

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS
MATERIAIS**

MARCOS JAVERT HILGEMBERG PONTES

**ESTUDO DO PROCESSAMENTO DE UM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX
SAF2205 POR CANAL ANGULAR**

PONTA GROSSA

2012

MARCOS JAVERT HILGEMBERG PONTES

**ESTUDO DO PROCESSAMENTO DE UM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX
SAF2205 POR CANAL ANGULAR**

Dissertação apresentada como requisito parcial à obtenção do título Mestre em Engenharia de Materiais, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Osvaldo Mitsuyuki Cintho
Co-orientador: Márcio Ferreira Húpalo

PONTA GROSSA

2012

Ficha Catalográfica
Elaborada pelo Setor de Tratamento da Informação BICEN/UEPG

P814 Pontes, Marcos Javert Hilgemberg
Estudo do Processamento de um aço
inoxidável dúplex SAF2205 por canal
angular/ Marcos Javert Hilgemberg Pontes.
Ponta Grossa, 2012.
86 f.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e
Ciência de Materiais - Área de
Concentração: Desenvolvimento e
Caracterização de Materiais), Universidade
Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki
Cintho.

Coorientador: Prof. Dr. Márcio Ferreira
Húpalo.

1.ECA. 2.Extrusão. 3.Angular. 4.Aço
inoxidável. 5.Duplex. I.Cintho, Osvaldo
Mitsuyuki. II. Húpalo, Márcio Ferreira.
III. Universidade Estadual de Ponta
Grossa. Mestrado em Engenharia e Ciência
de Materiais. IV. T.

CDD: 620.17

MARCOS JAVERT HILGEMBERG PONTES

**ESTUDO DO PROCESSAMENTO DE UM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX SAF2205
POR CANAL ANGULAR**

Dissertação aprovada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa, pela seguinte banca examinadora:

Ponta Grossa, 29 de Fevereiro de 2012



Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho – Orientador
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. Márcio Roberto da Rocha
Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais
Universidade do Extremo Sul Catarinense



Prof. Dr. Moisés Meza Pariona
Doutor em Ciências dos Materiais
Universidade Estadual de Ponta Grossa

À minha família por todo o amor e apoio em todas as etapas de minha vida.
Especialmente aos meus pais, Zaclis Hilgemberg Pontes e Luiz José Ferreira Pontes
(*in memoriam*) que não mediram esforços para que alcançássemos nossos objetivos.

AGRADECIMENTOS

À Deus, que sempre iluminou meu caminho durante toda minha vida.

Ao meu orientador Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho, pelos ensinamentos, orientação, amizade e paciência durante o período de realização deste trabalho.

Aos meus pais que são os grandes responsáveis pela minha formação, educação e pelo amor que sempre nos dedicaram, em todos os momentos de nossas vidas.

A minha esposa, por todo o carinho, compreensão e apoio.

A minha filha Maria Luiza, por ser a melhor coisa de toda minha vida.

Aos meus irmãos, por serem pessoas com quem eu sei que posso contar em qualquer momento da minha vida, toda a amizade e companheirismo.

Ao amigo Maurício Toti, por toda a ajuda e amizade formada durante a realização deste trabalho.

Ao professor Marcio Ferreira Húpalo, pela co-orientação no trabalho.

Ao amigo Selauco Vurobi Junior, por toda a competência e disponibilidade para ajudar sempre.

A querida amiga Ana Caroline Dzulinski pela amizade, colaboração e dedicação para a realização deste trabalho.

A grande e querida amiga Fernanda Santos da Luz pela ajuda e orientação na execução dos estudos.

Ao Eng. Adriano Murilo Rosário, pela confecção da matriz utilizada em nossos trabalhos.

Ao Dr. Isaac Jamil Sayeg, do Laboratório de Microscopia Eletrônica do Instituto de Geociências da Universidade de São Paulo, por abrir as portas de seus laboratórios dando acesso ao uso de equipamentos.

Ao Denilson José Marcolino de Aguiar, por realizar as medidas de ferritoscopia ajudando a enriquecer nosso trabalho.

Ao Prof. Dr Angelo Fernando Padilha, por fornecer o material utilizado.

Ao Departamento de Engenharia Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa por todo apoio necessário durante a realização deste trabalho.

A CAPES, pela bolsa-auxílio oferecida para a realização desse trabalho.

A todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

RESUMO

Foi realizado o estudo do processamento de um aço inoxidável dúplex SAF2205, com microestrutura ferrítica-austenítica, por extrusão em canal angular por até quatro passes. O objetivo deste processamento foi a obtenção de um refino de grãos no material, atingindo uma estrutura de grãos ultrafinos, a partir da aplicação de deformações plásticas severas. Foram realizados diferentes modos de processamento, variando o número de passes pela matriz e depois foi avaliado como este parâmetro influencia na deformação imposta ao material. Após o processamento por ECA (Extrusão por Canal Angular), foram realizados diferentes tratamentos térmicos para avaliar a cinética de recristalização do material. Foi possível verificar o nível crescente de deformação do material após cada passe, com o acompanhamento da orientação dos grãos e avaliações microestruturais. Foi possível reduzir os níveis de tensões o suficiente para evitar a quebra de punções durante o processamento, permitindo um número maior de passes para um material com a resistência do aço inoxidável dúplex. Foram verificadas bandas de deformação no material processado, indicando níveis elevados de deformação.

Palavras-chave: ECA, extrusão, canal, angular, aço inoxidável, duplex

ABSTRACT

The processing by equal channel angular extrusion of a duplex stainless steel UNS32205/S31803, with ferritic-austenitic structures, was studied, processing until four passes each sample. The reason of this processing was to promote a grain refinement in the material, to achieve ultrafined grain material by severe plastic deformation. Different number of passes were used in this processing to evaluate how the number of extrusions in the same sample influences the deformation imposed to the material. After processing, some different heat treatments were done in the samples to evaluate the recrystallization process in the processed material. In this study, it was possible to verify the increasing level of deformation in the material after every new processing in the sample, this was verified by the changes in grain orientation and by microstructure evaluation. It was possible to reduce the stress level to values that can avoid the breaking of punctures during processing, this allowed to process the material with a greater number of passes in a material with a high resistance like the duplex stainless steels. Strain bands were found in the structure of the processed material, this indicates high levels of deformation.

Keywords: ECAP, extrusion, equal channel, stainless, steel, duplex

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1- (a) Ilustração da ECA e (b) definição dos ângulos Φ e Ψ na matriz.	16
Figura 2 - Princípio da ECA mostrando o plano de cisalhamento dentro da matriz: os elementos numerados, 1 e 2 são transpostos por cisalhamento como indicado na parte inferior da imagem.	17
Figura 3 - (a) Matriz rotacional, (b) Matriz de extrusão lateral e (c) Matriz multipasse.	19
Figura 4 - Princípios da ECA para um ângulo do canal Φ e as situações: (a) onde $\Psi=0$, (b) onde $\Psi=(\pi - \Phi)$ e (c) $0 < \Psi < (\pi-\Phi)$	21
Figura 5 - Variação da deformação equivalente para diferentes ângulos Φ e Ψ , para um único passe, calculada através da equação 3.5.	23
Figura 6 - Ilustração das rotas de processamento possíveis na ECA.	24
Figura 7 - Planos de cisalhamento atuantes para cada rota de processamento em diferentes passes realizados.	25
Figura 8 - Estrutura ferrítica (CCC) e austenítica (CFC).	33
Figura 9 – Diagrama ternário Fe-Cr-Ni.	35
Figura 10 - Diagrama pseudobinário de um aço com 65% de ferro.	36
Figura 11 - Formação das células de discordâncias e a estrutura lamelar atingida após o aumento da deformação.	38
Figura 12 – Diagrama tempo-temperatura da transformação de ferrita em austenita no resfriamento.	40
Figura 13 - Diagrama de transformações em função do tempo e temperatura para aços de estrutura dúplex.	41
Figura 14 - Tensões atingidas no processamento realizado por Farias.	42
Figura 15 - Durezas obtidas por diferentes velocidades de processamento por ECA em aço SAF2205.	43
Figura 16 - Parte da seção longitudinal da amostra processada por 1,5mm/minuto.	43
Figura 17 - Estruturas obtidas após o tratamento por (a) 15min, (b)30 min e (c) 60min em 1200 °C.	44
Figura 18 - Ponto triplo numa amostra processada por ECA a velocidade de 1,5 mm/min. e dois passes. Tratamento térmico de 60min a 1200 °C.	44
Figura 19 - Micrografia da superfície de fratura de monocristais $\langle 111 \rangle$ feita por microscópio eletrônico de transmissão.	45
Figura 20 - Micrografia obtida por MEV de amostra tratada a 1200 °C por 30 minutos. Amostra processada a velocidade de 12mm por minuto.	46
Figura 21 - 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.	46
Figura 22 - Imagem do corpo de prova usinado.	50
Figura 23 - Matriz de canal angular utilizada, aberta e fechada, respectivamente.	51
Figura 24 - Imagem da extrusão em canal angular em equipamento de ensaios mecânicos.	53

Figura 25 - Faces longitudinal(a), transversal(b), e da superfície(c) do aço inoxidável dúplex UNS31803, respectivamente.	56
Figura 26 - Cubo formado pelas imagens (a)seção transversal, (b) superfície de laminação e (c)seção longitudinal.	57
Figura 27 - Variação da dureza com a espessura do material laminado em corte (a) longitudinal e (b) transversal da chapa.....	58
Figura 28 - Variação das tensões com o avanço da amostra na matriz para cada passe realizado.	59
Figura 29 - Amostras processadas por 1 passe (a), 2 passes (b) e 4 passes (c).....	61
Figura 30 - Micrografia por MEV do ponto de convergência dos grãos processados por 4 passes.....	62
Figura 31- Gráfico da variação de dureza em relação ao número de passes aplicados.	63
Figura 32 - Micrografias de amostras processadas em 1 (a), 2 (b) e 4 (c) passes, respectivamente.	64
Figura 33 - Micrografia por MEV da amostra processada com 4 passes em diferentes aumentos.....	65
Figura 34 - Variação do teor de ferrita com os diferentes processamentos.	66
Figura 35 - Amostras de 1 (a), 2 (b) e 4 (c) passes tratadas a 1000°C por 7,5 minutos, respectivamente.....	68
Figura 36 - Amostras de 1 (a), 2 (b) e 4 (c) passes tratadas a 1000°C por 15 minutos, respectivamente.	69
Figura 37 - Amostras de 1 (a), 2 (b) e 4 (c) passes tratadas a 1000°C por 30 minutos, respectivamente.	70
Figura 38 - Amostras de 1 (a), 2 (b) e 4 (c) passes tratadas a 1200°C por 15 minutos.	72
Figura 39 - Amostras processadas com 4 passes e tratadas a 1200°C por 7,5 (a); 15 (b) e 30 (c) minutos, respectivamente.	73
Figura 40 - Amostras processadas por 1 (a), 2 (b) e 4 passes (c), respectivamente tratadas a 1200°C por 15 minutos.....	74
Figura 41 - Amostra processada por 4 passes e tempo de tratamento de 7,5 minutos (a), 15 minutos (b) e 30 minutos(c).	75
Figura 42 - Amostra de 4 passes tratada por 15 minutos a 1200°C.....	76
Figura 43 - Gráfico de dureza das amostras tratadas a 1200°C.	77
Figura 44 - Gráfico gerado pela difração de raios x no material processado e tratado a 1200°C.	78
Figura 45 - Difração de raios x revelando os picos referentes à austenita($Fe\gamma$) e à ferrita ($Fe\alpha$).....	79

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Elementos de liga presentes no aço UNS 31803.....	48
Tabela 2 - Durezas obtidas para o aço não processado nas diferentes faces.	57
Tabela 3 - Dureza com as diferentes condições de processamento	62
Tabela 4 - Valores obtidos por ferritoscopia para os diferentes processamentos	65
Tabela 5 - Teores de ferrita nas amostras laminadas.	66

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	14
2.1 EXTRUSÃO POR CANAL ANGULAR (ECA).....	14
2.1.1 O equipamento utilizado na ECA.....	19
2.1.2 Deformação imposta durante a ECA	20
2.1.3 Rotas de processamento	23
2.1.4 Fatores experimentais que influenciam a ECA	25
2.1.5 Fatores que influenciam a microestrutura final	26
2.1.5.1 Ângulo do canal Φ	26
2.1.5.2 Ângulo de curvatura Ψ	27
2.1.5.3 Velocidade de deformação	27
2.1.5.4 Temperatura de processamento	27
2.1.5.5 Uso de contrapressão	28
2.2 AÇOS INOXIDÁVEIS	29
2.2.1 Elementos que compõe os aços inoxidáveis	30
2.2.2 Famílias de aços inoxidáveis	31
2.2.3 Aços inoxidáveis dúplex.....	32
2.3 TRATAMENTO TÉRMICO	34
2.3.1 Recristalização.....	36
2.3.2 Heterogeneidade de deformação.....	37
2.3.3 Precipitações de outras fases.....	40
2.4 EXTRUSÃO EM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF 2205.....	41
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	48
3.1 AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX	48
3.2 CARACTERIZAÇÃO INICIAL	48
3.3 CORPOS DE PROVA	49
3.4 MATRIZ UTILIZADA	50
3.5 PROCESSAMENTO	51
3.6 EQUIPAMENTO	52
3.7 TRATAMENTOS TÉRMICOS	53
3.8 LAMINAÇÃO.....	54
3.9 MICROSCOPIA ÓPTICA	54
3.10 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	54
3.11 DUREZA	54
3.12 FERRITOSCOPIA.....	55
3.13 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	55
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	56
4.1 MICROSCOPIA ÓPTICA	56

4.2 DUREZA DO MATERIAL NÃO PROCESSADO	57
4.3 TENSÕES DE PROCESSAMENTO	58
4.4 MATERIAL PROCESSADO POR CANAL ANGULAR.....	60
4.5 FERRITOSCOPIA.....	65
4.6 TRATAMENTOS TÉRMICOS A 1000 °C.....	67
4.7 TRATAMENTOS TÉRMICOS A 1200 °C.....	70
4.7.1 Micrografias por microscopia Óptica.....	71
4.7.2 Micrografias por Microscopia Eletrônicas de Varredura.....	73
4.7.3 Dureza por Microindentação	76
4.7.4 Difração de Raios-X.....	77
5 CONCLUSÕES	81
REFERÊNCIAS.....	83

1 INTRODUÇÃO

A importância dos materiais em nossa sociedade ocorre desde o início dos tempos, na Idade da Pedra, onde os primeiros seres humanos iniciaram a produção de ferramentas para ajudá-los nas suas atividades utilizando os materiais disponíveis na época. Com o tempo o homem foi aperfeiçoando cada vez mais suas ferramentas e com isso foram surgindo novas necessidades de materiais. Com isso surgiram novos estudos e buscas por novas propriedades e formas de aprimorar os materiais para atingir as características desejadas.

Os aços inoxidáveis são aços com elevado teor de cromo e níquel que propiciam elevada resistência à corrosão. A sua resistência à corrosão, resistência mecânica e as suas propriedades higiênicas e estéticas fazem do aço inoxidável um material muito atrativo para satisfazer diversos tipos de demandas.

Na busca por aprimorar as características de resistência mecânicas dos materiais metálicos, muitos estudos são realizados com o fim de obter a redução do tamanho dos grãos nestes materiais, para aumentar a resistência mecânica destes materiais.

O processo de extrusão por canal angular promove deformações severas nos materiais processados, sem alterar significativamente as características dimensionais do material processado. Durante a recristalização do material, estas deformações promovem uma condição que levam à formação de novos grãos com tamanho reduzido em relação ao grão inicial deformado. Esta nova estrutura com tamanhos de grãos reduzidos promovem um aumento na resistência mecânica do material.

Baseado em um estudo preliminar realizado com um aço inoxidável dúplex processado por extrusão em canal angular em que se processou o material com dois passes pela matriz de canal angular, este presente trabalho tem por objetivo estudar o processamento de um aço inoxidável dúplex para atingir um número maior de passes, pela alteração de parâmetros de processamento para reduzir as tensões atingidas durante a extrusão do material. Realizar diferentes modos de tratamento térmico para avaliar a influência destes parâmetros na estrutura do material e comparar com as alterações ocorridas durante a ECA com as ocorridas em um processo de laminação. Realizaram-se caracterizações no material em ensaios que permitam avaliar as alterações que ocorrem por estes processos.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Para esclarecer o modo como ocorrem as alterações estruturais e o incremento nas propriedades mecânicas durante o processamento do material por extrusão em Canal Angular, são descritos a seguir o processo de extrusão por canal angular, os aços inoxidáveis, as transformações ocorridas durante o tratamento térmico e informações sobre um estudo prévio que originou o presente trabalho.

