dúplex

A combinação entre os elevados valores de alongamento da austenita com o elevado limite de escoamento da ferrita nos aços inoxidáveis dúplex forma um conjunto de notáveis propriedades mecânicas. Os aços inoxidáveis dúplex têm superior tenacidade e ductilidade quando comparados aos tipos ferríticos e martensíticos¹², apresentam também, elevado limite de escoamento, na ordem de

duas vezes o valor dos aços austeníticos.¹¹ Além disso, esse tipo de aço pode exibir um comportamento superplástico quando possuir uma estrutura refinada, indicado pelas grandes e uniformes deformações às quais podem ser sujeitos sem a formação de estrição em temperaturas próximas à metade da temperatura de fusão dos mesmos. A superplasticidade estrutural é causada pela presença de uma estrutura refinada, obtida durante a transformação de parte da fase ferrítica para a combinação de estrutura austenítica/ferrítica.^{6,14}

Quanto às propriedades mecânicas, o aço inoxidável dúplex avaliado neste trabalho, ocupa um lugar de destaque, pois possui elevado limite de resistência à tração e escoamento. A sua estrutura refinada aliada a forte presença da austenita também proporciona alta tenacidade ao aço dúplex. Tal fato é resultado do impedimento, por parte da austenita, da propagação das trincas de clivagem originadas na ferrita. Sua tenacidade, portanto, está limitada à fração volumétrica e distribuição da ferrita. Desta forma, a orientação e a morfologia da estrutura dos aços dúplex são importantes na avaliação da tenacidade.^{10,14}

Diversos autores mencionam a possibilidade de soldagem deste aço sem prejuízo das propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. Sua utilização em condições criogênicas, no entanto, não é possível por apresentar transição gradual de comportamento dúctil-frágil.¹⁴

O comportamento mecânico dos aços inoxidáveis dúplex está intimamente relacionado com a característica de cada fase, por isso o balanceamento entre as frações volumétricas de austenita e ferrita deve estar próximo de 50% para cada uma das fases, a fim de se maximizar as propriedades mecânicas.

A Tabela 3 compara as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis de microestrutura dúplex com aços inoxidáveis austeníticos.¹³

Nesta tabela fica clara a elevada resistência a tração e escoamento (MPa) dos aços dúplex quando comparados aos austeníticos. Também se verifica a redução no alongamento (%) pela presença da ferrita.

Tabela 3 - Comparação entre as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis de microestrutura dúplex com as ligas de estrutura austenítica.¹³

AISI / UNS	Resistência ao escoamento (MPa)	Resistência a tração (MPa)	Alongamento Mínimo (%)	Dureza Vickers (HV)	Microestrutura
304L	210	515-680	45	155	Austenita
316L	220	515-690	40	160	Austenita
S32304	400	600-820	25	230	Dúplex
S31803	450	680-880	25	260	Dúplex
S32750	550	800-1000	25	290	Dúplex

3.1.3 Propriedades Físicas dos Aços Inoxidáveis Dúplex

Em relação às propriedades físicas, os aços inoxidáveis tipo dúplex apresentam comportamento intermediário entre os aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos. A condutibilidade térmica dos aços inoxidáveis dúplex é maior do que a dos aços inoxidáveis austeníticos. Devido à presença da fase ferrítica, os aços inoxidáveis dúplex possuem menor coeficiente de expansão térmica que os austeníticos, fazendo com que estas ligas apresentem comportamento próximo ao dos aços carbono.¹³

3.1.4 Resistência a Corrosão dos Aços Inoxidáveis Dúplex

A resistência à corrosão é determinada pela capacidade que estes materiais têm de se passivar e permanecer neste estado no ambiente a que estiver exposto. Esta propriedade está relacionada, principalmente, aos elementos de liga presentes na composição química do aço, embora outros fatores como tamanho de grão, distribuição e morfologia de inclusões, precipitação de fases e qualidade da superfície também exerçam influência.

O aço inoxidável dúplex tem apresentado melhores resultados de resistência à corrosão em relação ao aço inoxidável AISI 304 e 316, pois apresentam à habilidade de se passivar e permanecer no estado passivo em diversos meios a que

são expostos. Isto é devido, principalmente pelo fato que a maioria das transformações de fase envolvem a formação de fases ricas em cromo, causando a redução uniforme de teor de cromo na matriz.¹⁵

Os mecanismos de corrosão mais comuns são: corrosão por pite e corrosão sob tensão. Em geral, os aços inoxidáveis dúplex apresentam elevada resistência a todos estes mecanismos. Nos aços inoxidáveis austeníticos, assim como nos ferríticos, os elementos de liga estão distribuídos em uma única fase, fazendo com que a resistência à corrosão destes aços seja relativamente homogênea. Nos dúplex, no entanto, caso uma das fases apresente menor resistência à corrosão, esta determinará o comportamento do material. Embora a concentração dos elementos de liga seja diferente nas fases ferrita e austenita, os aços inoxidáveis dúplex mais modernos possuem apurado balanceamento de elementos de liga em ambas as fases, conduzindo a propriedades de corrosão bastante equilibradas.¹³

3.1.5 Microestrutura dos Aços Inoxidáveis Dúplex

Esses aços se solidificam com estrutura ferrítica e a austenita forma-se no estado sólido. Durante a deformação a quente, desenvolve-se uma microestrutura com lamelas alternadas de ferrita e austenita. O fato da energia de interface α/γ ser mais baixa que as energias dos contornos de grãos α/α e γ/γ facilitam a formação da microestrutura lamelar.¹¹

As frações volumétricas da austenita e de ferrita são aproximadamente iguais e pouco podem ser modificadas por tratamentos térmicos abaixo de 1000°C. A ferrita é endurecida por solução sólida pela participação preferencial de Cr, Mo e Si e a austenita é estabilizada e endurecida principalmente pelo nitrogênio.^{11,12}

A microestrutura dúplex pode ser obtida através do balanceamento dos elementos de liga e de tratamento termomecânico. O balanceamento dos elementos de liga nos aços inoxidáveis dúplex tem por objetivo controlar os teores de elementos estabilizadores de austenita, tais como: níquel, carbono, nitrogênio, etc. e de elementos estabilizadores da ferrita, cromo, molibdênio e silício, etc. O tratamento termomecânico é usualmente realizado em temperaturas entre 1000 e 1250°C. Nesta faixa de temperatura, os aços inoxidáveis apresentam um comportamento muito próximo do equilíbrio estável e metaestável, produzindo uma

estrutura lamelar com grãos alongados na direção de laminação e composta por uma matriz ferrítica, com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), e por ilhas de austenita, de estrutura cúbica de face centrada (CFC) ^{13,15,16}. A Figura 1 mostra a microscopia ótica da microestrutura do aço inoxidável dúplex em estudo neste trabalho.

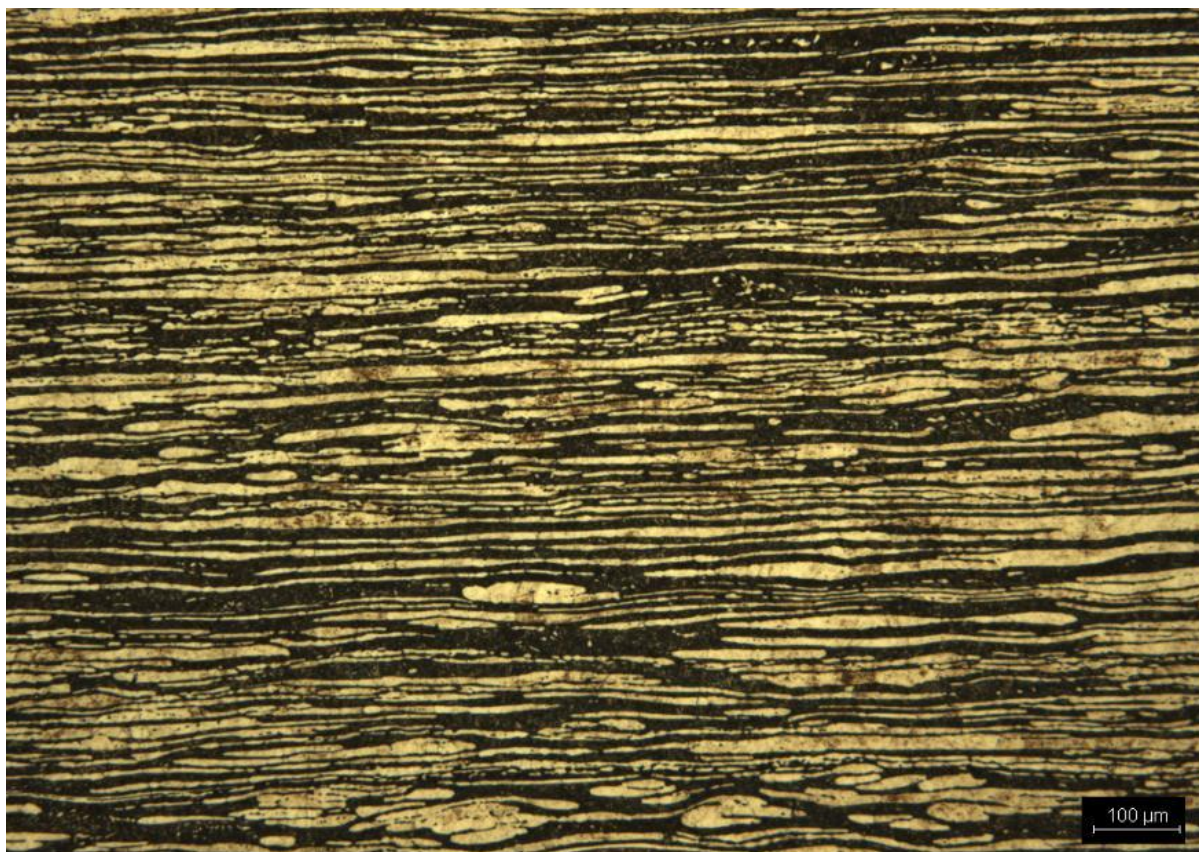


Figura 1- Microscopia ótica do aço inoxidável dúplex em estudo neste trabalho, como recebido.
A região escura é a matriz ferrítica enquanto que as regiões claras são ilhas de austenita.
Ataque com reagente de Beraha.

Nota-se que diante das características apresentadas, os aços inoxidáveis dúplex são materiais de grande interesse tecnológico. Porém deve se tomar muito cuidado na sua aplicação devido à complexidade e estabilidade das suas estruturas e a possível fragilização, devido formação de fases indesejáveis durante os processos pelos quais são submetidos (ver item 3.3.4.1).

3.2 EXTRUSÃO POR CANAL ANGULAR – ECA

Recentemente diferentes técnicas de processamento têm sido propostas, desenvolvidas e avaliadas para a investigação de deformações plásticas severas de materiais metálicos. Principalmente para produção de materiais com grãos ultrafinos, em níveis industriais semi-contínuos. Estas técnicas incluem a extrusão por canal angular (ECA) ou “equal channel angular pressing” (ECAP), que foi introduzida como uma ferramenta potencial de processamento para obtenção de materiais ultrafinos ou nanocristalinos na década de 80.¹

A extrusão em canal angular é um processo onde o mecanismo de deformação predominante é o cisalhamento simples que permite a obtenção grandes deformações e refinamento de microestrutura dos sólidos cristalinos.

O princípio de processamento da ECA está baseado na aplicação de uma deformação plástica severa, através da imposição de uma deformação extremamente alta a uma temperatura relativamente baixa, sem nenhuma mudança nas dimensões da seção transversal do material. Conforme exemplificado na Figura 2¹⁷, o processamento por ECA consiste, basicamente, em fazer passar uma amostra de material de uma extremidade à outra de dois canais de uma matriz rígida, sendo que estes canais se interceptam fazendo entre si um ângulo, Φ . A deformação ocorre paralelamente ao plano de intercessão dos dois canais.^{1,2,3}

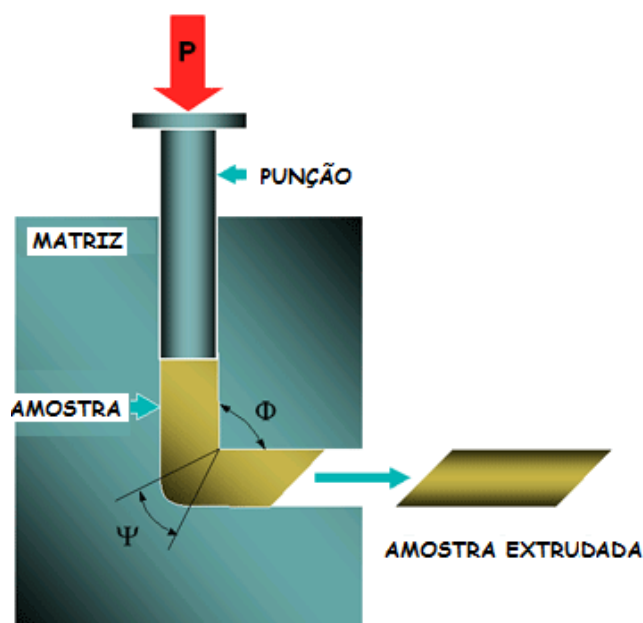


Figura 2 - Deformação no processo de Extrusão em Canal Angular (ECA)¹⁷

A ECA é especialmente atrativa por diversas razões:

- a) Podem ser aplicadas deformações muito grandes ao metal, da ordem de 10-15; ^{1,3,8}
- b) A textura da superfície do material pode ser mudada de acordo com a escolha da rota de processamento; ^{1,8}
- c) Pode ser aplicada para peças razoavelmente grandes, então existe um potencial para produção de materiais que podem ser usados para fins estruturais; ¹⁸
- d) É um procedimento relativamente simples que por isso pode ser aplicado para uma grande diversidade de ligas; ^{1,18}
- e) A ECA pode ser desenvolvida e aplicada em materiais com diferentes estruturas cristalinas e para materiais endurecidos por precipitação, intermetálicos e compósitos; ¹⁸
- f) Uma razoável homogeneidade de deformação é atingida; ¹
- g) O processo pode ser realizado em escala relativamente grande, existe potencial de desenvolvimento de ECA para uso em produção comercial de metais; ^{1,3}
- h) Neste processo não há alteração na seção transversal da amostra, portanto, a operação pode ser repetida várias vezes, permitindo obter graus de deformação muito altos em amostras metálicas. ^{6,8,21}

Este processo tem sido bastante estudado, tanto pelo seu aspecto prático, redução de tamanho de grão e conseqüente aumento de resistência mecânica e tenacidade, como pela exploração de diversos aspectos fundamentais de plasticidade, recristalização e formação de textura.

Os materiais preparados dessa forma apresentam grande potencial para exibir tamanho de grão até nanométricos após a recristalização. A fabricação de metais com grãos ultrafinos são interessantes por duas principais razões: primeiro, é possível ter aumento de resistência do material a baixas temperaturas. Segundo, a retenção de tamanho de grão ultrafino a altas temperaturas, oferece potencial para atingir capacidade de superplasticidade a altas taxas de deformação, isso porque a taxa do fluxo na superplasticidade é inversamente proporcional ao quadrado do

tamanho de grão, $1/d^2$, onde d é o tamanho do grão do material, assim, a redução de tamanho de grão gera o potencial para aumento na taxa de deformação associada com a superplasticidade. Esta possibilidade é importante porque a expansão da superplasticidade em operações comerciais é atualmente restrita pelas taxas de conformação relativamente baixas e consequentemente longos tempos de conformação.^{5,19,20}

O refino microestrutural e a melhoria das propriedades mecânicas são duas importantes conseqüências, constituindo-se a ECA um processo potencialmente capaz de aumentar ao mesmo tempo a resistência mecânica e a ductilidade, via redução do tamanho de grão.^{1,2,5,18}

A maior parte das deformações realizadas por ECA tem sido feita em materiais que não recristalizam durante o processamento. Entretanto com o aumento da pureza do material a temperatura de recristalização pode se tornar menor que a temperatura de processamento, resultando numa recristalização dinâmica.⁶

Para materiais de baixa resistência mecânica, este processo é relativamente simples. A extrusão é feita à temperatura ambiente, as dimensões da seção transversal não mudam com os passes na matriz, a amostra pode ser pressionada repetida vezes, atingindo altas deformações. Entretanto, para materiais de alta resistência mecânica e ligas de difícil trabalho que tem sistemas de deslizamento restritos, a operação de extrusão pode levar a formação de trincas no material.²¹

Três procedimentos têm sido usados com sucesso para vencer as dificuldades de processar materiais muito resistentes:

a) Aumentando-se a temperatura de trabalho

Parece ser uma solução simples para corrigir problemas encontrados a temperatura ambiente. Entretanto, experimentos têm mostrado que altas temperaturas de processamento direcionam para recuperação e recristalização.²¹

b) Aumento do ângulo Φ

A operação pode ser facilitada com aumento do ângulo Φ para valores maiores que 90° . Esta opção foi utilizada neste trabalho, no qual se optou por uma matriz com ângulo de 120° , e também tem sido usada para diversos materiais de alta resistência. Entretanto é importante notar os experimentos também mostram que

microestruturas ideais de grãos ultrafinos equiaxiais separados por contorno de grão de alto ângulo, são atingidas mais facilmente quando alta deformação é imposta em cada passe num ângulo de $\Phi = 90^\circ$, representando ótimas condições de processamento.²¹

c) Utilização de uma pressão de retorno.

E terceiro, é possível pressionar ligas resistentes à temperatura ambiente usando uma matriz com ângulo de 90° , mas com a pressão de operação de retorno. Isto tem sido usado com sucesso no processamento de materiais, e experimentos mostram que a pressão de retorno aumenta a trabalhabilidade dos materiais e suprime algumas perdas.²¹

Nos processos convencionais de deformação plástica e conformação, uma ou mais dimensões da amostra são continuamente alteradas, e grandes deformações acabam resultando em material na forma de folhas ou filamentos, com pouca aplicação prática.¹⁸

3.2.1 Parâmetros Fundamentais na ECA

Os parâmetros fundamentais na ECA são: as rotas de processamento, o número de passes e a deformação imposta no processamento. Estes parâmetros serão discutidos em seguida:

3.2.1.1 As rotas de processamento na ECA

Quando se aplicam passes múltiplos de ECA, pode-se alterar a orientação da amostra entre cada passe de três modos diferentes, chamados de rotas:

- Rota A $\Rightarrow$ a amostra é extrudada sempre na mesma orientação, isto é, não se aplica rotação entre passes em torno de seu eixo longitudinal;
- Rota B $\Rightarrow$ a amostra é rotacionada de 90° , no mesmo sentido (B_C) ou em sentidos opostos alternados (B_A), após cada um dos passes;
- Rota C $\Rightarrow$ a amostra é girada 180° em relação ao eixo longitudinal após cada um dos passes.

Estas rotas estão exemplificadas na figura 3 e especificadas na Tabela 4. Várias combinações dessas rotas também podem ser feitas. A Figura 3¹ mostra as quatro rotas de processamento fundamentais utilizadas na ECA, e, cada uma dessas rotas introduzem diferentes sistemas de deslizamento durante a operação de pressão e então apresentam significantes diferenças nas microestruturas produzidas por ECA.^{1,3}

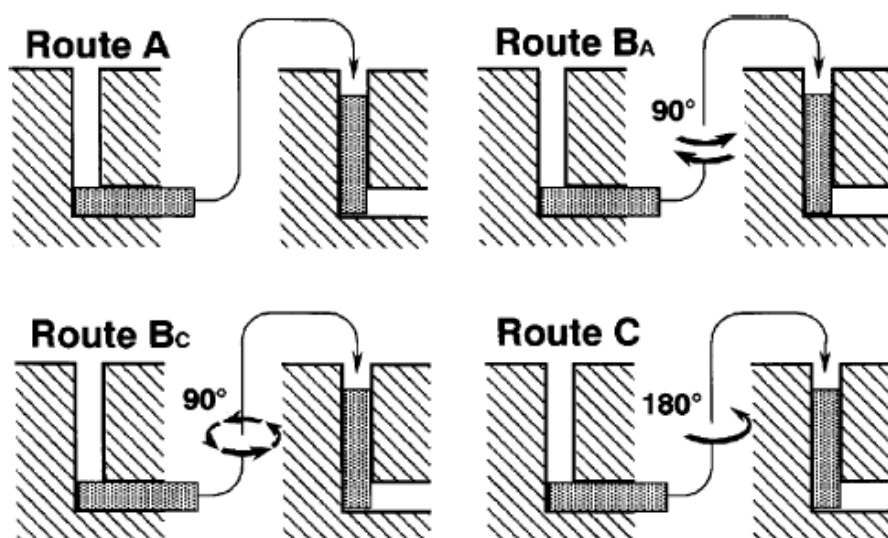


Figura 3 - Quatro rotas fundamentais de processamento utilizadas na ECA. ¹

Essas diferentes modalidades de extrusão influenciam o tamanho de grão e a homogeneidade de deformação. A esse respeito, estudos concluíram que a rota B_C gera deformação mais homogênea em relação às demais, além de fino tamanho de grão em metais CFC e HC. ¹⁷

Tabela 4 - Quatro rotas de processamento fundamentais no ECA

Rotas	Rotação	Observações
Rota A	Não	-
Rota B _A	90°	Em direções alternativas entre os passes
Rota B _C	90°	No sentido horário ou anti-horário entre cada passe
Rota C	180°	Entre cada um dos passes

Neste trabalho optou-se por utilizar a Rota A, com objetivo de limitar o número de variáveis envolvidas no experimento.

3.2.1.2 Número de Passes.

Diferentes números de passes podem ser aplicados durante a ECA. A Figura 4 mostra a relação entre o limite de resistência, dureza e alongamento e o número de passes para uma liga de alumínio processada por ECA. O valor do limite de resistência sem deformação é de 213MPa, enquanto que depois de um passe atinge 367MPa, 70% de aumento, e com o aumento do número de passes para 4, este valor chega a um máximo de 502,6 MPa. A dureza aumenta em torno de 50% após um passe. A influência do número dos passes no alongamento é clara na Figura 4, depois de um passe, há redução de 17,5% para 11,8%, depois, a plasticidade é aumentada com o aumento do número de passes.²²

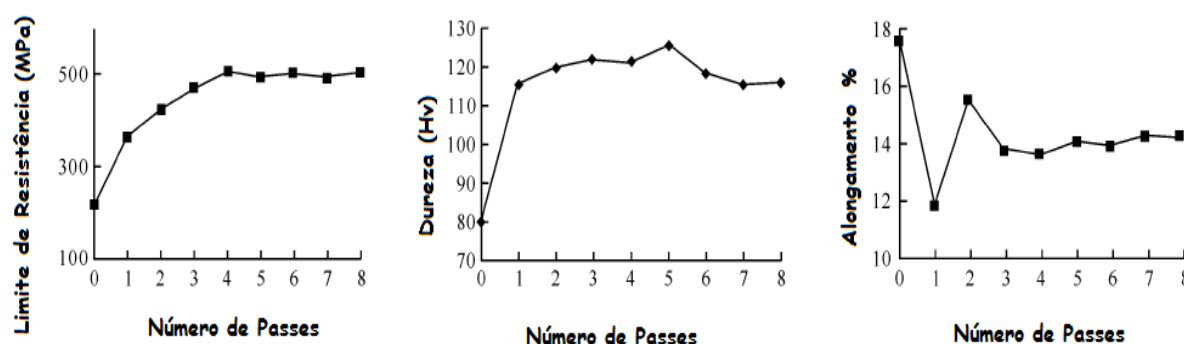


Figura 4 - Resultados do ensaio de tração: tensão de escoamento, limite de resistência e alongamento em uma liga de alumínio.²²

A variação da plasticidade de materiais processados por ECA é diferente de materiais sujeitos a outros tipos de deformação plástica. Geralmente, quando o material é deformado plasticamente, a resistência e dureza aumentam enquanto a plasticidade diminui. Mas, quando materiais são processados por ECA a plasticidade diminui depois de um passe e aumenta com o aumento do número de passes. Este aumento é atribuído ao refinamento de grão para tamanhos submicrométricos depois da ECA, o que promove o aumento do número de contorno de grãos, e dessa forma, aumenta tanto a resistência como a plasticidade.²²

3.2.1.3 A deformação imposta na ECA

Uma deformação abrupta é imposta na amostras durante a passagem através da matriz da ECA. A magnitude de deformação pode ser estimada usando uma aproximação analítica baseada na várias configurações de uma matriz, onde Φ é o ângulo do canal e Ψ representa o ângulo associado com o arco de curvatura onde duas partes do canal interceptam. Estes ângulos estão indicados na Figura 2. O grau de deformação em cisalhamento (γ) obtido calcula-se pela expressão desenvolvida por Iwahashi, pela Equação 1:¹

$$\gamma = [2 \operatorname{ctg} (\Phi/2 + \Psi/2) + \Psi \operatorname{cosec} \Phi/2 + \Psi /2]$$

Equação 1 - Expressão desenvolvida por Iwahashi para calcular o grau de deformação em cisalhamento (γ)¹

O grau de deformação em cisalhamento (γ) no processo de Extrusão por Canal Angular pode gerar deformações equivalentes da ordem de 10 – 15.

Na Figura 5 Φ e Ψ são respectivamente os ângulos que os canais fazem entre si e o ângulo de curvatura da junção, ou “cotovelo”. Três condições são mostradas na Figura 5, dessa forma, a Figura 5(a) corresponde à situação limite onde $\Psi = 0^\circ$, a Figura 5(b) corresponde para a segunda situação limite, onde $\Psi = (\pi - \Phi)^\circ$ e a Figura 5(c) representa uma condição intermediária onde $0^\circ < \Psi < (\pi - \Phi)^\circ$. A deformação é estimada assumindo uma amostra completamente lubrificada na qual o efeito de fricção pode se negligenciado.^{1,2,23}

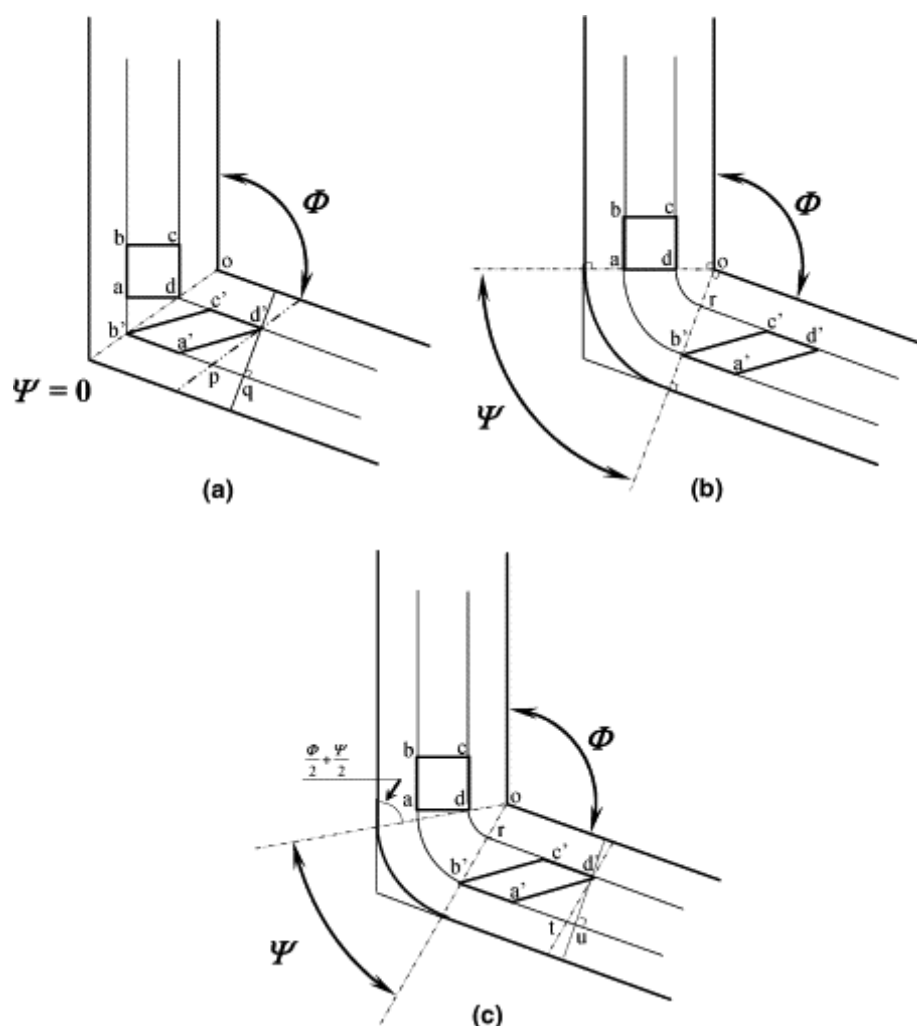


Figura 5 - Princípios da ECA, onde Φ é o ângulo de intercessão dos dois canais e Ψ é o ângulo subtendido para o arco da curvatura do ponto de intercessão. (a) corresponde à situação limite onde $\Psi = 0^\circ$, (b) corresponde para a segunda situação limite, onde $\Psi = (\pi - \Phi)^\circ$ e; (c) representa uma condição intermediária onde $0^\circ < \Psi < (\pi - \Phi)^\circ$ ¹

3.2.1.4 Fatores experimentais que influenciam na ECA

Quando os materiais são processados por ECA, diferentes fatores influenciam no trabalho e características microestruturais das peças pressionadas. Estes fatores podem ser divididos em três distintas categorias: A primeira é associada diretamente com o experimento, como por exemplo, os valores dos ângulos entre os canais da matriz e os raios de curvatura onde os canais se interceptam. A segunda inclui fatores experimentais relacionados ao processamento, no qual pode se exercer algum controle, por exemplo, a velocidade e temperatura de

processamento e a presença ou não de alguma pressão de retorno. E a terceira categoria, engloba outros fatores de processo os quais podem influenciar no refinamento de grão e homogeneidade das amostras pressionadas, incluindo a textura cristalográfica e distribuição de orientação de grãos.¹

3.2.1.5 Influência dos ângulos do canal (Φ) e de curvatura (Ψ)

Como já dito anteriormente, para realizar a extrusão por canal angular, uma matriz é construída com dois canais, de igual seção transversal, os quais interceptam o ângulo Φ e existem também um adicional, Ψ , o qual define o arco de curvatura, fora do ponto de interseção dos dois canais.

Os experimentos de ECA são geralmente realizados usando matrizes de $\Phi=90^\circ$ e $\Psi=0^\circ$. Entretanto, a extrusão se torna muito difícil no “canto” do canal, quando são processados materiais menos dúcteis. Este problema tem sido evitado em alguns experimentos usando uma matriz de ângulos $\Phi>90^\circ$, como por exemplo, $\Phi=120^\circ$, utilizado neste trabalho. A influência dos ângulos do canal (Φ) e de curvatura (Ψ) será discutida brevemente em seguida.^{1,24}

3.2.1.5.1 Influência do ângulo do canal (Φ)

O ângulo do canal é o fator experimental mais significante, pois a deformação imposta na amostra durante os passes em ECA depende primeiramente deste ângulo entre as duas partes do canal. Sendo assim o ângulo Φ tem influência direta na microestrutura final atingida.

Uma conclusão obtida de diversos experimentos é que o valor de $\Phi=90^\circ$ representa ser o valor ótimo do ângulo para o canal angular, o qual deveria ser usado em todos os experimentos, exceto quando o material é suficientemente duro ou frágil, nesse caso um maior valor de Φ necessário para atingir o sucesso da prensagem.

Entretanto, é aparente que os padrões de deslizamento mudam quando são usadas matrizes com ângulos que diferem significativamente de 90° . Esta mudança sugere que, embora possa ser possível atingir grandes deformações por permitir repetitivos passes através de matrizes que possuem altos valores de Φ , a

microestrutura produzida quando valores de Φ são grandes pode ser significativamente diferente das produzidas em amostras idênticas, mas processadas em matrizes de $\Phi=90^\circ$.^{1,25}

As Figura 6 mostra o gráfico da variação da deformação, ε , com ângulo do canal, Φ , de 30° a 180° e para valores de Ψ de 0° a 90° , com resultado apresentado para passes simples, através da matriz, onde N que é o número de passes e é igual a 1.²⁵

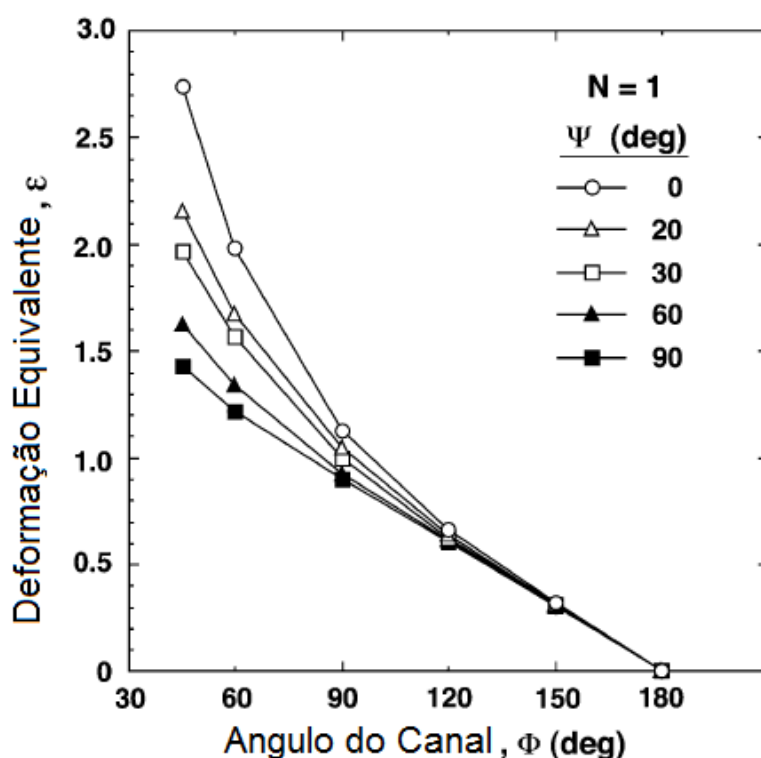


Figura 6 - Gráfico da variação da deformação equivalente, ε , com o canal do ângulo Φ , sobre uma faixa de ângulos de 45° a 180° , para valores de ângulo do arco de curvatura, Ψ , de 0° a 90° : as deformações são mostradas para passes simples onde $N=1$.²⁵

3.2.1.6 Influência do ângulo de curvatura, Ψ

O ângulo de curvatura, Ψ , é o outro arco onde as duas partes do canal interceptam na matriz. Este ângulo é responsável somente pela menor parte, na determinação da deformação total imposta na amostra. Entretanto é importante investigar a influência deste ângulo na produção de materiais de grão ultrafinos.¹

3.2.1.7 Influência da velocidade de extrusão

O processamento por ECA é usualmente conduzido usando prensas hidráulicas de alta capacidade que operam com velocidades relativamente altas. Tipicamente, as velocidades de extrusão são em média entre 1 e 20 mm s⁻¹. Entretanto, é possível construir matrizes para uso em máquinas de teste mecânicos convencionais e estas têm capacidade de estender a velocidade de extrusão para maiores valores.