2.1 EXTRUSÃO POR CANAL ANGULAR (ECA)

São muitos os fatores que determinam as propriedades físicas e mecânicas dos materiais, mas o tamanho de grão médio é um fator que se sobressai e torna-se um fator principal no aumento de resistência mecânica do material. Sua efetividade na variação de resistência, para materiais policristalinos, é demonstrada na equação de Hall Petch, que determina a tensão de escoamento σ_y e é dada pela equação 2.1, a seguir (1):

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (2.1)$$

Onde σ_0 é a tensão inicial, e k_y é uma constante de escoamento. A equação 2.1 mostra que a redução do tamanho de grão médio promove um aumento na tensão de escoamento do material. Isto torna interessante a produção de materiais com reduzido tamanho médio de grão, para apresentar materiais com maior resistência mecânica. (1)

Os materiais produzidos por processos convencionais apresentam uma estrutura de grãos mais grosseira, pois os processos de fabricação empregados para a obtenção destes materiais não permite uma redução de tamanho de grão maior que certo limite. Para obter grãos sub-micrométricos, é necessário o desenvolvimento de novas técnicas de fabricação que permitam a redução de tamanho de grão além dos limites dos processos convencionais. Muitos estudos vêm sendo realizados com o âmbito de promover grandes reduções no tamanho médio de grãos para tentar atingir granulometrias sub-micrométricas ou nanométricas, e estas técnicas se dividem em dois métodos de produção distintos, o *bottom-up* e o *top-down*. As técnicas *bottom-up* são aquelas que partem do princípio

de posicionamento individual de átomos ou consolidação de nanopartículas, mas estas técnicas geralmente produzem volumes muito pequenos de material. As técnicas *top-down* consistem em processar um volume de sólido de granulometria relativamente grossa por processos que promovam a redução de tamanho de grãos por deformação plástica severa. As técnicas *top-down* facilitam a adaptação dos processos para a produção de volumes maiores e também pode ser aplicada a uma diversa gama de metais e ligas. (2,7)

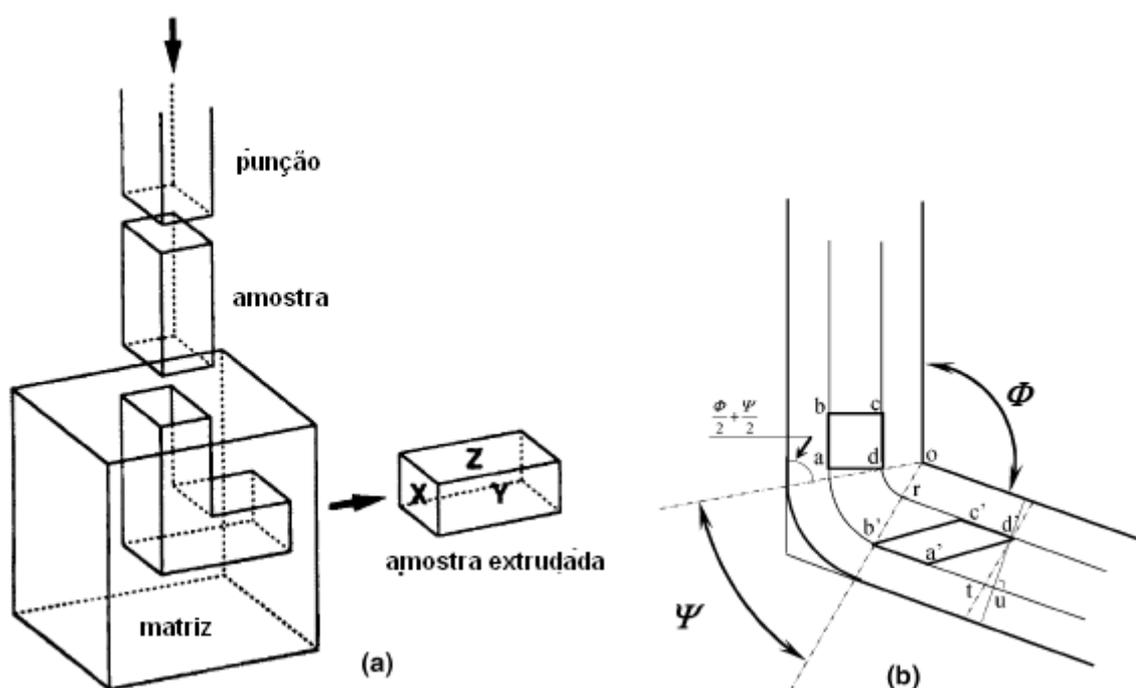
Uma abordagem diferente vem sendo utilizada para promover a redução dos tamanhos de grãos de materiais processados por métodos convencionais, que apresentam uma granulação grosseira, faz-se a aplicação de deformações severas, que consiste em aplicar uma carga elevada em um curto período de tempo, no material, o que promove uma redução considerável do tamanho de grão. Este método permite a transformação de volumes grandes de material, sem ocorrer a contaminação presente quando trabalha-se com volumes pequenos de material, e pode ser aplicado a um grande número de ligas já presentes no mercado. Trabalhos envolvendo materiais puros mostraram o potencial de deformação e redução de tamanho de grão com contornos de alto ângulo e obtenção de grãos sub-micrométricos, resultando em estruturas homogêneas relativamente equiaxiais. Esta abordagem se baseia em promover um alto grau de encruamento no material, gerando uma alta densidade de discordâncias no volume do sólido. Estas discordâncias posteriormente são rearranjadas de modo a formar novos sítios de nucleação de novos grãos, que formarão novos grãos durante o tratamento térmico, reduzindo o tamanho médio de grãos. (2,4,5,7,8,9)

A extrusão por canal angular (ECA), também muito conhecida como ECAP (*Equal Channel Angular Processing*), é uma técnica de deformação plástica severa que promove a redução de tamanho de grãos sem promover alterações significativas na seção transversal do material processado. A ECA é uma técnica interessante, pois pode ser aplicada a materiais de grande volume, proporcionando a possibilidade de processamento de material em larga escala para fins comerciais. É uma técnica que pode ser utilizada para uma grande variedade de ligas comerciais existentes, para ligas de diferentes estruturas cristalinas, pois é um procedimento bastante simples e similar à extrusão convencional. A matriz é o único equipamento que diferencia a ECA de uma extrusão convencional e necessita de uma atenção especial na sua confecção, pois apresenta um desvio no canal da matriz com um

ângulo definido. A homogeneidade obtida pelo processamento por ECA é regular ao longo das amostras processadas e para maiores deformações podem ser realizados diversos passes consecutivos. (2,3,4,6,7,8)

A matriz utilizada na extrusão por canal angular é uma matriz que apresenta uma curvatura em seu canal com um ângulo de desvio no alinhamento entre o canal de entrada e o canal de saída da matriz onde o material é extrudado. Assim considera-se que existem dois canais de dimensões iguais que se interceptam dentro da matriz, um canal de entrada e um de saída. Na interseção dos dois canais existem dois importantes ângulos a serem considerados: o ângulo Φ , que é a diferença de orientação entre os canais de entrada e saída da matriz, e um ângulo Ψ , que é a curvatura externa que faz a junção entre os canais de forma arredondada para diminuir a tensão na junção externa do canal, que apresentaria um nível mais elevado e a junção ocorresse sem este ângulo de arredondamento. A figura 1 (a) mostra de forma simplificada o processo de extrusão por canal angular e na figura 1 (b) ilustra os ângulos Φ e Ψ do canal angular da matriz. (2,3,4,7,8,10,11)

Figura 1- (a) Ilustração da ECA e (b) definição dos ângulos Φ e Ψ na matriz.
Fonte: VALIEV, LANGDON (2)

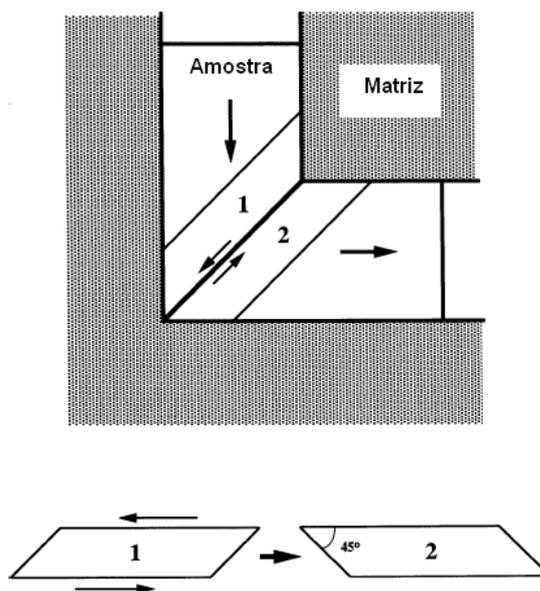


A amostra é então usinada para encaixar no canal da matriz, de forma a apresentar a menor folga possível, pois se uma folga grande ocorrer o corpo de

prova sofre uma expansão lateral antes de sofrer a deformação esperada. Este corpo de prova usinado é então pressionado para dentro do canal da matriz, com a ajuda de um punção para fazer que a maior parte possível do corpo de prova passe através do canal da matriz. Então é feita a extrusão do corpo de prova através da matriz, onde quando passa pela interseção dos canais, ou seja, pela curva presente no canal da matriz, o material sofre uma deformação elevada devido às forças cisalhantes presentes na passagem do corpo de prova pela curva da matriz, como mostra a figura 2. Ocorre, durante a passagem da peça pela matriz, a transposição dos elementos 1 e 2 mostrados na figura 2, pelo cisalhamento aplicado. Nota-se também na figura 2, que apesar do cisalhamento e da deformação severa aplicada ao material, a seção transversal da peça depois do processamento não apresenta variação considerável. (2,4,7,8,10,11)

Figura 2 - Princípio da ECA mostrando o plano de cisalhamento dentro da matriz: os elementos numerados, 1 e 2 são transpostos por cisalhamento como indicado na parte inferior da imagem.

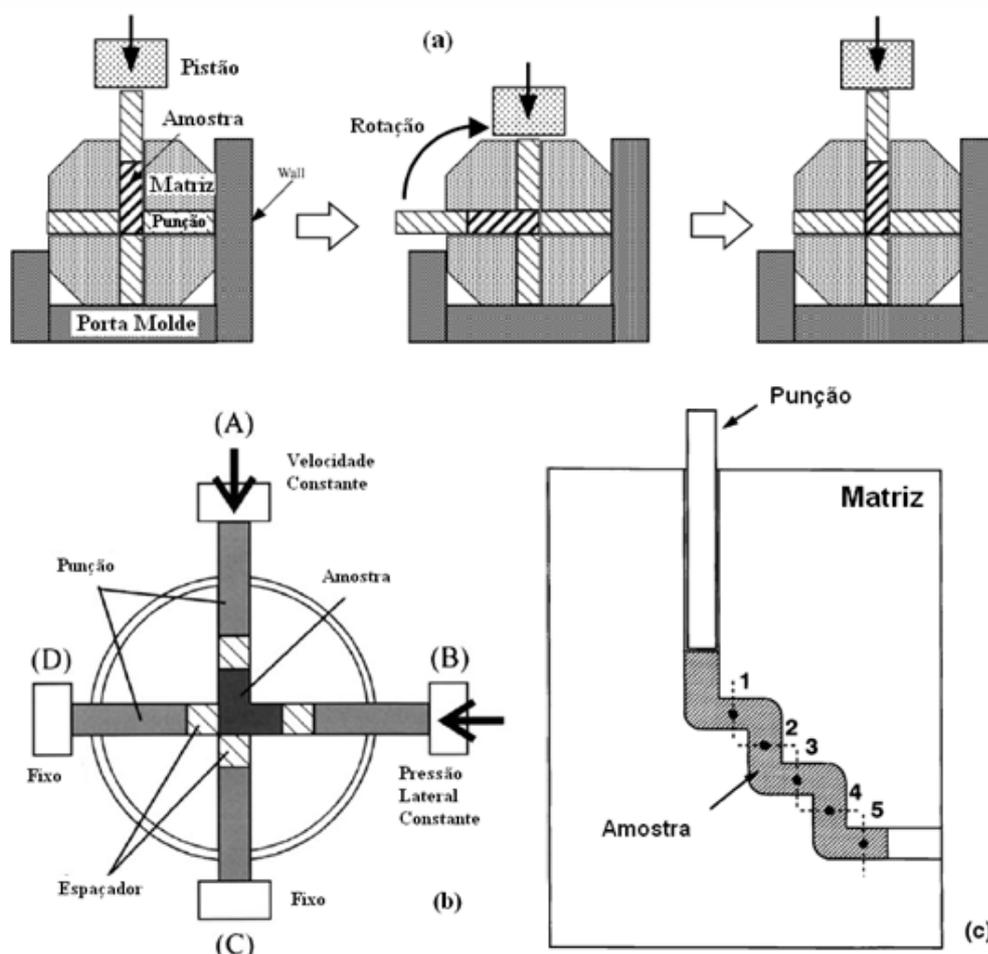
Fonte: VALIEV, LANGDON (2)



A manutenção da seção transversal inicial da peça extrudada permite que sejam realizadas novas extrusões na mesma peça, onde pode-se rotacionar ou não a peça ao redor do eixo paralelo ao sentido de extrusão entre as extrusões consecutivas, para promover a atuação de novos sistemas de escorregamento. Extrusões sucessivas promovem um acúmulo de deformação, levando o material a níveis de deformação extremamente altos. (2,4,7,8,12)

A utilização de métodos alternativos para ECA pode incluir matrizes rotativas, onde canais se interceptam no centro da matriz e com a liberação e bloqueio dos canais desejados pode-se promover diversos passes na amostra sem retirá-la da matriz, apenas com o giro em 90° e o reposicionamento dos punções, este processo é ilustrado na figura 3 (a), a extrusão lateral, mostrada na figura 3 (b), que segue o mesmo preceito da matriz rotacional, mas trabalha com um sistema de compressão para cada canal da matriz, não sendo necessária a rotação da matriz entre os passes. A matriz multipasse, que consiste em uma matriz com um canal com diversas curvas numa mesma matriz que proporcionarão seguidas deformações no material, figura 3 (c). Estes métodos alternativos facilitam o processamento se comparado com o processo ECA convencional, pois eliminam o fato de que o corpo de prova tem que ser extrudado, então retirado e posteriormente recolocado na matriz para realizar diversos passes para obter uma deformação mais severa. Estas operações intermediárias são muito trabalhosas e demoradas, tornando a ECA de múltiplos passes prolongada e exigindo muita mão-de-obra, e estes procedimentos proporcionam alternativas para reduzir o número de operações e agilizar o processamento múltiplo por ECA. (2,7)

Figura 3 - (a) Matriz rotacional, (b) Matriz de extrusão lateral e (c) Matriz multipasse.
 Fonte: VALIEV, LANGDON (2)



2.1.1 O equipamento utilizado na ECA

O equipamento de ECA difere-se de um equipamento de extrusão convencional pela confecção da matriz. Na ECA, a matriz consiste em duas placas metálicas polidas, que se encaixam e são fixadas juntas por meio de parafusos robustos, uma vez que os níveis de tensão bastante elevados, uma das placas apresenta um canal, normalmente de seção transversal de geometria quadrada ou retangular, polido, com uma curvatura de ângulo Φ e um ângulo de curvatura externa Ψ , por onde a amostra passará durante o processamento. A matriz é fechada com a placa que não apresenta o canal e parafusada firmemente para não soltar-se durante o processamento e manter o canal bem fechado. É utilizado um lubrificante para reduzir o atrito da amostra com as paredes do molde durante o processamento. A extrusão é feita por meio de um equipamento que atua em

compressão, forçando a passagem da amostra pelo canal com a ajuda de um punção, feito de material de elevada dureza e resistência, normalmente aços ferramenta, com dimensões que permitam a passagem pelo canal com a mínima folga possível. (3,4,5,6,10,11)

Podem ser utilizados outros tipos de matrizes para reduzir o atrito da amostra com as paredes da matriz, como a matriz com paredes móveis, onde uma das paredes da matriz é móvel, e acompanha a amostra durante seu processamento, movendo-se com velocidade igual à aplicada na amostra, evitando que ocorra um arrasto da superfície do material com a parede da matriz reduzindo o atrito, pode ser com a parede móvel no canal de entrada ou no canal de saída da matriz. (4)

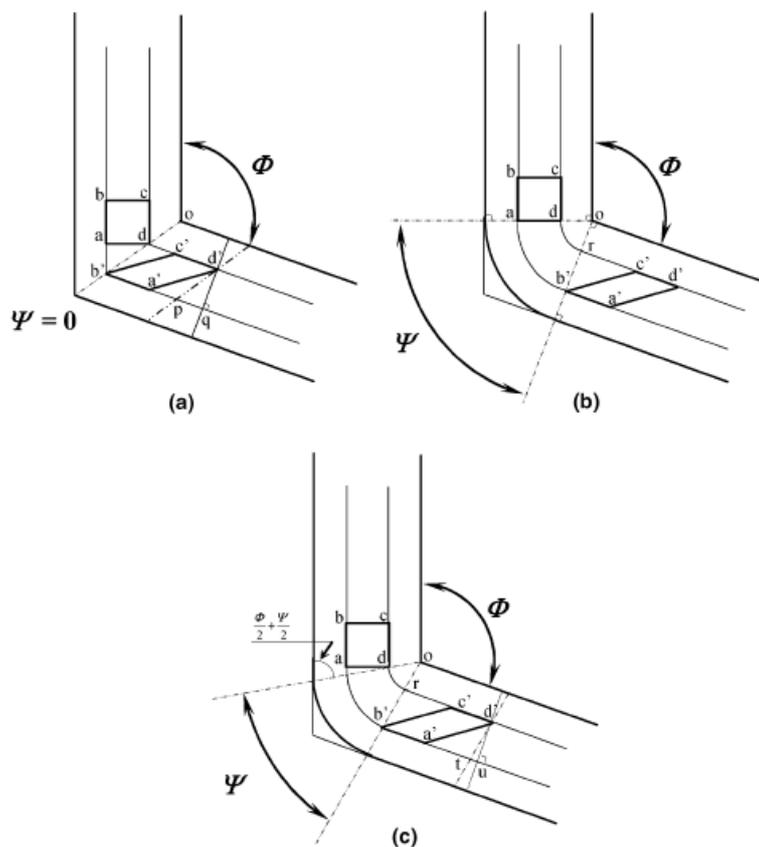
Para a utilização em peças grandes, em materiais de variados graus de resistência e dureza, e para os fins de grandes processamentos em escala comercial é necessário o desenvolvimento de matrizes especiais, considerando as tensões e particularidades presentes em cada tipo de processamento a que a matriz vai ser submetida. (4,6)

São vários os parâmetros que determinam a eficiência da extrusão e as características do material extrudado, influenciando na estrutura de grãos ultrafinos resultante da ECA, entre estes parâmetros estão a deformação imposta em cada passe pela matriz, os sistemas de deslizamento do material que estarão atuando durante a extrusão, os padrões de cisalhamento presentes durante o processo de extrusão. (2,3,5,6)

2.1.2 Deformação imposta durante a ECA

Em cada passe pela matriz de ECA uma deformação é imposta ao material e esta deformação pode ser estimada usando fatores presentes em diferentes configurações da matriz, que podem ser visualizadas na figura 3. A figura 4 mostra o ângulo Φ , que é o ângulo do canal da matriz e o ângulo Ψ do arco de curvatura onde os canais de entrada e de saída se encontram. Pode-se notar três situações distintas com relação a estes ângulos, na figura 3 (a) tem-se $\Psi = 0$, na figura 3 (b) $\Psi = (\pi - \Phi)$ e (c) representa uma condição onde $0 < \Psi < (\pi - \Phi)$. Para as estimativas assumem-se amostras que não sofrerão efeitos friccionais. (2,4,5,8,9,10)

Figura 4 - Princípios da ECA para um ângulo do canal Φ e as situações: (a) onde $\Psi=0$, (b) onde $\Psi=(\pi - \Phi)$ e (c) $0 < \Psi < (\pi - \Phi)$.
 Fonte: VALIEV, LANGDON (2)



Para a situação onde apresenta-se $\Psi=0$, da situação 3 (a), um elemento quadrado dentro do material processado por ECA passaria pelo plano de cisalhamento teórico e se transformaria num paralelogramo devido à deformação. Pode ser mostrado que a deformação cisalhante, γ , é dada por (2):

$$\gamma = 2\cot(\Phi/2) \quad (2.2)$$

Usando o mesmo princípio para a situação onde $\Psi = (\pi - \Phi)$ da figura 3 (b), tem-se (2):

$$\gamma = \Psi \quad (2.3)$$

E uma solução similar para a figura 3 (c) (2) seria:

$$\gamma = 2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \quad (2.4)$$

Verificando a equação 2.4, pode-se notar que a sua solução para o caso onde $\Psi=0$ resulta na equação 2.2, e para o caso onde $\Psi = (\pi - \Phi)$ a sua solução resulta na equação 2.3, e chega-se à equação que estima a deformação total após N passes que é a seguinte (2):

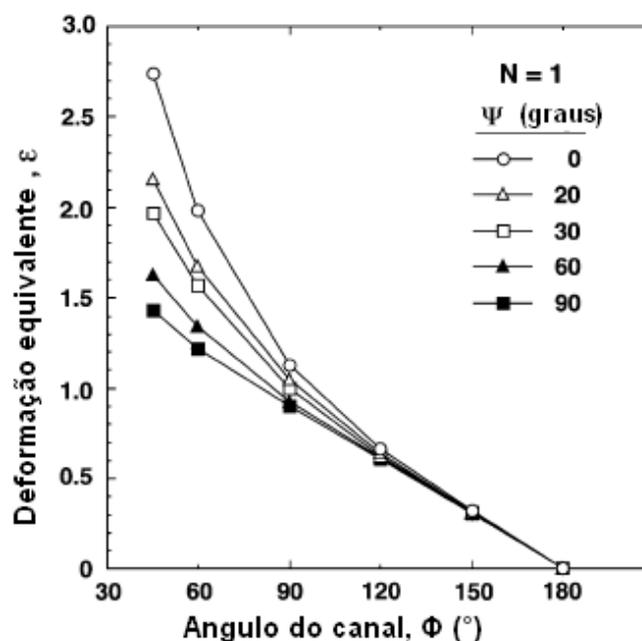
$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (2.5)$$

A equação 2.5 apresenta uma excelente aproximação das deformações resultantes dos passes por uma matriz ECA, fornecendo assim um modo simples de direto de prever as deformações para quaisquer combinações de valores para os ângulos Φ e Ψ . Experimentos realizados puderam confirmar a eficiência da previsão realizada através da equação 2.5 e mostraram que a deformação ocorrida no corpo de prova é coerente com a aproximação pela equação em 85% do volume do corpo de prova, apenas 15% não acompanham esta aproximação devido aos efeitos de atrito nas proximidades da parede inferior da matriz. (2)

A figura 5 mostra uma representação gráfica da equação 2.5, mostrando como a variação dos ângulos Φ e Ψ influenciam na deformação resultante de um único passe. As deformações foram calculadas para ângulos que variam de 45 a 180° com variações no ângulo do arco de curvatura de 0 a 90°. (2)

Figura 5 - Variação da deformação equivalente para diferentes ângulos Φ e Ψ , para um único passe, calculada através da equação 3.5.

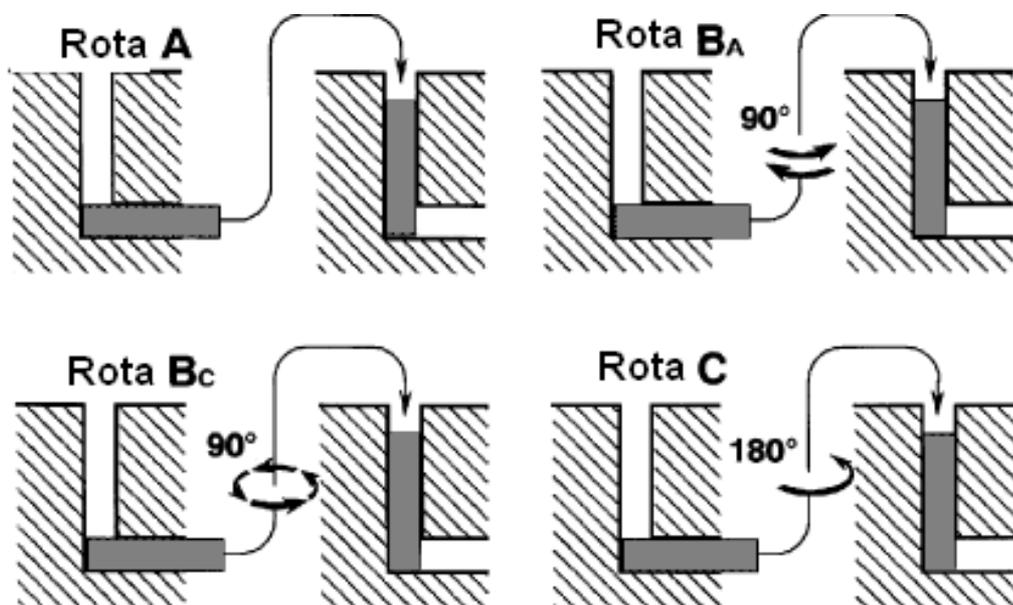
Fonte: VALIEV, LANGDON (2)



2.1.3 Rotas de processamento

Para o processamento de materiais através da ECA, uma variação que pode ser introduzida com o objetivo de alterar os padrões de deformação promovidos por este tipo de processamento é a mudança no modo como se introduz o corpo de prova para o passe seguinte de processamento, fazendo com que o corpo de prova seja rotacionado ou não, isto gera uma série de rotas de processamento, que podem ser classificadas em quatro principais, sendo a rota A quando o corpo de prova é processado sem que ocorra nenhum tipo de rotação entre os passes. Na rota B_A o corpo de prova é rotacionado em 90° entre cada passe em direções alternadas, sendo em um passe a rotação no sentido horário e no passe seguinte em sentido anti-horário. Na rota B_C a rotação do corpo de prova é também de 90° entre os passes, porém sempre na mesma direção, ao contrário da rota B_A de processamento. Na rota C de processamento, a amostra é rotacionada em 180° entre os passes. Pode ocorrer uma combinação de rotas de processamento, usando duas rotas alternadas entre os passes. A figura 6 mostra uma ilustração das rotas de processamento principais. (2,3,5,6,7,8,12)

Figura 6 - Ilustração das rotas de processamento possíveis na ECA.
 Fonte: VALIEV, LANGDON (2)

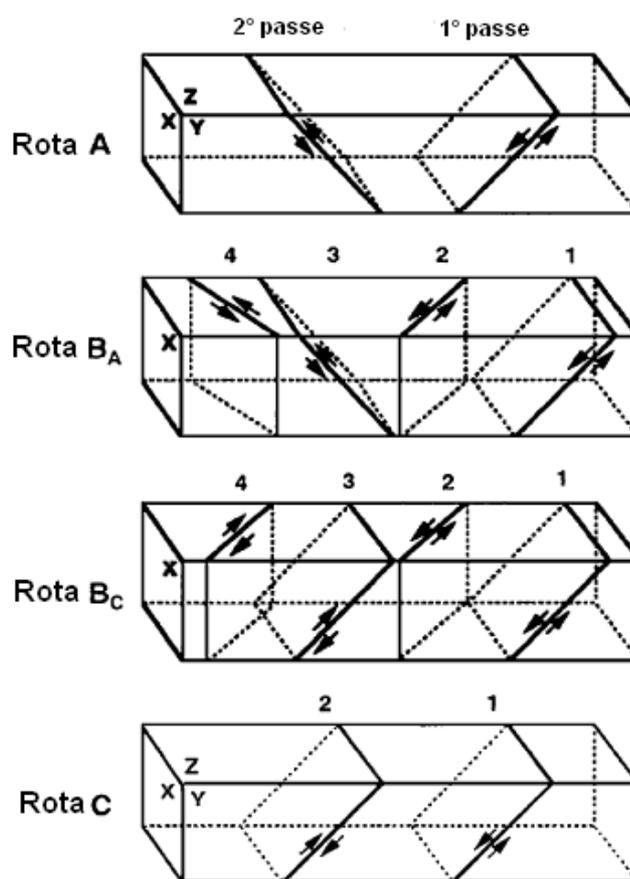


Estas diferentes rotas de processamento vão promover a atuação de diferentes sistemas de escorregamento durante o processamento por ECA. A figura 7 mostra como variam as atuações de diferentes sistemas de deslizamento com a variação das rotas de processamento e do número de passes aplicado à amostra. Observa-se que na rota A existem 2 planos de cisalhamento atuantes em cada passe alternado, estes planos se interceptam com um ângulo de 90° e promovem um acúmulo de deformação ao decorrer dos passes. Na rota B_A existem 4 planos de cisalhamento distintos que se interceptam em ângulos de 120° entre si, também gerando um acúmulo de deformação com o incremento do número de passes. Na rota C o cisalhamento submetido ocorre sempre no mesmo plano em cada passagem pela matriz, o que ocorre é a reversão da direção deste cisalhamento em cada passe alternado, gerando um processo de deformação repetitivo, pois após um passe, rotacionando a amostra em 180° e realizando um segundo passe, a deformação do primeiro passe é revertida durante o segundo passe devido ao mesmo sistema de deslizamento estar atuando em direção oposta ao primeiro passe. Portanto, a deformação é revertida a cada número par de passes realizados em uma amostra processada pela rota C. Na rota B_C de processamento ocorre também a restauração da deformação por haverem planos de cisalhamento contrários a cada dois passes, assim a deformação promovida no primeiro passe é

revertida no terceiro passe e a deformação do segundo passe é revertida no quarto passe, gerando também um processo de deformações redundantes. (2,3,5,6,7,8,12)

Figura 7 - Planos de cisalhamento atuantes para cada rota de processamento em diferentes passes realizados.

Fonte: VALIEV, LANGDON (2)



2.1.4 Fatores experimentais que influenciam a ECA

Existem diversos fatores que influenciam o processamento por ECA e trazem consequências para a microestrutura resultante, os principais fatores são divididos em três categorias principais. Os fatores relacionados aos equipamentos de ECA, fatores de parâmetros de processamento e as características do material antes do processamento que podem influenciar no produto final obtido pelo processamento por ECA. (2,3,5,6)

2.1.5 Fatores que influenciam a microestrutura final

2.1.5.1 Ângulo do canal Φ

O fator mais importante no processamento por ECA é o ângulo Φ , formado entre os canais, ilustrado na figura 1, pois é ele que determina a deformação imposta durante cada passe no processamento, o que vai influenciar predominantemente na microestrutura resultante no material processado. Estudos realizados mostraram que o ângulo do canal influencia diretamente na deformação atingida, na regularidade da deformação ao longo do material processado e na facilidade em atingir a estruturas de grãos ultrafinos. Quanto menor o ângulo do canal, maior a deformação imposta ao material em cada passe e maior regularidade na deformação. Os grãos formados apresentam estruturas com formato mais próximos aos equiaxiais e com maiores diferenças nos ângulos de orientação em relação aos grãos vizinhos. (2,3,4,5,6,7,10,11)

Durante o processamento por ECA é importante que a deformação imposta durante cada passe pela matriz seja a mais alta possível, isso leva a uma situação ideal onde o melhor ângulo para a confecção da matriz seria de 90° , que causa a maior deformação durante o processamento. Porém, apesar da eficiência maior das matrizes com ângulos próximos a 90° , em casos onde o material apresenta uma resistência mecânica muito alta ou uma baixa ductilidade um método de facilitar o processamento, reduzindo as tensões aplicadas, seria executar a extrusão em matrizes com ângulos de canal maiores que 90° . (2,3,4,5,6,7,10,11)

Analisando a evolução da deformação com a redução do ângulo do canal pode-se imaginar que a situação onde teriam uma maior deformação seria com ângulos abaixo dos 90° , onde as deformações seriam ainda mais severas. Porém, ao reduzir este ângulo aumenta-se muito a tensão necessária para realizar os passes, limitando o uso para materiais pouco dúcteis e de elevada resistência, pois nestes casos é necessária uma grande robustez nos equipamentos para ECA. (2,3,5,6,10)

2.1.5.2 Ângulo de curvatura Ψ

O ângulo de curvatura, Ψ , é o ângulo relativo ao raio de concordância com o qual as paredes do canal se encontram, como mostra a figura 1, este ângulo não apresenta um papel tão importante quanto o ângulo do canal na produção de deformações severas no material. O que ocorre na ausência destes ângulos é que a amostra já não toca as paredes do molde nas proximidades da intersecção dos canais, o que gera uma zona morta na parede externa do canal próximo a curva. O arco de curvatura presente nas matrizes promove o contato da amostra com as paredes da matriz durante todo o processamento da amostra, acabando com a zona morta presente em canais com ângulos de curvaturas externas iguais a 0° . (2,3,5,6,7)

2.1.5.3 Velocidade de deformação

O processamento por ECA é normalmente realizado em velocidades de processamento que variam entre 1 e 20mm/s. As consequências destas variações nas velocidades de processamento foram analisadas em alguns estudos e os resultados mostraram que a velocidade de processamento não afetou significativamente o equilíbrio do tamanho dos grãos ultrafinos obtidos, mas como a recuperação ocorre mais facilmente nos materiais processados a velocidades mais baixas, em velocidades mais baixas se obtêm microestruturas com maior equilíbrio na distribuição do tamanho dos grãos. (2,5,6,7)

2.1.5.4 Temperatura de processamento

Durante o processamento por ECA, a temperatura tem um papel muito importante na microestrutura obtida após o processamento do material. Realizar o processamento em temperaturas mais altas reduz a tensão necessária para escoar o material pela matriz, facilitando o processamento, enquanto as temperaturas mais baixas fazem com que o material apresente uma redução maior no tamanho dos grãos e subgrãos obtidos devido a menor recuperação, pois a temperaturas elevadas a recuperação ocorre mais facilmente e a eliminação de discordâncias faz

com que se formem menores quantidades de contornos de sub-grãos e consequentemente a formação de novos grãos é reduzida. (2,5,6,7)

Então, embora seja mais fácil processar materiais por ECA em temperaturas mais elevadas, resultados melhores em relação à microestrutura resultante são obtidos quando se realiza o processamento a temperaturas mais baixas, assegurando que seja mantida a ductilidade suficiente do material para não provocar fissuras durante o processamento. (2,5,6,7)

2.1.5.5 Uso de contrapressão

O uso de contrapressão no processamento de materiais por ECA consiste em aplicar uma pressão contrária à direção de processamento do material através do canal de saída da matriz. Esta pressão tem uma intensidade menor que a pressão principal de processamento e atua promovendo um aumento da tensão a que o material é submetido. (2)

Uma das vantagens da contrapressão é o aumento na capacidade de se trabalhar o material, onde a contrapressão aumenta a capacidade de processamento do material, aumentando o número de passes possíveis antes do surgimento de fissuras no material processado, promovendo assim uma maior capacidade de deformação. A contrapressão também ajuda a uniformizar o fluxo de material durante o processamento, com o uso da contrapressão pode-se eliminar a zona morta que ocorre na região do arco de curvatura da parede externa do canal, a contrapressão faz com que o material preencha totalmente o canal nesta região, mantendo-o sempre em contato com as paredes da matriz. (2)

Estudos mostram também que a contrapressão aumenta a capacidade de redução do tamanho médio de grão dos materiais processados. (2)

Existem diversas formas de se impor uma contrapressão no canal de saída da matriz, como aumentar a fricção na saída da matriz, usar um meio viscoso dúctil, aplicar um segundo punção no canal de saída da matriz e até matrizes controladas por computadores. (2)

Uma característica importante presente nos materiais processados por ECA é a homogeneidade da microestrutura equiaxial resultante ao longo da seção das amostras, apenas uma pequena parte da amostra, situadas nas regiões periféricas

inferiores, próxima da superfície e com uma espessura bastante pequena apresenta heterogeneidade na microestrutura em relação ao restante do material processado. (2,7,9,11,12)

A extrusão por canal angular é uma técnica de processamento que promove deformações plásticas severas que se torna muito interessante, pois tem o potencial para ser aplicada a volumes grandes de material, produzindo materiais para uma série de aplicações estruturais, pode ser aplicado a um grande número de metais e ligas de diferentes estruturas cristalinas, necessita apenas de desenvolvimento de uma matriz para o processamento, uma vez que os outros equipamentos utilizados na ECA são semelhantes aos utilizados numa extrusão convencional e produz materiais com uma microestrutura com uma homogeneidade razoável. Estas características tornam a ECA um processo de fácil desenvolvimento e com resultados excelentes na obtenção de materiais com granulometria ultrafina. (2)

2.2 AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis são ligas com base do ferro, resistentes à corrosão que contém um teor máximo de carbono de 1,2% e um teor mínimo de cromo de 10,5% em peso. Esta é a quantidade mínima de cromo que protege da formação de ferrugem na presença de umidade, em atmosferas poluídas, daí a designação inoxidável. Esta é a quantidade mínima de cromo que é capaz de formar a camada passivadora, que é um filme muito fino que protege o restante do material da oxidação, que quando danificado é capaz de se refazer em vários tipos de ambientes. Com o aumento do teor de cromo e a presença de outros elementos, o aço inoxidável pode fornecer uma diversa gama de resistência à corrosão. (13,14,15)

Várias séries têm sido usadas por muitos anos em ambientes corrosivos tão leves como aplicações arquitetônicas em ambientes abertos até tão severas como produtos quimicamente ativos da indústria química. Os aços inoxidáveis são divididos em cinco categorias, de acordo com suas estruturas cristalinas e seus precipitados de reforço. Cada categoria apresenta suas características gerais próprias em termos de resistência à corrosão e propriedades mecânicas. Dentro de cada categoria, existe uma série de classes que variam em composição, resistência

a corrosão e custo. Os aços inoxidáveis são susceptíveis a diversas formas de ataques corrosivos localizados. O desempenho dos aços inoxidáveis pode ser afetado por diversos fatores de projeto como: fabricação, preparo de superfície e manutenção. (13)