Muitos resultados demonstram que a velocidade de extrusão não tem influência significativa no equilíbrio de tamanho de grão ultrafino formados por ECA, mas, desde que a recuperação ocorre mais facilmente quando usadas velocidades menores, então velocidades menores produzem microestruturas mais homogêneas.

A falta de alguma dependência significante na velocidade extrusão é ilustrada na Figura 7 para uma liga de Al-Mg, onde a tensão de deformação no teste de tensão a temperatura ambiente usando uma taxa de formação de $1.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ é plotada contra a velocidade de pressão após um número de passes, N , de 1 a 4 usando a rota B_C.

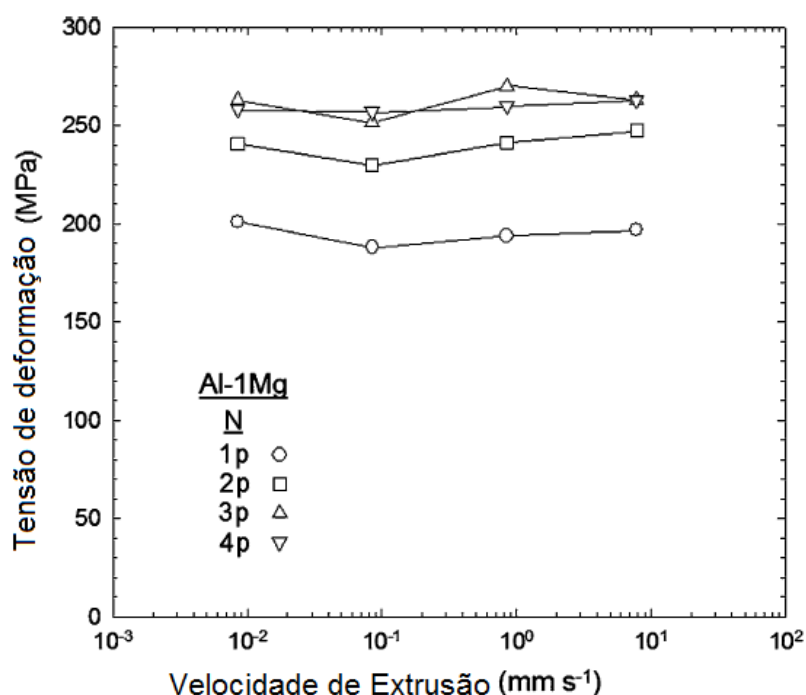


Figura 7 - Variação da tensão de deformação com a velocidade de extrusão de uma liga de Al-Mg depois de 1, 2, 3 e 4 passes por ECA. A temperatura ambiente usando uma taxa de deformação de $1.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$.

Entretanto, um máximo alongamento pode ser alcançado para taxas mais rápidas quando o número de passes é aumentado, como mostra a Figura 8.¹⁷

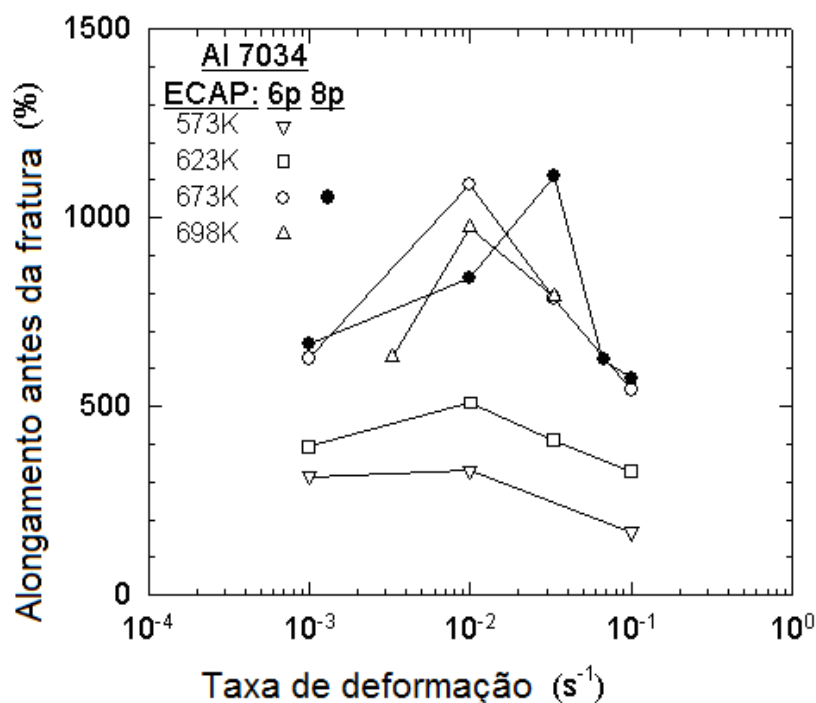


Figura 8 - Alongamento superplástico de mais de 1000% é atingido em uma liga de alumínio 7034 depois da ECA a temperatura de 473 K através de 6 passes (6p) ou 8 passes (8p). O máximo alongamento é alcançado para taxas mais rápidas quando o número de passes é aumentado.¹⁷

3.2.1.8 Influência da temperatura de extrusão

A influência da temperatura é um fator chave no uso da ECA porque pode ser controlada de maneira relativamente fácil. Resultados de vários experimentos mostram que o equilíbrio do tamanho de grão aumenta com o aumento da temperatura, como mostra a Figura 9.¹

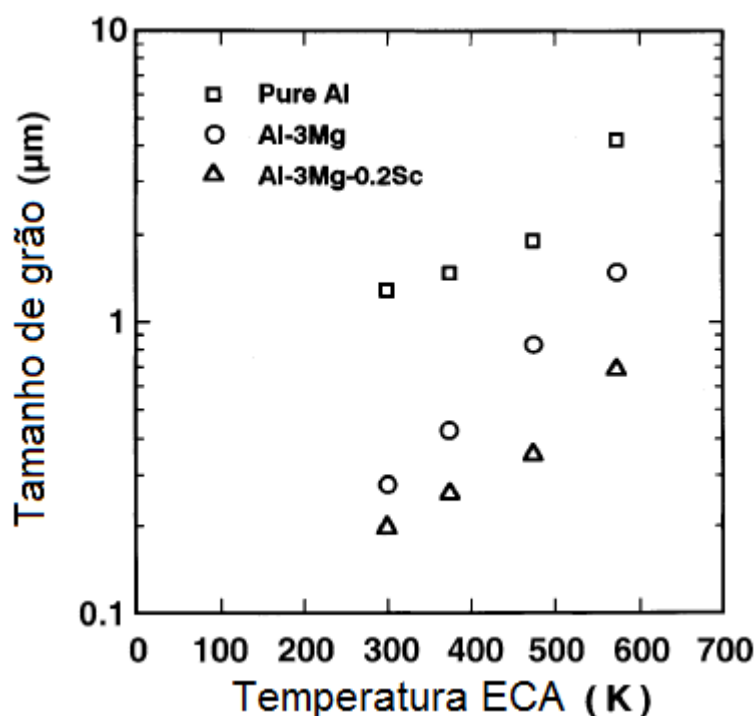


Figura 9 - Tamanho de grão depois da ECA versus a temperatura de pressão para Alumínio puro e duas liga de Al-Mg.¹

A Figura 10(a) mostra uma curva típica de tensão e deformação de engenharia de amostras de AISI304L processadas por ECA em uma faixa de temperatura de 500°C a 900°C. Para comparação, a curva inicial do material não processado por ECA também é mostrada. Na Figura 10(a) pode ser visto que a resistência é substancialmente aumentada depois da ECA, além de que, quanto menor a temperatura de processamento, maior a resistência atingida. A Figura 10 (b) mostra a dependência do limite de escoamento, limite de resistência e alongamento antes da fratura, em relação à temperatura de processamento. A temperatura de 500°C o limite de escoamento aumenta de 164MPa para 895MPa. Entretanto, existe um decréscimo na resistência da amostra processada a 700°C. Com aumento da temperatura de processamento, o limite de resistência varia pouco, enquanto que resistência ao escoamento diminui continuamente. O alongamento antes da fratura da amostras processadas por ECA aumenta gradualmente com o aumento da temperatura de processamento.²⁶

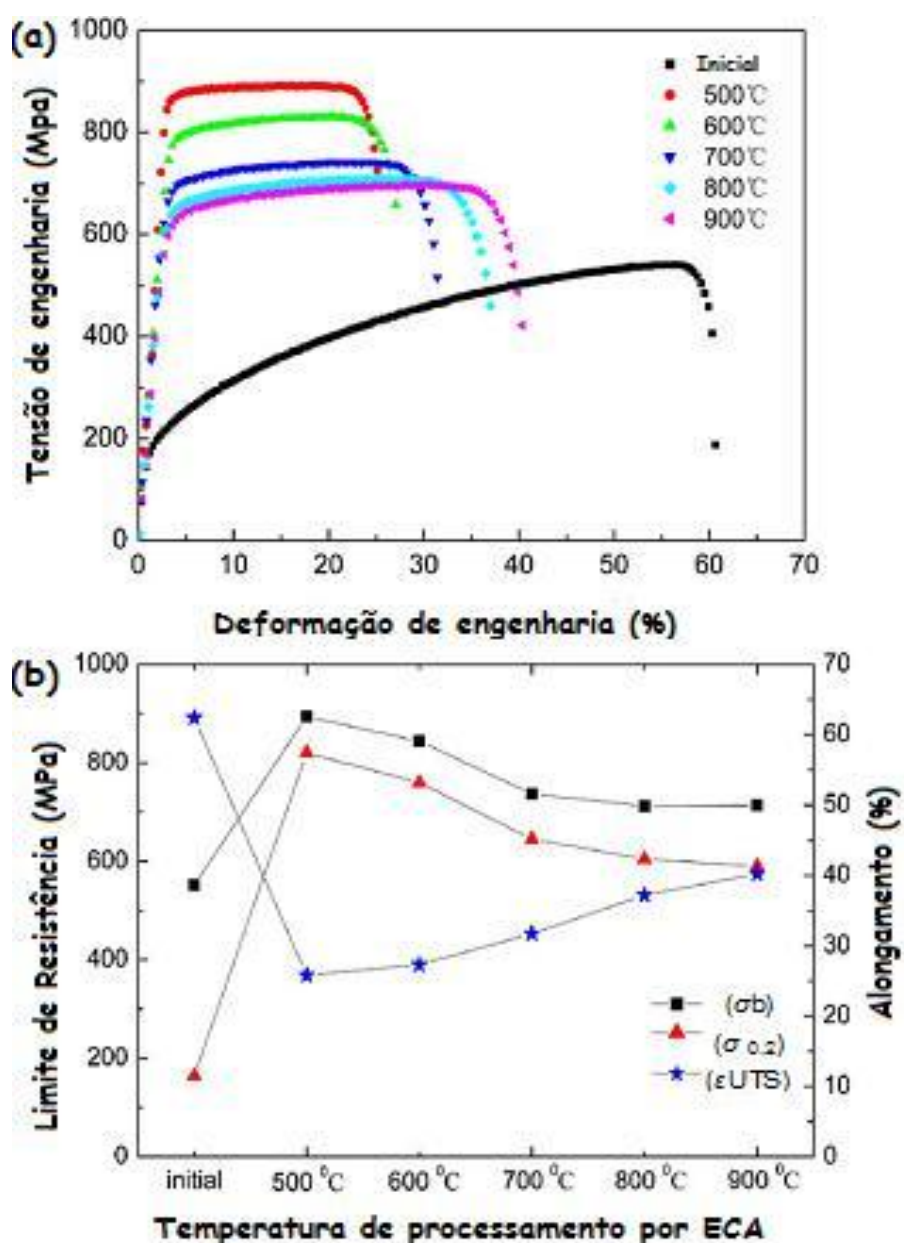


Figura 10 - Propriedades mecânicas de aço inoxidável 304L processadas por ECA: (a) curva de tensão-deformação de engenharia. (b) a evolução do limite de escoamento ($\sigma_{0.2}$), limite de resistência (σ_b) e alongamento antes da fratura (ϵ_{UTS}).²⁶

3.2.1.9 Influência da pressão de retorno.

Nos últimos anos, diversas pesquisas foram realizadas sobre o efeito da pressão hidrostática durante a ECA, e estas tem mostrado que a uniformidade da tensão e a distribuição de deformação podem ser melhoradas com a aplicação de

uma pressão de retorno durante a extrusão, além de proporcionar a deformação por cisalhamento simples próxima do ideal.²⁷

Uma importante vantagem na imposição da pressão de retorno é que esta direciona para um aumento considerável nas propriedades mecânicas das amostras processadas, que pode ocorrer, por exemplo, com a possibilidade do aumento do número de passes possíveis quando aplicada a pressão de retorno.

Outra importante vantagem da utilização da pressão de retorno é o visível aumento introduzido na uniformidade do fluxo de metal durante a operação de ECA. Como resultado, a microestrutura refinada se torna mais uniforme.

Tecnicamente a pressão de retorno poder ser imposta de diferentes formas. O procedimento mais simples é aumentar o nível de fricção na saída do canal. Entretanto, para melhor controle de produção é melhor um segundo punção na saída do canal, como o exemplo esquemático mostrado na Figura 11.^{1,7}

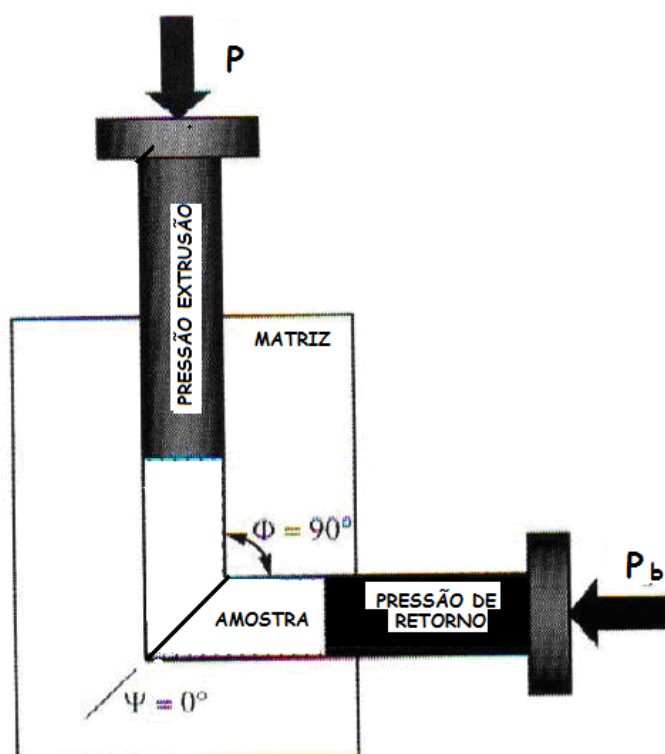


Figura 11 - Ilustração esquemática mostrando o princípio de aplicação da pressão de retorno durante a ECA, onde: P é a força de pressão, e P_b é a pressão de retorno.⁷

3.2.2 Parâmetros já utilizados

A Tabela 5 mostra uma coletânea de parâmetros utilizados em alguns experimentos de processamento de materiais por extrusão por canal angular:

Tabela 5 - Alguns de parâmetros utilizados em experimentos de ECA com diversos materiais:

Material	T (K)	Φ (°)	Ψ (°)	Velocidade (mm/min)	Pressão retorno	Lubrificante	Rota
Al puro ²¹	298	90	0	19,8 – 198	Sim	MoS ₂	-
Alumínio de alta pureza ⁶	298	90	-	1	Não	MoS ₂	-
Nióbio ⁸	298	90	-	-	-	MoS ₂	B _A
Al-4%Cu ²¹	298	120	-	-	Não	MoS ₂	-
Al-4%Cu ²⁸	-	120	0	5	Não	MoS ₂	A

3.2.3 ECA Convencional com barras e tubos

Existem inúmeros relatos descrevendo o processo fundamental do fluxo de metais durante a ECA. Na prática o princípio da ECA é novamente ilustrado esquematicamente na Figura 12. A amostra na forma de barra é passada pelo canal da matriz aplicando alguma forma de pressão através de um punção. ^{1,19}

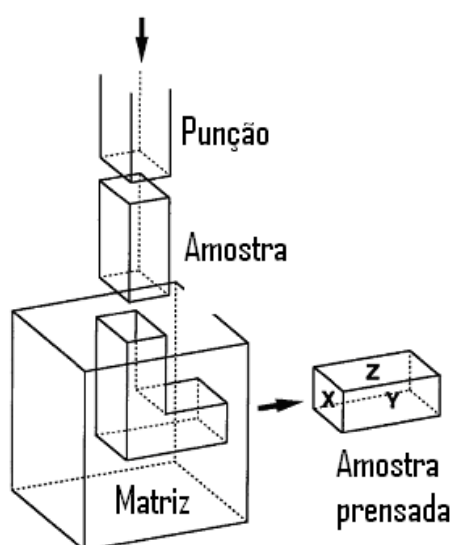


Figura 12 - Esquema do típico processo de ECA simplificado: os planos, Y e Z denotam o plano transversal, o plano de fluxo e o plano longitudinal, respectivamente. ¹⁹

A deformação normal imposta é o cisalhamento simples que ocorre com os passes da amostra através da matriz mostrada esquematicamente na Figura 13. Para simplificar, o ângulo desta figura é mostrado entre dois elementos adjacentes sem as amostras numeradas 1 e 2 na matriz e estes elementos são transpostos por cisalhamento como na parte inferior do diagrama.

Há introdução de uma deformação muito intensa com os passes das amostras através do plano de deformação e a amostra geralmente sai da matriz sem experimentar nenhuma mudança nas dimensões da seção transversal, conforme ilustrado pela amostra processada na figura 12.¹

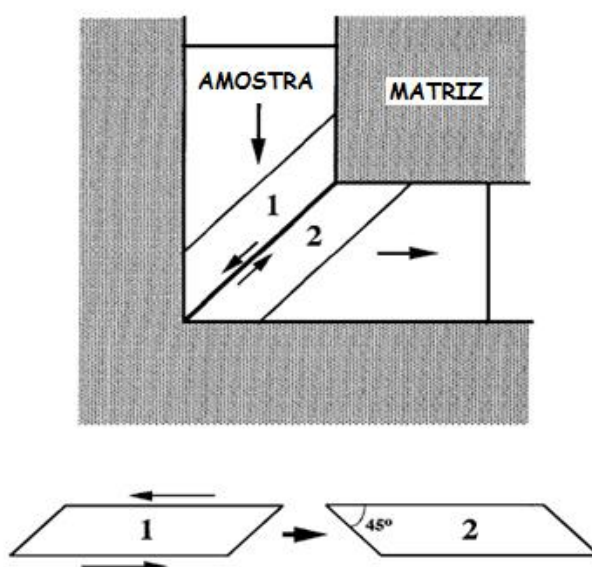


Figura 13 - O princípio da ECA mostrando o plano de deslizamento: os elementos numerados 1 e 2 são transpostos por deslizamento como indicado na parte inferior da figura.¹

Desde que a seção transversal se mantém sem mudanças, algumas amostras podem ser processadas repetidamente para produzir altas deformações. Por exemplo, o uso de repetitivas prensagens prove uma oportunidade para invocar diferentes sistemas de deslizamentos em cada passe consecutivo, por simples rotação da amostra de diferentes formas no vários passes.¹

Na prática, muitas investigações sobre a ECA envolvem o uso de barras com seção transversal quadrada e matriz tendo canais quadrados. Para estas amostras, é conveniente desenvolver o processo de rotação nos quais as amostras são rotacionados por incrementos de 90° entre cada passe.¹

3.2.4 A aplicação da ECA em chapas.

Para algumas aplicações industriais, como o uso de materiais de grãos ultrafinos produzidos por ECA nas operações de deformação, é necessário que os metais processados sejam na forma de finas chapas metálicas. Esta necessidade causou uma interessante possibilidade de aplicar ECA em chapas.

Quando as amostras de chapas são pressionadas, é necessário primeiro perceber que existem duas configurações de processamento distintas. Estas configurações são ilustradas na figura 14, onde a chapa é orientada ou (a) na configuração vertical ou (b) na configuração horizontal: os eixos X , Y e Z são indicados na Figura 14 e seguem as convenções da Figura 12. Dessa forma, estas duas configurações correspondem à chapa tendo seu maior eixo nas direções X e Z ou direções X e Y , respectivamente.¹

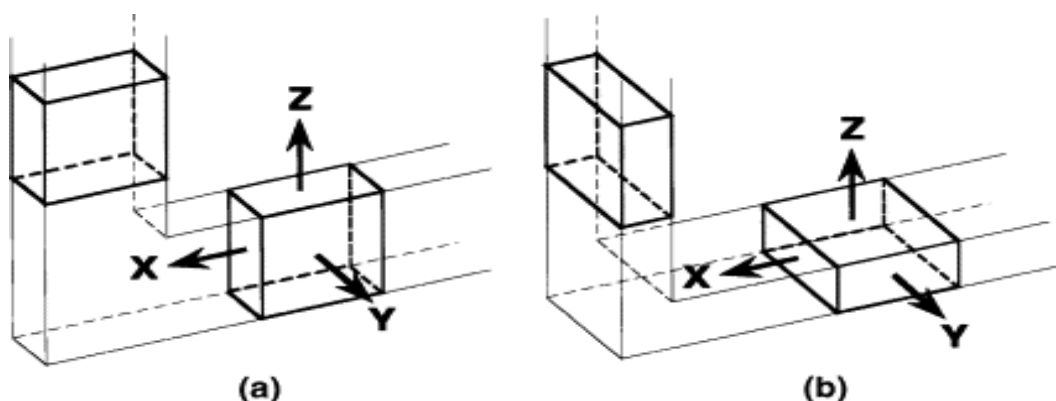


Figura 14 - Aplicação de ECA de amostras de chapas: (a) configuração vertical e (b) configuração horizontal.¹

Observando a figura 14 nota-se que o número de rotações possíveis entre os passes agora é limitado. Dessa forma, considerando a configuração vertical, a amostra pode rotacionar de diversas maneiras diferentes. Primeiro, por rotação de 180° em torno do eixo X , onde este é equivalente à rota C e está designada rota C_X onde C denota a rotação por 180° . Segundo, por rotação de 180° em torno do eixo Z na rota C_Z . As rotas B_{AY} e B_{CY} não são facilmente executadas em situações práticas porque as chapas são deslizadas dentro do paralelogramo no primeiro e em todos os passes subsequentes.

A orientação horizontal mostrada na Figura 14 (b) é a situação mais prática e tem sido muito usada em vários experimentos. Esta orientação fornece diversas

rotas potenciais de processamento incluindo 180° em torno do eixo y na rota Cy a qual é equivalente à rota A. Existem também duas rotas adicionais de processamento os quais não são válidas para barras ou quando usadas chapas orientadas na configuração vertical, como na Figura 14 (a). Estas novas rotas envolvem rotação da chapa horizontal por 90° em torno do eixo Z, ambos na rota B_{AZ} ou na rota B_{CZ} onde existem as rotações por 90° depois cada passe em direções alternadas. Os princípios desta rota de processamento são ilustrados esquematicamente com mais detalhes na Figura 15.¹

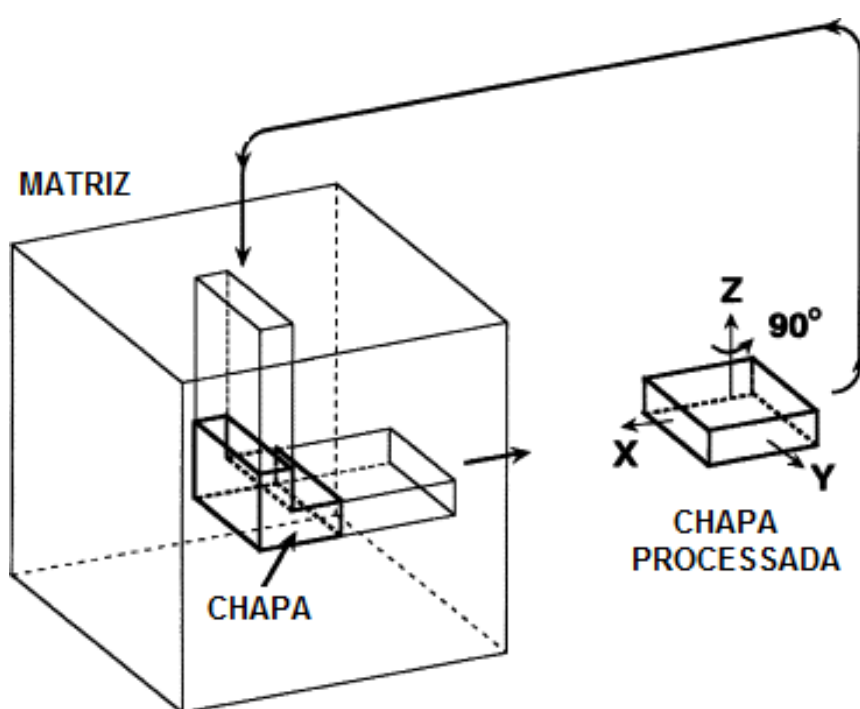


Figura 15 - Produção adotada para pressionar a chapa na configuração horizontal usando a rota B_{CZ} .¹

3.2.5 Alternativas de processamento por ECA

Uma importante limitação do processo de ECA convencional é que a amostra deve ser removida da matriz e reinsertada, com ou sem uma rotação intermediária, para atingir um grande número de passes e alta deformação. O problema é que estas operações são demoradas e trabalhosas. Diversos trabalhos têm sido desenvolvidos para evitar essas limitações.¹

Um simples procedimento que realmente elimina a necessidade de remover as amostras da matriz entre cada passe é feito usando uma matriz rotatória,

ilustrada esquematicamente na Figura 16. A facilidade consiste de conter dois canais, tendo a uma seção transversal, interceptando o centro da matriz num ângulo de 90° . Três punções de igual comprimento são insertados na seção inferior do canal vertical e no canal horizontal como mostra a Figura 16 (a). A amostra é insertada no canal vertical então tem um punção inferior e o punção superior para pressionar a amostra. A configuração depois de uma pressão simples é mostrada na Figura 16 (b) e a matriz é então rotacionada por 90° então a amostra pode ser pressionada novamente como mostra a Figura 16 (c). A cuidadosa inspeção dos procedimentos mostrados mostra que este tipo de extrusão é equivalente a rota A, onde a amostra é pressionada sem nenhuma rotação. Entretanto, uma vantagem significativa deste tipo de prensagem é a simplicidade de operação. Por exemplo, este tipo de matriz tem sido usado para até 32 passes consecutivos.^{1, 18}

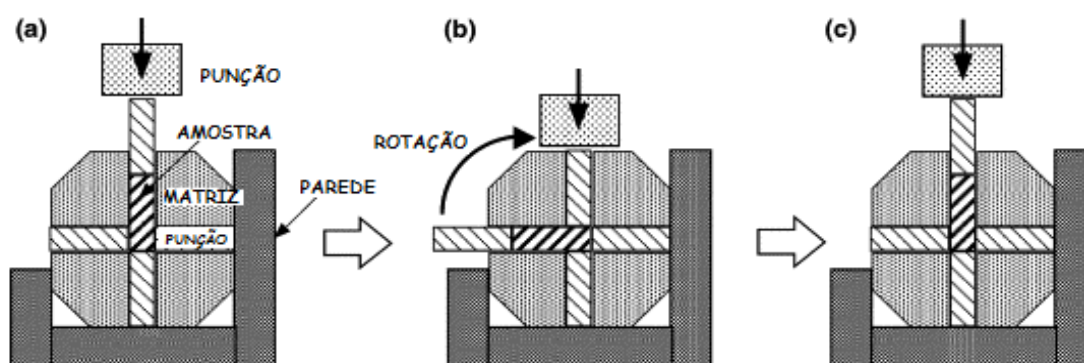


Figura 16 - O processo ECA usando a matriz rotatória. (a) estado inicial (b) depois de um passe e (c) depois de rotacionar 90° a matriz.¹

Uma alternativa mais fisicamente similar é a extrusão lateral, ilustrada esquematicamente na Figura 17. Este processo usa quatro punções, os quais são capazes de gerar altas forças durante as operações. Neste caso a amostra é pressionada pelo punção A e pela lateral pelo B e pressões repetitivas podem ser desenvolvidas. Este processo é equivalente à rota A e tem sido utilizado efetivamente para mais de 10 passes.¹

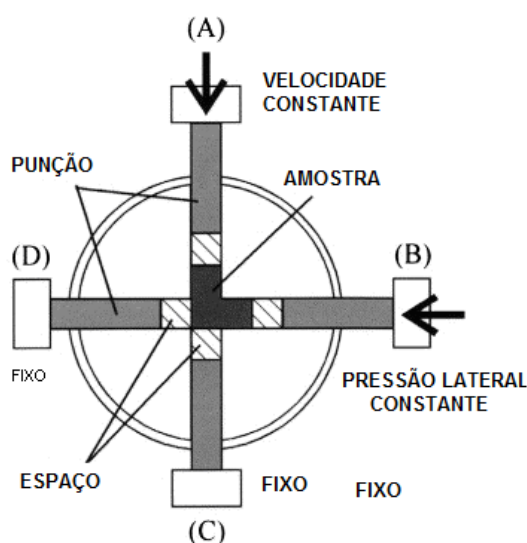


Figura 17 - Um esquema do processo de extrusão lateral para a ECA.¹

Outra alternativa é a construção de uma matriz contendo múltiplos passes. Um exemplo de uma matriz multipasses é mostrado na Figura 18 onde a matriz contém um canal contendo cinco ângulos de 90°. Este tipo de matriz é usado para comparar as características microestruturais de algumas amostras depois de diferentes números de passes. Por exemplo, a posição 1, 2, 3, 4 e 5 na Figura 18 corresponde a pressão através 1, 2, 3, 4 e 5 passes de ECA, respectivamente.^{1,18}

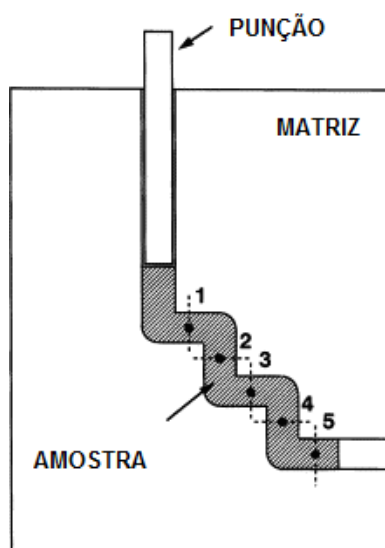


Figura 18 - Ilustração esquemática de matriz multipasses para ECA: o número de ângulos equivale a cinco passes.¹

Existe também um importante desenvolvimento mostrando o potencial para conduzir ECA usando matrizes contendo canais paralelos. Os princípios deste tipo

de extrusão são ilustrados esquematicamente na Figura 19, onde Φ é o ângulo de intercessão entre o canal paralelo e K é o canal adjacente.¹

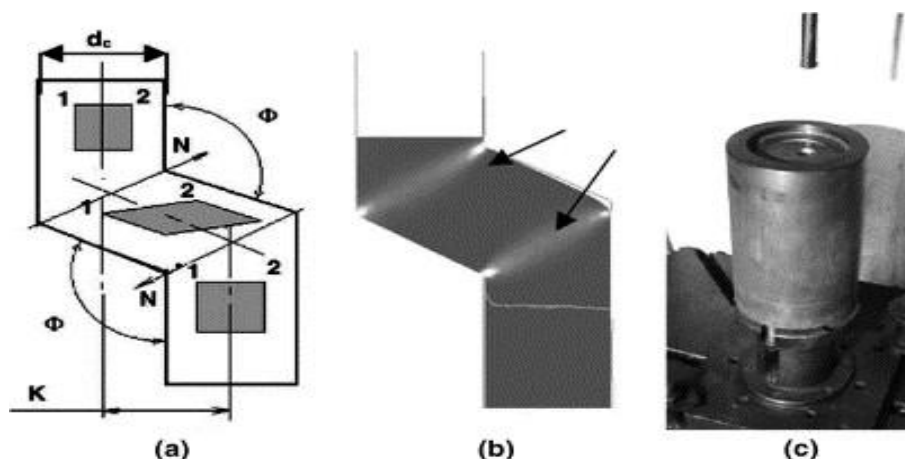


Figura 19 - O princípio do processo de ECA com canais paralelos. Uma ilustração esquemática onde N é uma direção de deslizamento, K é a distância entre os dois canais, Φ é o ângulo de intercessão entre as duas partes e o canal e a área interna de deslizamento como a amostra da zona de deslizamento transversal. (b) uma vista das zonas de deformação obtidas por ECA com canais paralelos e (c) visão geral de um experimento de ECA onde $\Phi = 100^\circ$ e K é igual o diâmetro de canal de 18 mm.¹

A diferença de ECA com canais paralelos é que, durante o processamento por passes simples, dois eventos distintos de deslizamento acontecem e isto significa que existe uma considerável redução no número de passes desejáveis para formação de uma estrutura de grãos ultrafinos. O valor para a distância entre os dois canais, K , e o ângulo de intercessão dos canais, Φ , são os principais parâmetros geométricos de matriz, os quais influenciam ambos no fluxo interno e o estado de tensão deformação do processo de ECA.¹

3.2.6 Processamento Contínuo por ECA

Processamento por ECA tem atraído considerável atenção por produzir materiais com grão ultrafinos com propriedades físicas e mecânicas únicas e estes materiais podem ter uma importante aplicação na indústria. Entretanto, o processo ECA atualmente usado em laboratório é um trabalho difícil porque requer força manual para adicionar e remover as peças das matrizes convencionais.