A seleção de uma classe de aço inoxidável para uma determinada aplicação envolve muitos fatores a serem considerados, mas sempre o mais importante é a resistência a corrosão. Para fazer uma escolha correta é necessário ter conhecimentos sobre o ambiente e os tipos de ataque que estarão presentes durante utilização do aço. Depois de determinadas as características de resistência a corrosão necessárias para a aplicação é necessário determinar a resistência mecânica, o processo de fabricação, riscos presentes na aplicação, forma do produto (barras, chapas, tubos) e também os custos. (13)

2.2.1 Elementos que compõe os aços inoxidáveis

Cromo é o elemento fundamental para formar a camada passivadora que promove a proteção contra a oxidação. Seus teores variam de um mínimo de 10,5% até cerca de 29%, altos teores de cromo podem afetar de forma indesejada as propriedades mecânicas, dificultar os processos de fabricação que o envolvem, sua solda e aplicações em altas temperaturas. (13,14)

O Níquel estabiliza a estrutura austenítica, aumenta a ductilidade e resistência mecânica a quente e facilita a soldabilidade. É efetivo na repassivação, especialmente em ambientes redutores. (13,14)

O Manganês juntamente com o níquel em teores moderados, produz os mesmos efeitos do níquel, porém não é possível fazer a substituição total do níquel pelo manganês. Interage com o enxofre nos aços inoxidáveis e forma sulfetos de manganês. A composição e a morfologia destes sulfetos podem reduzir a resistência a corrosão, principalmente a corrosão por *pitting*. (13)

Molibdênio combinado com o cromo faz a estabilização do filme passivador na presença de cloretos. É efetivo no aumento da resistência da corrosão pontual e em fendas. (13,14)

O Carbono é útil no endurecimento por tratamento térmico, que é a base da classe martensítica, promove resistência em altas temperaturas. Em outras

aplicações o carbono é indesejável, pois reduz a resistência a corrosão pela sua reação com o cromo. Nos aços ferríticos reduz muito a tenacidade do aço. (13)

O Nitrogênio é benéfico aos aços inoxidáveis austeníticos aumentando a resistência à corrosão pontual e aumenta tenacidade ao material. Estabiliza a austenita, reduz a segregação do molibdênio e do cromo. Nos aços ferríticos traz conseqüências indesejáveis às propriedades mecânicas assim como o carbono. (13)

2.2.2 Famílias de aços inoxidáveis

Existem cinco famílias principais nos aços inoxidáveis, definidas pelas estruturas cristalográficas. Cada família se distingue em relação a suas propriedades mecânicas típicas. Além do mais, cada família tende a compartilhar uma natureza comum em termos de resistência ou susceptibilidade a formas de corrosão particulares. Entretanto, dentro de cada família, é possível ter uma faixa de composições substancial. Portanto, cada família é aplicável a uma larga faixa de ambientes de corrosão. (13)

- Aços inoxidáveis ferríticos: Os aços inoxidáveis mais simples que contém geralmente apenas ferro e cromo. O cromo é um estabilizador da ferrita, que tem uma estrutura cúbica de corpo centrado e é caracterizada como magnética, com resistência ao escoamento relativamente alta, porém com baixa ductilidade e capacidade de encruamento. É muito utilizado em sistemas de exaustão de automóveis e em outras aplicações em ambientes moderadamente corrosivos. (13)

- Aços inoxidáveis austeníticos: com a adição de elementos estabilizadores da austenita, como o níquel, o manganês e o nitrogênio, é possível alterar a estrutura cristalina do aço para cúbica de face centrada, que é não-magnética, com resistência ao escoamento relativamente baixa e alta ductilidade, taxas de encruamento altas e alta tenacidade. Estas propriedades mecânicas desejáveis combinadas com a facilidade de produção tornaram estes aços os mais utilizados dentro dos inoxidáveis. (13)

- Aços inoxidáveis martensíticos: com teores menores de cromo e teores relativamente altos de carbono é possível obter austenita a temperaturas altas e então, com o resfriamento rápido, transformar a austenita em martensita, que apresenta uma estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado. Esta martensita

resistente e frágil pode ser revenida para combinações desejáveis de alta resistência e uma tenacidade adequada. Por apresentar menores teores de cromo, para possibilitar a obtenção de austenita para posterior transformação em martensita, as resistências à corrosão destes aços são limitadas. A redução do teor de carbono e adição de nitrogênio, níquel e molibdênio ajudam estes aços a aumentar sua tenacidade e a resistência a corrosão. (13)

- Aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação: são aços com cromo e níquel que podem ser endurecidos por um tratamento de envelhecimento a uma temperatura moderadamente elevada. Podem apresentar estruturas cristalinas austeníticas, semi-austeníticas ou martensíticas. O endurecimento é atingido após a fabricação mantendo o material por um período de tempo a temperatura entre 480 e 620 °C. Estes aços não podem ser submetidos a altas temperaturas posteriores, pois podem perder sua resistência por super-envelhecimento dos precipitados. (13)

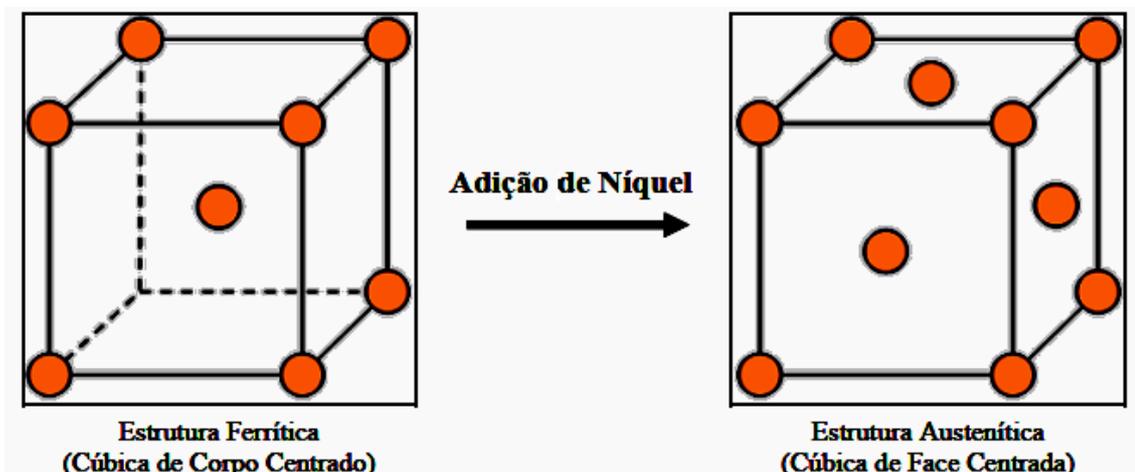
2.2.3 Aços inoxidáveis dúplex

Os aços usualmente utilizados na produção de peças e equipamentos resistentes a corrosão, os aços austeníticos e ferríticos apresentavam uma disputa entre propriedades, sendo que os aços ferríticos com menor resistência à corrosão apresentavam alta resistência mecânica, e os aços austeníticos, com alta resistência a corrosão apresentavam resistência mecânica da mesma ordem de aços doces mais comuns como o AISI 1008. Alterando suas microestruturas foram concebidos aços com estrutura martensítica ou endurecíveis por precipitação para aumento de resistência mecânica com alta resistência a corrosão, porém baixou muito a ductilidade de tais aços. (14,16,17,18,19,20)

Com o desenvolvimento de aços que combinavam as estruturas ferríticas e austeníticas notou-se uma combinação interessante de propriedades mecânicas e de resistência a corrosão, com uma resistência mecânica de aproximadamente o dobro dos aços ferríticos e austeníticos mais comuns e maior plasticidade que os aços martensíticos e dos aços endurecíveis por precipitação, mantendo excelente resistência a corrosão intergranular, por *pitting* e sob tensão. Esta combinação de propriedades resultou num aço com a resistência mecânica dos aços ferríticos,

porém com a ductilidade presente nos aços austeníticos. A figura 8 mostra as diferenças entre as estruturas ferrítica e austenítica. (14,16,18,21)

Figura 8 - Estrutura ferrítica (CCC) e austenítica (CFC).
Fonte: ZEMPULSKI (22)



Estes aços de estrutura dúplex solidificam com estrutura ferrítica e sofrem uma transformação de parte do volume de ferrita em austenita. Esta transformação gera uma estrutura de lamelas de ferrita e austenita alternadas, devido às energias de interface γ/σ serem mais baixas que as interfaces γ/γ e σ/σ , que facilita a formação deste tipo de estrutura. Forma-se uma estrutura lamelar com proporção de aproximadamente 1 para 1, ou seja, 50% de cada estrutura. (19)

Na estrutura ferrítica existe uma concentração dos elementos cromo, molibdênio e silício, que são os elementos estabilizadores da ferrita. Enquanto na austenita, apresenta maiores concentrações do níquel, manganês e nitrogênio. A inserção de maiores quantidades de alguns destes elementos de liga promove uma maior resistência a corrosão, como se pode ver pelo indicativo dado pelo PREN do material, que é o *Pitting Resistance Equivalent Number*, ou número equivalente de resistência a corrosão por *pitting*, que pode ser calculado com base nos teores de elementos presentes na liga, como mostra a equação 2.6 (13,14,16,23):

$$\text{PREN} = \%Cr + 3.3.(\%Mo) + 16(\%N) \quad (2.6)$$

Onde são utilizados os percentuais em massa do cromo, molibdênio e nitrogênio. O valor do PREN nos fornece informações importantes sobre o nível de resistência à corrosão dos materiais. Para ser considerado um aço super dúplex, além de apresentar as características de uma estrutura austenítica e ferrítica

lamelar, é necessário que o mesmo apresente um valor de PREN acima de 40. (13,14,16,23)

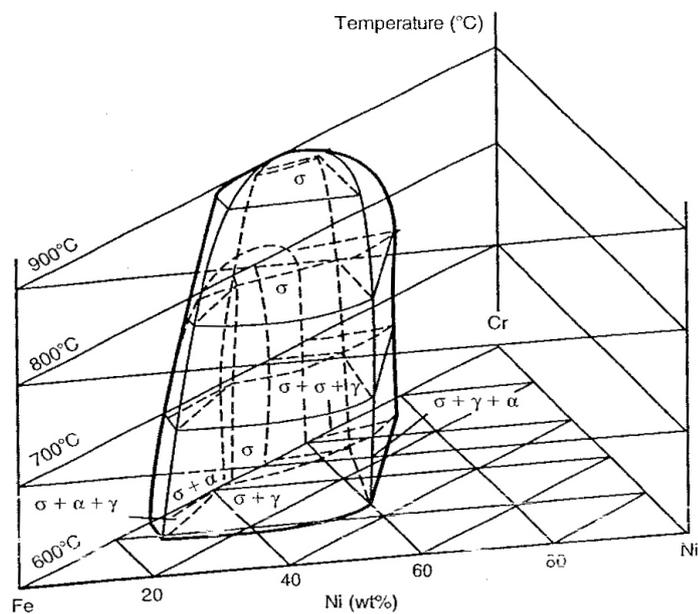
A fase ferrítica dos aços inoxidáveis dúplex torna-se muito instável devido aos altos teores de elementos de liga presentes, e como consequência podem surgir diversos precipitados de fases secundárias indesejáveis dentro do material quando ocorre trabalho a temperaturas mais altas por tempos prolongados, soldas, ou tratamentos térmicos são aplicados. Estas fases precipitadas podem promover uma redução na tenacidade do material, provocando uma fragilização do aço. (13,14,16,18,21,23)

2.3 TRATAMENTO TÉRMICO

O tratamento térmico de aços inoxidáveis é utilizado para promover mudanças físicas, nas propriedades mecânicas, reduzir as tensões residuais e devolver as propriedades de resistência à corrosão que podem ser afetadas por outros tratamentos durante a fabricação ou utilização. (24)

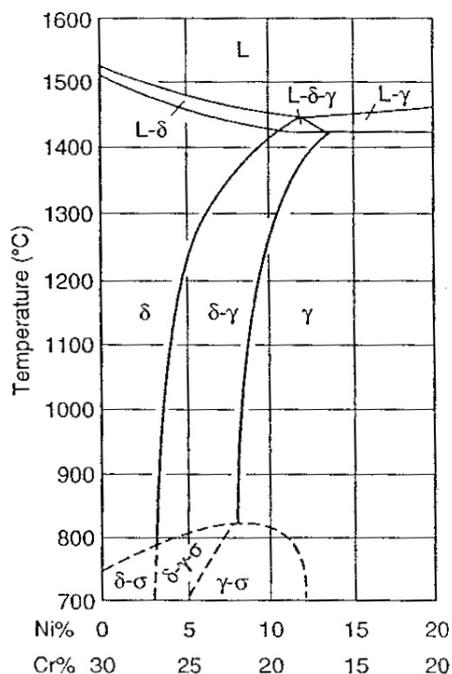
É importante utilizar os diagramas de fase para prever as fases que deveriam estar presentes nos aços, e também para ajudar a definir as condições de tratamentos térmicos. Nos aços inoxidáveis normalmente existem um número muito grande de elementos de liga, o que dificulta o estudo e cálculos necessários para a produção dos diagramas de fases considerando todos os elementos presentes. Outra limitação para estudo de tratamentos térmicos serem realizados baseando-se apenas nos diagramas é que as cinéticas de transformações raramente permitem que o material tratado retorne às suas fases de equilíbrio, pois a difusão dos elementos de liga nas transformações no estado sólido pode ser muito lenta. A figura 9 mostra um diagrama de equilíbrio Fe-Cr-Ni, utilizado para representar o diagrama de fases dos aços inoxidáveis, considerando apenas os principais elementos de liga destes aços que costumam apresentar normalmente mais de cinco elementos de liga. (25)

Figura 9 – Diagrama ternário Fe-Cr-Ni.
 Fonte: PADILHA, PLAUT e RIOS (25)



Para facilitar a visualização das fases presentes na liga de interesse, utiliza-se apenas um corte do diagrama ternário, para os casos dos aços inoxidáveis dúplex, o valor do teor de ferro (Fe) do sistema é fixado e utiliza-se um diagrama pseudobinário para avaliar a influência do Cromo (Cr) e Níquel (Ni) nas fases formadas. Na figura 10 é apresentado um exemplo de diagrama pseudobinário de um aço inoxidável com 65% de Fe. (25)

Figura 10 - Diagrama pseudobinário de um aço com 65% de ferro.
 Fonte: PADILHA, PLAUT e RIOS (25)



2.3.1 Recristalização

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 um processo de crescimento de novos cristais a partir de cristais previamente deformados. (26,27)

Pode-se considerar a recristalização como uma transformação de fase onde ocorre um processo de crescimento de novos cristais a partir de cristais previamente deformados. Realizando o tratamento de recristalização nos materiais metálicos podem-se modificar as propriedades mecânicas variando os parâmetros de encruamento, temperatura e tempo de recozimento a que se submete o material. A recristalização tem início a partir de metais deformados a frio, ou do chamado estado encruado dos metais, onde este encruamento aumenta a energia interna dos cristais pela criação e acúmulo de imperfeições pontuais e discordâncias. As discordâncias são defeitos lineares e um aumento da densidade delas leva a um aumento de energia. Esta energia é o potencial termodinâmico para a recristalização, que ocasiona mudanças microestruturais ao recozimento de maneira a diminuir a energia

interna do material pela aniquilação de discordâncias e formação de novos grãos. (26,27)

O encruamento é um importante processo utilizado para aumentar a resistência mecânica e endurecer ligas ou metais que não são sensíveis a tratamentos térmicos, produz alterações microestruturais e mudanças nas propriedades dos materiais, incluindo alteração na forma do grão. (26,27)

Características microestruturais do material encruado e os fenômenos que ocorrem durante a deformação a frio são muito importantes para entender os mecanismos e fenômenos que ocorrem durante o processo de recozimento. A deformação a frio promove o aumento da energia interna do material, esta energia é armazenada na forma de defeitos como: defeitos puntiformes, discordâncias e defeitos de empilhamento. A densidade e distribuição destes defeitos dependem da composição química da liga, das fases presentes e como estão distribuídas, do modo como se aplica essa deformação e sua severidade, temperatura de processamento, da energia de defeito de empilhamento. (26, 28)

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. As heterogeneidades de deformação tendem a ocorrer com maior frequência em metais com estrutura de grãos grosseiros, as diferenças de orientações entre as regiões deformadas aumentam com o aumento do grau de deformação no material. (27,28,29,30)

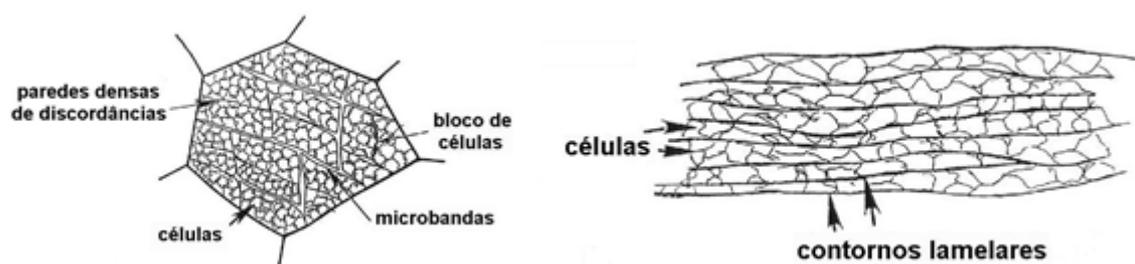
No processo de recristalização, a distribuição heterogênea apresenta uma grande importância, onde estas diferenças nas concentrações de defeitos em certas regiões são mais interessantes que uma grande quantidade de defeitos mais homogeneamente espalhados pelo material. (27,28,29,30)

2.3.2 Heterogeneidade de deformação

Durante a deformação de um material, ocorrem alterações microestruturais com a mudança do formato dos grãos, que altera a quantidade de contornos de grão presentes neste material, geram-se novas discordâncias no interior deste material que interagem e aglomeram-se em determinadas regiões formando subestruturas dentro do grão (31). Estes novos formatos de grãos, com mais área de contorno,

junto com as novas discordâncias formadas dentro de cada grão formam estas subestruturas para promoverem uma acomodação da deformação sofrida pelo material. Nesta acomodação, formam-se aglomerados de discordâncias em determinadas regiões, formando as células de discordâncias, com baixa diferença de orientação entre uma célula as células vizinhas. Estas células de discordâncias apresentam uma geometria aproximadamente equiaxial em níveis baixos a médios de deformação. Com o aumento da deformação estas células de discordâncias se tornam lamelares, com aumento dos ângulos dos subcontornos das células de discordâncias. A figura 11 demonstra esta variação nos formatos das células de discordâncias. (31)

Figura 11 - Formação das células de discordâncias e a estrutura lamelar atingida após o aumento da deformação.
Fonte: DOHERTY (32)



Estas subdivisões não ocorrem da mesma forma ao longo de todo o grão, e também pode ocorrer de maneiras variadas em diferentes grãos, estas diferenças estruturais heterogêneas influenciam na formação de novos grãos no processo de recristalização, pois são encontradas regiões de alta energia, como as paredes de discordâncias formadas, os altos ângulos encontrados nos contornos das células de discordâncias que são regiões preferenciais de formação de novos contornos de grão para a redução da energia interna do sistema. (31)

Estas heterogeneidades de formação tendem a ocorrer com mais intensidade em materiais que apresentam grãos grosseiros. E pode-se notar um aumento gradual da diferença de orientação com o aumento da deformação aplicada. (31)

As mudanças microestruturais que ocorrem durante o recozimento de um metal deformado a frio acontecem de maneira a diminuir a energia armazenada na

deformação. O processo de recozimento pode ser dividido em três processos distintos: recuperação, recristalização, e crescimento de grão. (27,28)

Na recuperação ocorre a restauração das propriedades físicas do metal encruado sem promover nenhuma mudança na microestrutura visível. Reduz-se a energia interna por movimentação e aniquilação de discordâncias e contornos de grão tornando a estrutura mais regular na distribuição dos defeitos. (27,28)

A recristalização é o processo de formação de novos grãos livres de deformação e que são relativamente equiaxiais, com baixas densidades de discordâncias, com características semelhantes às condições presentes antes do processo de trabalho a frio. A redução de energia interna do material é o que move o processo de recristalização, buscando retornar a um estado de menor energia, constituem-se novos núcleos que crescem por processos de difusão e formam novos grãos. O aumento da temperatura facilita a ocorrência do processo de difusão, com maior movimentação dos átomos no interior do material, com o aumento da temperatura reduz-se o tempo para que a recristalização completa ocorra, normalmente as temperaturas aplicadas variam entre 0,3 e 0,6 da temperatura de fusão do material. (28,29)

O processo de recristalização inicia-se quando a aniquilação de discordâncias por contornos em movimento, a migração de contornos induzidos por deformação, a nucleação de contornos de baixo ângulo e a nucleação e crescimento de subgrãos promovem a nucleação de novos grãos. (28,29)

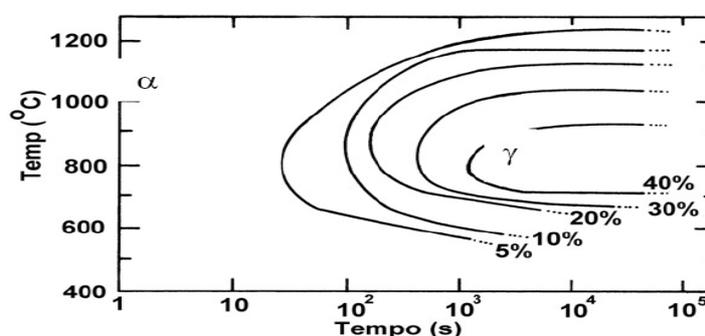
Após a nucleação, ocorre o crescimento destes núcleos formados e a recristalização completa-se quando todo o volume do material está livre da deformação causada pelo trabalho a frio. O crescimento de grãos depende da temperatura, do tempo e da composição química do material. Se após o material recristalizar totalmente a temperatura elevada for mantida, o crescimento dos grãos continua, promovendo a formação de um material com granulação mais grosseira, o que reduz as propriedades mecânicas do material. O crescimento dos grãos é favorável à redução da energia interna do material, pois grãos maiores reduzem a quantidade de contornos de grãos presentes no material, e estes são considerados como defeitos e apresentam uma energia livre positiva associada a eles. Portanto, com a temperatura se mantendo elevada, os grãos maiores crescem eliminando os grãos menores, para promover esta redução de energia. (28,29)

Quando se promove o encruamento em ligas que apresentam uma segunda fase com grande percentual volumétrico e as duas fases presentes apresentam capacidade de deformação, a recristalização ocorre diferentemente em cada uma das fases, de acordo com a cinética de recuperação e recristalização de cada uma das fases, que varia de acordo com a composição, estrutura cristalina, grau de deformação sofrida, entre outros fatores. (28)

Os aços inoxidáveis dúplex apresentam esta característica de duas fases presentes com frações volumétricas quase iguais de ferrita e austenita. As características de cada uma promovem diferentes cinéticas de recristalização. A austenita tem maior coeficiente de encruamento, com menor número de sistemas de deslizamento e energia de defeito de empilhamento baixa. Já a ferrita apresenta maior facilidade para sofrer transformações microestruturais por apresentar maior taxa de difusão na sua estrutura cúbica de face centrada (CCC), menos compacta. (28,29)

Quando é realizado o resfriamento do aço, algumas transformações podem ocorrer neste processo. A primeira é a transformação da ferrita em austenita no estado sólido. As frações de ferrita que se transformam em austenita podem ser variadas com a variação das taxas de resfriamento. Além desta transformação, podem ocorrer precipitações de outras fases indesejáveis no material. Pode-se verificar as variações dos percentuais de austenita com a taxa de resfriamento na figura 12. (30,33,34)

Figura 12 – Diagrama tempo-temperatura da transformação de ferrita em austenita no resfriamento. Fonte: REICK, W., POHL, M.; PADILHA (30)



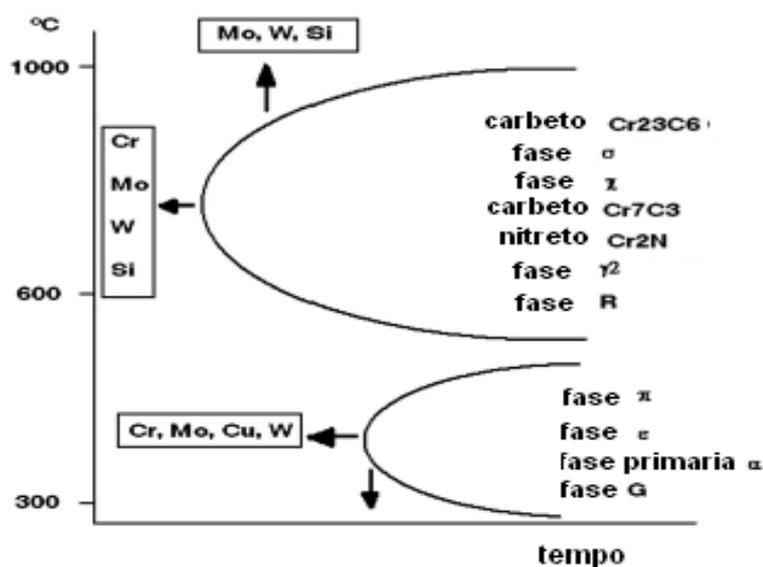
2.3.3 Precipitações de outras fases

Os aços inoxidáveis dúplex, devido a sua complexidade, altos teores de elementos de ligas podem se tornar muito instáveis com o aumento da temperatura,

por isso é necessária atenção na aplicação destes aços, pois as fases indesejáveis no material provocam a sua fragilização e pode ocorrer durante a utilização dos aços a temperaturas mais elevadas. A figura 13 mostra um diagrama de transformações por tempo e temperatura com as possíveis fases que podem se apresentar num resfriamento de um aço inoxidável dúplex. (33,34)

Figura 13 - Diagrama de transformações em função do tempo e temperatura para aços de estrutura dúplex.

Fonte: MARTINS, ROSSITTI, RITONI, CASTELETTI (34)



As precipitações ocorrem mais facilmente na estrutura ferrítica, por sua maior taxa de difusão. Mais perigosos em relação a uma possível fragilização é a precipitação de nitretos hexagonais (Cr_2N) na faixa de temperaturas de 700 a 900°C, a precipitação de α' (fragilização a 475°C) e os intermetálicos fases σ e χ . As precipitações intermetálicas são as mais importantes, pois além da sua influência nas propriedades mecânicas, elas também afetam a resistência a corrosão severamente. (34)

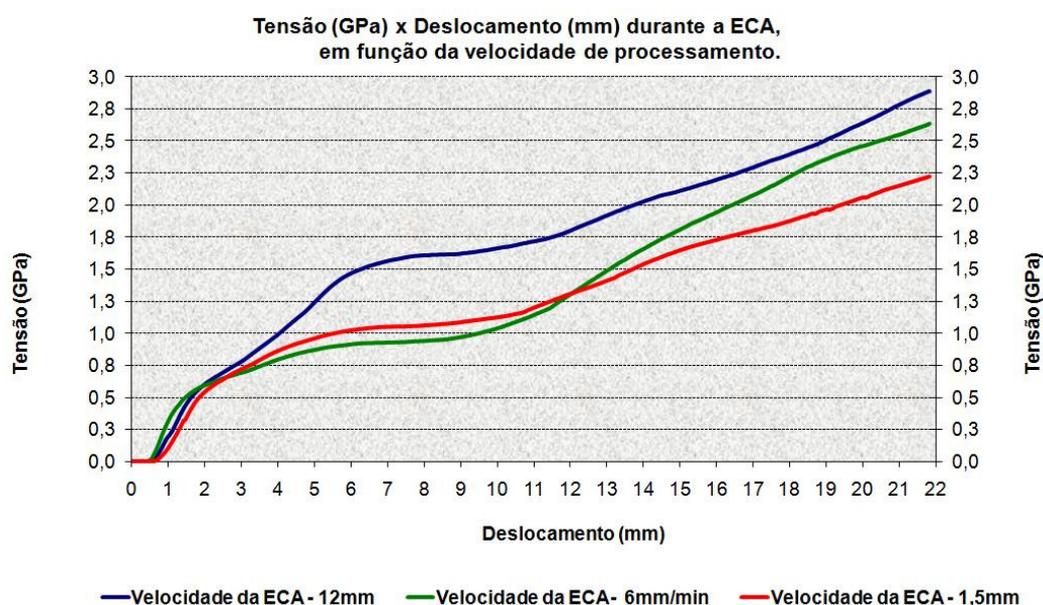
2.4 EXTRUSÃO EM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF 2205

O presente trabalho foi realizado com embasamento em um trabalho anterior realizado por Farias (27), com o aço inoxidável dúplex SAF2205 em uma matriz de canal angular de ângulo de 120° de curvatura no canal. Neste trabalho, atingiu-se o máximo de dois passes das amostras pela matriz, com a velocidade de processamento de 1,5mm/minuto utilizando a rota A de processamento, foram

realizados processamentos nas velocidades de 6 e 12 mm por minuto também. (27,36)

A limitação no número de passes no trabalho de Farias ocorreu devido a quebra de punções que promovem a passagem das amostras pelo canal da matriz, uma vez que os níveis de tensões atingidos chegaram muito próximos do limite de resistência do material destes punções, o aço M2. Na figura 14 verificam-se os níveis de tensões atingidos nos processamentos realizados. (27)

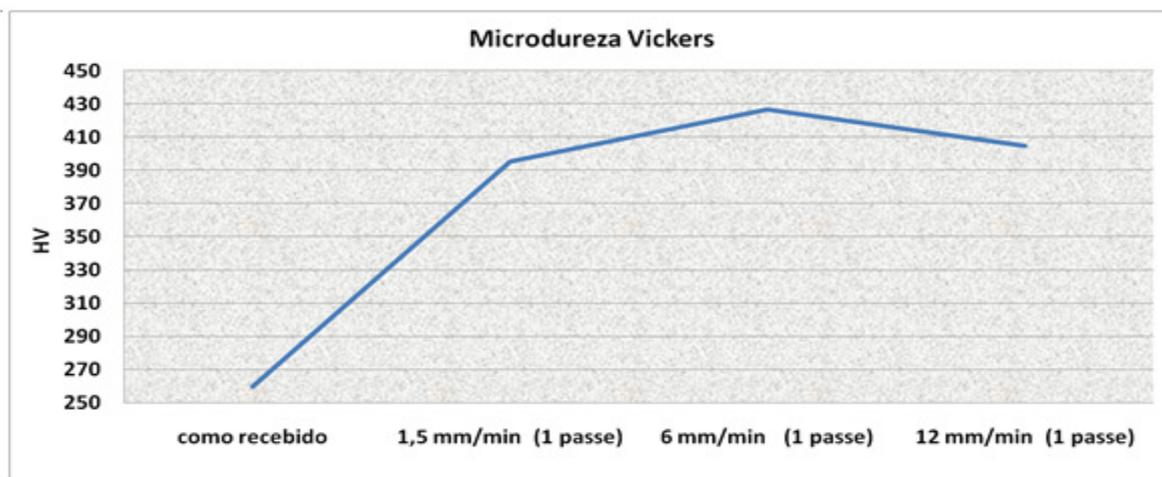
Figura 14 - Tensões atingidas no processamento realizado por Farias.
Fonte: FARIAS (27, 36)



Pode-se verificar uma tensão crescente com o aumento da velocidade de passe pela amostra, atingindo níveis próximos a 3GPa. (27,36)

No material processado foi realizado teste de dureza, avaliando a evolução desta propriedade com a velocidade de processamento. Na figura 15 são apresentados os resultados de medições de dureza nas amostras processadas. (27,36)

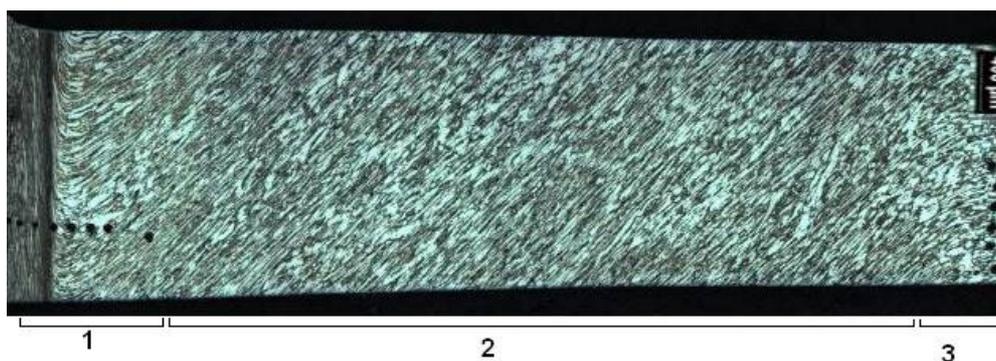
Figura 15 - Durezas obtidas por diferentes velocidades de processamento por ECA em aço SAF2205.
Fonte: FARIAS (27, 36)



Nota-se que os valores de dureza obtidos são bastante elevados em relação ao valor inicial medido antes do processamento. Fato que demonstra alterações promovidas na estrutura do material que refletem nas propriedades mecânicas. (27,36)

Na figura 16 pode-se visualizar uma faixa da seção transversal de uma amostra processada por ECA com velocidade de 1,5mm por minuto.

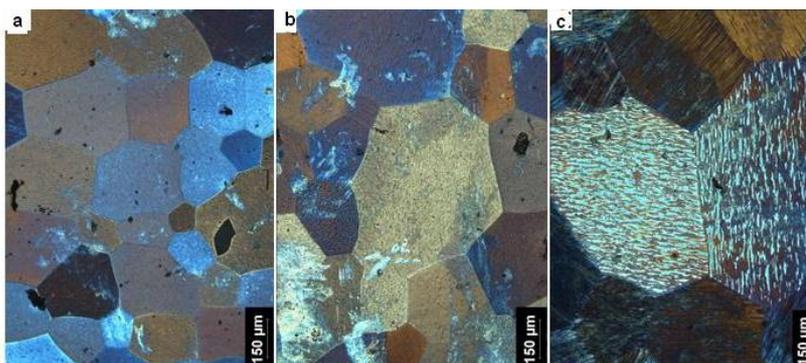
Figura 16 - Parte da seção longitudinal da amostra processada por 1,5mm/minuto.
Fonte: FARIAS (27, 36)



É possível visualizar três regiões distintas na amostra, a região 1 que sofre uma deformação maior, mostrada pela grande alteração na orientação dos grãos. A região 2, que representa aproximadamente de 90% da área da amostra, com deformação homogênea e com alteração na orientação dos grãos em 45°. A região 3 mostra uma região próxima ao ângulo de curvatura Φ , com menor deformação aparente. (27,36)

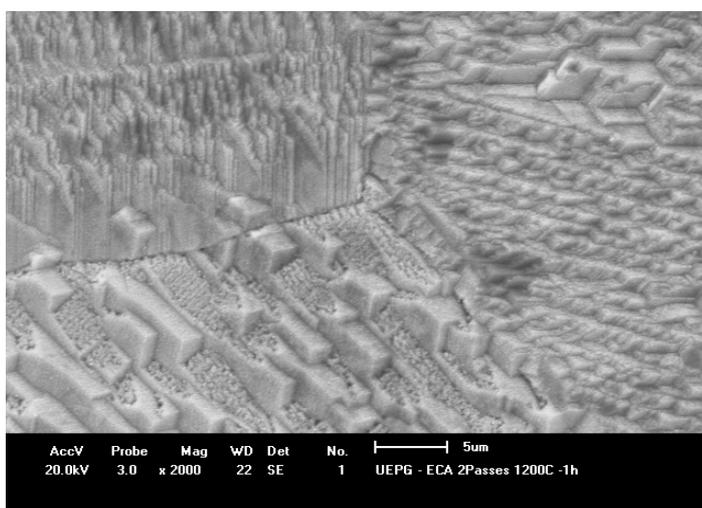
As amostras processadas foram tratadas termicamente em diferentes temperaturas. No primeiro tratamento térmico foi utilizada uma temperatura de 1200°C, por tempos de 15, 30 e 60 minutos. As estruturas resultantes são mostradas na figura 2.17.