A partir daí, chegou-se a conclusão que para ser usado em aplicação industrial extensiva, deveria ser desenvolvida alguma técnica de processamento contínuo que fosse eficiente na produção de uma escala relativamente grande. Alguns progressos iniciais têm sido feitos no desenvolvimento contínuo de ECA. Primeiro, o processo foi desenvolvido usando um estiramento combinado com princípios do processo de ECA. Este processo pode ser designado “deslizamento de chapa contínua confinada”, e seus princípios estão ilustrados esquematicamente na Figura 20. Dessa forma, o material na forma de uma chapa fina é alimentado entre dois rolos e extrudado para reduzir a espessura de 1.55 para 1.45 mm.^{1,18}

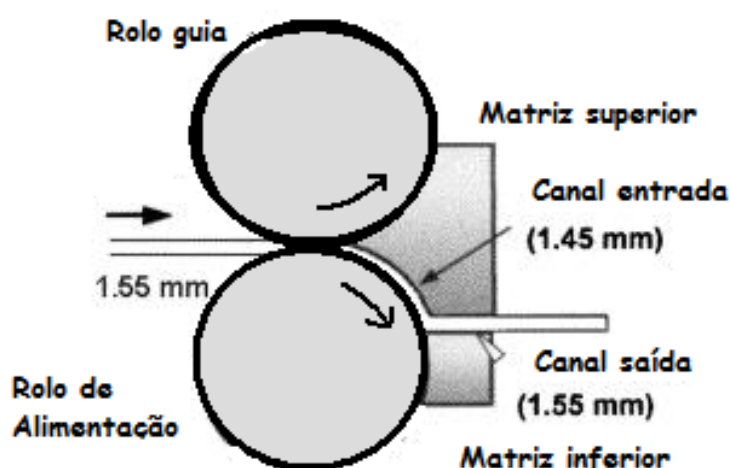


Figura 20 - Esquema do processo de deslizamento de chapa contínua confinada ¹

3.3 TRATAMENTO TÉRMICO

A recristalização das ligas metálicas permite ajustar as propriedades mecânicas destas segundo as condições de deformação à frio, temperatura e tempo de recozimento. A recristalização também pode ser tratada como uma transformação de fase que se dá por nucleação e crescimento ou como um processo de crescimento de novos cristais a partir de cristais previamente deformados.²⁹

O processo de recristalização tem início a partir de metais deformados a frio, ou do chamado estado encruado dos metais, pois os cristais deformados plasticamente têm mais energia do que os não deformados, devido ao acúmulo de imperfeições pontuais e outras discordâncias. As discordâncias são defeitos de não

equilíbrio e o aumento da sua densidade leva a um aumento de energia livre que pode ser igualada a variação da energia interna. Esta variação é o potencial termodinâmico para a recristalização, que ocasiona mudanças microestruturais posteriores ao recozimento de maneira a diminuir a energia armazenada na deformação.^{26,29,32}

3.3.1 Estrutura deformada a frio/ Encruamento.

A deformação plástica que é realizada numa região de temperaturas que podem ser consideradas baixas em comparação a temperatura de fusão do material, geralmente a temperatura ambiente,³⁰ e sobre um intervalo de tempo tal que o encruamento não é aliviado, é chamada trabalho ou deformação a frio.

O encruamento é um importante processo industrial que, juntamente com a presença de elementos de liga em solução sólida, a precipitação de segundas fases e o refino dos grãos, são os mecanismos utilizados para aumentar a resistência mecânica e endurecer ligas ou metais, produzindo alterações microestruturais e mudanças nas propriedades dos materiais, incluindo alteração na forma do grão.^{30,31}

O conhecimento detalhado da microestrutura do material encruado e dos fenômenos que ocorrem durante a deformação a frio é de fundamental importância para entendimento dos mecanismos e fenômenos que ocorrem durante seu posterior recozimento.^{32, 37}

Uma importante característica do processo de deformação a frio é que a maior parte, entre 90 e 98% da energia empregada é liberada como calor e o restante fica retido como energia armazenada no interior do metal, sendo que para altas deformações o percentual de energia armazenada na forma de defeitos, tende a diminuir. Esta energia é armazenada na forma de defeitos cristalinos, tais como: defeitos puntiformes, discordâncias e defeitos de empilhamento, etc. A densidade e distribuição destes defeitos dependem de vários fatores, como:

- a) Composição química;
- b) Quantidade e distribuição das fases presentes no metal;
- c) Da quantidade, temperatura, velocidade e modo de deformação;
- d) Da energia de defeito de empilhamento.

Durante a deformação plástica em baixas temperaturas das ligas Fe-Cr-Ni pode ocorrer, adicionalmente, a formação de defeitos cristalinos, a formação de duas fases, martensita α' (CCC, ferromagnética) e ϵ (HCP, paramagnética), conhecidas como martensita induzida por deformação.^{32,37}

A quantidade de deformação a que um material metálico pode ser submetido sem falhar durante o processamento metalúrgico depende fundamentalmente do material, das condições de deformação e das características do processo empregado.²⁵ Por exemplo, o decréscimo da temperatura de deformação além de diminuir a mobilidade das discordâncias, pode diminuir a energia de defeito de empilhamento. E, microestruturalmente falando o aumento da velocidade de deformação pode ser equivalente a um decréscimo na temperatura de deformação.

A deformação permanente de um cristal pode ocorrer de quatro maneiras diferentes: deslizamento de planos cristalinos causado por movimentação de discordâncias, maclação mecânica, difusão e transformações de fases acompanhadas de grande variação de volume.³⁷

A distribuição de defeitos cristalinos em um metal encruado é bastante heterogênea. As variações de densidade de defeitos cristalinos ocorrem tanto dentro de um mesmo grão como entre grãos.^{29,32}

3.3.2 Heterogeneidades de deformação

A deformação plástica homogênea de um metal é dificilmente obtida na prática. Algumas características encontradas em metais durante a recristalização podem ser explicadas pela distribuição heterogênea de estruturas de discordâncias dentro do mesmo grão e de um grão para o outro.³³

Para efeito de recristalização, a distribuição heterogênea é até mais importante que a quantidade de defeitos.³² Dentro de um mesmo grão, estas diferenças são mais acentuadas quando se comparam às estruturas de discordâncias desenvolvidas no interior dos grãos e nas regiões próximas aos contornos de grão. Estas heterogeneidades originam-se devido às chamadas instabilidades microestruturais que ocorrem durante a deformação plástica. De um modo geral, materiais com grãos mais finos tendem a apresentar uma estrutura de

deformação mais homogênea e, conseqüentemente, uma distribuição mais homogênea do potencial termodinâmico para recristalização.³³

As heterogeneidades de deformação tendem a ocorrer com maior frequência em metais com estrutura de grãos grosseiros. Uma característica marcante observada neste tipo de heterogeneidade é que a diferença de orientação entre estas regiões bandeadas aumenta progressivamente à medida que o material se deforma.³³

3.3.2.1 Bandas de transição e bandas de cisalhamento

As bandas de transição ou bandas de deformação são heterogeneidades freqüentemente encontradas em uma estrutura deformada. Uma definição bastante simples é que as bandas são regiões vizinhas dentro de um mesmo grão e que sofrem rotações distintas. A fronteira entre as bandas de transição é delimitada pela presença das chamadas bandas de cisalhamento.^{29,32,33}

As bandas de cisalhamento, ao contrário das bandas de transição, não se limitam a um determinado grão, podendo atravessar vários grãos, e ocorrem a partir de metais altamente deformados a frio, em altas velocidades de deformação e deformações com predominância de componentes de compressão.^{29,32,33}

Uma tentativa de diferenciar bandas de transição e bandas de cisalhamento foi apresentada por Padilha:³²

As bandas de cisalhamento são formadas no metal como um todo, independente da estrutura de grãos e sua ocorrência depende principalmente da quantidade, do modo e da velocidade de deformação. Já as bandas de transição são formadas por diferença de deformação em nível microestrutural e ficam delimitadas no interior de grão individuais.³²

A Figura 21 mostra um exemplo de bandas de transição confinadas no interior dos grãos.³²

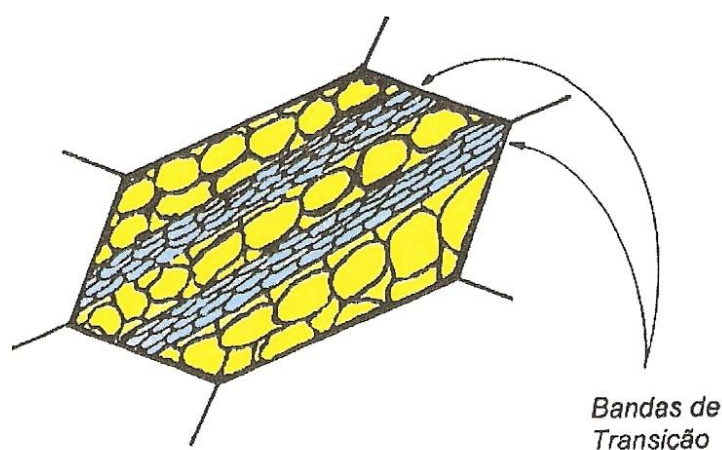


Figura 21 - Bandas de transição confinadas no interior dos grãos.³²

3.3.3 Recozimento e recristalização de metais trabalhados a frio.

As mudanças microestruturais que ocorrem durante o recozimento de um metal deformado a frio acontecem de maneira a diminuir a energia armazenada na deformação.³² O processo de recozimento pode ser dividido em três processos distintos: recuperação, recristalização, e crescimento de grão.

A recuperação é definida como a restauração das propriedades físicas do metal trabalhado a frio sem que ocorra alguma mudança visível na microestrutura.

Durante o processo de recuperação uma parte da energia interna de deformação armazenada é liberada, através do movimento das discordâncias e contornos de grão, que formam arranjos regulares e quando tem sinais opostos, se aniquilam, formando uma estrutura de subgrãos, com uma pequena defasagem de orientação cristalográfica entre as células. A recuperação é um processo dependente do tempo e, embora não mude a microestrutura do material, restaura parcialmente a sua ductilidade.^{29,30,31, 32}

A recristalização ocorre mesmo após o processo de recuperação estar completo. Os grãos ainda apresentam um estado de energia de deformação relativamente elevado. A recristalização é o processo de formação de um novo conjunto de grãos livres de deformação e que são equiaxiais, com baixas densidades de discordâncias, e que são característicos das condições que existem antes do processo de trabalho a frio.

A força motriz para produzir essa nova estrutura de grão é a diferença que existe entre as energias internas do material submetido à deformação e do material sem deformação. Os novos grãos se constituem na forma de núcleos muito pequenos e crescem até que substituam completamente o seu material de origem, consistindo em processos que envolvem difusão em pequena escala.

O processo de recristalização requer movimentos e rearranjos de átomos. Estes rearranjos para a recristalização ocorrem mais facilmente a altas temperaturas. A temperatura de recristalização (T_r) é ditada por diversos fatores. Um posicionamento normal aceita que T_r , esteja entre 0,3 - 0,6 da temperatura de fusão. O tempo é fator que afeta as temperaturas de recristalização, assim como a quantidade de encruamento; um metal altamente encruado tem mais energia armazenada, assim é necessária menos energia térmica para os átomos se rearranjarem no interior do grão recozido. Conseqüentemente a recristalização pode ocorrer a temperaturas mais baixas.

O recozimento de recristalização é, portanto, um processo no qual, a microestrutura deformada plasticamente, é restaurada de forma progressiva com a elevação da temperatura, substituindo a estrutura trabalhada a frio por novos grãos livres de deformação.^{29,30,31}

3.3.3.1 Nucleação e crescimento de grão

A nucleação é o início do processo de recristalização que ocorre por mecanismos distintos, que foram identificados no processo de recristalização, estes são:

- a) Aniquilação de discordâncias por contornos em movimento;
- b) Migração de contornos induzidos por deformação;
- c) Nucleação por migração de contorno de grão de baixo ângulo;
- d) Nucleação por coalescimento de subgrãos.^{30,32,37}

Após a recristalização estar completa, os grãos livres de deformação continuarão a crescer se a amostra do metal for deixada a uma temperatura elevada. Esse fenômeno é chamado de crescimento de grão, e depende da temperatura, do tempo e da composição química do material. Entretanto, o tamanho de grão grande é prejudicial às propriedades mecânicas do material. Portanto, é

muito importante o controle do tamanho de grão durante a fabricação e em aplicações práticas que envolvem altas temperaturas. Como os contornos de grão são regiões deformadas do material, existe uma energia mecânica associada a eles.

A força motriz para o crescimento de grãos ocorre porque a energia que está associada com os contornos de grão, diminui à medida que os grãos aumentam de tamanho a área total de contornos diminui, produzindo uma conseqüente redução na energia total.^{30,31} No crescimento de grão, grãos grandes crescem à custa de grãos pequenos que diminuem. Desta forma o tamanho médio de grão aumenta com o tempo.²⁹

O fenômeno de crescimento de grão é comumente encontrado durante o aquecimento de metais. Este se divide em dois tipos, conforme o seu comportamento: o normal e o anormal.

O crescimento normal de grãos é caracterizado por uma variação contínua no tamanho médio de grão. As principais características do crescimento normal de grãos são as seguintes: a uniformidade, a escala e estabilidade:

- a) Uniformidade: ao longo do processo de crescimento de grão, os grãos são enquadrados dentro de uma faixa relativamente estreita de tamanhos, a qual fornece uma estrutura final de aparência uniforme;
- b) Escala: durante o crescimento de grão, após suficiente tempo, a distribuição de tamanhos de grão permanece similar, enquanto o tamanho médio de grão aumenta;
- c) Estabilidade: perturbações no processo de crescimento normal de grãos não afetam a estrutura.

Estas características são muito importantes para diferenciar o tipo de ocorrência de crescimento de grão e o que pode ser feito durante a realização de um tratamento térmico.

O crescimento anormal de grãos consiste na migração de alguns poucos contornos de alguns grãos, levando a uma estrutura que contém poucos grãos extremamente grandes, em meio a uma estrutura de grãos finos. Devido ao fato deste fenômeno apresentar uma cinética similar a da recristalização, é normalmente denominada recristalização secundária.^{29,32}

A recristalização secundária ou crescimento anormal de grãos é promovido pelos seguintes fatores:

- a) Heterogeneidade de tamanho de grão;
- b) Dispersão das partículas;
- c) Espessura da amostra;

O crescimento anormal de grãos é, portanto, facilmente encontrado nos tratamentos que envolvem temperaturas altas o suficiente para que os contornos sejam capazes de migrar.^{29,32}

De maneira geral, o fator que determina a ocorrência do crescimento anormal de grãos nada mais é do que a inibições do crescimento normal de grãos e, em seguida, algum outro fator que tornem uns poucos contornos de grãos capazes de migrarem, enquanto os demais não podem.

Os principais fatores que influenciam a mobilidade de contornos são: a diferença de orientação entre os grãos, os átomos de soluto, a presença de partículas de segunda fase, a ocorrência de sulcos térmicos e a temperatura.

Comercialmente, o recozimento é um processo muito importante, pois restaura a ductilidade de um metal que tenha sido severamente encruado. Assim, pela interposição de operações de recozimento após grandes deformações, é possível conseguir elevadas porcentagens de deformação para a maioria dos metais.³⁰

3.3.4 Recozimento e Recristalização dos Aços inoxidáveis Dúplex

Em ligas onde a fração volumétrica de segunda fase é elevada e as duas fases são deformáveis plasticamente, os fenômenos de encruamento, recuperação e recristalização ocorrem obedecendo às cinéticas diferentes de cada fase, dependendo das suas características como estrutura cristalina, composição, limite de escoamento, grau de encruamento, ductilidade, etc.³²

Os aços inoxidáveis dúplex são materiais muito interessantes no que diz respeito ao comportamento de recristalização, devido às diferentes características de suas fases constituintes: ferrita e austenita. A austenita tem maior coeficiente de

encruamento que a ferrita, pois além de ter um número menor de sistemas de deslizamento, tem energia de empilhamento de defeito muito baixa. Por outro lado, as numerosas mudanças microestruturais que podem ocorrer nos aços inoxidáveis dúplex durante os tratamentos térmicos, ocorrem mais facilmente pela estrutura CCC da fase ferrita, devido à maior taxa de difusão, aproximadamente 100 vezes maior do que da estrutura CFC da fase austenita.³⁰ A maior taxa de difusão da ferrita, que favorece sua cinética de recristalização, é devida sua estrutura CCC, ser menos compacta do que a estrutura CFC da austenita.^{30,32}

A variação da proporção de austenita transformada de um aço dúplex 26Cr-5Ni pode ser estimada a partir de curvas de transformação em função do tempo e da temperatura, como mostra a Figura 22.³⁷

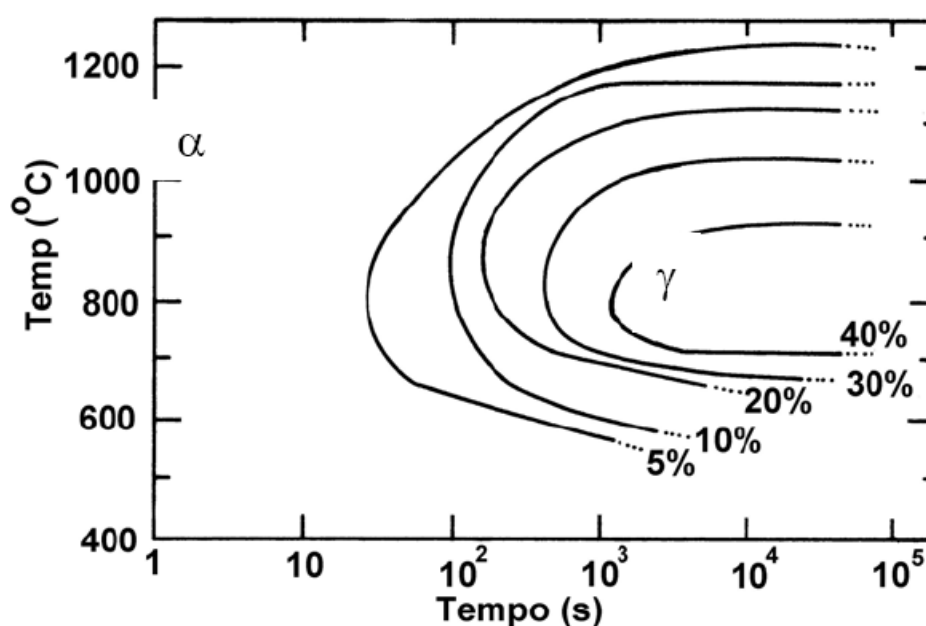


Figura 22 - Diagrama de transformação isotérmica de um aço inoxidável dúplex (26Cr-5Ni) para a transformação da ferrita em austenita com o resfriamento após um tratamento de solubilização a 1300°C por 30 s.³⁷

Além da transformação da ferrita em austenita, em temperaturas na faixa de 800 a 1000°C, mais reações de precipitações no estado sólido podem ocorrer nos aços inoxidáveis dúplex. Segundo Reick,⁴⁰ durante o tratamento térmico de um aço dúplex que processado a frio, ocorrem ao menos cinco reações no estado sólido:

- a) Recuperação e recristalização da austenita;
- b) Recuperação e recristalização da ferrita;
- c) Transformação eutetóide da ferrita em fase σ e austenita superior.⁴⁰
- d) Formação de α' não visível.

A Figura 23 mostra como é possível separar as diferentes reações no estado sólido que ocorrem com as duas fases em função da temperatura e do tempo.⁴⁰

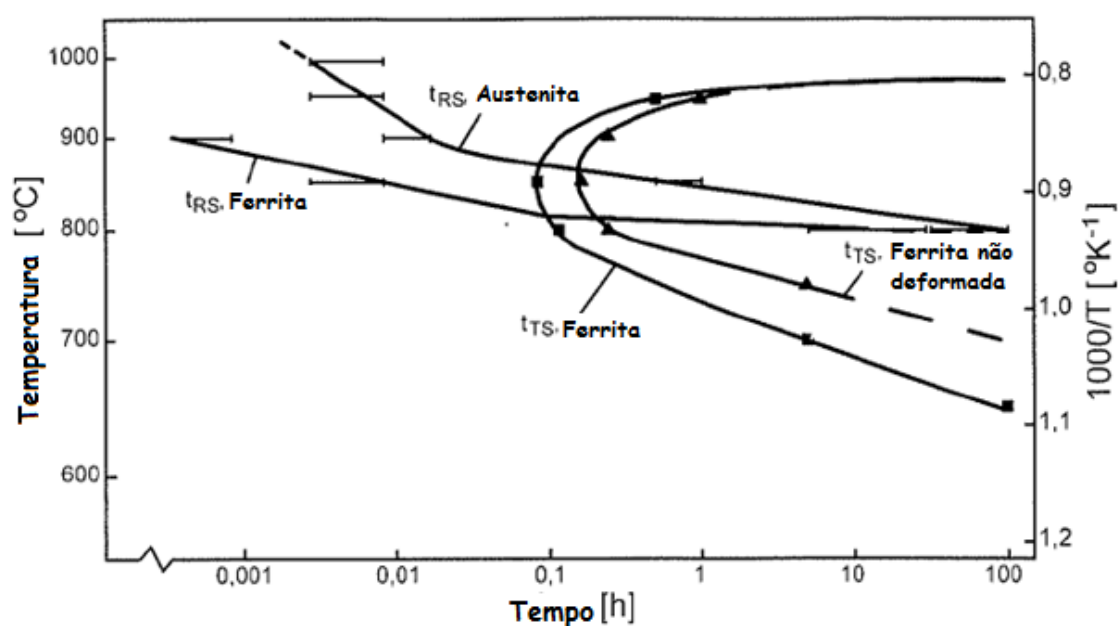


Figura 23 - Diagrama de transformação tempo-temperatura de um aço inoxidável dúplex recozido após laminação com redução de 20% de espessura. RS: início de recristalização. TS: início da transformação eutetóide da ferrita em σ .⁴⁰

3.3.4.1 Formação de fases intermetálicas

Deve se tomar muito cuidado na aplicação de aços inoxidáveis dúplex devido à complexidade e estabilidade das suas estruturas e a possível fragilização, devido formação de fases indesejáveis durante os processos pelos quais são submetidos.

Existem três processos principais de fragilização que podem ocorrer quando estes materiais aquecidos:

- a) Precipitação da fase σ na faixa de temperatura entre 700 °C e 900 °C, particularmente na ferrita; ¹²
- b) Precipitação da fase α' , rica em cromo, na faixa entre 300 °C e 600 °C e; ¹²
- c) Presença de carbeto.

A precipitação destas fases nas temperaturas citadas ocorre em poucos minutos, entretanto, pode ocorrer a temperaturas menores que 300°C na exposição do material por centenas de horas, dependendo da composição química do aço. ¹²

A fase σ é a fase mais importante e a mais estudada entre todas as fases intermetálicas por causa da sua grande fração volumétrica e grande influência na dureza, na tenacidade e ductilidade e na resistência à corrosão. ³⁵ Esta fase foi detectada primeiramente nos estudos sobre o ternário Fe-Cr-Ni realizados por Bain e Griffiths. Eles constataram que a fase apresenta dureza elevada, e grande fragilidade. ³⁴ Sua presença, portanto é indesejável nos aços inoxidáveis dúplex, sendo uma fase dura e quebradiça, esta tende a reduzir a ductilidade e principalmente a tenacidade do aço.

A fase σ é um intermetálico não magnético de estrutura tetragonal, rica em elementos estabilizadores da ferrita e que nucleia preferencialmente na seguinte ordem: contornos de grãos ferríticos/austeníticos, contornos de grãos e de subgrãos ferríticos/ferríticos, com crescimento dentro dos grãos ferríticos.

A formação de σ nos aços dúplex solubilizados se dá basicamente a partir da ferrita, já que, a difusão de elementos formadores de σ , particularmente cromo, é 100 vezes mais rápida na ferrita que na austenita, facilitando sua formação. ^{35,40}

A Figura 24 mostra a microscopia ótica de um aço inoxidável dúplex envelhecido a 800-850°C por 200 minutos, onde a fase escura (S) que se nucleou na interface ferrita/austenita é σ . ¹²

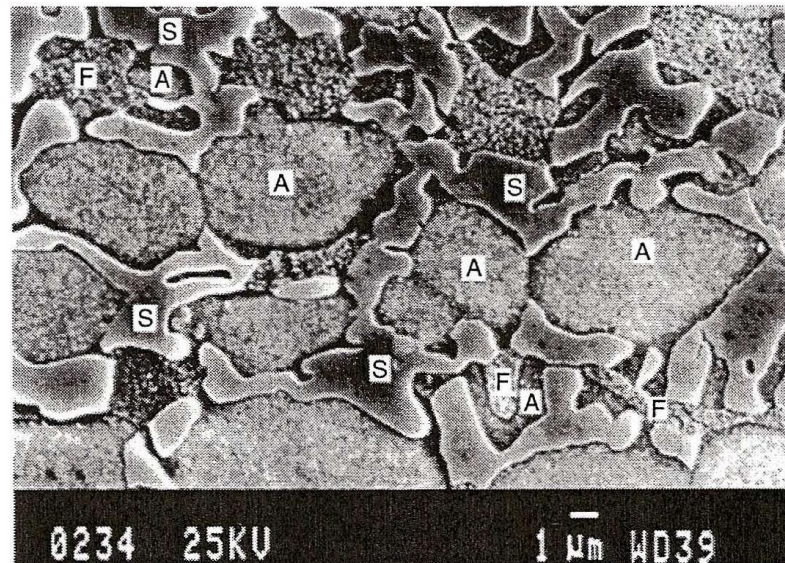


Figura 24 - Precipitação da fase σ num aço inoxidável duplex de baixo carbono observada ao microscópio eletrônico com elétrons secundários. A= austenita, F=ferrita, S= fase σ ¹²

A precipitação de α' por sua vez promove aumento de dureza e fragilização nas primeiras 100 horas de envelhecimento. A Figura 25, mostra o comportamento da dureza e energia de impacto com envelhecimento a 475°C.³⁶

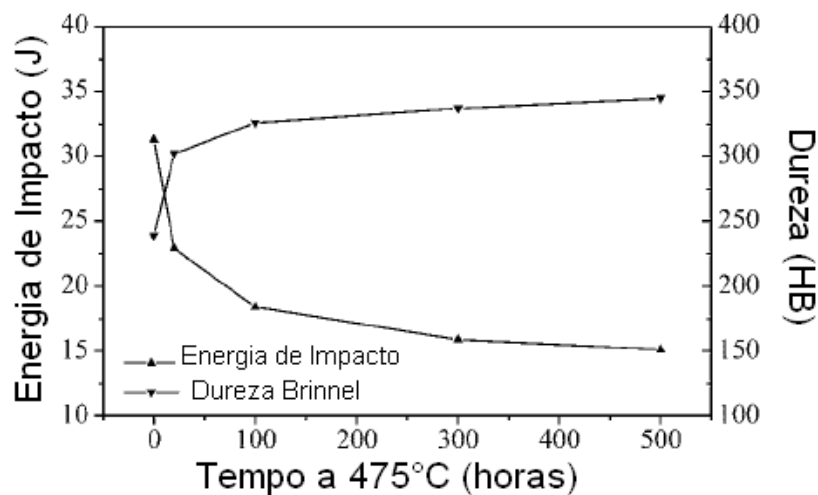


Figura 25 - Comportamento da dureza e energia de impacto com envelhecimento a 475°C.³⁶

Também, em aços tratados a 1000°C, foi verificado aumento do número de maclas de recozimento e tratamentos a 1100°C aumentam as maclas de recozimento nas partículas de austenita³⁷ inclusive nas partículas de contorno de grão, neste último caso, foram encontradas relações de orientações entre os dois grãos adjacentes de ferrita.¹⁶

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS UTILIZADOS

4.1.1 Aço inoxidável dúplex

Foi utilizado um aço inoxidável dúplex, inicialmente na forma de barra, de estrutura austenítica – ferrítica, com aproximadamente 50% de cada fase, designada UR 45N da URANUS ®. Outras nomenclaturas para este aço são: AISI S31803/32205, SAF 2205, ASTM A240, UNS S32205/S31803, EURONORM-1.4462 X2CrNiMoN22. 5.3, AFNOR-Z3 CrNi 22.05 AZ e DIN- W. Nr 1.4462.

A composição química do aço do presente estudo está especificada no laudo do fabricante e é apresentada na Tabela 6 e as propriedades mecânicas estão resumidas na Tabela 7.³⁸

Tabela 6 - Composição química em porcentagem em peso

Aço inoxidável dúplex - UR 45N (AISI S31803)								
Elementos	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	N	Cu
%	0,019	1,9	<0,001	5,4	22,5	3	0,16	0,14

Tabela 7 - Algumas propriedades mecânicas do aço inoxidável dúplex³⁸

PROPRIEDADES MECÂNICAS	
Dureza Brinell	210 - 240
Dureza Rockwell C	15.0 - 20.0
Limite Resistência	680 MPa
Tensão Escoamento	460 MPa - 490 MPa
Módulo de Elasticidade	200 GPa
Impacto de Charpy	120 J – 150J
Módulo de Cisalhamento	75.0 GPa

Para utilização do material foram usinados corpos de prova retangulares com dimensões aproximadas de 5 x 8 x 26 mm, conforme Figura 26, sendo que numa das extremidades os cantos foram “arredondados” para diminuir o atrito entre o corpo de prova e a parede do canal da matriz no início da extrusão.

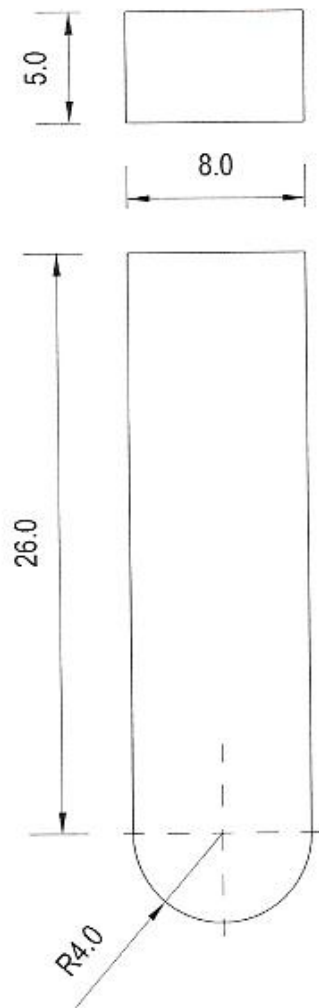


Figura 26 - Esquema mostrando as medidas aproximadas dos corpos de prova utilizados na extrusão.

A Figura 27 mostra a foto de um dos corpos de prova usinados, pronto para ser processado:



Figura 27 - Modelo dos corpos de prova utilizado na extrusão.

4.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.2.1 Projeto e Confecção da matriz e dos punções

A matriz foi construída a partir de um aço comum AISI1045 cementado e temperado. Os valores de dureza da matriz, após tratamento térmico, foram de 53 HRC no núcleo e 59 HRC na superfície.

O projeto da matriz, conforme Figura 28, consiste em duas partes principais, A e B. Na parte A estão indicadas as dimensões aproximadas da matriz. Enquanto a parte B contém dois canais de seções diferentes e com os mesmos ângulos $\Phi=120^\circ$ e $\Psi=0^\circ$, um em cada face, a parte A é uma tampa responsável pelo fechamento da matriz. Esta tampa pode ser posicionada em qualquer uma das duas faces que contém os canais 1 e 2, identificados na Figura 28, com dimensões de 5mm x 8mm x 26 mm e 5mm x 5mm x 26mm. Apenas o canal 1 foi utilizado neste trabalho. O acabamento da superfície dos canais foi feito por polimento manual, buscando evitar uma superfície espelhada, o que promoveria aumento da área de contato e conseqüentemente maior atrito entre corpo de prova e matriz.

Também foram desenvolvidos punções em aços ferramenta AISI M2 e D2 com dimensões ligeiramente menores do que a seção transversal do canal utilizado 4,5mm x 7,5mm x 60mm, de forma a transmitir a força aplicada na extrusão para o corpo de prova. Este tipo de aço foi escolhido devido suas propriedades mecânicas, principalmente dureza e resistência. Para que estas propriedades fossem mantidas durante o processamento o aço passou por um ciclo de tratamento térmico a fim de obter dureza na faixa de 62HRC.

A Figura 29 mostra a matriz fechada e pronta para o processo de extrusão mostrando a entrada e a saída de um dos canais.

A confecção da matriz e dos punções foi realizada com o auxílio da Sociedade Educacional de Santa Catarina (Sociesc) de Joinville - SC. O projeto inicial foi melhorado após um estudo feito por Rosário.