Figura 17 - Estruturas obtidas após o tratamento por (a) 15min, (b)30 min e (c) 60min em 1200°C.
Fonte: FARIAS (27, 36)



É possível verificar um aumento do tamanho de grão gerado com o aumento do tempo de tratamento. A coloração diferenciada dos grãos com orientações diferentes é visível. Nesta temperatura e tempos, o crescimento de grão é bastante grande, sendo possível visualizar os grãos a olho nu. Nestas amostras foi possível verificar estruturas angulares diferentes na superfície do material, como mostra a figura 18. (27,36)

Figura 18 - Ponto triplo numa amostra processada por ECA a velocidade de 1,5 mm/min. e dois passes. Tratamento térmico de 60min a 1200°C.
Fonte: FARIAS (27, 36)

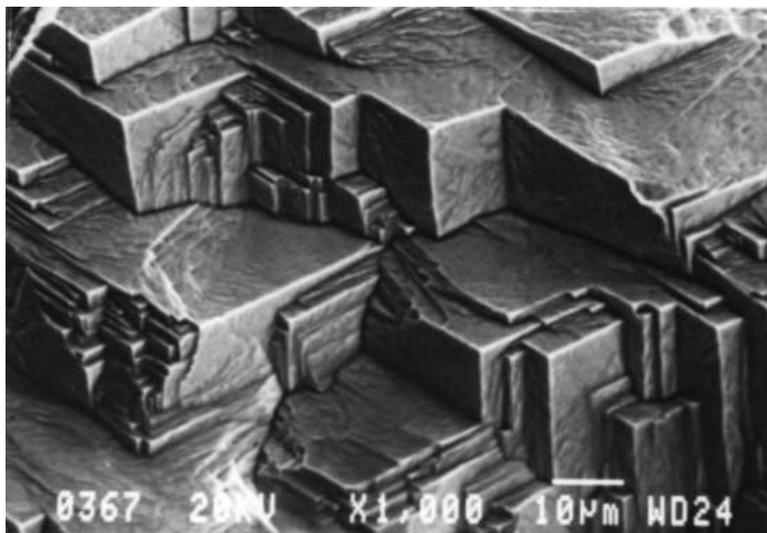


Na figura 18 é possível verificar as estruturas angulares formadas em tratamentos a 1200°C. Estas estruturas são formadas pela aniquilação de discordâncias em diferentes estruturas cristalinas, na ferrita, com estrutura CCC apresenta uma estrutura formada com ângulos de 90°, devido aos sistemas de escorregamento nos planos {110}, enquanto os grãos austeníticos, apresentam estruturas com ângulos formados de aproximadamente 109,28° devidos a deformação ocorrer preferencialmente nos sistemas de escorregamento nos planos {111}. (27,36,37)

A figura 19 mostra uma imagem semelhante obtida em aço inoxidável 316, resultante de um processo de corrosão sob tensão. (37)

Figura 19 - Micrografia da superfície de fratura de monocristais <111> feita por microscópio eletrônico de transmissão.

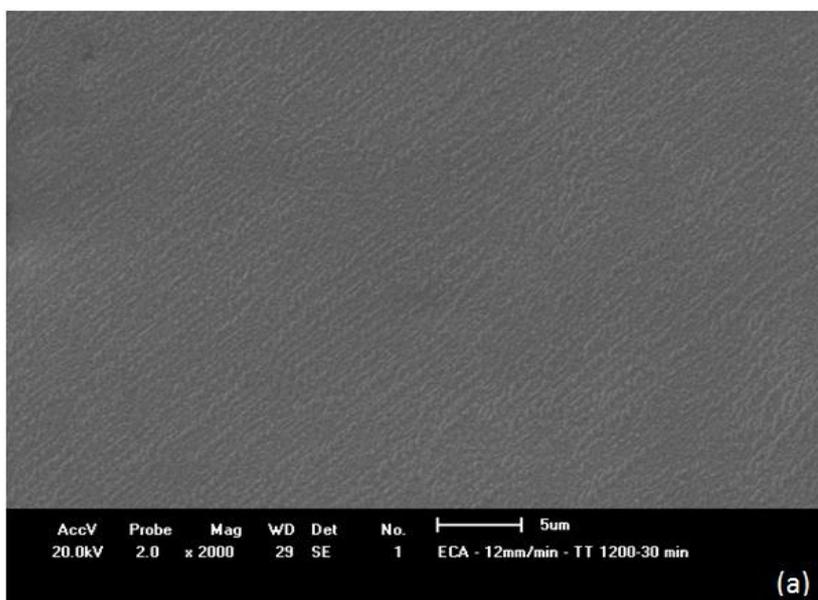
Fonte: PADILHA (25); FALLEIROS e CAMPOS (29)



Porém, em alguns casos não foi possível atingir os resultados de estruturas angulares bem definidas, geralmente em tempos de tratamentos menores a estrutura não se formou, como mostra a figura 20.

Figura 20 - Micrografia obtida por MEV de amostra tratada a 1200°C por 30 minutos. Amostra processada a velocidade de 12mm por minuto.

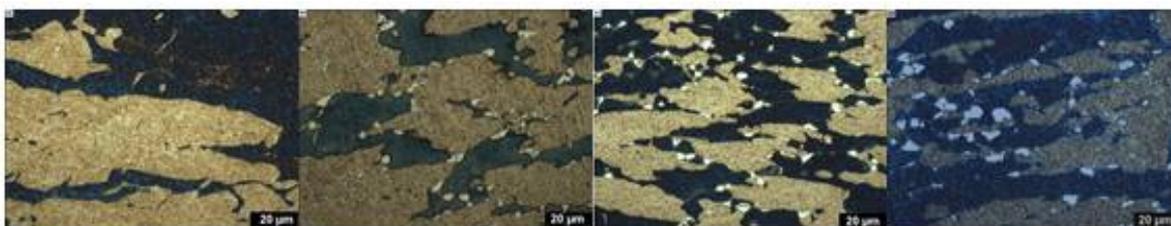
Fonte: FARIAS (27)



Outro tratamento realizado por Farias (27) foi a uma temperatura de 1000°C, para verificar a cinética de recristalização das amostras processadas. Os tratamentos foram realizados por três períodos diferentes de tempo, 7,5, 15 e 30 minutos. A figura 21 mostra os resultados obtidos após os tratamentos realizados. (27,36)

Figura 21 - 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.

Fonte: Farias (27)



Pode-se notar a nucleação de novos grãos nas amostras tratadas por 7,5 e 15 minutos, sendo que ocorre o aumento da quantidade de novos grãos formados com o aumento de tempo de tratamento, devido ao rearranjo das discordâncias formarem novos contornos de grãos para reduzir a energia interna do sistema. Após chegar a 30 minutos de tratamento térmico, pode-se notar que não ocorre

significante formação de novos grãos, apenas ocorrendo o crescimento dos grãos previamente formados. (27,36)

No trabalho de Farias (27) foi possível verificar que o processo de ECA promove grande heterogeneidade de deformação no material processado, com grandes ângulos diferenças nos ângulos de orientação dos subgrãos formados pelo processamento, o que influencia no processo de recristalização. (27,36)

A tensão de processamento aumenta com o aumento da velocidade de processamento, e a fricção entre o corpo de prova com a matriz é responsável por uma considerável parcela da necessidade de aplicação de força no material para efetuar estes processamentos, o que eleva os níveis de tensões de processamento. (27,36)

A dureza do material foi incrementada com o processo de extrusão por canal angular, a alteração da velocidade de processamento não promoveu diferenças significantes nos valores de dureza das amostras processadas. (27,36)

As regiões de contato entre a amostra e as paredes da matriz sofrem uma deformação mais severa, as deformações promoveram alterações na orientação dos grãos do material. (27,36)

Os tratamentos térmicos nas amostras mostraram a formação de duas estruturas distintas, com ângulos bem definidos de 90° e 120° , correspondentes à aniquilação de discordâncias na superfície do material na ferrita e austenita, respectivamente. Os diferentes sistemas de escorregamento ativados na deformação de cada estrutura cristalina, CCC ou CFC, é que determinam esta diferenciação nas estruturas angulares formadas. (27,36)

No presente trabalho foi realizado o estudo do processamento de um aço inoxidável dúplex por extrusão em canal angular, com processamentos por 1, 2 e 4 passes. Estas amostras processadas foram tratadas termicamente em diferentes condições para avaliar a cinética da recristalização dos grãos deformados e então realizada a caracterização do material para avaliar os efeitos do processamento com um maior número de passes no material.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX

O aço utilizado nos trabalhos de extrusão por canal angular foi o SAF 2205, também denominado UNS31803 ou UR45, um aço inoxidável dúplex, apresentado na forma de chapa laminada.

O aço SAF 2205 apresenta em sua composição os seguintes elementos listados na tabela 1:

Tabela 1 - Elementos de liga presentes no aço UNS 31803.

n° UNS	Nome usual	Composição (%)										PREN
		C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	N	
S31803	SAF2205	0,03	2,0	-	-	1,00	21-23	4,5-6,5	2,5-3,5	-	0,08-0,2	30,5 - 37,8

Fonte: REICK, POHL, PADILHA (30)

Este aço apresenta um valor de PREN entre 30,5 e 37,8, dependendo dos teores de elementos de liga presentes.

3.2 CARACTERIZAÇÃO INICIAL

Antes de se iniciar os trabalhos de processamento do material, foram realizados ensaios para a caracterização do aço inoxidável dúplex não processado. Microscopia óptica e ensaio de dureza foram executados para se determinar valores de tamanho de e orientação dos grãos da chapa laminada, o que permitiria a melhor avaliação quanto a orientação dos grãos desejada para a usinagem dos corpos de prova. Os ensaios de dureza foram realizados para se determinar a dureza do material não processado em suas três faces, superfície de laminação, direção transversal e longitudinal ao sentido de laminação.

Para conseguir imagens por microscopia das três faces da chapa laminada foram cortadas três amostras, tomando-se o cuidado de identificar o sentido de corte para garantir que a face desejada seja facilmente identificada quando necessário. Após o corte, as amostras foram embutidas em baquelite, cada amostra com uma

das faces voltadas para a superfície, fez-se a identificação das faces referentes a cada amostra e então foi feita a preparação metalográfica para a obtenção das imagens. As amostras foram lixadas com lixas de granulometrias decrescentes seqüenciais, 150, 220, 320, 400, 600 e 1200 *mesh*. Após o lixar, foi realizado o polimento das amostras em pasta de diamante de granulometrias 6 μ m e 1 μ m, e posteriormente em solução de sílica coloidal. Após o polimento, imediatamente realiza-se o ataque químico em reagente de *Beraha*, solução de ácido clorídrico a 20% com adição de metabissulfito de potássio (K₂S₂O₅).

Após o ataque foram realizadas as imagens das diferentes faces da chapa laminada, utilizando um microscópio óptico marca *Olympus*, modelo BX51. Foram obtidas imagens utilizando diferentes aumentos e foram verificadas diferentes regiões de cada amostra.

A dureza de cada face do material foi medida utilizando um microdurômetro de marca *Leica*, modelo VMHTMOT, as medidas foram realizadas com uma carga de 1kgf e um tempo de indentação de 15 segundos. A dureza apresentada em cada face é resultado da média de cinco medições em cada face.

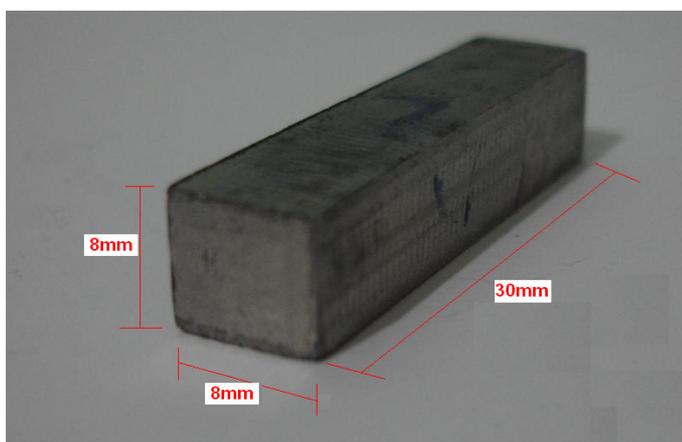
Nas amostras tratadas termicamente, foram realizados polimentos eletrolíticos, devido à dificuldade em alcançar um bom nível de polimento pelos processos mecânicos manuais. Para este processo foi utilizada uma solução com 20% de ácido perclórico em 80% de álcool isopropílico, num sistema resfriado em banho de água com gelo. Aplicando uma tensão no sistema de 18V, utilizando a amostra como ânodo e mergulhando na solução que é colocada no recipiente metálico ligado ao pólo negativo da fonte de energia, cátodo.

3.3 CORPOS DE PROVA

Após a obtenção de dados que caracterizam o material não processado foi definida a direção de orientação dos grãos para a usinagem dos corpos de prova, de forma a manter um padrão de orientação com o sentido de laminação e do alongamento dos grãos paralelo as paredes do canal de entrada da matriz de canal angular. A matriz de canal angular apresenta um canal com 8mm de largura e altura de 8mm aproximadamente. Os corpos de prova apresentaram um comprimento aproximado de 30mm. No corte e usinagem dos corpos de prova foram descartadas

as regiões de superfície da chapa, foram usinados os dois lados da chapa para se reduzir a diferença de dureza presente nas bordas próximas a superfície de laminação da chapa, mais duras devido ao encruamento mais severo nestas regiões. O corpo de prova obtido depois da usinagem é mostrado na figura 22. Estas amostras utilizadas apresentam estas dimensões com o intuito de aumentar a razão entre o volume de material processado e a área de contato entre o corpo de prova e a matriz em relação ao trabalho realizado por Farias (27), que utilizava um corpo de prova de seção transversal de 4,7x7,7mm. A intenção desta mudança é reduzir as tensões de processamento e atingir um número maior de passes.

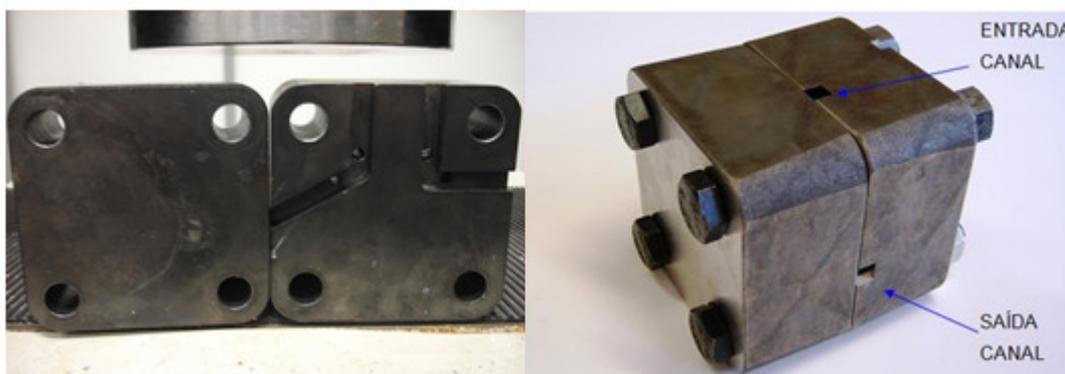
Figura 22 - Imagem do corpo de prova usinado.
Fonte: Autor



3.4 MATRIZ UTILIZADA

A matriz utilizada para a extrusão das amostras foi confeccionada com aço H13, temperado e nitretado. É uma matriz constituída de duas partes, sendo que uma delas apresenta o canal angular, e a outra parte é lisa e fecha o canal quando parafusadas juntas as duas partes da matriz. A matriz pode ser vista na figura 23, aberta e fechada, formando o canal.

Figura 23 - Matriz de canal angular utilizada, aberta e fechada, respectivamente.
Fonte: Autor



A matriz apresenta um ângulo de canal de 120° , um ângulo mais aberto em relação ao considerado ideal para promover a máxima deformação a cada passe, porém a necessidade de aumentar o ângulo utilizado é a alta resistência do aço inoxidável dúplex, que necessitaria de materiais mais resistentes para a confecção da matriz, dos punções e também exigiria maiores tensões de trabalho dos equipamentos utilizados para a extrusão. Portanto, decidiu-se utilizar um ângulo maior, para reduzir estas tensões e a necessidade de resistência dos equipamentos e materiais utilizados para o processamento. (1)

Para fazer com que os corpos de prova passem pela matriz é necessário o auxílio de punções, que tem as mesmas dimensões dos corpos de prova e empurram estes através da matriz. Estes punções precisam ter elevadas resistências, pois serão submetidos às mesmas cargas presentes no material processado. Para a confecção dos punções foi utilizado aço rápido M2.

3.5 PROCESSAMENTO

Este trabalho baseia-se em resultados presentes em um trabalho anterior, realizado com o aço inoxidável dúplex pela mestrandia Fernanda Farias, e foi possível notar em seus trabalhos a tensão durante a passagem dos corpos pela matriz é sempre crescente, o que eleva muito os níveis de tensão, isto ocorre devido ao atrito das amostras com as paredes do canal de saída da matriz, que aumenta crescentemente com a passagem das amostras. Este aumento crescente de tensão faz com que as tensões atinjam níveis onde os punções não suportem pressionar o

material completamente pela matriz, rompendo-se antes do fim do processamento. Isto foi um fator limitante no trabalho desenvolvido por Farias (27).

Uma diferença entre o método adotado neste trabalho é o tamanho do corpo de prova, que tem dimensões maiores de seção transversal, com isso a relação entre a área de contato da amostra com a matriz reduz em relação ao volume de material processado, com isso tem-se um punção mais robusto que apresenta menores níveis de tensão de processamento em relação ao modelo utilizado por Farias (27).

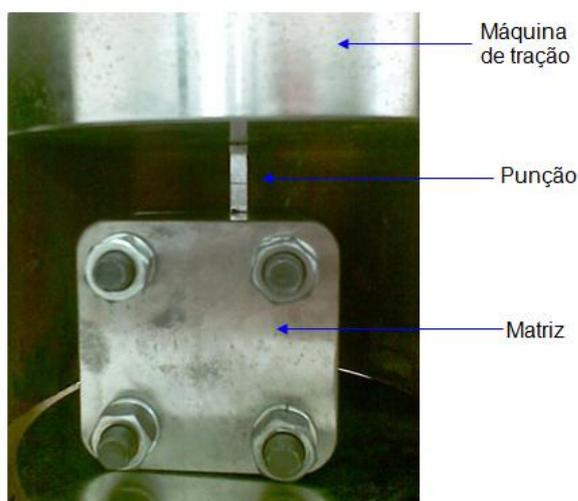
Outro fator importante em relação ao aumento das tensões de processamento do material é a velocidade de processamento, onde o aumento da velocidade de processamento da amostra causa um aumento significativo nas tensões atingidas durante o processamento.