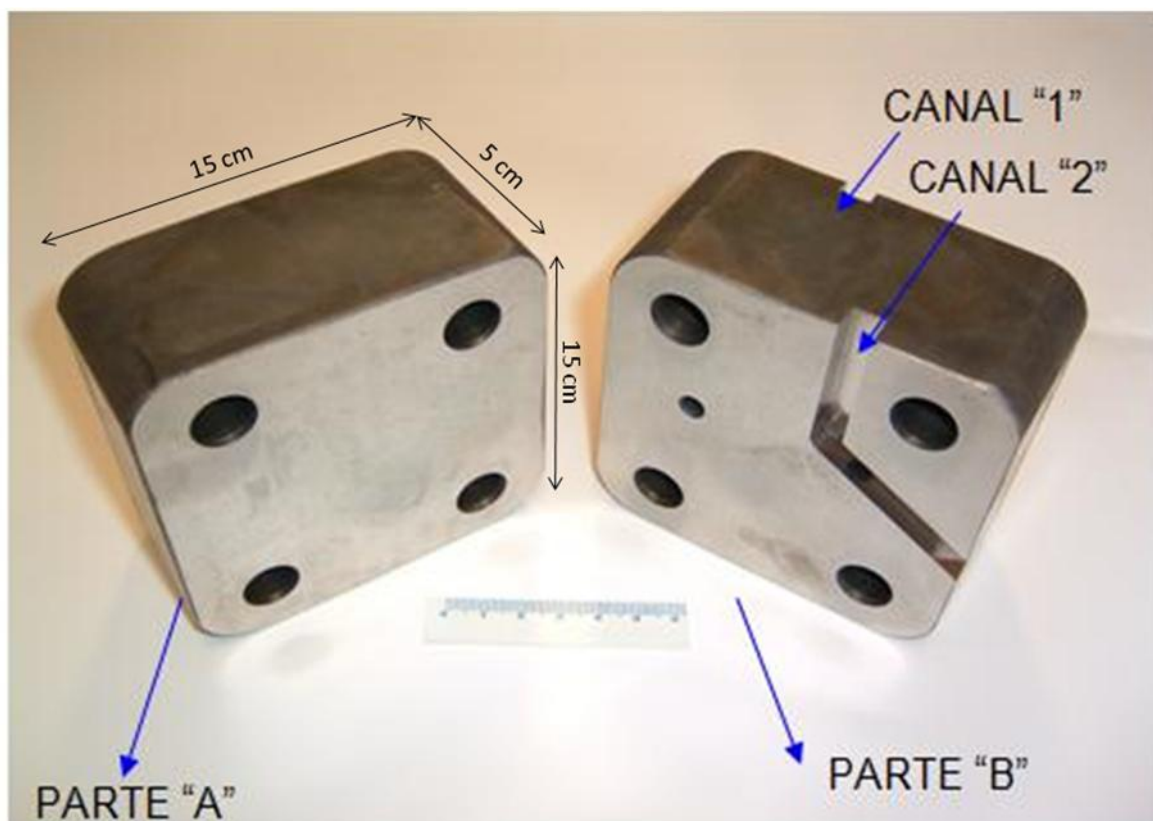


Figura 28 - Matriz que foi construída para o processo de extrusão por canal angular, mostrando os dois canais e as dimensões aproximadas da matriz.

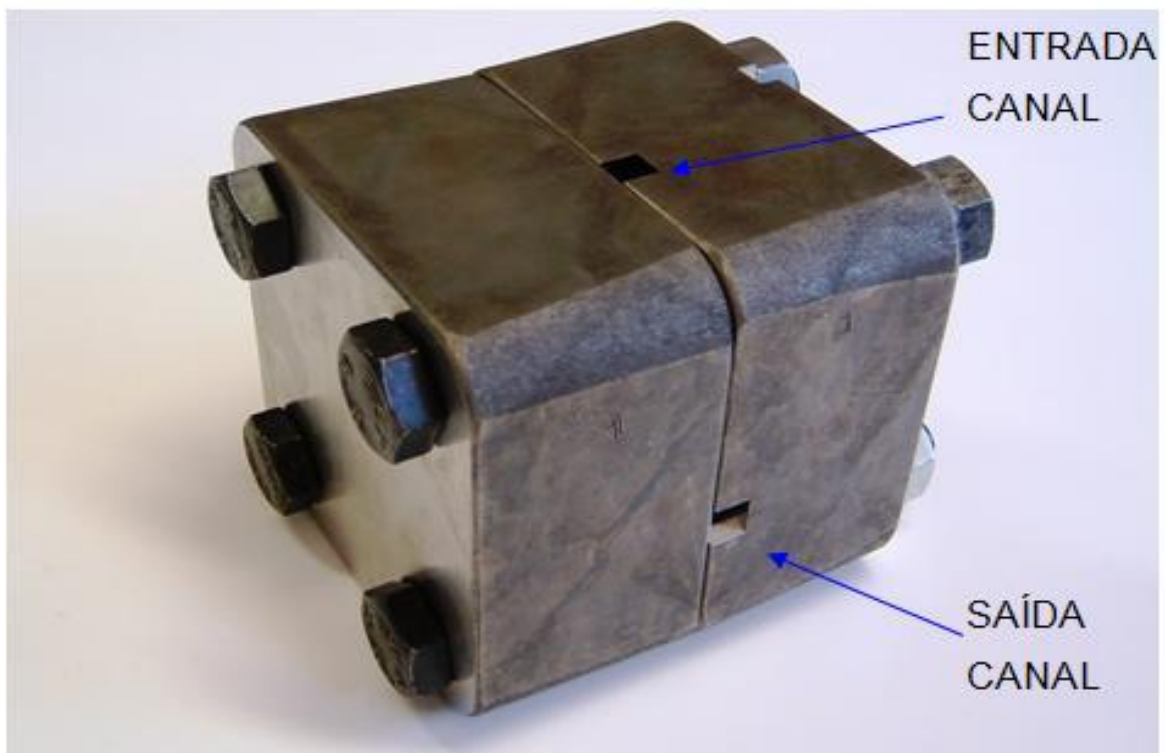


Figura 29 - Matriz que foi utilizada no processo de extrusão por canal angular, fechada, mostrando a entrada e a saída de um dos canais.

4.2.2 Extrusão por canal angular

O processamento do aço dúplex através da extrusão por canal angular foi realizado a temperatura ambiente com o auxílio de uma máquina de ensaios de mecânicos Shimadzu® Autograph-II, com capacidade de 300kN, do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMA), da Universidade Estadual de Ponta Grossa. A Figura 30 mostra a matriz montada sob a máquina de tração durante o processo de extrusão por canal angular de um dos corpos de prova, usando um punção.

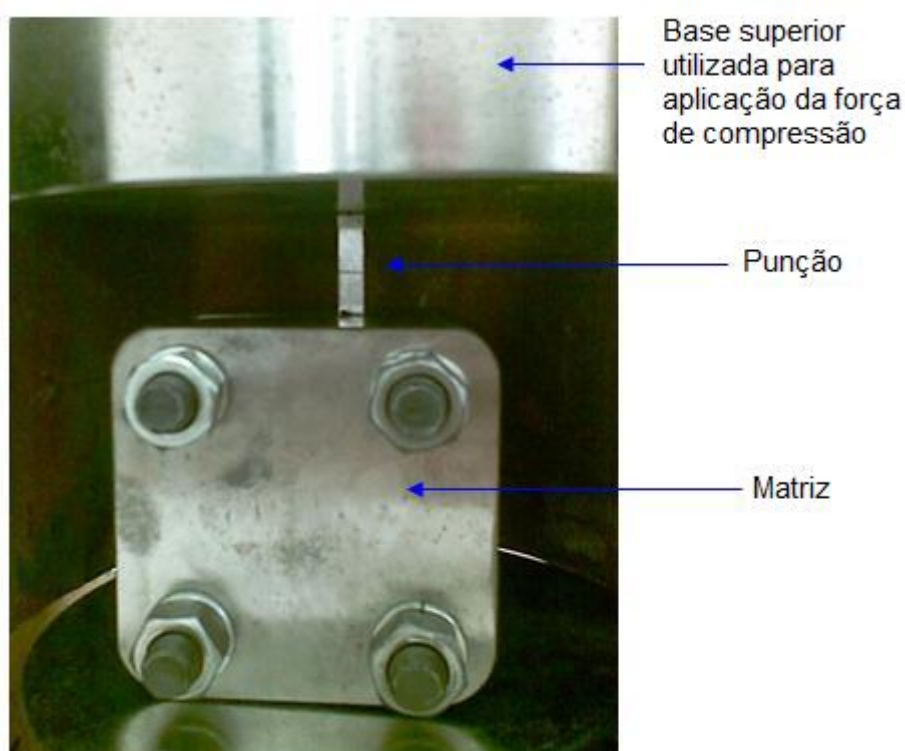


Figura 30 - Matriz montada sob a máquina de tração durante o processamento do aço inoxidável dúplex pelo processo de extrusão por canal angular

Antes de cada extrusão foram pré-definidos os seguintes parâmetros: velocidade de aplicação pressão de extrusão, rota de processamento, temperatura e número de passes. Sendo que a rota A e a temperatura ambiente ($\sim 20^{\circ}\text{C}$) foram utilizadas em todos os ensaios deste trabalho. Durante a extrusão foi controlada a pressão de operação e as velocidades de extrusão utilizadas foram: 1.5, 6.0 e 12 mm/min.

O número máximo de passes utilizados foram 2 passes, devido a limitação encontrada pela ferramenta utilizada como punção. Conforme mostrado na Tabela 8,

o punção resistiu a dois passes na velocidade menor, e quebrou antes mesmo de terminar o primeiro passe na velocidade de 12,0 mm/min.

Tabela 8 - Relação entre velocidade de extrusão e resistência do punção durante os passes:

Velocidade extrusão (mm/min)	Passe que ocasionou a quebra do punção
1,5	2
6,0	1
12,0	1

Os corpos de prova, bem como o canal da matriz, foram lubrificados com graxa de sulfeto de molibdênio (MoS_2) antes de cada passe das amostras.

Para a extrusão, foram utilizados 4 corpos de prova similares aos da Figura 27. Depois cada corpo de prova processado foi dividido em 7 partes a fim de se obter combinações diferentes de velocidade, número passes, tempo e temperatura de tratamento térmico, conforme esquema apresentado na Tabela 9.

Tabela 9 - Esquema da combinação de velocidade, número passes, tempo e temperatura de tratamento térmico das amostras utilizadas neste trabalho:

Amostra		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28
Velocidade Extrusão	1,5																												
	6																												
	12																												
Número de passes	1																												
	2																												
	s/tt																												
Tempo de Tratamento Térmico	7,5																												
	15																												
	30																												
	60																												
Temperatura de Tratamento Térmico	1000°C																												
	1200°C																												

4.3 TRATAMENTO TÉRMICO

Com o objetivo de avaliar o comportamento de recristalização e, conseqüentemente, refinamento de grão do aço dúplex severamente deformado por ECA, 24 amostras foram submetidas a tratamentos térmicos em vácuo no interior de tubos de quartzo de 10 mm de diâmetro. Para maior garantia da ausência de oxigênio em contato com as amostras, foram introduzidos cavacos de titânio metálico no interior do tubo.

Os primeiros tratamentos térmicos foram realizados a uma temperatura de 1200°C, por tempos de 15, 30 e 60 minutos, seguido de resfriamento a ar. A temperatura de 1200°C foi escolhida por estar fora da faixa de temperatura de fragilização do aço dúplex. Porém, após observar a microestruturas obtidas, conforme apresentado nas microestruturas da Figura 48, verificou-se um crescimento de grão exagerado. A partir daí, analisando o gráfico da figura 23⁴⁰ (Reick, Pohl e Padilha, 1998), optou-se por realizar tratamentos térmicos em uma temperatura um pouco menor que a primeira, 1000°C, por tempos menores: 7,5, 15 e 30 min. A opção de fixar nova temperatura e variar tempos de tratamento térmico foi em função do número limitado de amostras, pois os corpos de prova processados eram pequenos, devido ao tamanho do canal da matriz na qual foi realizada extrusão. Os tratamentos foram realizados num forno localizado no DEMA, da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

4.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

4.4.1 Preparação das amostras para metalografia

A metalografia foi utilizada para a verificação e constatação de fases presentes na microestrutura dos materiais. Para a análise metalográfica, as amostras foram embutidas em baquelite, lixadas manualmente com lixas de granulometria decrescente 400, 600 e 1200 mesh, e, em seguida polidas com pasta diamantada com granulometrias de 6µm e 1µm. O polimento foi finalizado utilizando solução de sílica coloidal.

Uma das vantagens da sílica coloidal é sua capacidade praticamente universal de aplicação e uma desvantagem desta técnica é a formação quase instantânea de um filme de sílica sobre a amostra. Esse filme deve ser lavado imediatamente após o polimento, ou sua remoção será quase impossível, mesmo após poucos segundos.¹⁶

Para o ataque químico, foi utilizado o reagente de Beraha, ou, ácido clorídrico diluído a 20% em água destilada com 1 grama de metabissulfito de potássio ($K_2S_2O_5$).

É importante observar que o ataque deve ser feito imediatamente após o polimento na sílica, dessa forma se obteve as melhores imagens, em curtos tempos

de ataque. O resultado ao microscópio são diferenças cristalinas evidenciadas em função da coloração seletiva do ataque químico. O papel do reagente químico neste ponto é de causar uma corrosão nos locais de maior energia e desordem, que são os contornos de grãos.

Após os ataques, as amostras foram visualizadas e fotografadas em microscópio ótico e microscópio eletrônico de varredura.

4.4.2 Microscopia Ótica

As análises por microscopia ótica foram realizadas em um microscópio ótico marca Olympus, modelo BX51 instalado no DEMA, da Universidade Estadual de Ponta Grossa. A microscopia ótica foi utilizada por permitir a análise de áreas grandes, isto é, estatisticamente representativas. Assim, as cinéticas de recristalizações e crescimento de grão podem ser determinadas por este método.³² Por esta técnica pode-se analisar as fases de ferrita e austenita das amostras preparadas para metalografia, conforme item 4.4.1.

4.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

As análises por microscopia eletrônica de varredura foram realizadas em um microscópio marca SHIMADZU, modelo SSX-550, instalado no DEMA da Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ao MEV pode ser acoplado o sistema de EDS (*Energy Dispersive System*), o qual possibilitou a determinação da composição qualitativa e semiquantitativa das amostras, a partir da emissão de raios X característicos.

4.4.4 Microdureza

Os ensaios de microdureza das amostras foram realizados no microdurômetro marca Shimadzu, modelo HMV-2, instalado no DEMA, da Universidade Estadual de Ponta Grossa, com o objetivo de avaliar o aumento de dureza e resistência mecânica conforme a deformação sofrida pelo material.

Também foram realizadas medidas de dureza Vickers nas amostras

tratadas, a fim de avaliar-se a influência do tempo de tratamento térmico do aço dúplex deformado severamente. As medidas foram efetuadas em um microdurômetro, aplicando-se na superfície das amostras um indentador de diamante na forma de uma pirâmide de base quadrada, com ângulo de 136° entre as faces. A carga utilizada para a aplicação do indentador foi de 1 kgf durante 10 segundos.

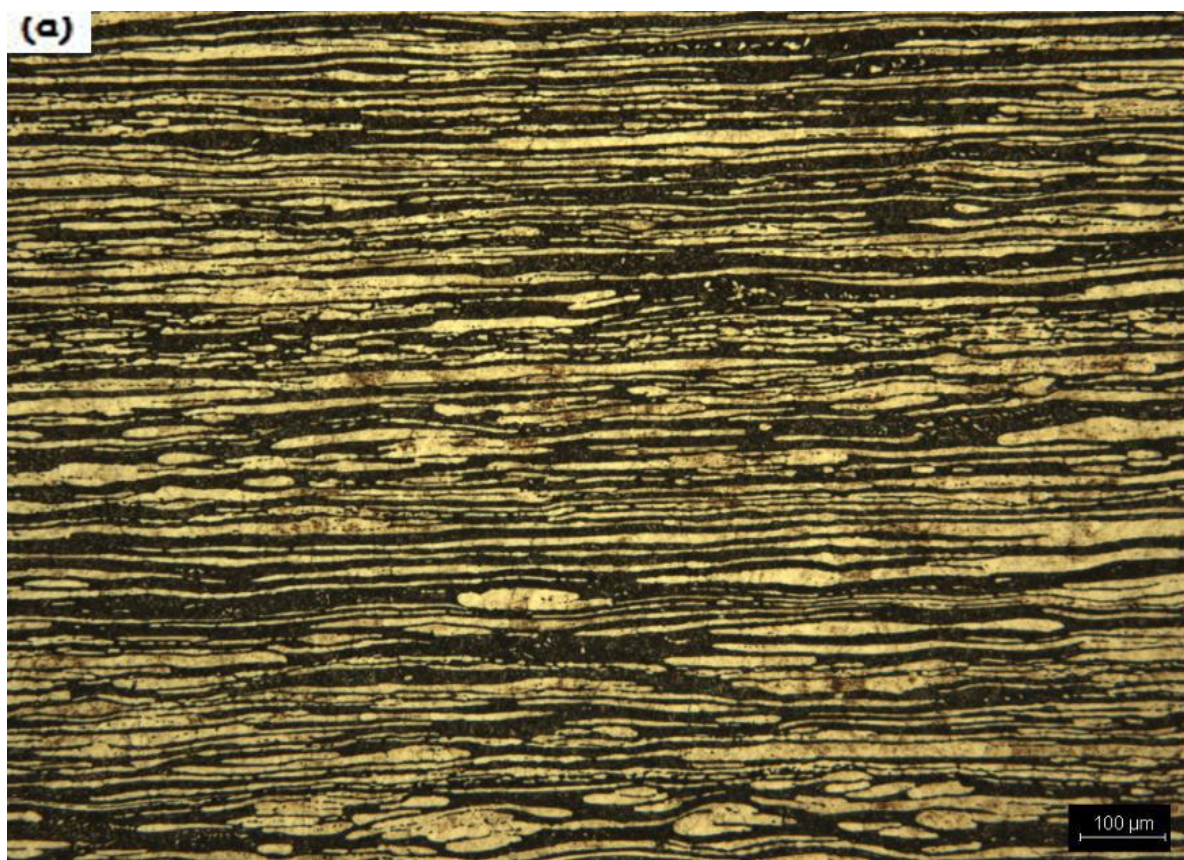
Foram realizadas de 20 a 40 medidas em cada uma das amostras. Esta variação foi em função do tamanho da amostra e da variação obtida durante a realização das medidas.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL COMO RECEBIDO

A microestrutura do aço dúplex como recebido é mostrada na Figura 31, que apresenta as faces: (a) longitudinal, (b) superior e (c) transversal, nas quais se observa os grãos achatados e alongados em função do processo de laminação. A região mais clara das imagens é a austenita sobre uma matriz ferrítica que é a região mais escura.

Antes do processamento também foi medida a microdureza Vickers de cada uma das faces do material. O resultado médio encontrado nas seções transversal e longitudinal foi $257\text{HV}\pm 15$, concordando com valores encontrados na literatura¹¹, enquanto que a face superior apresentou dureza média de 30. A dispersão encontrada durante a realização das medidas de estão apresentadas no gráfico da Figura 34.



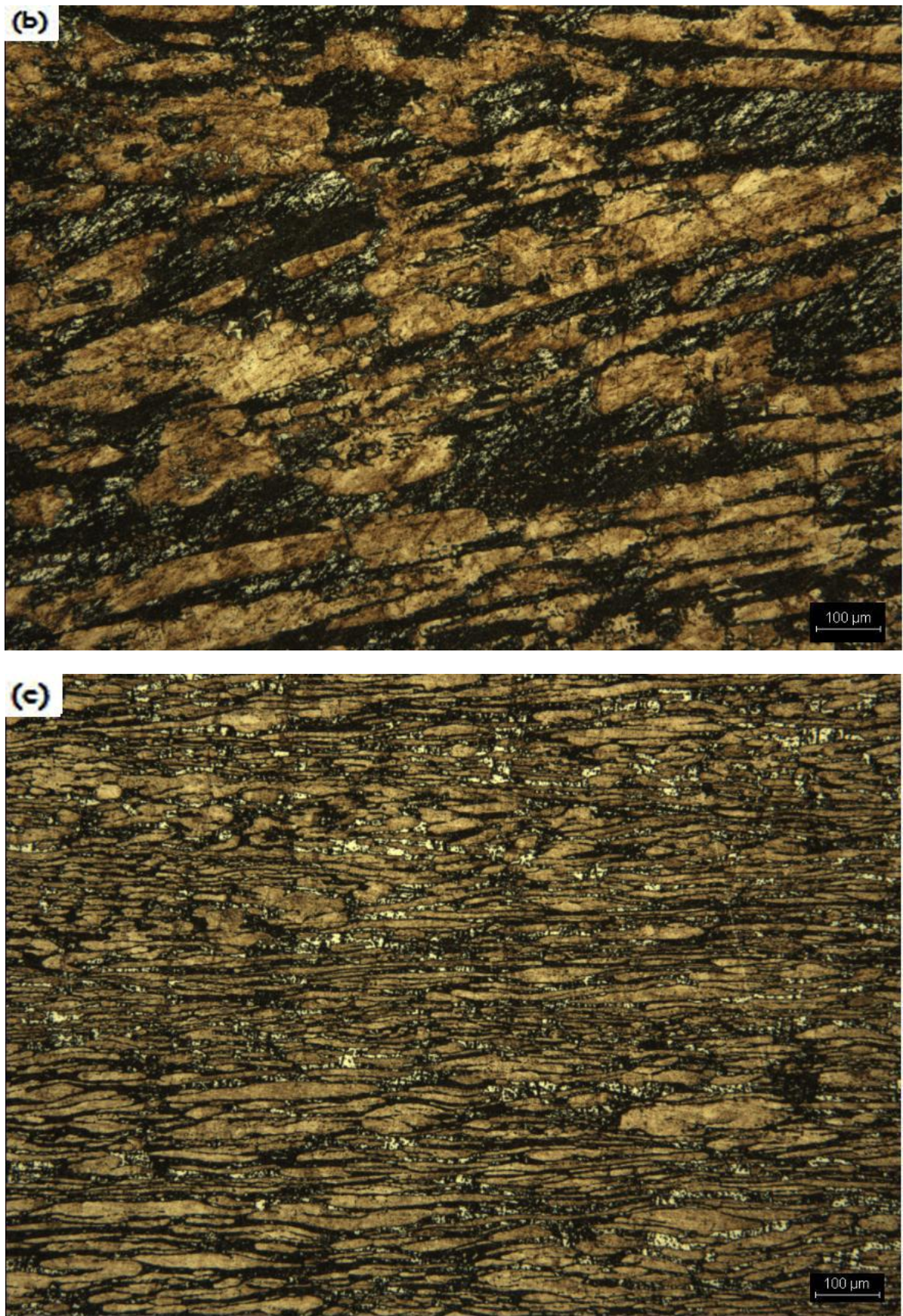


Figura 31 - Microscopia ótica do aço inoxidável dúplex, como recebido nas direções: (a) longitudinal, (b) superior e (c) transversal. Região clara: austenita. Região escura: matriz ferrítica.

A Figura 32 mostra as mesmas imagens da Figura 31, mas desta vez tridimensionalmente e indicando a direção de laminação:



Figura 32 - Apresentação tridimensional da microestrutura do aço inoxidável dúplex, como recebido, nas direções: (a) longitudinal, (b) superior e (c) transversal. Região clara: austenita. Região escura: matriz ferrítica.

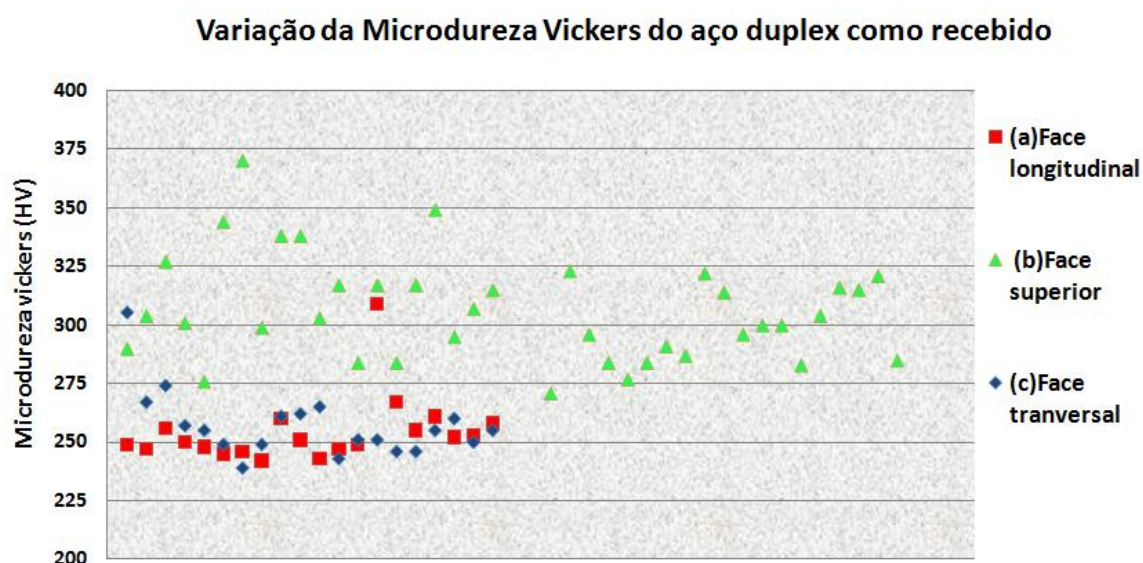


Figura 33 – Dispersão encontrada nas medidas de microdureza, em cada uma das faces do aço duplex como recebido. As letras (a), (b) e (c), correspondem às seções apresentadas na Figura 32.

5.2 CARACTERIZAÇÃO DA TENSÃO PROCESSAMENTO

As informações referentes ao comportamento da tensão atingida durante a extrusão foram calculadas em função da força de compressão aplicada sobre a área da seção transversal dos corpos de prova durante o processamento das amostras de aço inoxidável dúplex por ECA. O resultado está apresentado no gráfico da 33, que mostra o desenvolvimento de níveis de resistência de quase 3 GPa.

É evidente no gráfico da Figura 34, que a tensão aumenta com o aumento da velocidade de extrusão, atingindo mais de 2GPa na menor velocidade de processamento, e chegando a atingir quase 3GPa, quando a extrusão foi realizada a 12 mm/min. A velocidade de extrusão, portanto, é dos fatores importantes a serem considerados ao projetar a matriz para o processamento.

No gráfico observa-se que o deslocamento máximo do corpo de prova foi de 22 mm. Este ajuste foi feito a fim de evitar que o punção atingisse a parede do canal da matriz.

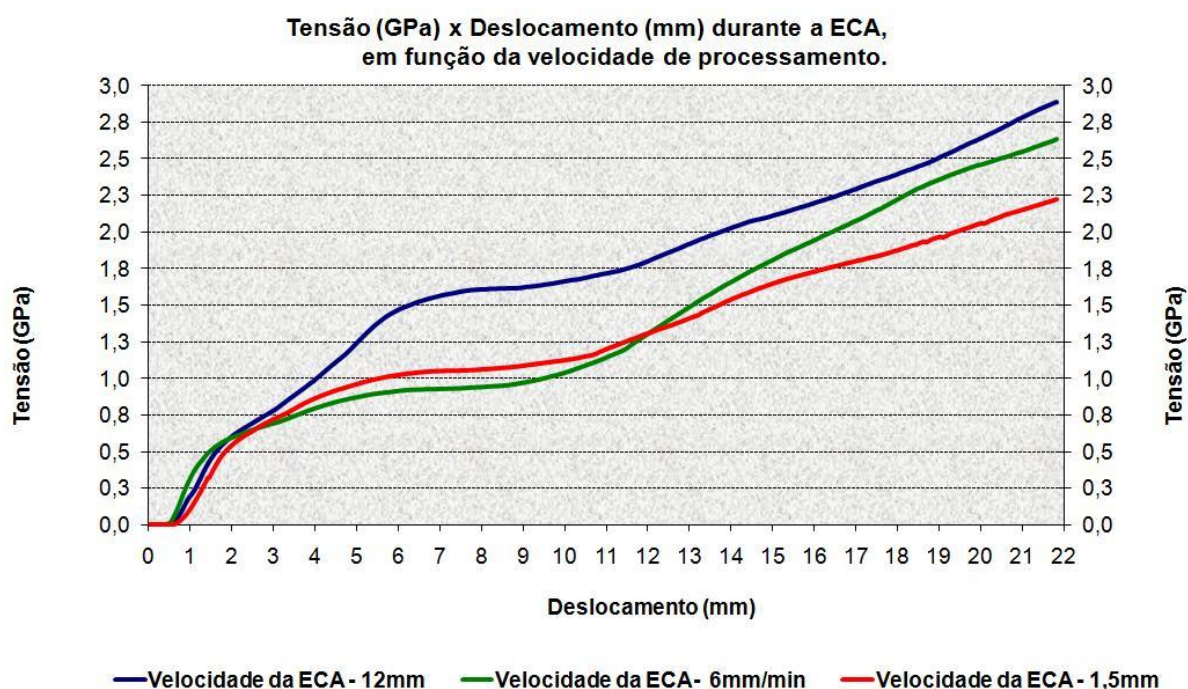


Figura 34 - Gráfico de tensão em função do deslocamento durante a ECA do aço inoxidável duplex com velocidades de 1,5, 6,0 e 12 mm/min.

Observa-se também o aumento contínuo da tensão ao longo de todas as curvas, indicando que o atrito gerado entre o material e a superfície do canal de saída contribui para tensão final de processamento. Com o aumento da porção do corpo de prova presente no canal de saída, durante o processamento, aumenta a área de contato entre as superfícies do aço processado e das paredes do canal da matriz, aumentando a contribuição do atrito na tensão atingida. A presença da elevada força de atrito existente também pode ser verificada no momento de remoção do corpo de prova do canal da matriz após o processamento.

Convém destacar que estes elevados valores de tensão estão próximos dos limites de utilização dos aços ferramentas utilizados na confecção dos punções do presente trabalho (M2 e D2), o que resultou em varias quebras e necessidade de substituição.

Outro ponto importante a ser considerado é o número de passes aplicado. Analisando o gráfico da Figura 35 observar-se que durante o segundo passe da extrusão realizada a 1,5 mm/min., a tensão atingida aumentou em torno de 18% em relação ao primeiro passe. Ou seja, a força necessária para promover a deformação

no segundo passe foi maior em função do encruamento causado pelo passe anterior. Dados da literatura mostram que o aumento da tensão de processamento não aumenta continuamente com o número de passes e tendem a estabilizar após a saturação da capacidade de encruamento do material^{22,28}

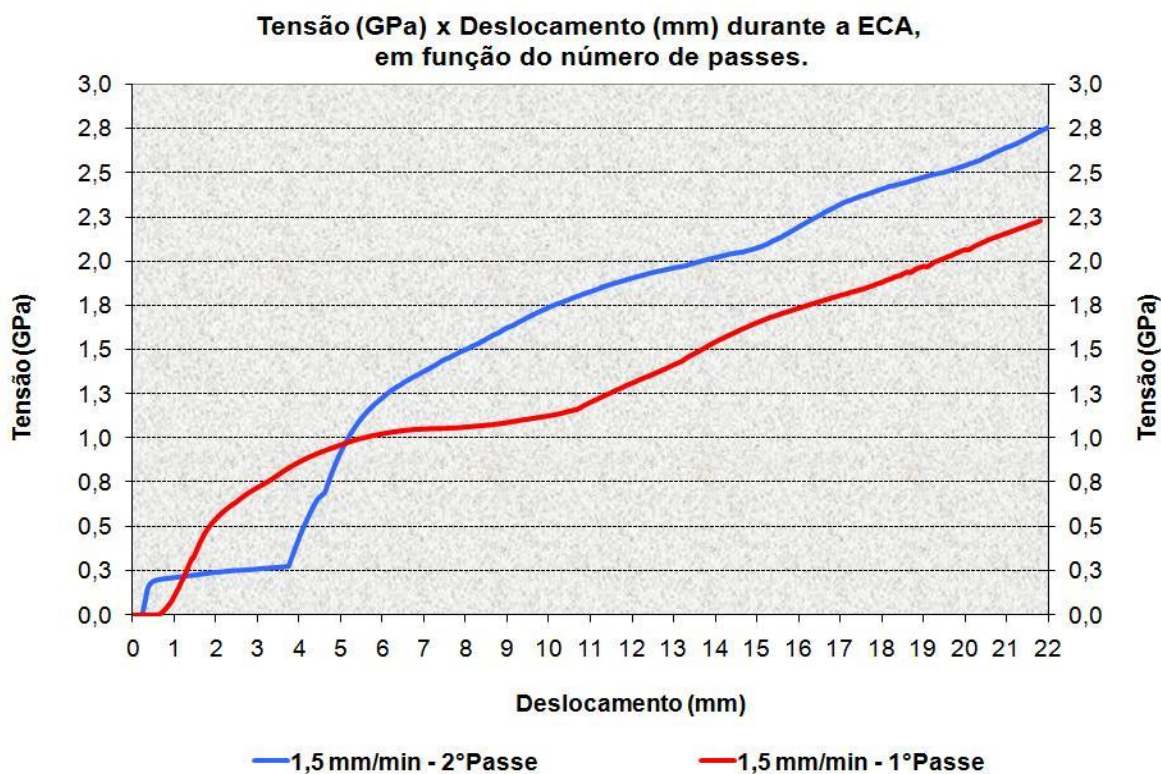


Figura 35 - Gráfico de tensão em função do deslocamento durante a ECA do aço inoxidável duplex com velocidade de 1,5 mm/min.

Em ambos os casos observa-se o aumento contínuo da tensão de extrusão em função do atrito do corpo de prova com a matriz no canal de saída. A atuação desta força de atrito é muito significativa em qualquer tipo de processo de conformação e está associado à geração de heterogeneidades de deformação microscópica e macroscópica.

5.3 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL PROCESSADO

5.3.1 Avaliação da microdureza

Após o processamento do aço inoxidável dúplex por ECA, foram medidas microdureza Vickers das amostras. O resultado médio encontrado na seção transversal da região central das amostras processadas com velocidades de 1,5, 6,0 e 12 mm/min., está demonstrado no gráfico da Figura 36, o qual mostra que todas as velocidades de processamento utilizadas promoveram elevados níveis de dureza. Nota-se que a maior dureza foi alcançada quando a extrusão foi realizada a 6,0 mm/min., situação em que a microdureza Vickers aumentou em torno de 64% em relação à microdureza do material como recebido, mas todas as velocidades utilizadas apresentam resultados próximos com variações menores que 4% em relação à média entre elas. A dispersão dos resultados encontrados na medição da microdureza do aço duplex processado por ECA em função das velocidades de processamento está apresentada no gráfico da Figura 37.

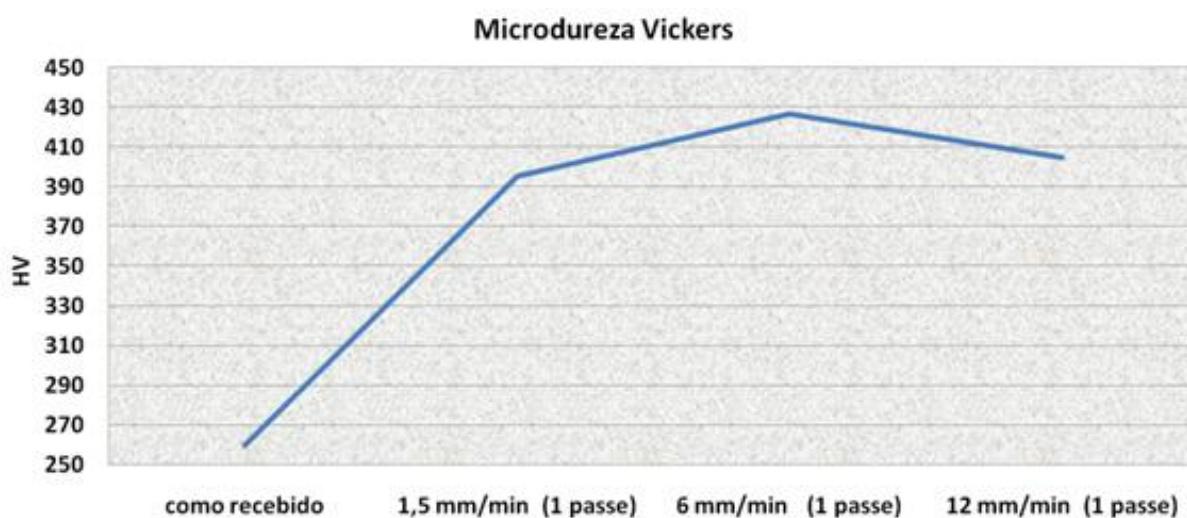


Figura 36 - Caracterização da microdureza das amostras de aço inoxidável dúplex, processadas por ECA em função da velocidade de processamento.

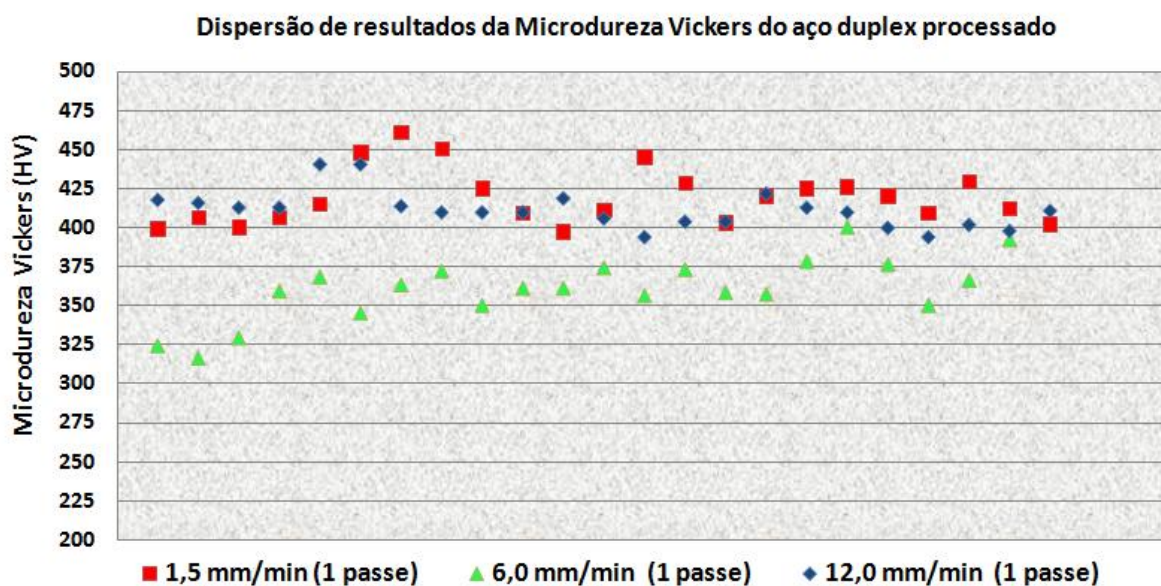


Figura 37 - Dispersão dos resultados encontrados na medição da microdureza Vickers do aço duplex processado por ECA em função da velocidade de processamento.

Dados obtidos para liga de Alumínio 7050-T7451 processada em Canal Angular a temperatura ambiente, conforme mostra o gráfico da Figura 38³⁹, indicam que a velocidade de processamento pode ter grande influência na dureza. Além disso, assim como mostrado na Figura 36, para o aço inoxidável duplex, verifica-se na Figura 38 a presença de dois patamares de dureza em função da velocidade de processamento o que indica a atuação de diferentes mecanismos e sistemas de deformação, promovendo diferentes níveis de encruamento. Assim, a velocidade de 1,5 mm/min é um valor crítico, tanto na extrusão do aço duplex como do alumínio aeronáutico 7050-T7451, na qual ocorre uma mudança nesses mecanismos.³⁹

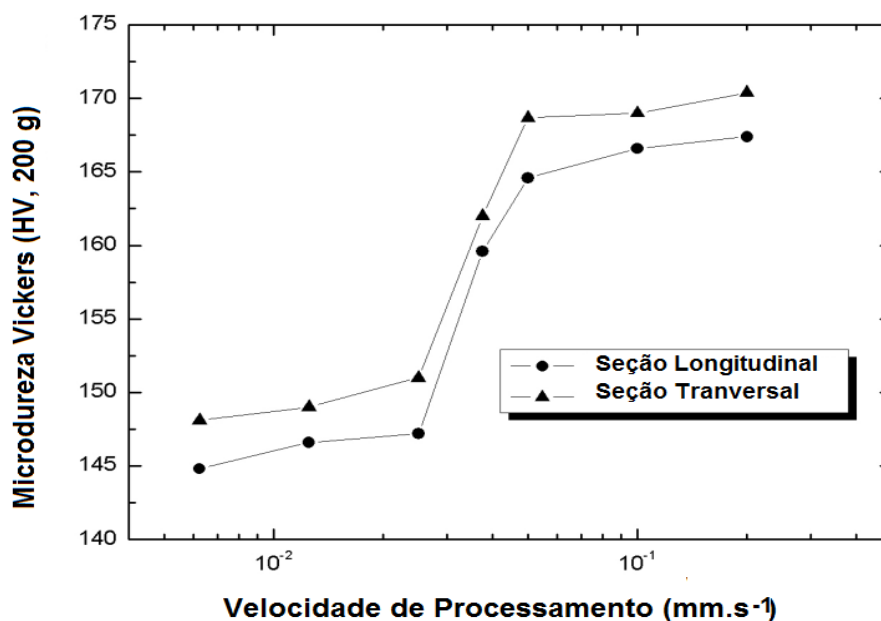


Figura 38 - Caracterização da microdureza da liga de Alumínio 7050-T7451 em função da velocidade de processamento em Canal Angular ³⁹

A pequena diferença, menor que 4%, encontrada entre os valores de dureza na Figura 36, pode estar relacionada aos mesmos sistemas atuantes para a faixa de velocidade investigada. Convém destacar que os aços inoxidáveis dúplex são compostos por duas fases, as quais apresentam estruturas ferríticas (cúbica de corpo centrado) e austeníticas (cúbica de face centrada), e estas estão associadas a diferentes sistemas de deslizamento.

O gráfico da Figura 39 apresenta uma comparação interessante entre o aço duplex processado por ECA e o mesmo aço processado por laminação a frio: mesmo o menor aumento de microdureza atingido, cerca de 52%, quando utilizada a velocidade de 1,5 mm/min. para a ECA, ainda é maior que o valor atingido durante a laminação a frio do mesmo aço dúplex, que foi cerca de 35%.⁴⁰ Esta diferença se torna ainda mais acentuada após o segundo passe, totalizando quase o dobro de aumento da dureza do aço laminado a frio.

O motivo do aumento da dureza do aço dúplex processado é o elevado grau de encruamento atingido, próximo a 1, devido a severidade de deformação durante a ECA. Além disso, ambas as fases deste tipo de aço apresentam alta densidade de discordâncias e outros defeitos após o processamento.

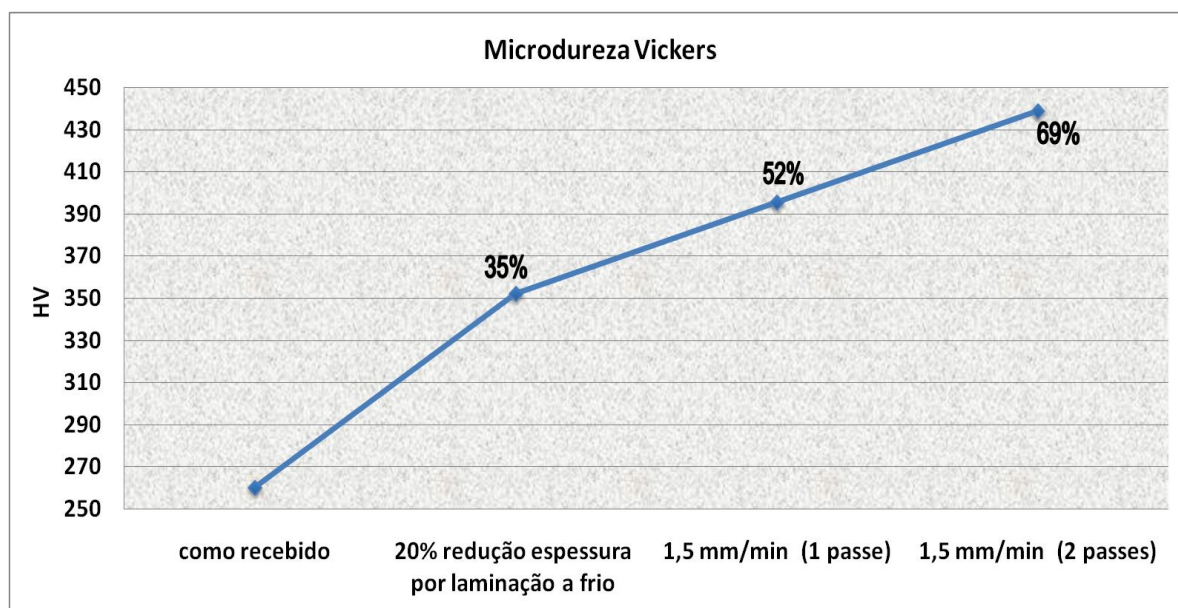


Figura 39 - Gráfico da microdureza das amostras de aço inoxidável dúplex, como recebido, laminado a frio e processado por ECA com 1 e 2 passes com a mesma velocidade de processamento.

5.3.2 Avaliação da evolução microestrutural

A Figura 40 mostra o corpo de prova da Figura 27 deformado após ser processado com um passe por ECA a uma velocidade 1,5 mm/min. e a temperatura ambiente.

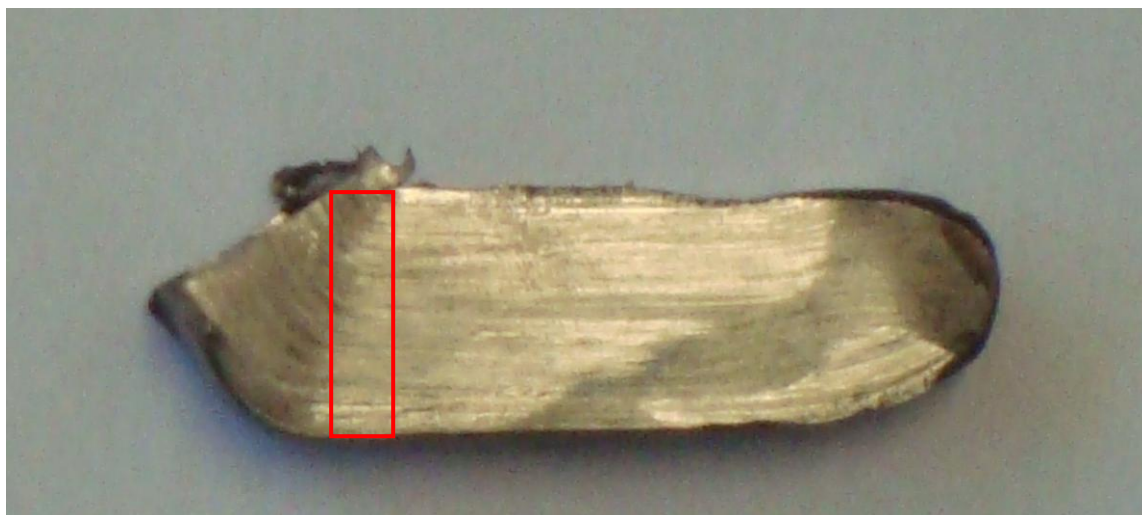


Figura 40 - Corpo de prova após um passe no processamento por ECA

A Figura 41 mostra a microscopia ótica da região da seção longitudinal em destaque na Figura 40. Na Figura 41 destacam-se três regiões distintas pela

morfologia de grãos conforme apresentados em destaque na figuras posteriores. Sendo que em uma grande extensão desta seção observam-se os grãos alongados disposto a 45° em relação à orientação inicial, conforme Figura 32.

Entre as sucessivas mudanças sofridas pelo aço dúplex durante a deformação plástica, pode se observar a mudança no formato dos grãos, os quais se tornam mais alongados, bem como aumento na área total dos contornos de grão. Na Figura 41 é evidente o aumento do encruamento durante a deformação por cisalhamento, indicado pelo aumento de microdureza Vickers, além do aspecto dos grãos, extremamente deformados.

Observa-se na parte superior da seção (mais próxima ao ângulo de curvatura, Φ), destacada na Figura 42, uma aparente menor deformação dos grãos em relação as demais regiões. Nesta região tem início o processo de orientação dos grãos para a orientação dominante na seção, conforme mostra a Figura 43. Esta figura destaca a região intermediária da seção, que apresenta homogeneidade morfológica de grãos e representa aproximadamente 90% da área total da Figura 41. O aspecto da parte inferior da microestrutura da Figura 41, destacada na Figura 44, mostra que esta região está sujeita a maior atuação das forças de atrito entre o material processado e a parede inferior do canal da matriz. Na Figura 44, pode se observar em um faixa próxima a superfície, grãos com uma grande severidade de deformação, o que mostra atuação de forças de atrito extremamente elevadas. Observa-se ainda uma região a aproximadamente $300\mu\text{m}$ da superfície uma faixa mais escura com uma severidade ainda mais acentuada de deformação que foi ocasionada pela força de atrito. Isto ocorre devido o efeito das tensões aplicadas nas superfícies de sólidos não se propagar indefinidamente pôr todo volume sob solicitação. Desta forma, as tensões de atrito superficiais são sentidas até a profundidade limitada do material. Em consequência deste atrito é que o fluxo de material sofre restrições nas regiões afetadas pelo atrito, estabelecendo uma heterogeneidade de deformação⁴¹, a qual pode ser observada pela diferença de deformação dos grãos na seção longitudinal da Figura 44. Os valores de dureza verificados nesta faixa atingem patamares muito superiores aos apresentados em média no restante da seção.

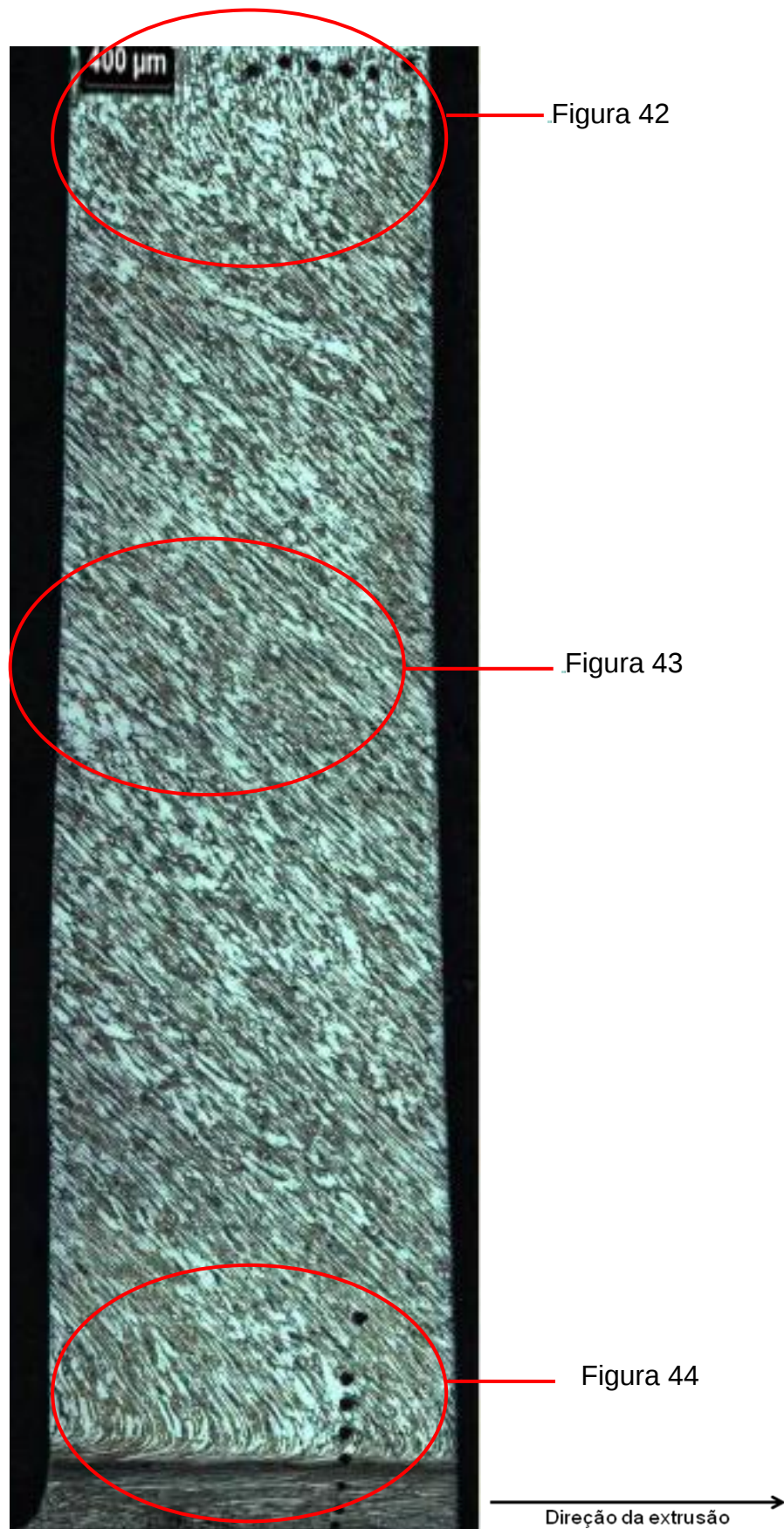


Figura 41 - Seção longitudinal do corpo de prova do aço inoxidável dúplex durante a passagem pelo canal da matriz de ECA. Velocidade de processamento 1,5 mm/min.

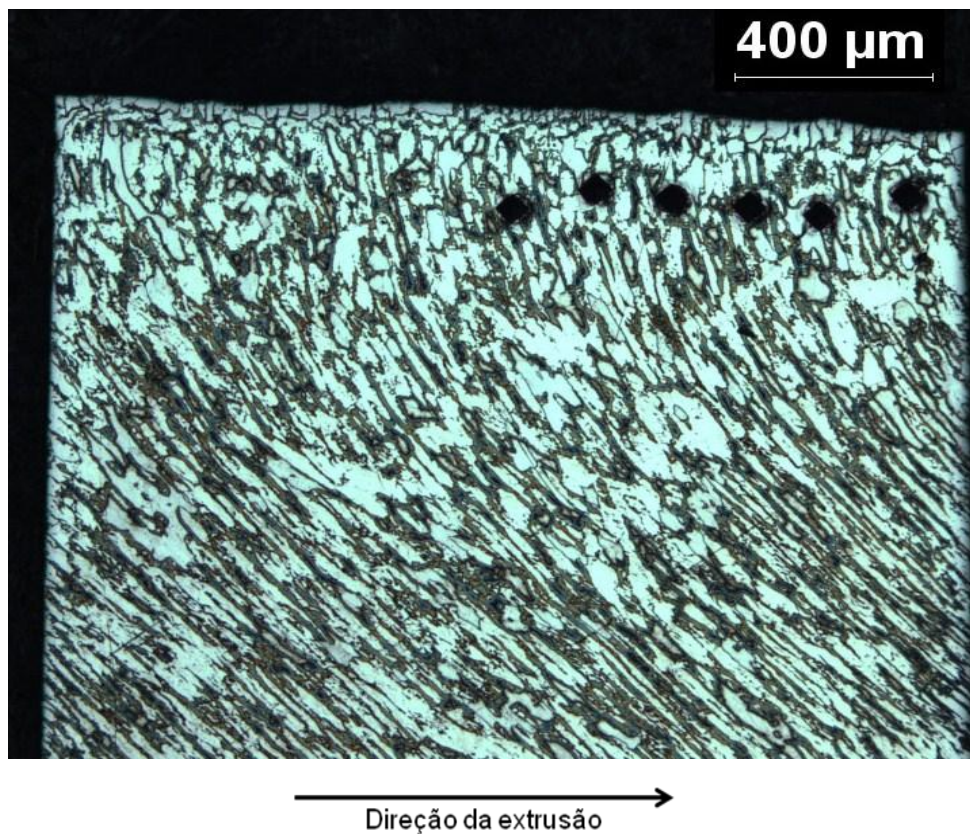


Figura 42 - Detalhe superior da seção longitudinal do corpo de prova do aço inoxidável dúplex durante a passagem pelo canal da matriz de ECA. Velocidade de processamento 1,5 mm/min.

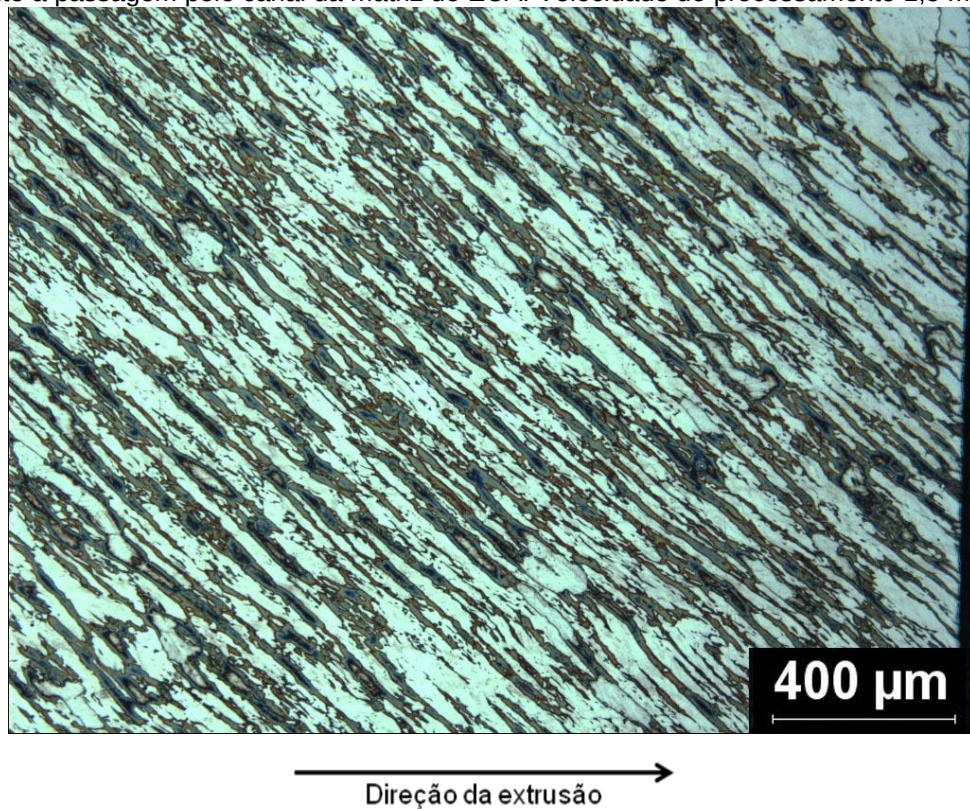


Figura 43 - Detalhe intermediário da seção longitudinal do corpo de prova do aço inoxidável dúplex durante a passagem pelo canal da matriz de ECA. Velocidade de processamento 1,5 mm/min.

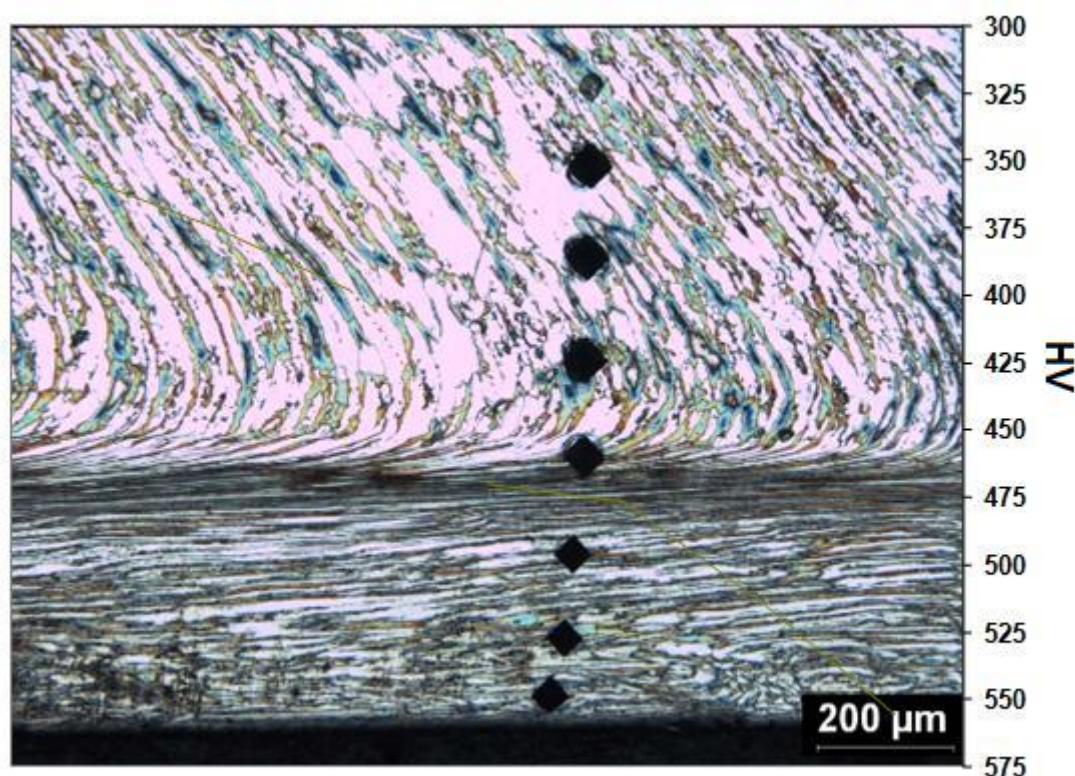


Figura 44 - Detalhe inferior da seção longitudinal o corpo de prova do aço inoxidável dúplex durante a passagem pelo canal da matriz de ECA com velocidade de processamento 1,5 mm/min, mostrando também, à direita, a evolução dos valores da microdureza.

A seguir são apresentadas as seções das direções transversais e longitudinais a direção de processamento das amostras. A figura 45 mostra a microscopia ótica do aço inoxidável dúplex processado por ECA com velocidade de 1.5 mm/min. Como citado anteriormente a seção longitudinal exibiu um grande alongamento e reorientação de grãos. A seção transversal, por sua vez, não apresentou mudança de orientação de grãos, mas em função do grande alongamento verificado na seção longitudinal resultou também num refino de grãos.

Este mesmo comportamento foi verificado na Figura 46 e Figura 47, que mostram as seções longitudinais e transversais do mesmo aço dúplex processado por ECA com velocidades de 6,0 mm/min. e 12,0 mm/min., respectivamente.

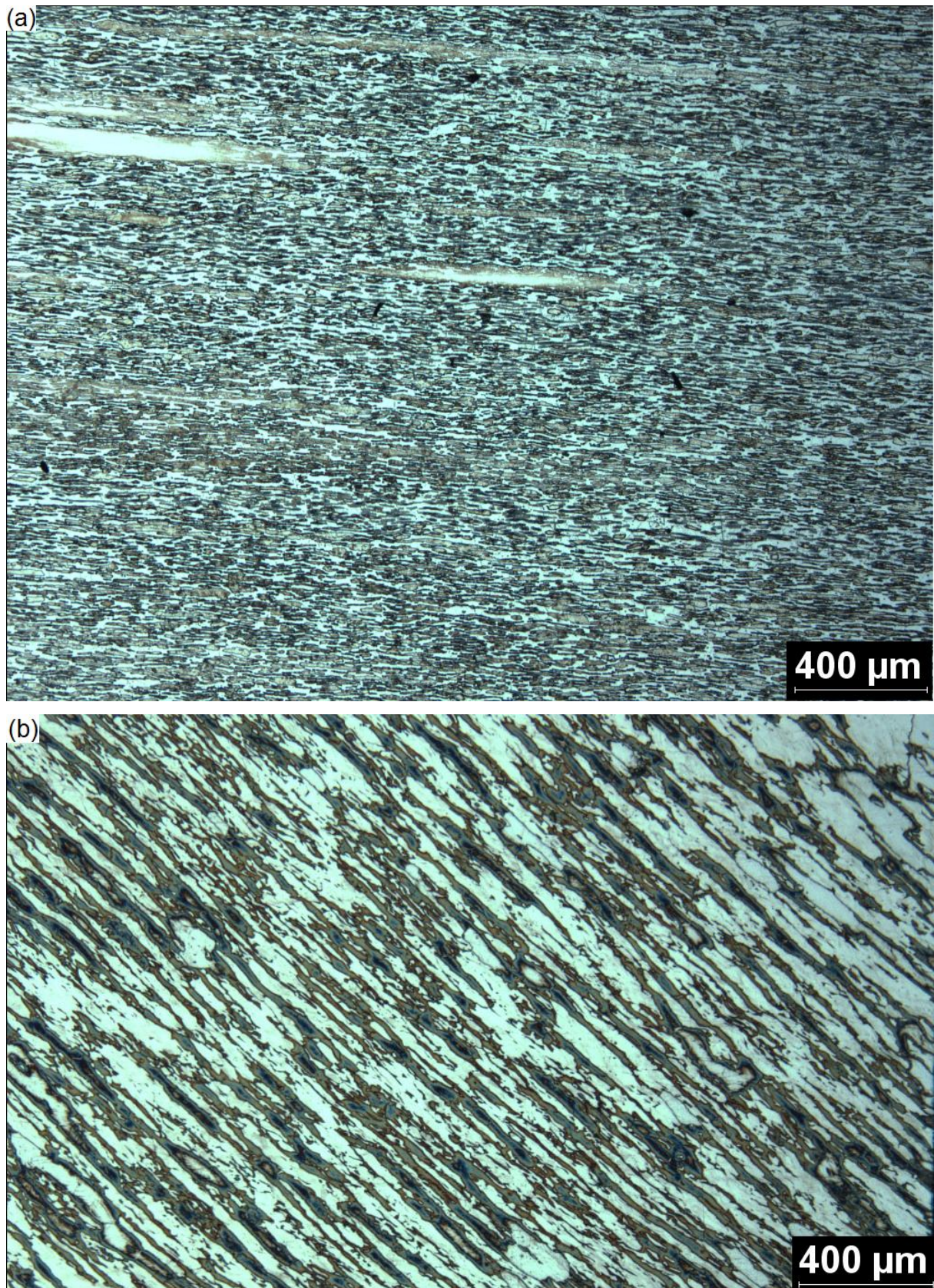


Figura 45 - Microscopia ótica do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA com 1 passe a 1.5 mm/min., a temperatura ambiente e sem tratamento térmico. Ataque com reagente Behara.
(a) direção transversal (b) direção longitudinal.

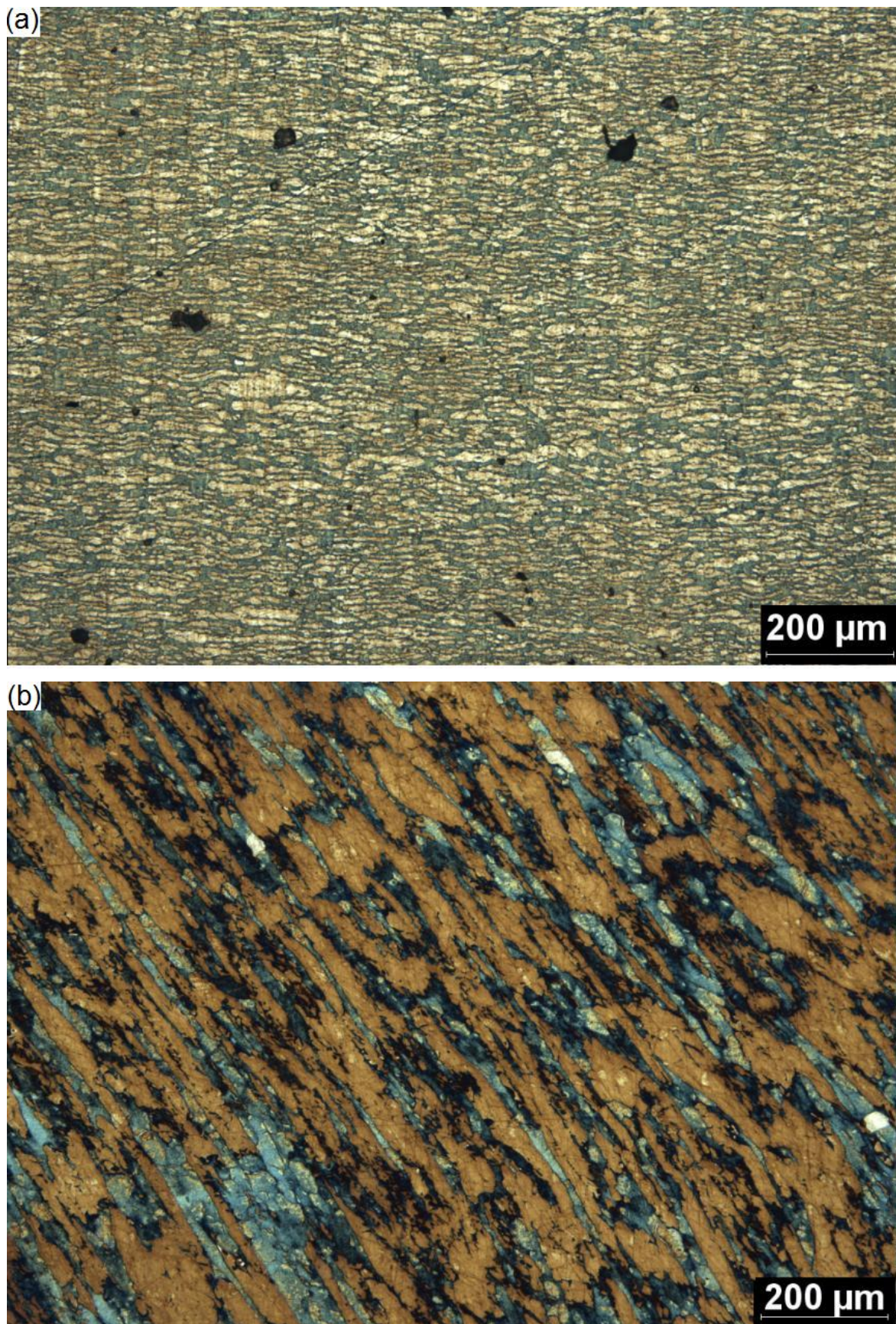


Figura 46 - Microscopia ótica do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA com 1 passe a 6.0 mm/min., a temperatura ambiente e sem tratamento térmico. Ataque com reagente Behara.
(a) direção transversal (b) direção longitudinal.