Para reduzir as tensões de processamento foi escolhida uma velocidade menor de processamento das amostras, para evitar valores muito altos de tensão de processamento, para tentar reduzir a quebra de punções durante os processamentos. Com estas duas alterações em relação ao processo adotado por Farias, foi possível atingir um número maior de passes na amostra. Atingindo o máximo de quatro passes em uma mesma amostra.

3.6 EQUIPAMENTO

As extrusões foram realizadas com o auxílio de um equipamento de ensaios de mecânicos marca *Shimadzu*, modelo *Autograph-II*, com capacidade para cargas de até 300kN. Utilizando o modo de compressão do equipamento, foram pressionados os corpos de prova através da matriz. Os canais são lubrificados com graxa de Bissulfeto de Molibdênio. A figura 24 mostra como foi realizada a extrusão com o auxílio destes equipamentos. Durante as extrusões foram coletados dados referentes às forças e tensões aplicadas ao material.

Figura 24 - Imagem da extrusão em canal angular em equipamento de ensaios mecânicos.
Fonte: FARIAS (27)



Foram realizadas extrusões nas amostras com velocidade de 0,75 mm/min. Com estas velocidades, foi possível chegar a 4 passes nas amostras sem quebra de punção. Para efeito comparativo da evolução da deformação com o número de passes, foram realizados processamentos das amostras com 2 e com 1 único passe também. Os processamentos foram realizados a temperatura ambiente.

Para a realização deste processamento com seguidos passes na mesma amostra, foi escolhida a Rota A de processamento, com o processamento seguinte sendo realizado na mesma posição do processamento anterior.

3.7 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Após realizados os processamentos das amostras por ECA, foram realizados tratamentos térmicos de recristalização nas amostras com o intuito de promover a formação de novos grãos no material severamente deformado, com o objetivo de reduzir o tamanho de grãos em relação ao material não processado, os parâmetros dos tratamentos térmicos tiveram variações de tempos e temperaturas. Foram realizados tratamentos nas temperaturas de 1000°C e 1200°C em tempos de 7,5, 15 e 30 minutos, para avaliação da dinâmica de recristalização nas microestruturas resultantes. Os tratamentos realizados a 1200°C foram realizados em amostras previamente lixadas e polidas, para obter o tingimento por temperatura,

também conhecido como *Heating Tint* e facilitar a visualização das estruturas angulares formadas pela aniquilação de discordâncias na superfície do material.

3.8 LAMINAÇÃO

Para se obter uma comparação com outra forma de processamento foram realizadas laminações em corpos de prova do mesmo material em um laminador FENN, modelo 6-F, com laminações sucessivas retirando amostras de diferentes níveis de deformação na amostra e procurando atingir a máxima deformação possível por tal processo à temperatura ambiente, foi verificada a variação na quantidade de ferrita após cada laminação por ferritoscopia para obter dados comparativos ao processo ECA.

3.9 MICROSCOPIA ÓPTICA

As microestruturas foram avaliadas através de um microscópio da marca *Olympus*, modelo BX51, para avaliar a estrutura dos grãos não processados e dos diversos processamentos e tratamentos realizados nas amostras.

3.10 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Foram analisadas as amostras para verificar as alterações microestruturais, atingindo ampliações maiores em relação aos microscópios ópticos e maior profundidade de foco, permitem uma observação em escala submicrométrica das estruturas. Para estas micrografias foram utilizados um equipamento SSX-550 da *Shimadzu*, no DEMA da Universidade Estadual de Ponta Grossa e também um equipamento LEO 440I do Instituto de Geociências da USP.

3.11 DUREZA

Ensaio de dureza foram realizados com objetivo de verificar as alterações provocadas com relação a propriedades mecânicas durante o processamento por ECA. Estes ensaios foram realizados nas amostras antes do processamento, após o

processamento e após o tratamento térmico para avaliar qual o efeito de cada etapa do processo neste parâmetro, ainda foram realizados ensaios de dureza nas amostras processadas por laminação para obter um comparativo entre este processo e a ECA.

3.12 FERRITOSCOPIA

Foram realizados ensaios de ferritoscopia nas amostras para verificar a variação do teor de ferrita presente nas amostras para avaliar o grau de deformação, pois em deformações severas podem ocorrer transformações martensíticas por deformação, fato que pode ser indiciado pela redução do teor de ferrita nas amostras após o processamento. O equipamento utilizado foi um Ferritoscópio marca *Fisher* modelo MP30E.

3.13 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Para a avaliação das diferentes fases presentes no material, foram realizadas difrações de raios x, que permite avaliar as alterações estruturais dos grãos, indicando transformações de fases que podem ocorrer devido à deformação ou ao tratamento térmico. O equipamento utilizado foi da marca *Shimadzu*, modelo XRD 6000, pertencente ao DEMA, na Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Com estes ensaios foi possível obter informações para a avaliação do processamento por extrusão em canal angular dos aços inoxidáveis dúplex em relação ao potencial de redução de tamanho de grãos e alterações nas propriedades mecânicas proporcionados nesta técnica.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 MICROSCOPIA ÓPTICA

Para realizar uma caracterização do material, antes da aplicação de qualquer processamento, foram realizadas microscopias ópticas nas três faces da chapa laminada para verificar a morfologia dos grãos dentro do material. Foram obtidas imagens utilizando diferentes aumentos e foram verificadas diferentes regiões de cada amostra, onde se observam as distribuições das fases ferrita e austenita, os formatos dos grãos presentes, tamanho dos mesmos, e diferenciá-los em cada face, observando os efeitos da laminação na disposição dos grãos, como mostra a figura 25, os grãos alongados no sentido de laminação, achatados nas seções transversal e longitudinal do material.

Figura 25 - Faces longitudinal(a), transversal(b), e da superfície(c) do aço inoxidável dúplex UNS31803, respectivamente.

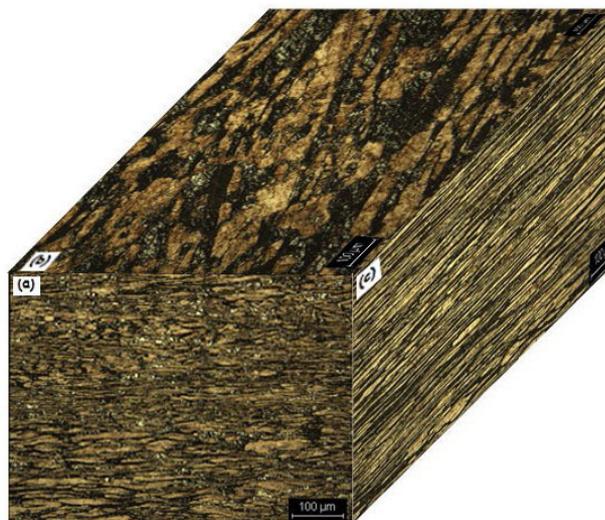
Fonte: Autor



Com as imagens obtidas foi feita a montagem de um cubo, mostrado na figura 26, que ilustra melhor a disposição dos grãos dentro do material, que será seguida posteriormente na confecção dos corpos de prova utilizados para a extrusão por canal angular. Com esta montagem observa-se o formato dos grãos alongados e bastante achatados nas seções transversal e longitudinal.

Figura 26 - Cubo formado pelas imagens (a) seção transversal, (b) superfície de laminação e (c) seção longitudinal.

Fonte: Autor



4.2 DUREZA DO MATERIAL NÃO PROCESSADO

A dureza de cada face do material foi medida e a dureza média em cada face é apresentada na tabela 2, resultado da média de cinco medições em cada face.

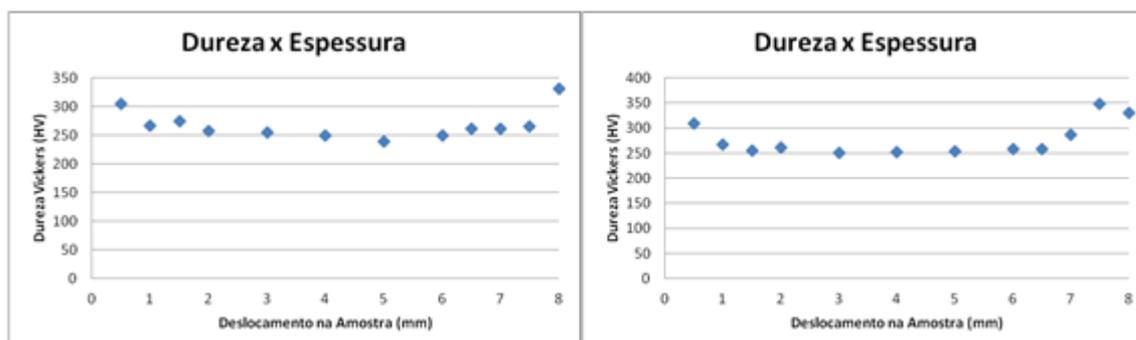
Tabela 2 - Durezas obtidas para o aço não processado nas diferentes faces.

Face	Transversal	Longitudinal	Superfície
Dureza (Vickers)	261 ±9	259 ±10	298 ±9

Foi realizada a medição de dureza ao longo da espessura da chapa para as seções transversal e longitudinal, onde fez-se uma varredura na dureza ao longo de uma linha que corta a chapa perpendicularmente ao sentido de laminação imposta sobre a chapa. Os dados geram dois gráficos, mostrados na figura 27 (a) e (b), que mostram a diferença de dureza ao longo da chapa, pois a deformação concentra-se nas regiões próximas as bordas da chapa laminada, ao centro da chapa tem-se uma distribuição da deformação, reduzindo o nível de encruamento.

Figura 27 - Variação da dureza com a espessura do material laminado em corte (a) longitudinal e (b) transversal da chapa.

Fonte: Autor



Notam-se nos perfis de dureza um aumento súbito nas regiões próximas às bordas da chapa. Esta diferença de dureza nos mostra a diferenças nas propriedades mecânicas ao longo da seção do material, com maiores níveis de dureza próxima às bordas da chapa laminada. Por demonstrar este perfil de dureza é que foi decidido usinar estas partes mais duras dos dois lados da chapa para a produção dos corpos de prova, deixando mais homogênea a distribuição de propriedades do material antes do processamento, permitindo melhor avaliação posterior do processo de extrusão por canal angular.

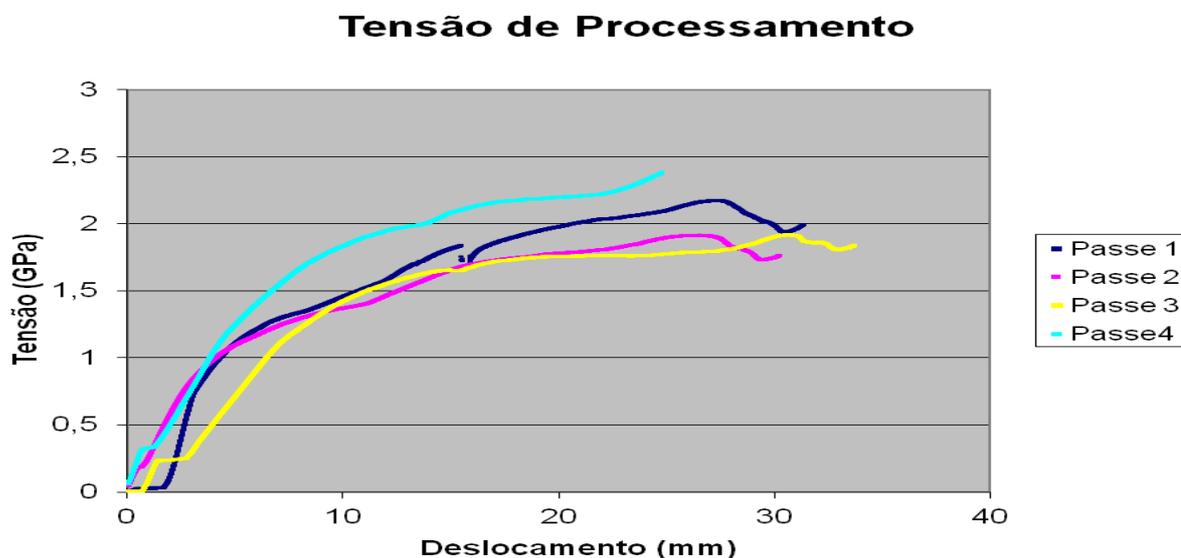
4.3 TENSÕES DE PROCESSAMENTO

Durante o processamento foram monitoradas as tensões atingidas durante a passagem do material pela matriz, nota-se uma tensão crescente ao longo do processamento, onde atingiu uma força máxima de 152KN durante o processamento, é o ponto máximo atingido, que apresenta uma redução posterior como é mostrado nos gráficos da figura 28, devido ao fim da passagem do corpo de prova pelo ângulo no canal da matriz. Os níveis de tensão são extremamente altos, chegando a aproximadamente 2,5 GPa, tensão abaixo da atingida no trabalho realizado por Farias (27), que atingiu níveis próximos a 3GPa. Esta redução nos níveis de tensão de processamento permitiu promover um maior número de passes nas amostras, pois o problema maior enfrentado por Farias (27) era a quebra dos punções utilizados para promover a passagem do material pelo canal. Estas tensões de processamento se limitam à tensão aplicada ao punção durante o processamento, sendo a tensão de engenharia aplicada do processamento das

amostras, não se deve considerar esta tensão como sendo a promotora de deformações no processo ECA.

Figura 28 - Variação das tensões com o avanço da amostra na matriz para cada passe realizado.

Fonte: Autor



Foi possível realizar quatro processamentos numa mesma amostra sem que os níveis de tensão tivessem uma variação tão grande. Estas tensões mais baixas foram possíveis de se obter devido a utilização de uma matriz com canal de seção transversal quadrada, com lado de 8 milímetros, que promove um aumento grande na área de seção transversal do corpo de prova (76% maior) e do punção em relação ao trabalho realizado por Farias (27), e reduz a relação entre a área de contato do corpo de prova com a matriz em relação a área de seção transversal do corpo de prova.

Com isso foi possível reduzir a tensão aplicada nos punções para um nível um pouco mais baixo que o limite de resistência a compressão dos aços M2, utilizados nos punções, este foi um fator limitante ao trabalho de Farias (27), que conseguiu realizar o processamento por no máximo 2 passes apenas em uma velocidade de processamento de 1,5 mm por minuto. É possível notar um aumento da tensão de processamento para o quarto passe realizado, neste passe houve a quebra do punção dentro do canal da matriz, pois o punção utilizado foi o mesmo para todos os passes realizados nesta amostra e após carregamentos cíclicos ocorreu sua quebra, travando dentro do canal da matriz e aumentando os níveis de tensão. A quebra do punção dentro da matriz ocorreu após uma grande parte do

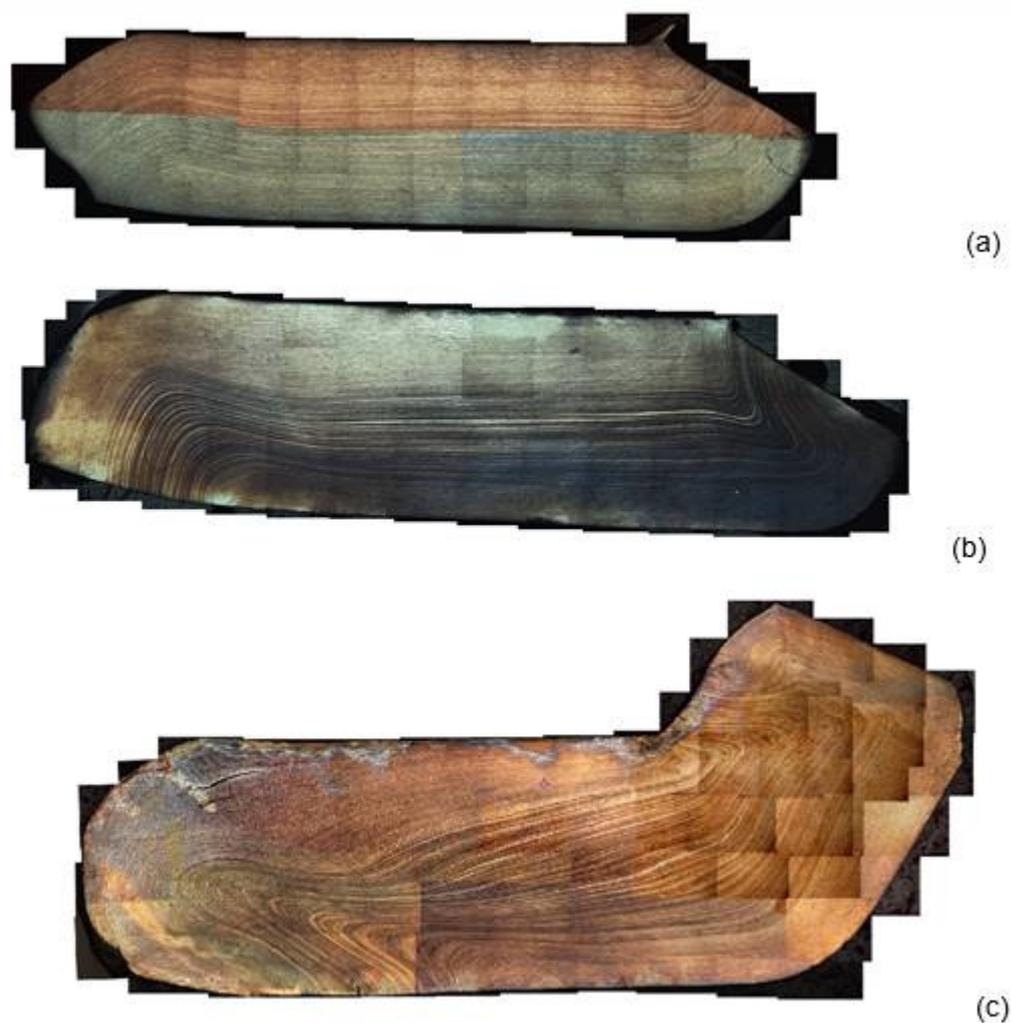
corpo de prova ter passado pela região do ângulo que promove as deformações nas amostras, portanto foi possível realizar os ensaios de caracterização na parte processada da amostra e utilizá-la no comparativo com as amostras de 2 e 1 passe.