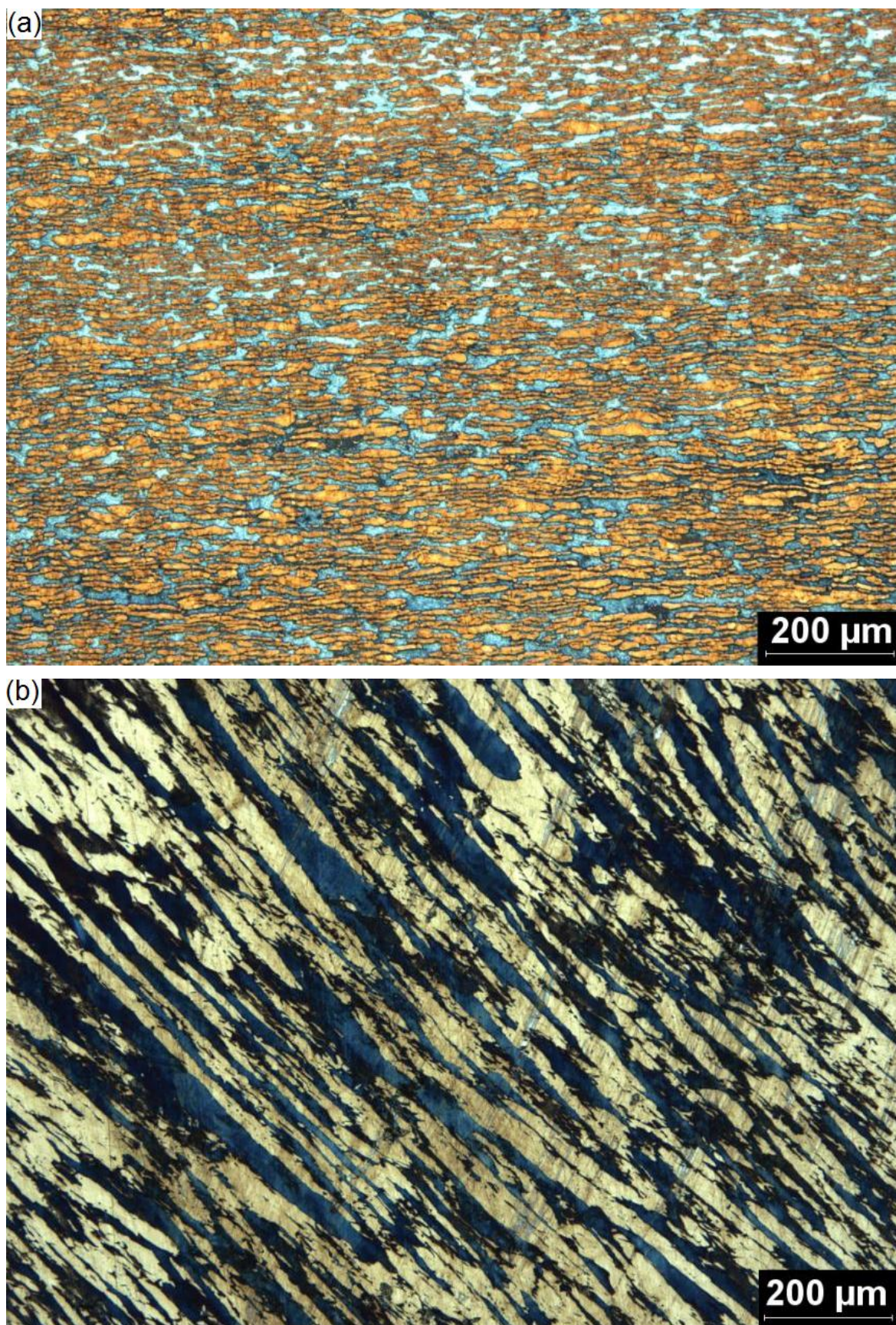


Figura 47 - Microscopia ótica do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA com 1 passe a 12.0 mm/min., a temperatura ambiente e sem tratamento térmico. Ataque com reagente Behara. (a) direção transversal (b) direção longitudinal.

5.3.3 Análise microestrutural das amostras tratadas a 1200°C.

Imediatamente após tratadas termicamente a 1200°C, as amostras processadas apresentaram em sua superfície uma estrutura composta por grãos grosseiros e coloridos visíveis a olho nu e sem nenhuma preparação metalográfica, conforme mostra a Figura 48 (a), (b) e (c), relativa às amostras processadas por 1,5 mm/min. e tratadas termicamente por 15, 30 e 60 minutos, respectivamente.

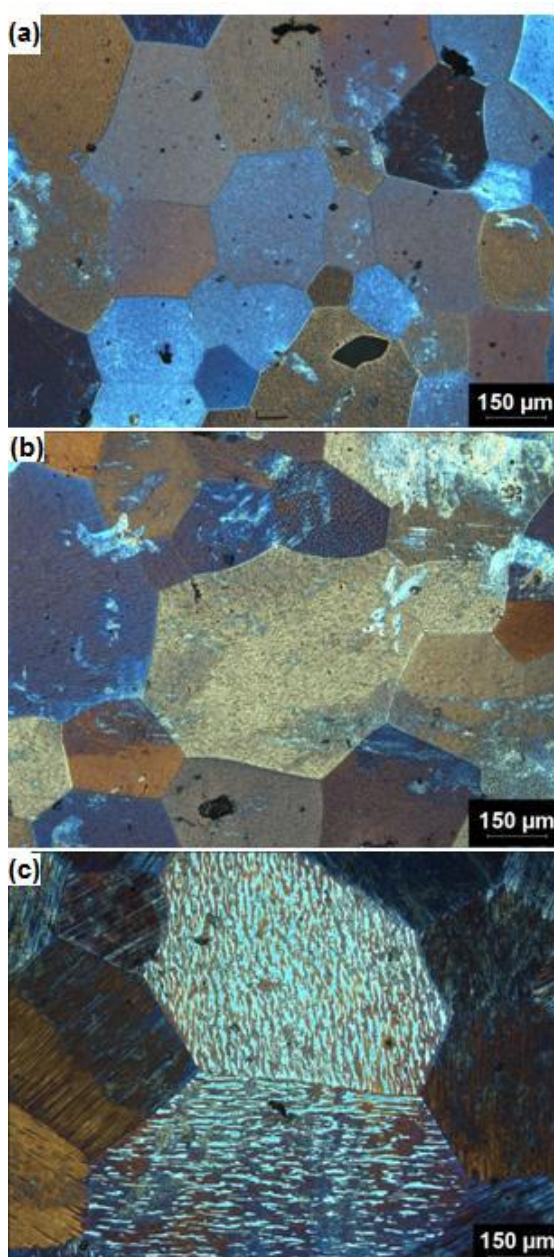


Figura 48 - Microestrutura da superfície resultante das amostras processadas por ECA a velocidade de 1,5 mm/min., tratadas termicamente a 1200°C por (a) 15 (b)30 e (c)60 minutos e sem nenhum tipo de preparação metalográfica.

Estas microestruturas foram avaliadas no microscópio eletrônico de varredura e as imagens obtidas estão apresentadas em aumentos de 2000 e 8000 vezes na Figura 49, Figura 50 e Figura 51, relativas à Figura 48 (a), (b) e (c), respectivamente.

A seqüência de imagens feitas no MEV indica, em função do tempo de tratamento térmico, a seqüência de formação da estruturas compostas por pequenas superfícies formando ângulos bem definidos entre si. Nota-se ainda que estas superfícies tendem a formar ângulos bem próximos de 90° e 120°, conforme mostra a Figura 50 (a).

As amostras processadas a 6,0 mm/min. e 12 mm/min. também foram analisadas no MEV e as imagens obtidas estão apresentadas em aumentos de 2000 e 8000 vezes nas Figura 52, Figura 53 e Figura 54, relacionadas às amostras processadas a 6,0 mm/min. e tratadas por 15, 30 e 60 minutos, respectivamente. E as figuras 54, 55 e 56 relacionadas às amostras processadas a 12 mm/min. e tratadas por 15, 30 e 60 minutos, respectivamente.

Analisando as microestruturas resultantes para as três velocidades de processamento, verifica-se que a formação das estruturas são mais rápidas quando o material é processado a 1,5mm/min. As microestruturas inicialmente obtidas após 15 minutos de tratamento térmico, conforme Figura 49, Figura 52 e Figura 55, apresentam comportamentos semelhantes no que diz respeito a recristalização. Mas, aumentando-se o tempo de tratamento térmico para 30 minutos, as amostras processadas com velocidade mais baixa, de 1,5 mm/min., já começam a apresentar formação das estruturas com ângulos bem definidos entre si. Já as amostras processadas a velocidades maiores, somente apresentam microestruturas semelhantes a Figura 50 após 60 minutos de tratamento térmico a mesma temperatura de 1200°C. Este fato pode estar associado à quantidade de sistemas de deslizamento ativados nas diferentes taxas de deformação. Taxas de deformação mais altas poderiam ativar apenas os sistemas de deslizamento mais favoráveis, enquanto que em menores taxas de deformação, sistemas de deslizamento menos favoráveis também podem ser ativados. Ambas as situações não tem grande influência no encruamento após a deformação a frio, mas maiores taxas de deformação promovem maior dificuldade de processamento.

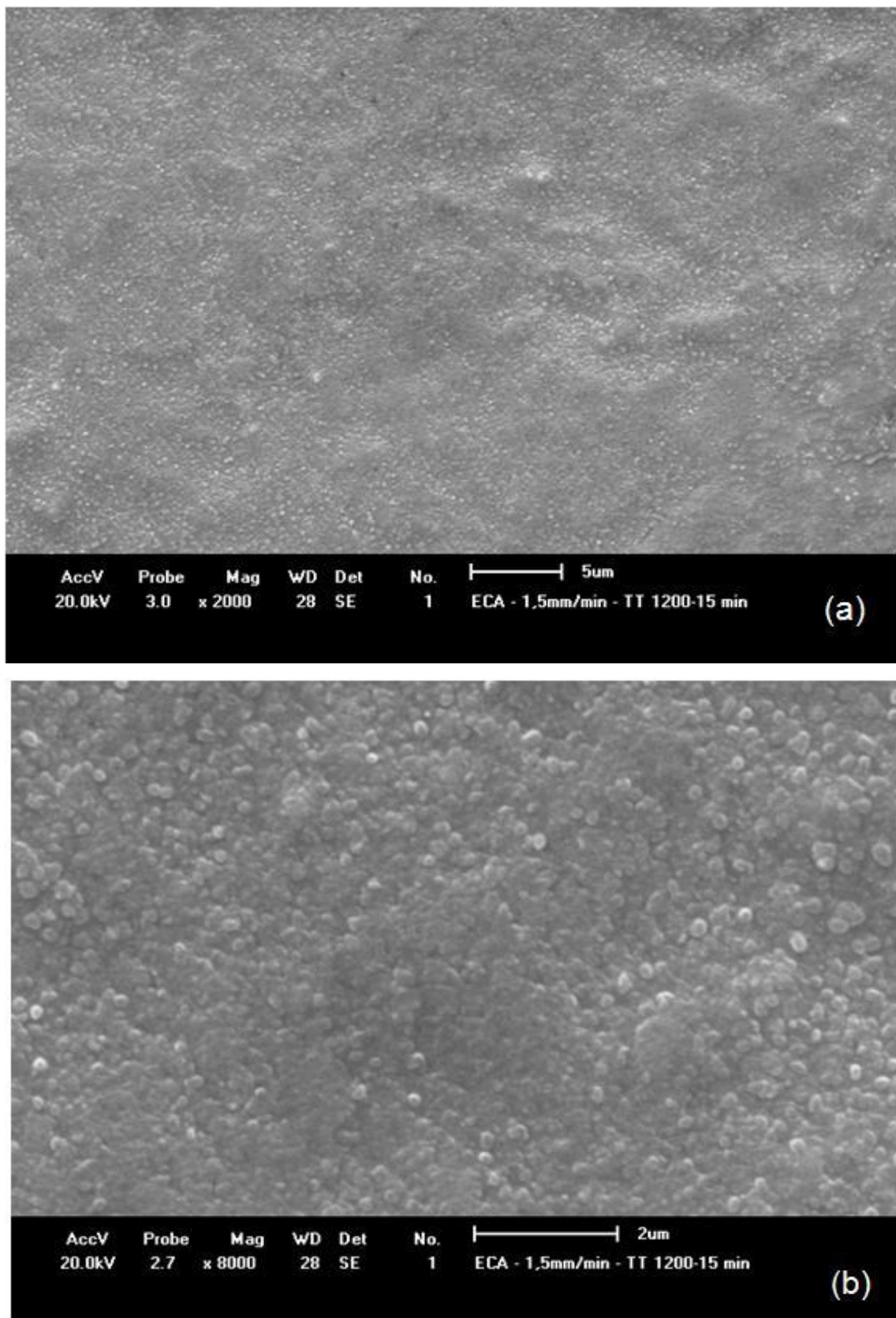


Figura 49 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 1.5mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 15 min. (a)2000x (b)8000x

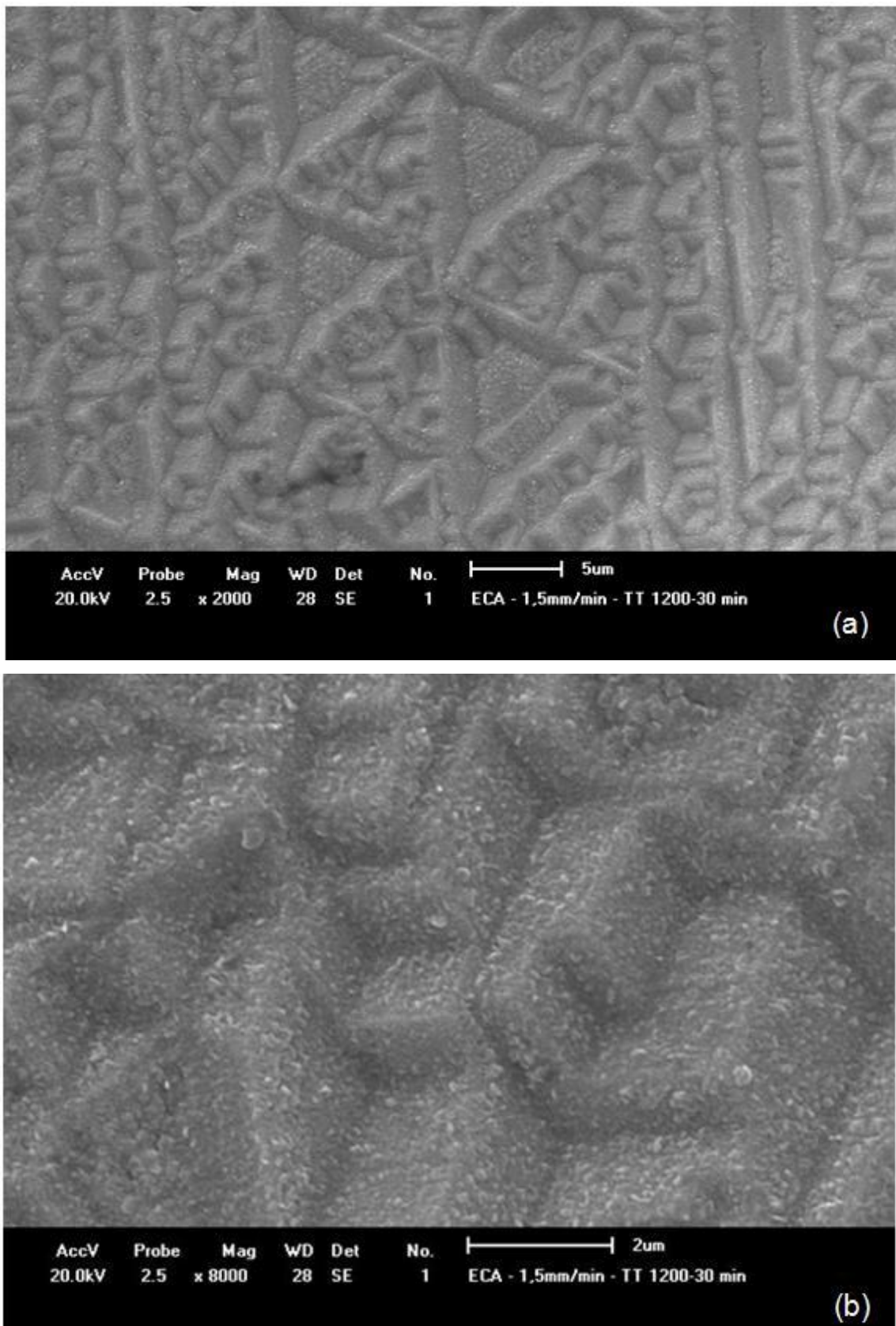


Figura 50 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 1.5mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 30 min. (a)2000x (b)8000x

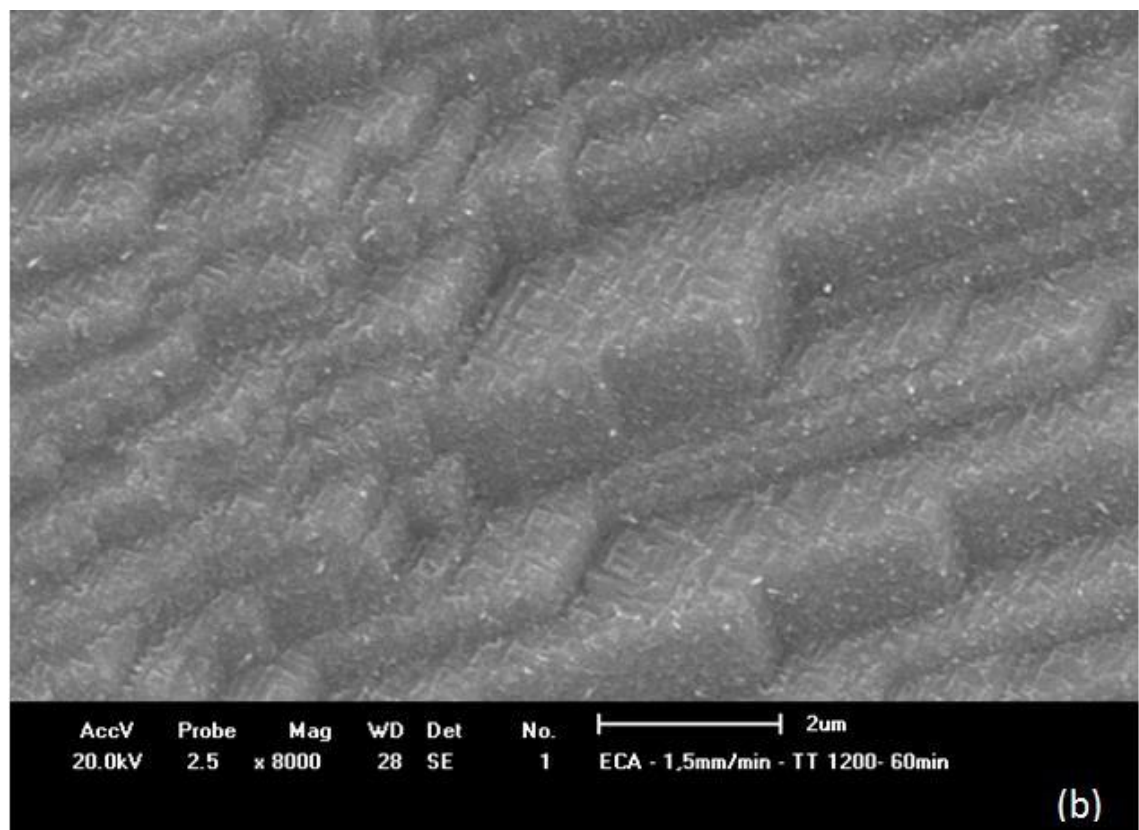
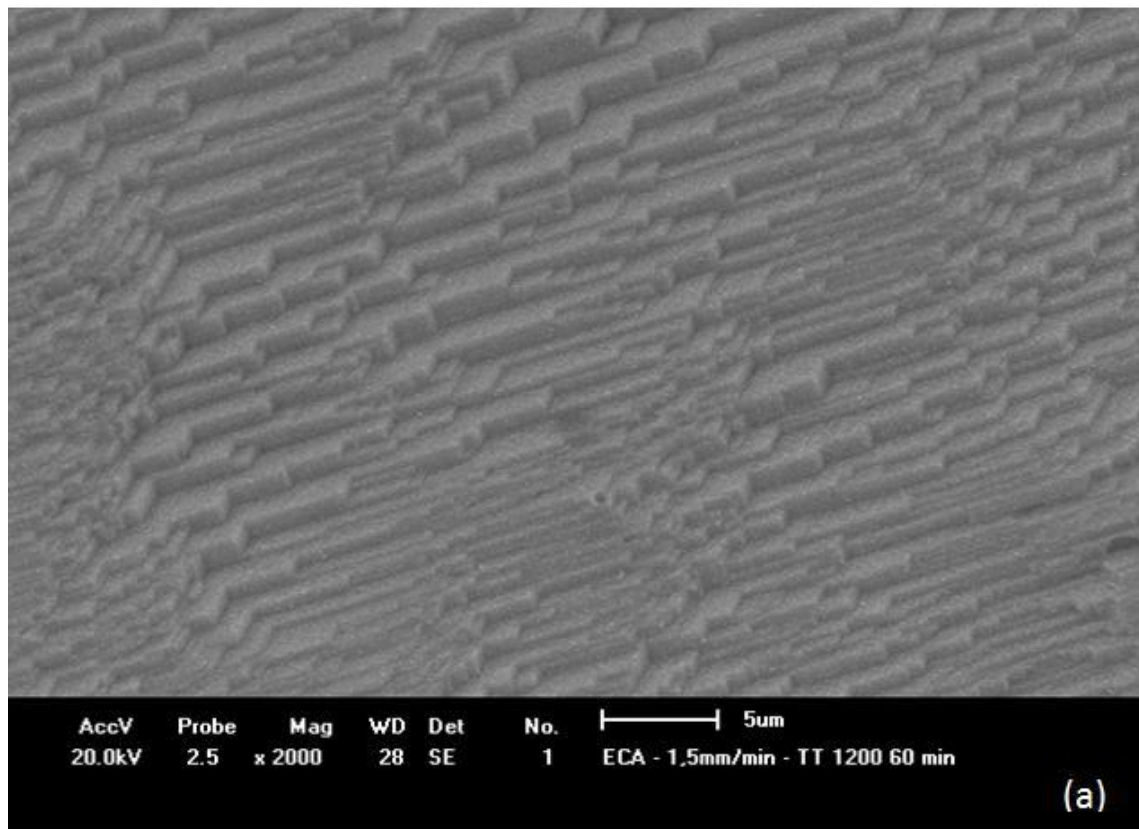


Figura 51 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 1.5mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 60 min. (a)2000x (b)8000x

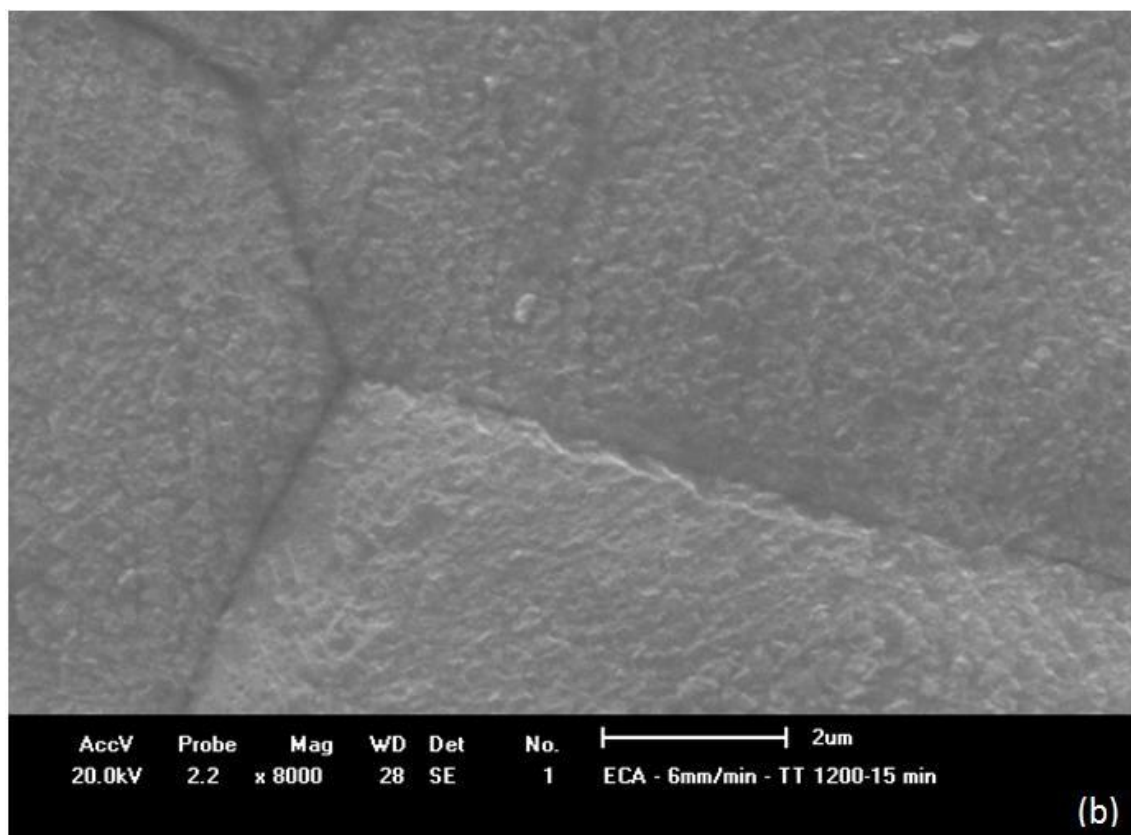
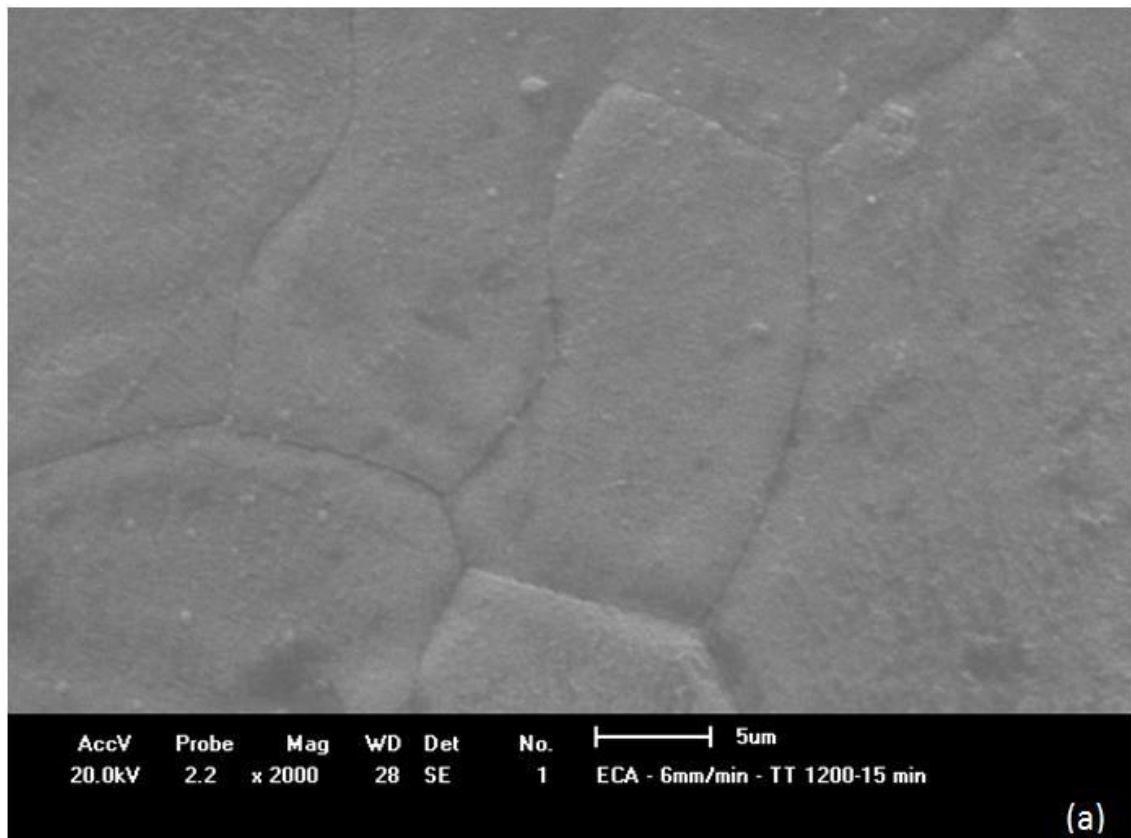


Figura 52 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 6,0 mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 15 min. (a)2000x (b)8000x

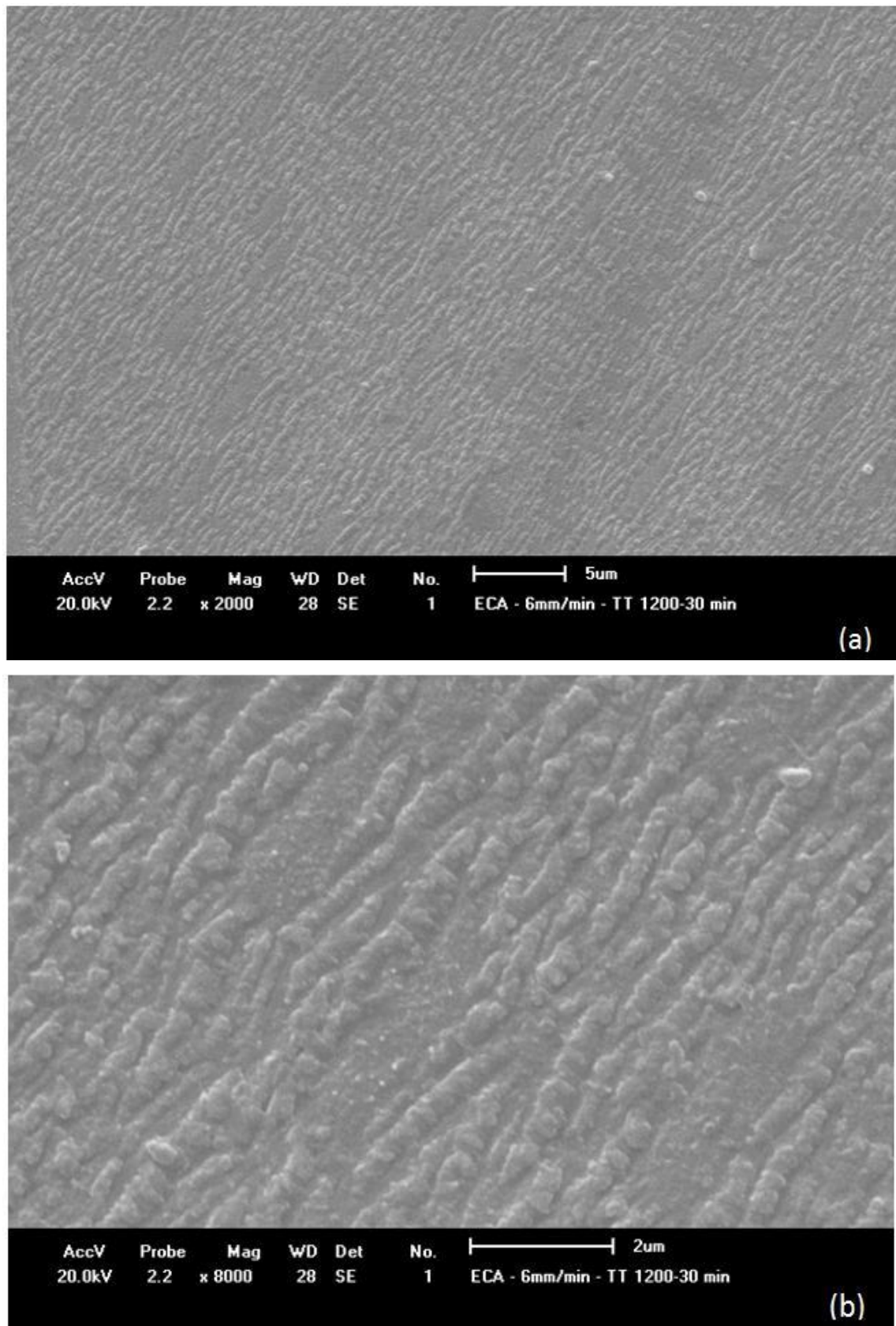


Figura 53 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 6,0 mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 30 min. (a)2000x (b)8000x

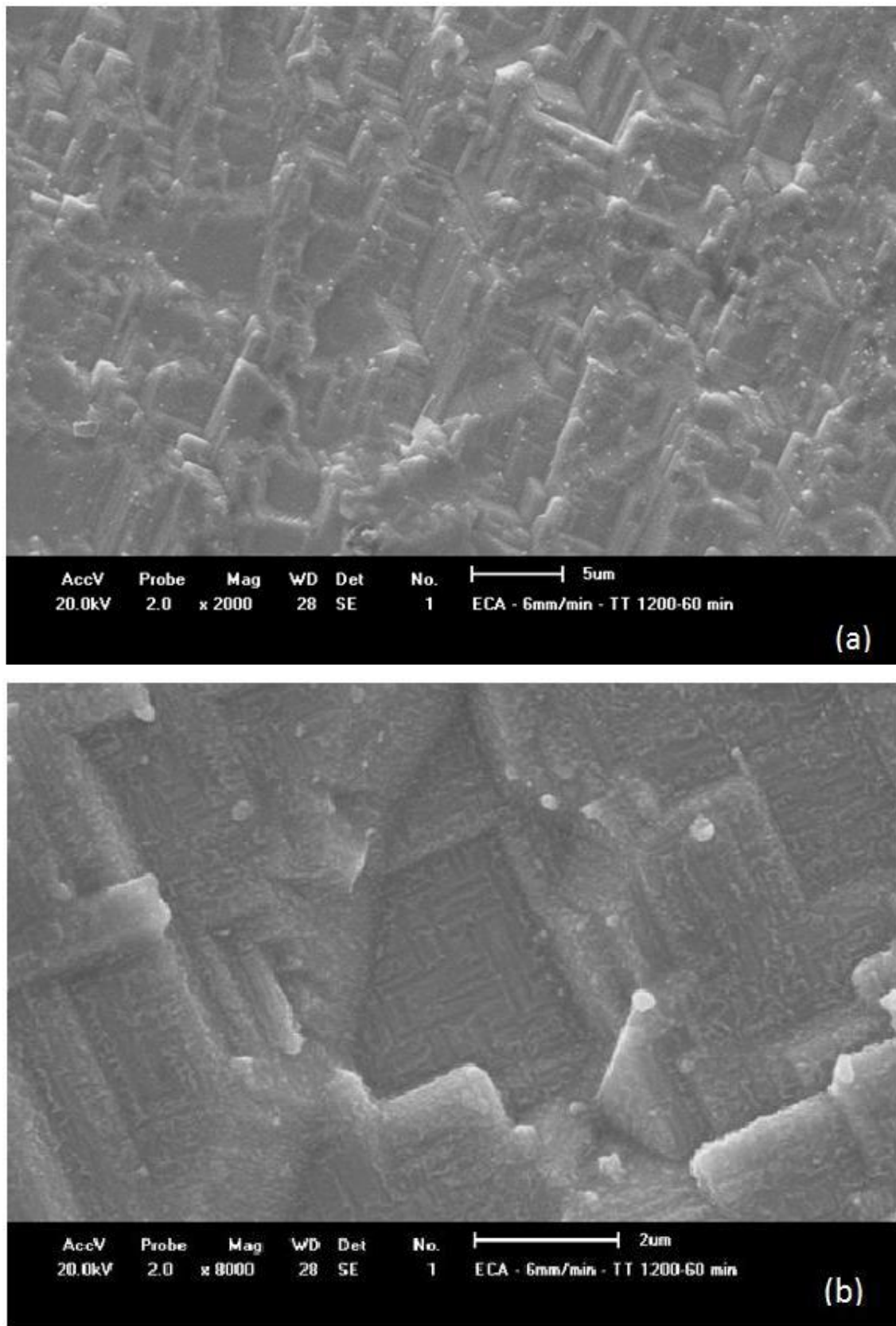


Figura 54 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 6,0 mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 60 min. (a)2000x (b)8000x

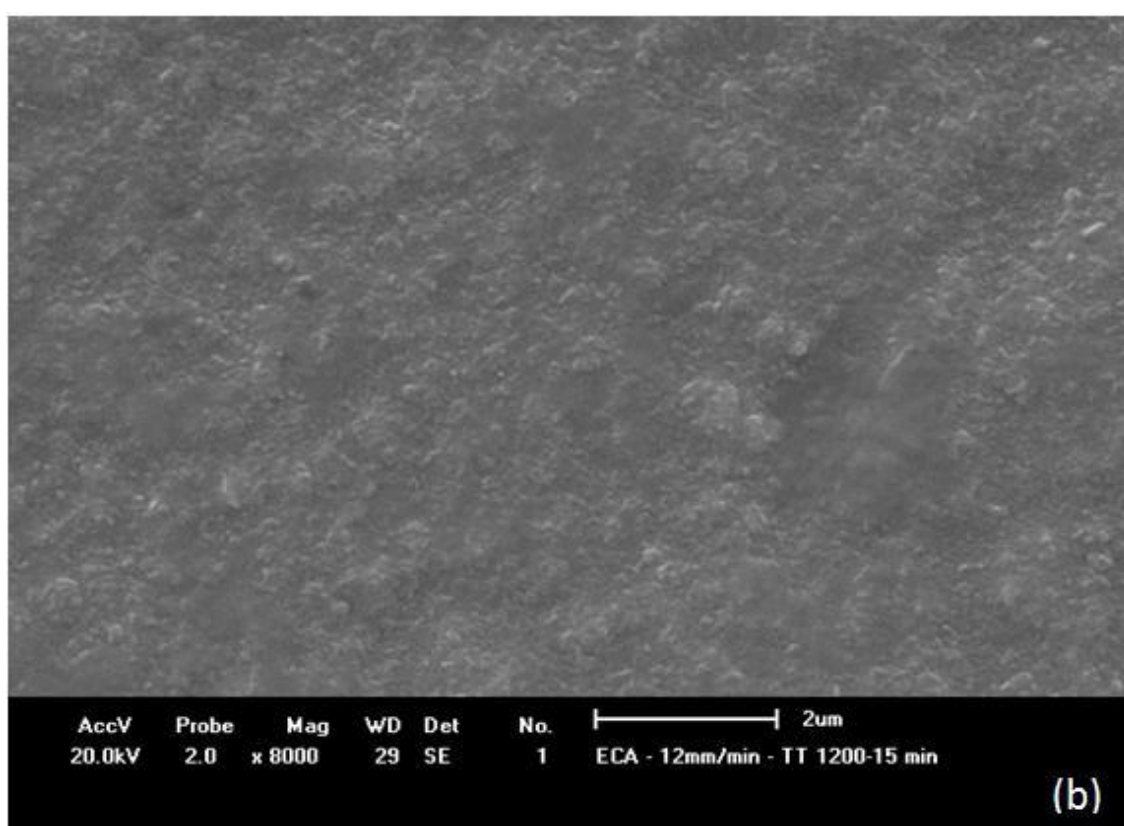
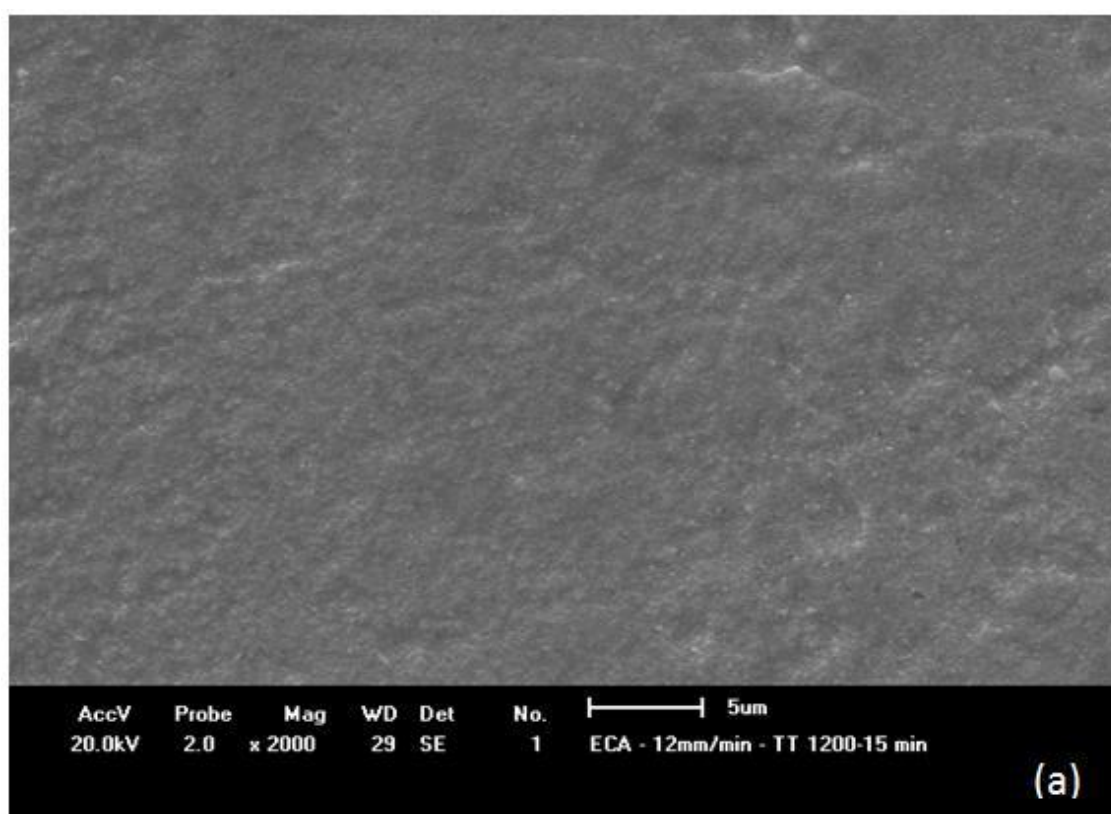


Figura 55 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 12,0 mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 15 min. (a)2000x (b)8000x

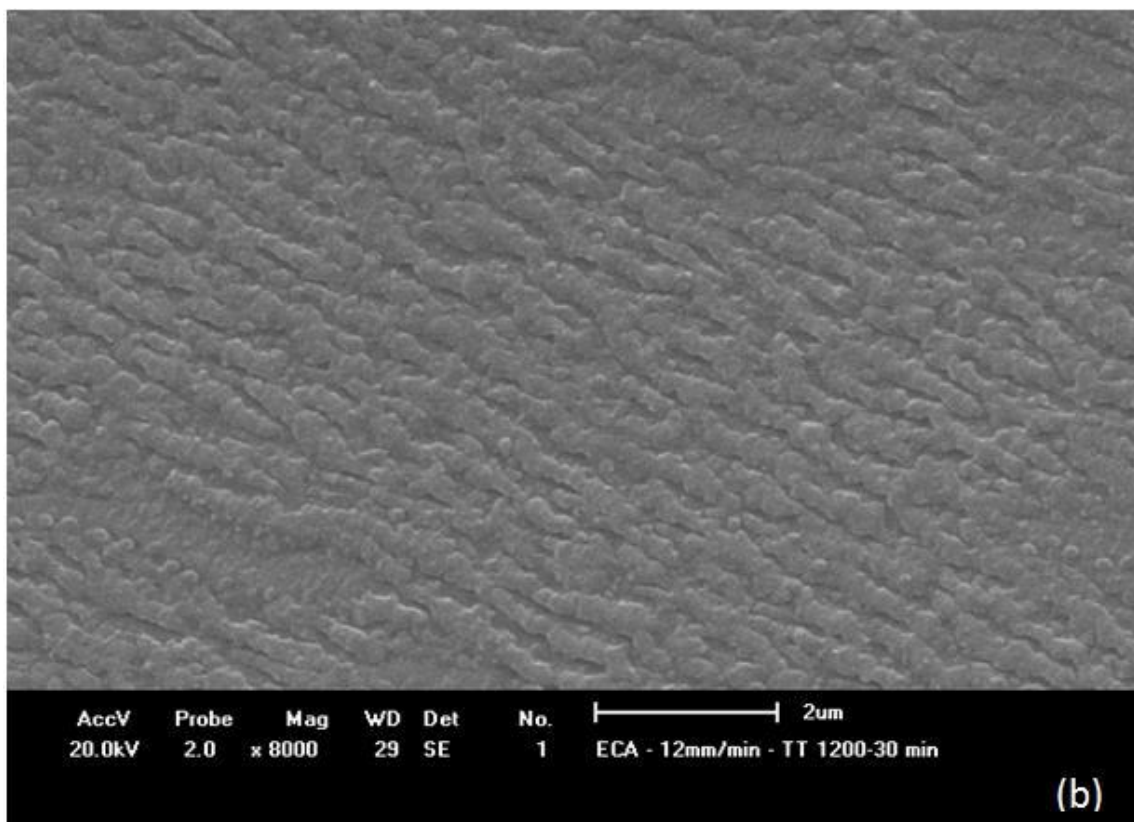
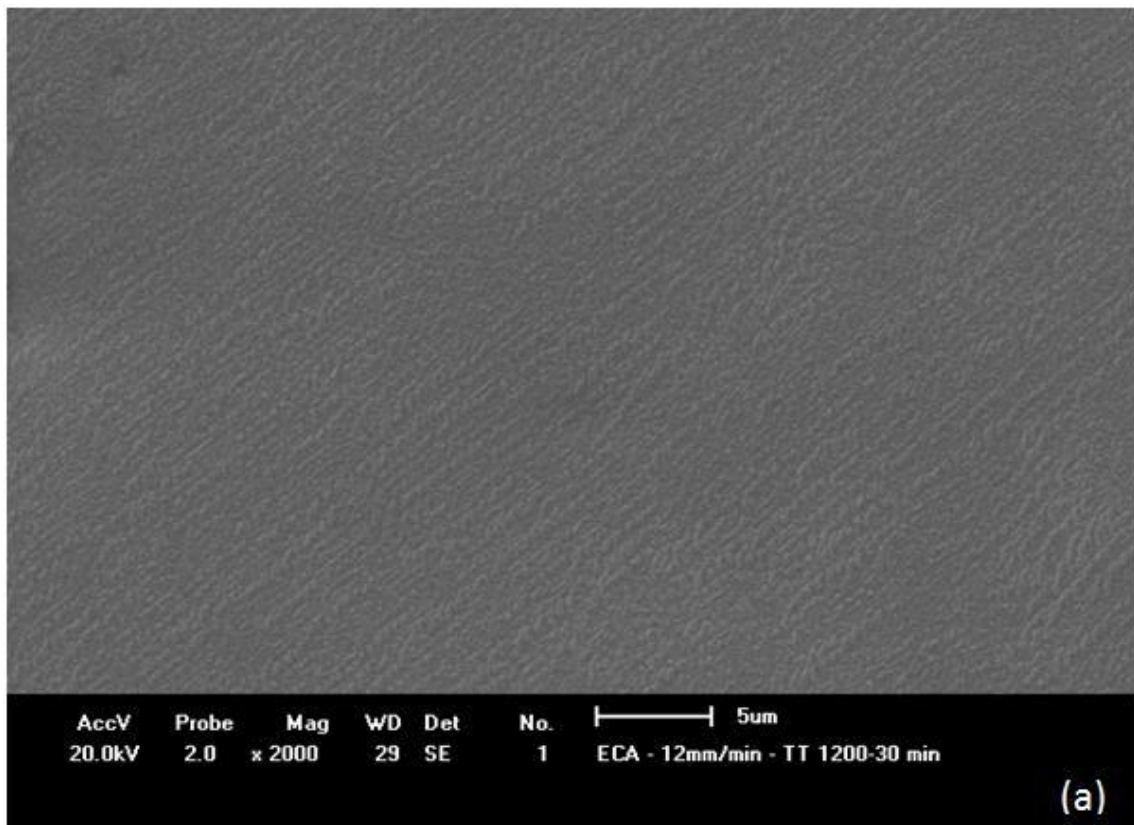


Figura 56 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 12,0 mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 30 min. (a)2000x (b)8000x

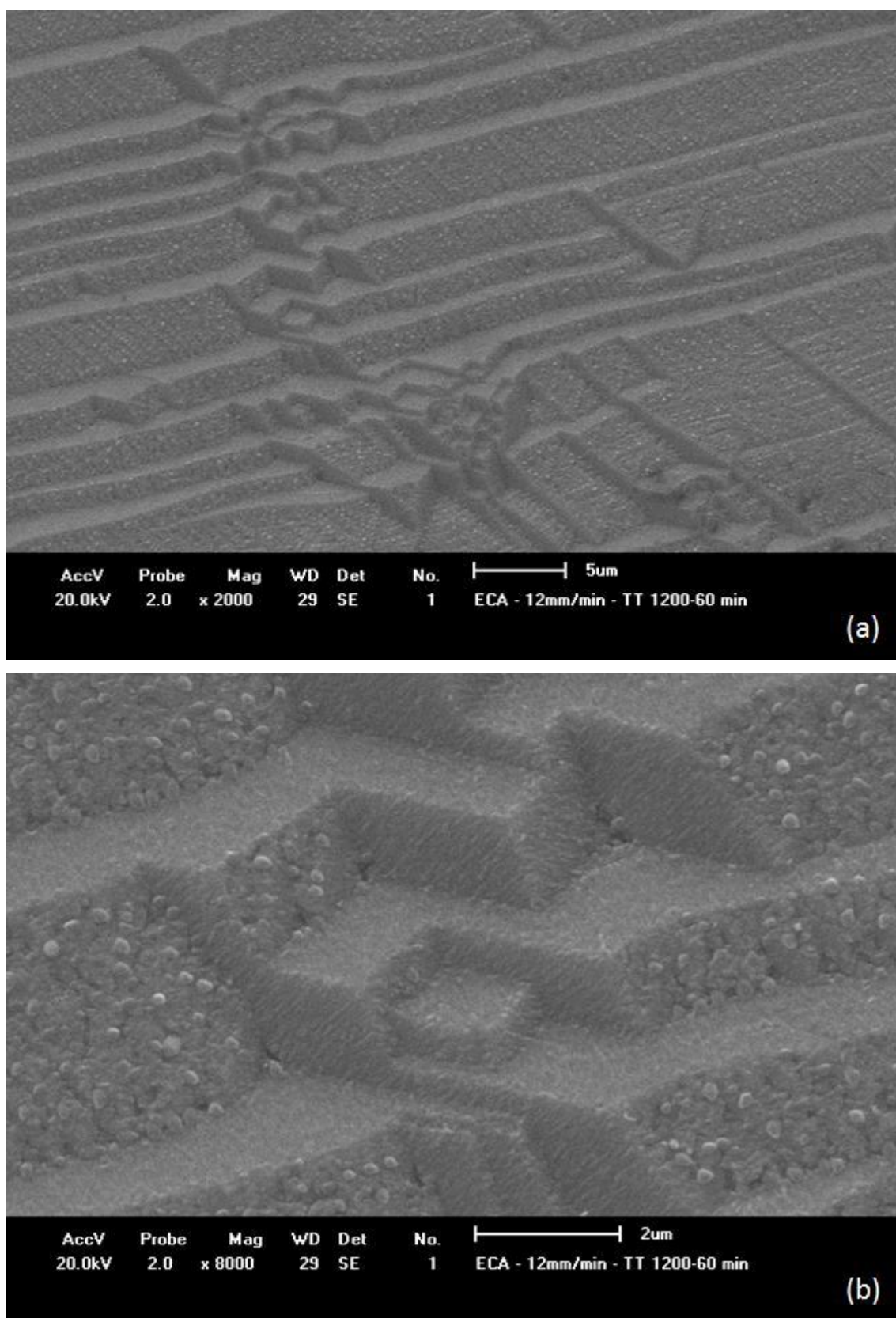


Figura 57 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 12,0 mm/min e posterior tratamento térmico a 1200°C por 60 min. (a)2000x (b)8000x

Apenas para velocidade de processamento de 1,5 mm/min., foi possível efetuar mais um passe no material. Na microestrutura obtida após o segundo passes por ECA e tratamento térmico a 1200°C por 15 e 30 minutos, conforme Figura 58 (a) e (b), respectivamente, verifica-se o início da formação de regiões das estruturas anteriormente descritas na superfície.

Para a amostra processada por 2 passes de ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 1,5 mm/min. e tratada por 60 minutos a 1200°, verificou-se a formação de diferentes regiões com duas estruturas distintas bem definidas em função dos ângulos formados, conforme Figura 59 (a) e (b). A Figura 59 (a) mostra a formação predominante de ângulos próximos de 90° graus entre superfícies que levam a formação de estruturas de aparência cúbica. A Figura 59 (b), por sua vez, mostra a formação predominante de ângulos de próximos a 109° graus que levam a formação de estruturas similares a um telhado (“roof manner”⁴¹). Estas estruturas podem estar associadas às fases ferrítica e austenítica, respectivamente, em função dos sistemas de deslizamento de cada uma dessas fases. A ferrita, cuja estrutura é CCC, apresenta sistemas de deslizamento principalmente nos planos {110} os quais formam ângulos de 90° entre si. Os sistemas de deslizamento da austenita, que tem estrutura CFC, ocorrem exclusivamente nos planos de deslizamento {111}, os quais formam ângulos de 109°28' entre si.

As duas estruturas visualizadas podem ter sido obtidas após o alto grau de deformação, próximo a 1, imposto pelo processamento no canal angular, o qual promoveu elevado encruamento com acúmulo e empilhamento de discordâncias, o que pode ser confirmado pelo aumento expressivo de dureza. Com o tratamento térmico, estas discordâncias presentes no material tendem a se aniquilar na superfície conforme ângulos próximos de 90° e 109° dos sistemas deslizamento da ferrita e austenita, respectivamente.

Estruturas semelhantes à apresentada na Figura 59 (a) foram obtidas na superfície de aços inoxidáveis austeníticos 316 em processo de corrosão sob tensão, conforme mostra a Figura 60. Onde as faces das estruturas cúbicas formadas correspondem aos planos da família {110}.⁴¹

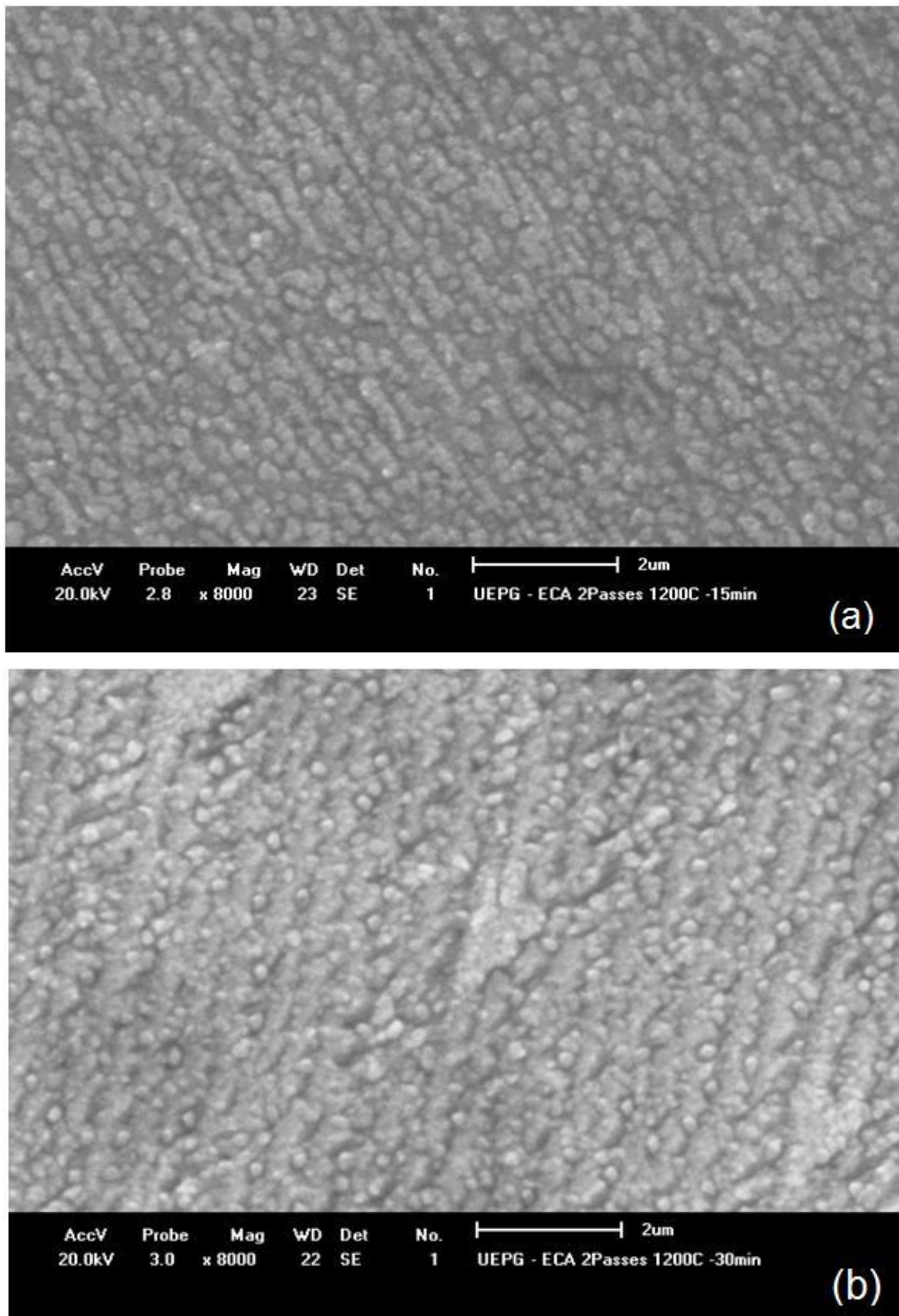


Figura 58 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por 2 passes de ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 1,5 mm/min. e posterior tratamento térmico a 1200°C por (a)15min (b) 30min

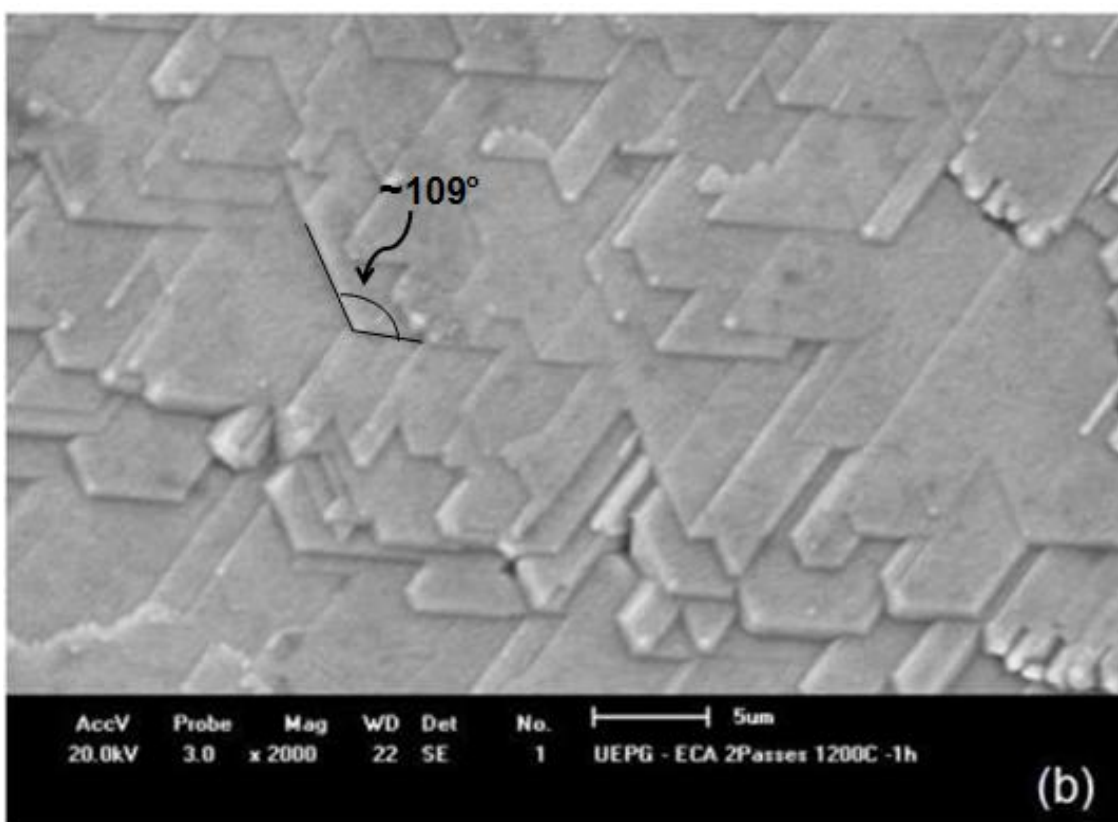
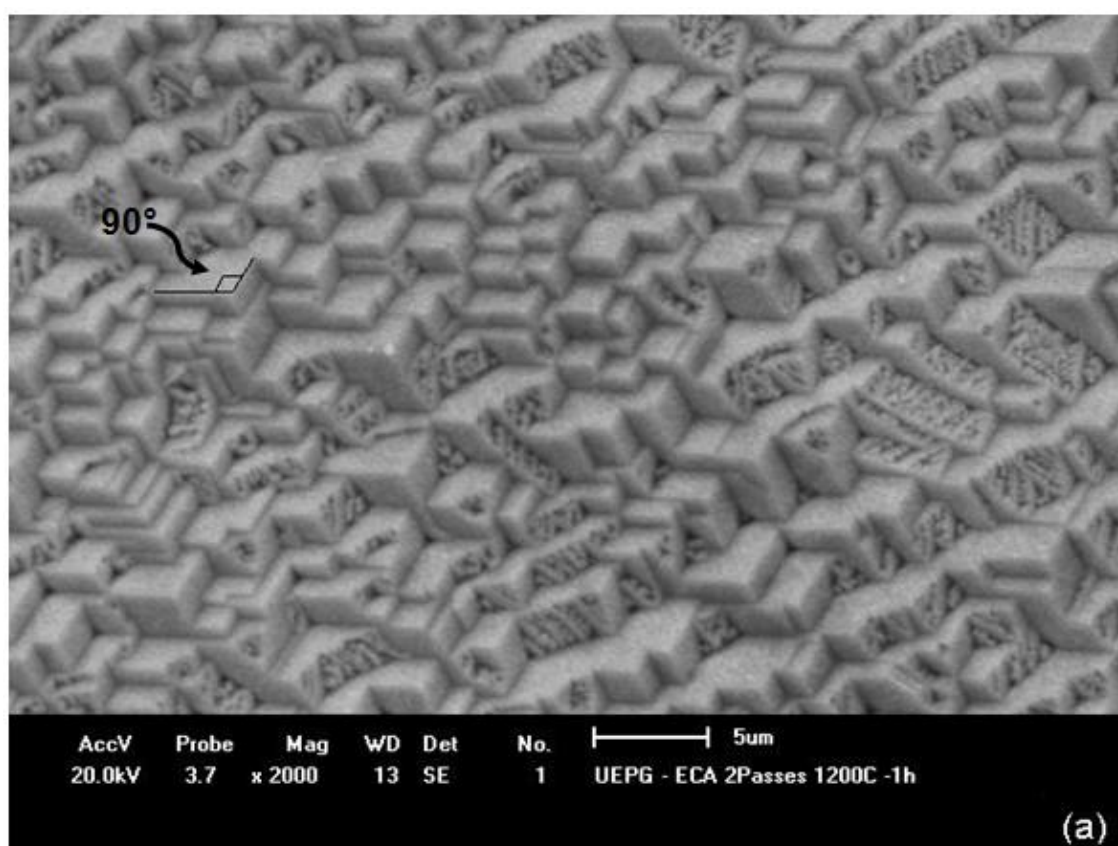


Figura 59 - Microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável dúplex, após processamento por 2 passes de ECA, a temperatura ambiente, com velocidade de 1,5 mm/min. e posterior tratamento térmico a 1200°C por 60 minutos.

Na análise da superfície das amostras tratadas também foi possível verificar estruturas típicas referente à transformação da austenita metaestável em martensita induzida por deformação plástica a frio. Uma evidência da formação de martensita induzida por deformação no aço dúplex processado ECA é a comparação das imagens obtidas utilizando o MEV no presente trabalho, com o esquema montado por Karaman na figura 61.⁴² Verifica-se grande concordância entre a estrutura visualizada e o esquema posposto por esse autor, principalmente na disposição dos planos e ângulos que formam entre si.

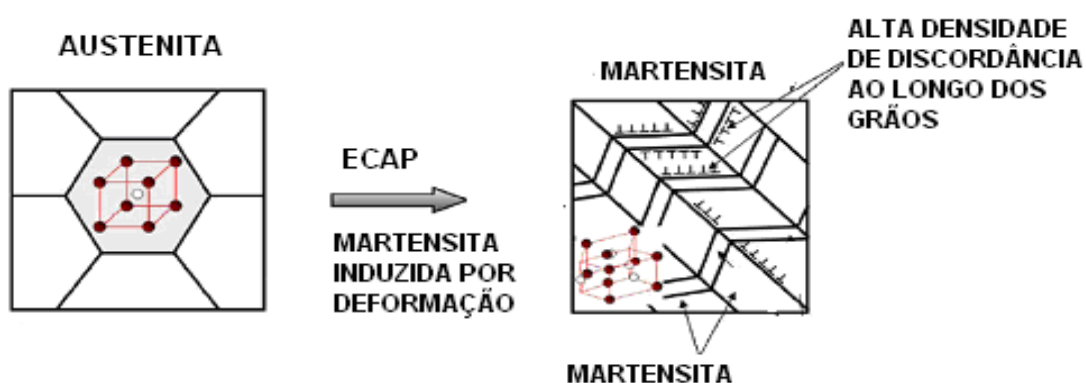
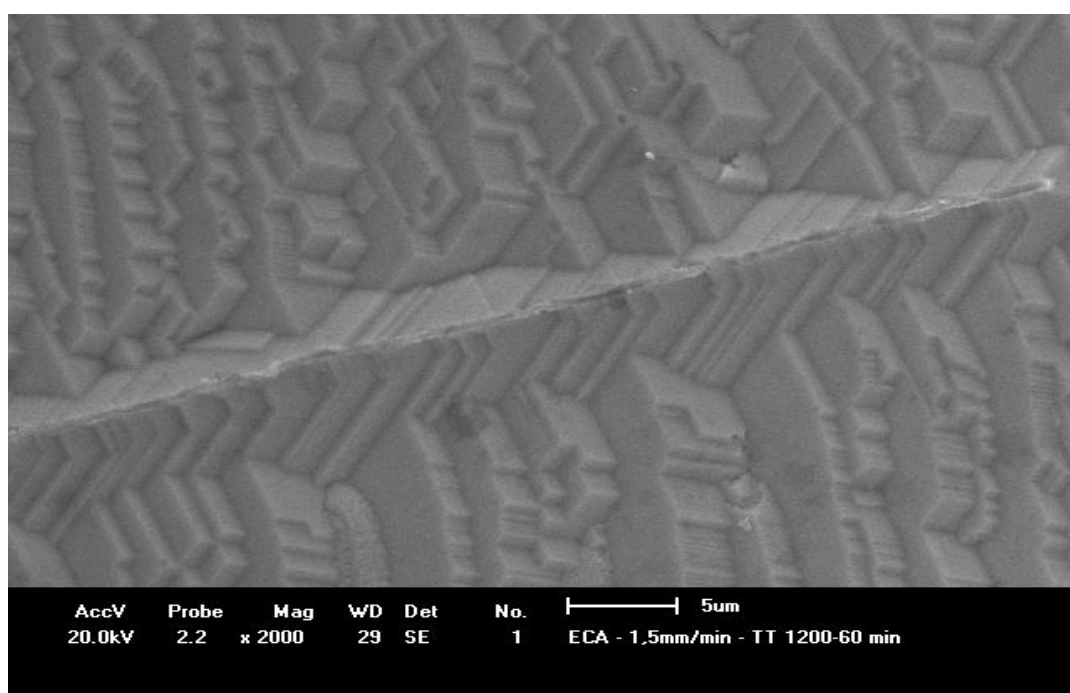


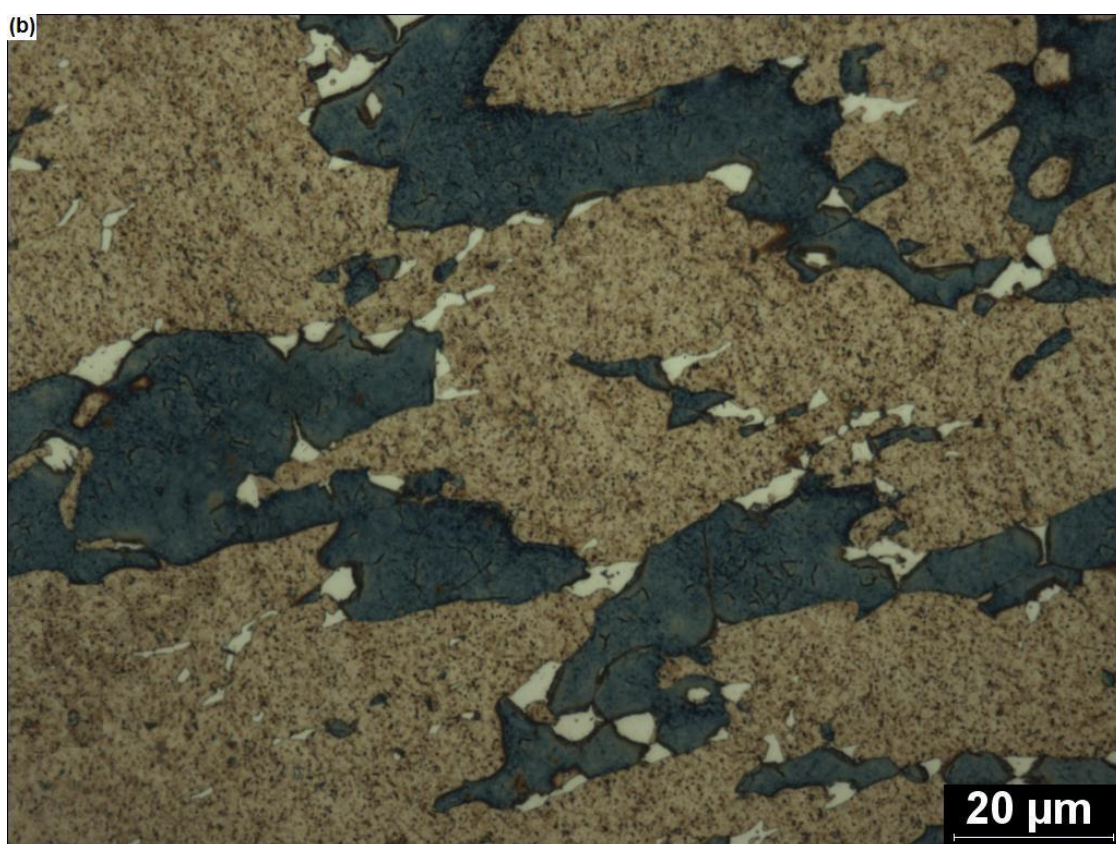
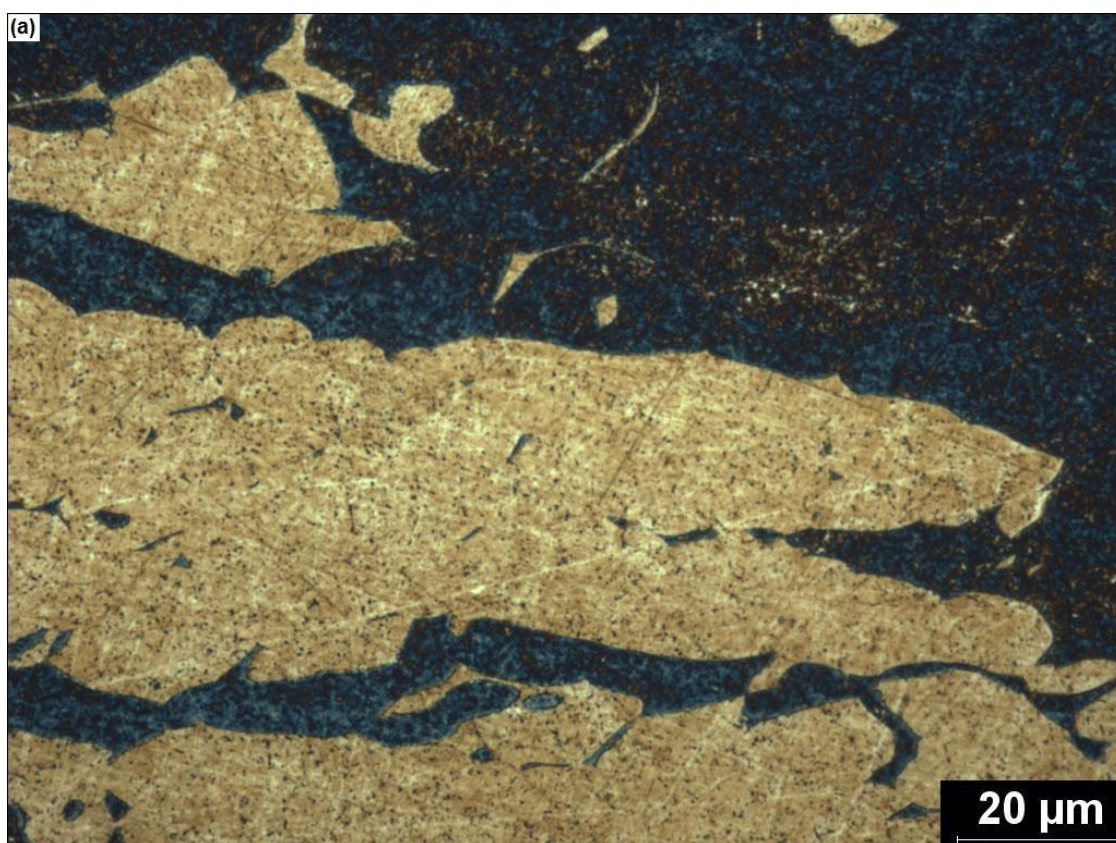
Figura 62 - Comparação da microestrutura obtida no aço dúplex processado por ECA a velocidade de 1,5mm/min., após 1 passe e tratamento térmico a 1200°C durante 60 minutos com o esquema do mecanismo de deformação da austenita durante deformação plástica severa e posterior formação de martensita induzida por deformação.⁴²

De uma maneira geral, a transformação martensítica é uma transformação de fase sem difusão, na qual os átomos se movem cooperativamente por um mecanismo de cisalhamento. Ao contrário dos processos controlados por difusão, em que a fração transformada aumenta com o tempo e a velocidade da reação aumenta com a temperatura, a transformação martensítica pode ocorrer em baixas temperaturas e muito rapidamente. A quantidade de martensita aumenta com o aumento do grau de deformação, com a diminuição de temperatura de deformação e com o aumento da taxa de deformação.^{43,44,45}

Existe uma clara concordância na literatura de que a presença de martensita induzida por deformação causa considerável aumento de resistência mecânica.⁴³ Este aumento de resistência mecânica pode ser notado no aumento do limite de escoamento, aumento na taxa de encruamento e aumento de dureza.

5.4 AVALIAÇÃO PRELIMINAR DA RECRISTALIZAÇÃO

Algumas amostras processadas por ECA foram tratadas termicamente a 1000°C por 7,5, 15 e 30 minutos. Após análise no microscópio ótico foram identificados pontos de recristalização localizados nos contornos de grão. Em relação ao aumento do tempo de tratamento o térmico de 7,5 para 15 minutos, observa-se o aumento de núcleos de recristalização, enquanto que após tratamento de 30 minutos verifica-se aumento do tamanho dos cristais formados sem aumento expressivo do número de núcleos.



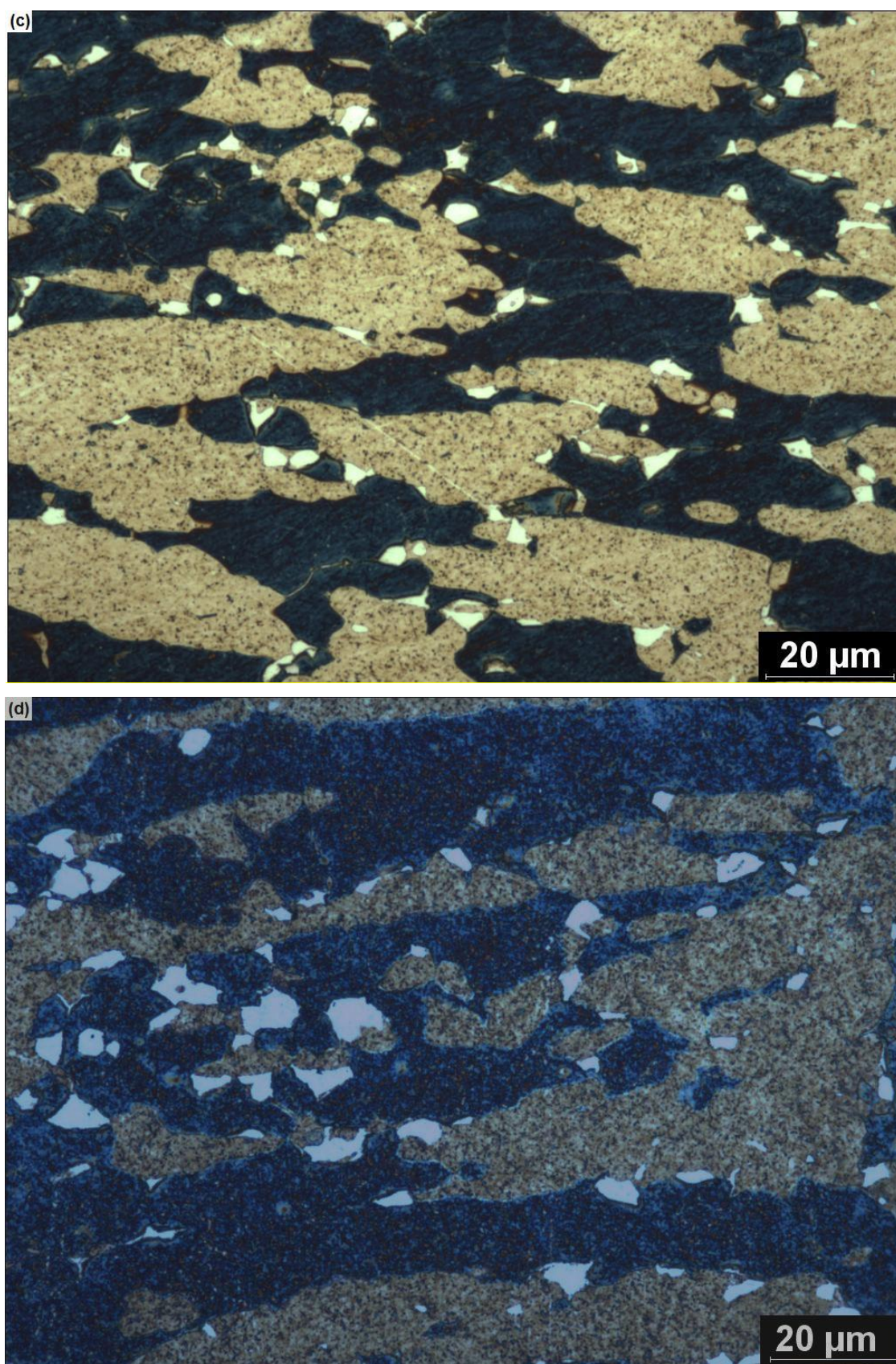


Figura 63 - Microestrutura obtida no aço dúplex processado por ECA a velocidade de 1,5mm/min, após 1 passe (a) sem tratamento térmico e tratamento térmico a 1000°C por (b) 7,5 minutos (c) 15 minutos e (d) 30 minutos.

Foi realizada microscopia eletrônica de varredura da amostra processada a 1,5 mm/min. e tratada a 1000°C por 30 minutos, conforme mostra a imagem apresentada na Figura 64. Nas áreas indicadas na figura foram realizadas análises de EDS (espectroscopia por dispersão de energia), nos três pontos identificados, referentes à ferrita, austenita e no cristal formado. A composição encontrada dos respectivos pontos 1, 2 e 3, apresentados na Figura 64 estão descritos na Tabela 10 e os picos gerados a partir da análise desses pontos estão mostrados na Figura 65. Pela composição apresentada no resultado da análise verifica-se que a ferrita tem maiores teores de elementos alfa-gênicos (Cromo e Ferro), enquanto que a austenita apresenta maior teor do elemento gama-gênico (Níquel). Verifica-se ainda pela análise das composições químicas que a formação do novo cristal de ferrita tem a tendência de incorporar mais cromo e menos níquel em função da diferença de solubilidade destes elementos.

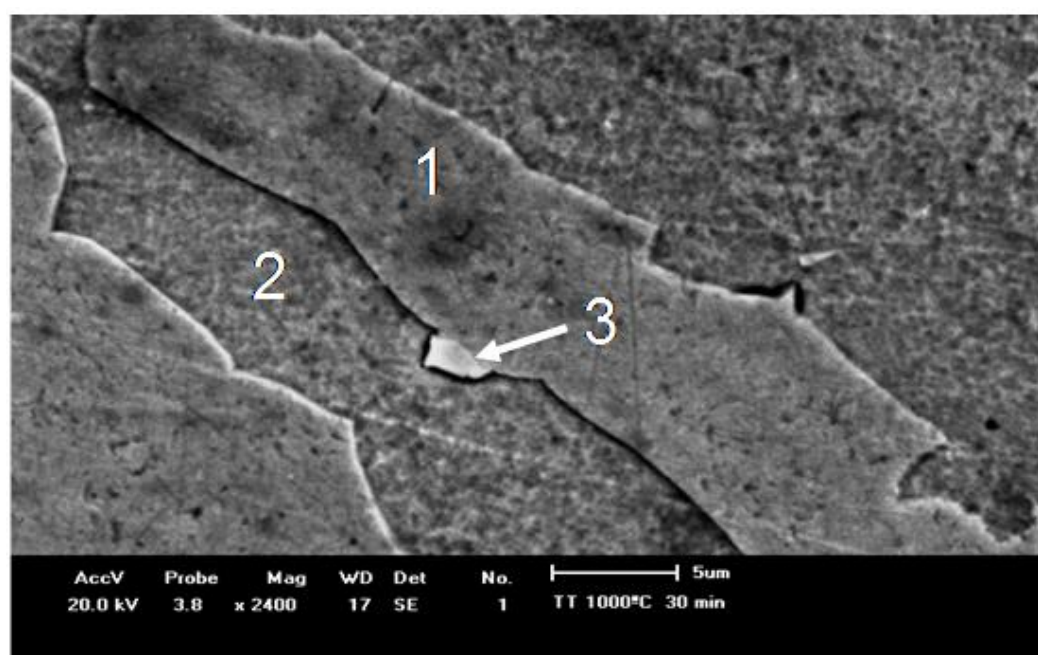


Figura 64 - Resultado da análise de EDS numa amostra processada por ECA a 1,5 mm/min e posterior tratamento térmico por 30 minutos.

Tabela 10 – Composição química encontrada pela análise de EDS.

Composição (%)	1	2	3
Cr	26.042	27.819	29.091
Fe	64.540	61.465	62.246
Ni	7.221	6.098	5.187

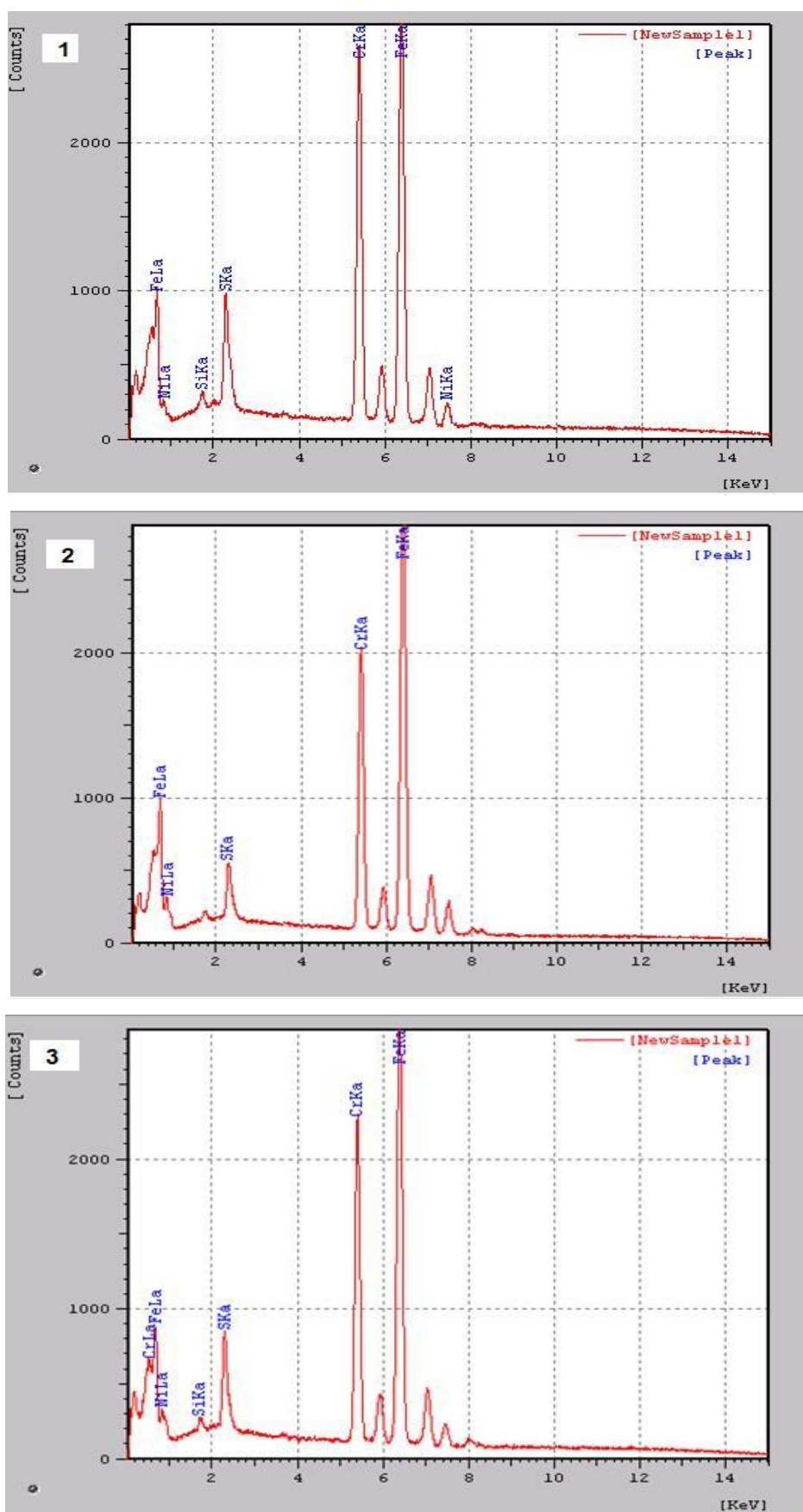


Figura 65 - Resultado da análise de EDS numa amostra processada por ECA a 1,5 mm/min. e posterior tratamento térmico por 30 minutos.

6 CONCLUSÃO

Foi possível processar o aço inoxidável dúplex UNS S32205/S31803 por ECA a temperatura ambiente em uma matriz com ângulos Φ de 120° e $\Psi=0^\circ$,

Os níveis de tensão atingidos foram muito elevados e próximos à capacidade máxima do sistema construído para realização da extrusão. A tensão média aplicada na seção transversal do corpo de prova em função do seu deslocamento no canal da matriz atingiu quase 3GPa.

A força aplicada na seção transversal do corpo de prova durante o processamento aumenta com o aumento da velocidade de extrusão e número de passes, portanto, estes são fatores muito importantes a serem considerados ao projetar a matriz e os punções para o processamento.

O aumento da tensão gerada em função da força aplicada na seção transversal do corpo de prova é contínuo ao longo de todas as curvas, indicando que o atrito gerado entre o material e a superfície do canal de saída contribuiu para tensão final de processamento.

A partir da ECA, assim como na maioria dos processos de conformação existentes, é possível obter grande heterogeneidade de deformação até mesmo dentro do mesmo grão, em função da escolha de determinados sistemas de deslizamento, bandas de cisalhamento e de deformação que determinam a evolução microestrutural do material.

Todas as velocidades de processamento utilizadas promoveram elevados níveis de dureza no material, mas não ocorreram variações significativas entre os valores de dureza e as velocidades utilizadas.

A partir da avaliação da morfologia de grãos resultante no material processado, verifica-se que a região do corpo de prova que está sujeita a maior

atuação das forças de atrito está entre a superfície do material processado e a parede inferior do canal da matriz (próximo ao “cotovelo”).

Ao contrário das seções longitudinais das amostras, que apresentaram alongamento e mudança na orientação de grãos, as seções transversais apresentaram refino de grãos, em função do grande alongamento verificado na seção longitudinal

Imediatamente após tratadas termicamente a 1200°C, as amostras processadas apresentaram em sua superfície uma estrutura composta por grãos grosseiros e coloridos visíveis a olho nu.

Amostras que passaram por tratamento térmico de 30 minutos depois de processadas com velocidade mais baixa, de 1,5 mm/min., já apresentam formação das estruturas com ângulos bem definidos entre si.

Para as amostras tratadas por 60 minutos verificou-se a formação de regiões com duas estruturas distintas bem definidas em função dos ângulos formados, uma apresentando predominantemente ângulos próximos de 90° graus entre superfícies e outra mostrando a formação predominante de ângulos próximos de 109° graus.

Na análise da superfície das amostras processadas por 1 passe de ECA a velocidade de 1,5mm/min., e posterior tratamento térmico a 1200°C durante 60 minutos, também foi possível verificar estruturas típicas referente à transformação da austenita metaestável em martensita induzida por deformação plástica a frio.

Na superfície das amostras tratadas a 1000°C por 7,5, 15 e 30 minutos foram identificados pontos de recristalização (núcleos) localizados nos contornos de grão, os quais aumentavam com o aumento do tempo de tratamento o térmico de 7,5 para 15 minutos, enquanto que após 30 minutos verifica-se apenas aumento do tamanho dos cristais formados.

7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Embora tenha sido superada a dúvida inicial quanto à possibilidade de conseguir realizar o processamento do aço inoxidável dúplex UNS 32205/S31803 por extrusão por canal angular a temperatura ambiente, e que este foi um grande passo que abriu caminho para uma sequência de estudos, dificuldades foram encontradas, principalmente pelas constantes quebras dos punções que dificultaram a geração de corpos de prova. A pequena quantidade de material processado limitou um estudo termodinâmico e cinético da recristalização.

8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Processar o aço inoxidável dúplex UNS S32205/S31803 por ECA a temperatura ambiente em uma matriz com ângulo $\Phi \neq 120^\circ$.

Utilizar diferentes taxas de aplicação da pressão de extrusão.

Avaliar a utilização de diferentes tipos de punções a fim de superar o número de passes atingidos neste trabalho.

Processar aço inoxidável dúplex a altas temperaturas para diminuir o esforço nos punções.

Avaliar o processo de recristalização em função de diferentes taxas de deformação e número de passes.

9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 VALIEV, R. Z., & LANGDON, T. G. **Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement.** Progress in Materials Science, 51(7), 881-981, 2006.
- 2 IWAHASHI, Y., WANG, J., HORITA, Z., NEMOTO, M., & LANGDON, T. G. **Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials.** Scripta Materialia, 35(2), 143-146, 1996.
- 3 LANGDON, T. G. **The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing.** Materials Science and Engineering A, 462(1-2), 3-11, 2007.
- 4 DOBATKIN, S. V., ZRNÍK, J., & MAMUZIĆ, I. **Nanostructures by severe plastic deformation of steels: Advantages and problems.** Metalurgija, 45(4), 313-321, 2006.
- 5 SEMIATIN, S. L., & DELO, D. P. **Equal channel angular extrusion of difficult-to-work alloys.** Materials and Design, 21(4), 311-322, 2000.
- 6 SKROTZKI, W., SCHEERBAUM, N., OERTEL, C., BROKMEIER, H. SUWAS, S., & TÓTH, L. S. **Recrystallization of high-purity aluminium during equal channel angular pressing.** Acta Materialia, 55(7), 2211-2218, 2007.
- 7 XU, C., XIA, K., & LANGDON, T. G. **The role of back pressure in the processing of pure aluminum by equal-channel angular pressing.** Acta Materialia, 55(7), 2351-2360, 2007.
- 8 SANDIM, H.RZ.; et al. **Equal channel angular extrusion of niobium single crystals.** Materials Science and Engineering, v. 467, p. 44–52, 2007.
- 9 PADILHA, A.F.; GUEDES, L.C. **Aços inoxidáveis Austeníticos.** Curitiba, PR: Hemus Livraria, distribuidora e Editora, Reimpressão, 2004. 190p.
- 10 NILSSON, J. O. **Super dúplex stainless steels.** Materials Science and Technology, 8(8), 685-700, 1992.
- 11 POHL, M.; PADILHA, A. F. **Aços Inoxidáveis Ferríticos-Austeníticos com Microestrutura Dúplex.** NICKEL, v. 3, n. 8, p. 7-8, 1988.
- 12 PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L.; RIOS, P.R. **Chapter 12: Stainless steels heat treatment.** In: George E. Totten (Editor). (Org.). Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies. 2th ed. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 2007, v. 2, p. 695-739.
- 13 SENATORE M.; FINZETTO L.; PEREA E. **Estudo Comparativo Entre os Aços Inoxidáveis Dúplex e os Inoxidáveis AISI 304L/316L.** Rem: Revista Escola de Minas. v. 60 (1), p. 175–181, 2007.

-
- 14 BORSATO, K. S. **Avaliação das propriedades mecânicas, microestrutura e cinética de precipitação de fase sigma do aço inoxidável dúplex UNS S31803.** In: 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.
- 15 SOLOMON H.D. DEVINE Jr. T.M. **Dúplex Stainless Steel: A Tale of Two Phases.** General Electric Research and Development Center. Schenectady, In: Dúplex Stainless Steels, Ed.ASM, New York,p. 693-754, 1983.
- 16 MONLEVADE E. F.; **Relações de orientação resultantes da precipitação de austenita em ferrita em aço inoxidável dúplex.** Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Engenharia. São Paulo, 2002.
- 17 <http://ae-www.usc.edu/research/advanced_materials/ultrafinegrained.shtml> Acessado em novembro de 2009.
- 18 VALIEV, R. Z., & LANGDON, T. G. **Developments in the use of ECAP processing for grain refinement.** Reviews on Advanced Materials Science, 13(1), 15-26, 2006.
- 19 FURUKAWA, M., HORITA, Z., NEMOTO, M., & LANGDON, T. G. **Processing of metals by equal-channel angular pressing.** Journal of Materials Science, 36(12), 2835-2843, 2001.
- 20 FURUKAWA, M., HORITA, Z., NEMOTO, M., & LANGDON, T. G. **The use of severe plastic deformation for microstructural control.** Materials Science, and Engineering A324 , 82–89, 2002.
- 21 SORDI, V. L.; GONÇALVES, L.R.G.; PRADOS, E.F.; FERRANTE, M. **Efeito da Extrusão em canal angular na microestrutura e na resistência mecânica de uma liga Al-4%Cu.** In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu. Anais do 17º CBECIMAT. São Paulo: Metallum Eventos Técnicos e Científicos Ltda, 2006.
- 22 BI, J., SUN, K., LIU, R., FAN, R., & WANG, S. **Effect of ECAP pass number on mechanical properties of 2A12 al alloy.** Journal Wuhan University of Technology, Materials Science Edition, 23(1), 71-73, 2008.
- 23 VALIEV, R. Z., ISLAMGALIEV, R. K., & ALEXANDROV, I. V. **Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation.** Progress in Materials Science, 45(2), 103-189, 2000.
- 24 NAKASHIMA K.; HORITA Z.; NEMOTO M.;LANGDON T.; **Influence of channel angle on the development of ultra-fine grains in equal-channel angular pressing.** Acta Materialia, v. 46, nº 5, p. 1589-1599, 1998.

-
- 25 FURUNO, K., AKAMATSU, H., OH-ISHI, K., FURUKAWA, M., HORITA, Z., & LANGDON, T. G. (2004). **Microstructural development in equal-channel angular pressing using a 60° die**. *Acta Materialia*, 52(9), 2497-2507, 2004.
- 26 HUANG, C. X., YANG, G., GAO, Y. L., WU, S. D., & ZHANG, Z. F. **Influence of processing temperature on the microstructures and tensile properties of 304L stainless steel by ECAP**. *Materials Science and Engineering A*, 485(1-2), 643-650, 2008.
- 27 MCKENZIE, P. W. J., LAPOVOK, R., & ESTRIN, Y. **The influence of back pressure on ECAP processed AA 6016: Modeling and experiment**. *Acta Materialia*, 55(9), 2985-2993, 2007.
- 28 PRADOS, E. F., SORDI, V. L., & FERRANTE, M. **Microstructural development and tensile strength of an ECAP- deformed Al-4 wt.(%)Cu alloy**. *Materials Research*, 11(2), 199-205, 2008
- 29 PADILHA, Â.F.; SICLIANO JR, F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. ABM, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais. São Paulo, 1996.
- 30 FALLEIROS, I.G.S;CAMPOS,M.F. **Nucleação da recristalização**.In: II Workshop sobre Textura e Relações de Orientação, 2003, São Paulo. Anais do II Workshop sobre Textura e Relações de Orientação. São Paulo : EPUSP-IPEN-IPT, 2003. p. 55-70.
- 31 BARBOSA, Reginaldo P.; CAMPOS Simone G.S.; FONSECA, Marcelo A.; **Recristalização de um Aço Inoxidável Austenítico/ Uma Abordagem Estatística**. Dept. Engenharia Mecânica, Unileste, MG.
- 32 PADILHA, A.F. SICILIANO JR, F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. Terceira edição, revisada e ampliada, ABM. São Paulo, 2005.
- 33 SANDIM, H.R.Z. **Heterogeneidades de deformação: uma visão microscópica**. In: II Workshop sobre Textura e Relações de Orientação, 2003, São Paulo. Anais do II Workshop sobre Textura e Relações de Orientação. São Paulo : EPUSP-IPEN-IPT, 2003. p. 19-34.
- 34 BARBOSA,C.A. et al. **Formação de fase Sigma em anoxidável Austenístico Ferrítico**. *Metalurgia-ABM*, V 32, N° 227. Outubro de 1976.
- 35 LIMA A.C. **Efeito do envelhecimento a diversas temperaturas na microestrutura e um aço inoxidável superdúplex**. UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE-UENF. CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
FEVEREIRO – 2005

36 TAVARES, S.S.M.; NORONHA R.F. de; SILVA M.R. da; NETO J.M.; PAIRIS S.; **475°C Embrittlement in a Duplex Stainless Steel UNS S31803**. Materials Research, V. 4, N°4, 237-240, 2001.

37 HERRERA, Clara ; PADILHA, A. F. . **Relações de orientação entre a ferrita e a austenita em um aço inoxidável dúplex**. In: II Workshop sobre Textura e Relações de Orientação, 2003, São Paulo. Anais do II Workshop sobre Textura e Relações de Orientação. São Paulo : EPUSP-IPEN-IPT, 2003. p. 1-10.

38 MATWEB. **The Online Materials Information Resource**. Disponível em: <<http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatID=17551&ckck=1>>, acessado em 20/05/2008

39 CAMILO, D.C. CINTHO, O.M. **Caracterização Microestrutural da Liga de Alumínio 7050-T7451 Processada em Canal Angular**. In: IV Congresso Internacional do Alumínio e X Seminário Internacional de Reciclagem do Alumínio. Associação Brasileira do Alumínio - ABAL - (trabalho aceito para publicação e apresentação nos anais do evento)

40 REICK, W., POHL, M., & PADILHA, A. F. **Recrystallization - transformation combined reactions during annealing of a cold rolled ferritic-austenitic duplex stainless steel**. ISIJ International, 38(6), 567-571, 1998.

41 DELAFOSSE, D.; MAGNIN, T. **Hydrogen induced plasticity in stress corrosion cracking of engineering systems**. Engineering Fracture Mechanics, 68(6), 693-729, 2001.

42 KARAMAN, I., YAPICI, G. G., CHUMLYAKOV, Y. I., & KIREEVA, I. V. **Deformation twinning in difficult-to-work alloys during severe plastic deformation**. Materials Science and Engineering A, 410-411, 243-247, 2005.

43 SALES, L. S. **Envelhecimento na Martensita Induzida por Deformação em Aços Tipo AISI 304**. Dissertação de mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais. Metalurgia Física. Escola de Engenharia da UFMG. Belo Horizonte, 2006.

44 CASTRO S.S. SALES L.S. GONZALEZ B.M. **Envelhecimento após deformação em aços inoxidáveis do tipo AISI304 contendo martensita induzida por deformação**. 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

45 MORIKAWA, T., & HIGASHIDA, K. **The role of deformation twinning in the formation of a fine-grained structure in cold-rolled 310 steels**. Journal of Materials Science, 41(9), 2581-2585, 2006.