4.4 MATERIAL PROCESSADO POR CANAL ANGULAR

Após o processamento por 1, 2 e 4 passes pela matriz de canal angular, os corpos de prova foram lixados, polidos e atacados com o reagente *Beraha* em sua face longitudinal, e o resultado nos mostra a evolução da deformação a cada processamento realizado, antes com as deformações nos grãos alongados todos em um mesmo sentido, agora vão alterando seu perfil a cada novo processamento. Após o primeiro passe nota-se uma mudança na estrutura com uma deformação leve na orientação dos grãos, isso é mostrado na figura 29 (a). Quando submete-se a amostra a um segundo passe, verifica-se que o aumento no grau de deformação nos grãos, alterando ainda mais a orientação dos grãos no sentido longitudinal da amostra, como mostra a figura 29 (b). Quando realiza-se o processamento em quatro passes, verifica-se uma grande deformação na orientação dos grãos, como mostra a figura 29 (c). Isso ilustra muito bem a evolução da deformação com o aumento no número de passes de cada amostra pelo canal angular.

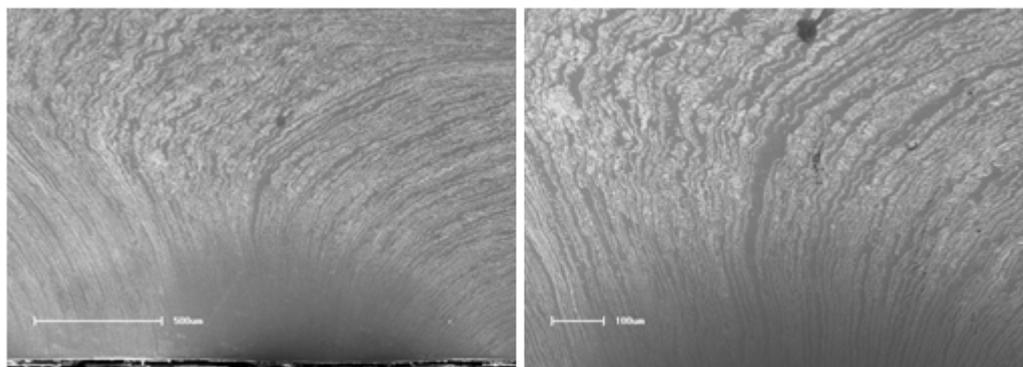
Comparando o processamento realizado com o trabalho feito por Farias (27), observou-se que as amostras não apresentaram a região com uma deformação mais acentuada onde a matriz tem contato com o corpo de prova, um fator que pode ter contribuído para esta alteração no modo de deformação da amostra é a mudança nas dimensões da amostra, que apresentam uma área de seção transversal 77% maiores que as utilizadas no trabalho de Farias (27), esta alteração permite um maior fluxo de material, reduzindo a concentração de tensão na região da amostra que atinge a parede da matriz na curvatura do canal devido a fricção entre o material e a matriz. Isso é mais um fator que pode ter contribuído para que fosse possível realizar quatro passes em uma mesma amostra, pois reduzindo a fricção entre a matriz e a amostra reduz-se também a tensão de processamento, aplicada ao punção.

Figura 29 - Amostras processadas por 1 passe (a), 2 passes (b) e 4 passes (c).
Fonte: Autor



Verificou-se na amostra processada com 4 passes, que ocorre uma convergência dos grãos para um ponto da amostra, como é visto na figura 30, é uma região que não foi caracterizada em nossos estudos, pois a aplicação deste processo envolve uma homogeneidade das propriedades, mas esta imagem mostra a magnitude da deformação imposta pelo processo de ECA nas amostras processadas.

Figura 30 - Micrografia por MEV do ponto de convergência dos grãos processados por 4 passes.
Fonte: Autor



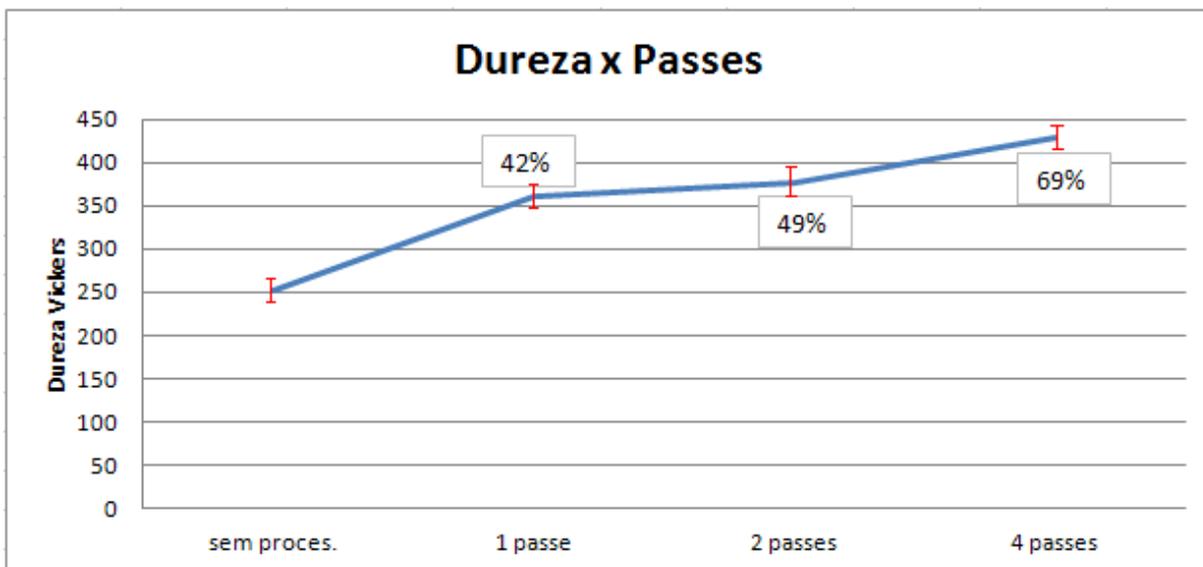
Nestas amostras processadas foram realizados ensaios de dureza, e foram obtidos os resultados que são mostrados na tabela 3.

Tabela 3 - Dureza com as diferentes condições de processamento

Condição	Sem proces.	1 passe	2 passes	4 passes
Dureza Vickers	253	360	377	429
Desvio	10	12	16	15

É observado o aumento na dureza do material após cada passe. Isso ocorre pela deformação imposta ser cada vez maior ao longo dos seguidos processamentos. Observa-se melhor esta variação da dureza com o número de passes aplicados no gráfico apresentado na figura 31. Este aumento de dureza contínuo é explicado por ser utilizado o processamento sequencial pela rota A, onde a amostra é sempre processada na mesma posição, sem rotação entre os passes, com isso são ativados dois diferentes planos de cisalhamento alternados que se interceptam com um ângulo de 90° e promovem um acúmulo de deformação com a sucessão de passes. (2,3,5,6,7,8,12)

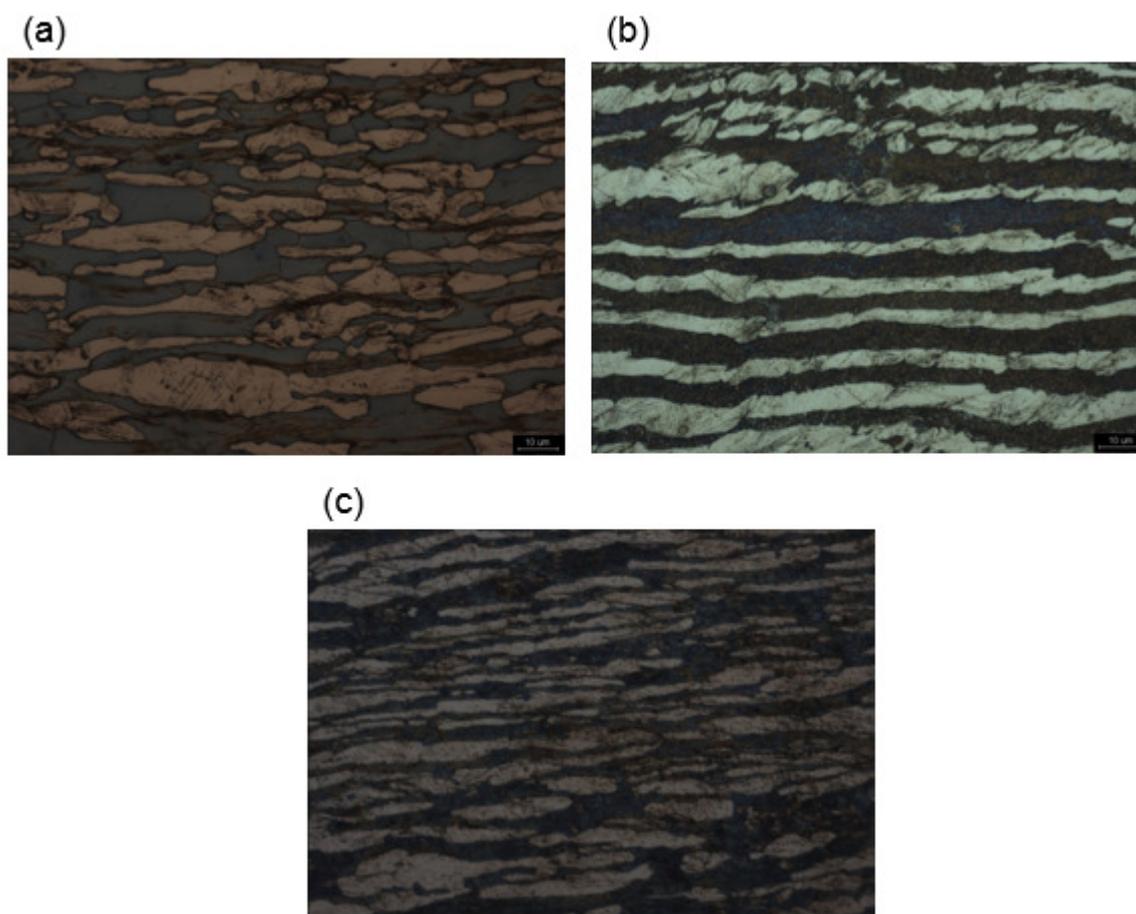
Figura 31- Gráfico da variação de dureza em relação ao número de passes aplicados.
Fonte: Autor



Foi verificado em comparação com os resultados obtidos por Farias (27) que os valores do material sem processamento estão bastante próximos, e posteriormente ao primeiro passe, o processamento com velocidade de 1,5mm/minuto apresenta valores maiores para dureza em relação ao processamento por um passe a 0,75 mm/minuto, e que se aproxima ao valor atingido por dois passes a 0,75 mm/minuto. Já o processamento por 4 passes se aproxima do valor atingido pelo processamento realizado por Farias (27) com a velocidade de 6mm/minuto onde o processamento atingiu o maior nível de dureza. (27,36)

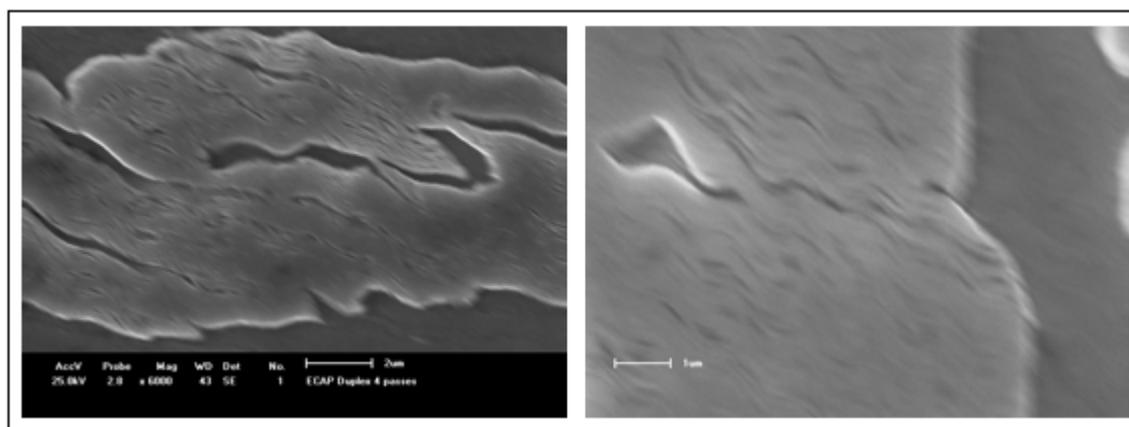
Na figura 32, a seguir, verifica-se a microestrutura na região homogênea das amostras que foram processadas por ECA com 1, 2 e 4 passes, respectivamente, observa-se que não existem mudanças significativas nos tamanhos dos grãos após o processamento, obtendo-se grãos que mantêm uma orientação em um mesmo sentido, com distribuição de grãos austeníticos e ferrítica.

Figura 32 - Micrografias de amostras processadas em 1 (a), 2 (b) e 4 (c) passes, respectivamente.
Fonte: Autor



Com a verificação destas imagens, onde não se demonstram grandes alterações em relação ao material não processado, foram realizadas microscopias eletrônicas de varredura nas amostras processadas por 4 passes, para verificar com mais detalhes o que acontece neste processamento. Observa-se, na figura 33, as imagens obtidas por MEV destas amostras processadas por 4 vezes em matriz de canal angular, que ocorrem deformações severas dentro dos grãos, onde verificam-se veios de deformação, facilmente observados nos grãos austeníticos, por sua maior ductilidade em relação aos grãos ferríticos.

Figura 33 - Micrografia por MEV da amostra processada com 4 passes em diferentes aumentos.
Fonte: Autor



O que é observado nestas amostras é a deformação heterogênea nos grãos, onde, dentro de um mesmo grão existem regiões que apresentam maiores níveis de deformação em relação a outras, podendo se deformar em sentidos e velocidades diferentes, formando as chamadas bandas de transição e bandas de cisalhamento. (31,32)

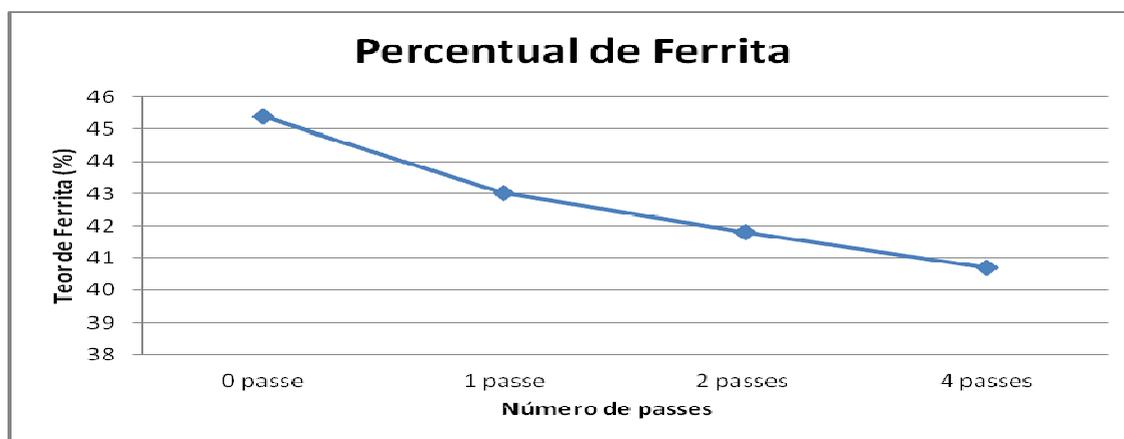
4.5 FERRITOSCOPIA

Os níveis de deformação apresentados pelo processo de Extrusão por Canal Angular são extremamente altos, foram realizados ensaios de ferritoscopia, onde foram obtidos os resultados apresentados na Tabela 4, e mostrados no gráfico apresentado na figura 34, estes valores obtidos pela ferritoscopia serão utilizados para uma comparação com o processo de laminação, onde pode-se ter uma relação do grau de equivalência de deformação promovida no material pela ECA.

Tabela 4 - Valores obtidos por ferritoscopia para os diferentes processamentos

Condição	0 passe	1 passe	2 passes	4 passes
Percentual de Ferrita (%)	45 ±1,7	43±2,9	42±1,2	41±1,4

Figura 34 - Variação do teor de ferrita com os diferentes processamentos.
Fonte: Autor



Esperava-se que os valores obtidos para o teor de ferrita fossem crescentes com o número de passes, devido à transformação de austenita metaestável em martensita induzida por deformação, que é ferromagnética e apresenta características magnéticas que forneceria resultados que indicariam maior teor de ferrita. Porém o que foi verificado nos resultados é justamente o oposto, com uma redução nos valores do teor de ferrita. Isso é justificado pelos níveis de deformação aplicados ao material, pois os aços inoxidáveis duplex apresentam uma estrutura cristalográfica bastante texturizada e isso aumenta a permeabilidade magnética do material. Nos processos onde se aplicam grandes deformações nos materiais, ocorrem quebras e rotações nos grãos ferríticos e estas rotações alteram o seu eixo magnético, reduzindo a intensidade do campo resultante.

Estes percentuais de ferrita foram comparados ao de amostras do mesmo material que foram submetidas ao processo de laminação. Onde as amostras foram laminadas até determinadas reduções de seção transversal, e então realizados ensaios de ferritoscopia para avaliar o ponto de equivalência do processo de extrusão por canal angular com a deformação promovida por laminação. Os resultados destas medições são apresentados na tabela 5.

Tabela 5 - Teores de ferrita nas amostras laminadas.

Redução (%)	21%	44%	75%	95%
Teor de ferrita (%)	42±2,4	41±1,9	40±1,5	37±2,3

Com a comparação dos resultados, nota-se que a amostra que foi processada com 4 passes apresenta deformações equivalentes a deformações que promovem reduções entre 44 e 75% no aço inoxidável dúplex pelo processo de laminação. A grande vantagem do processo de extrusão por canal angular é que a seção transversal do material não é alterada durante o processamento.

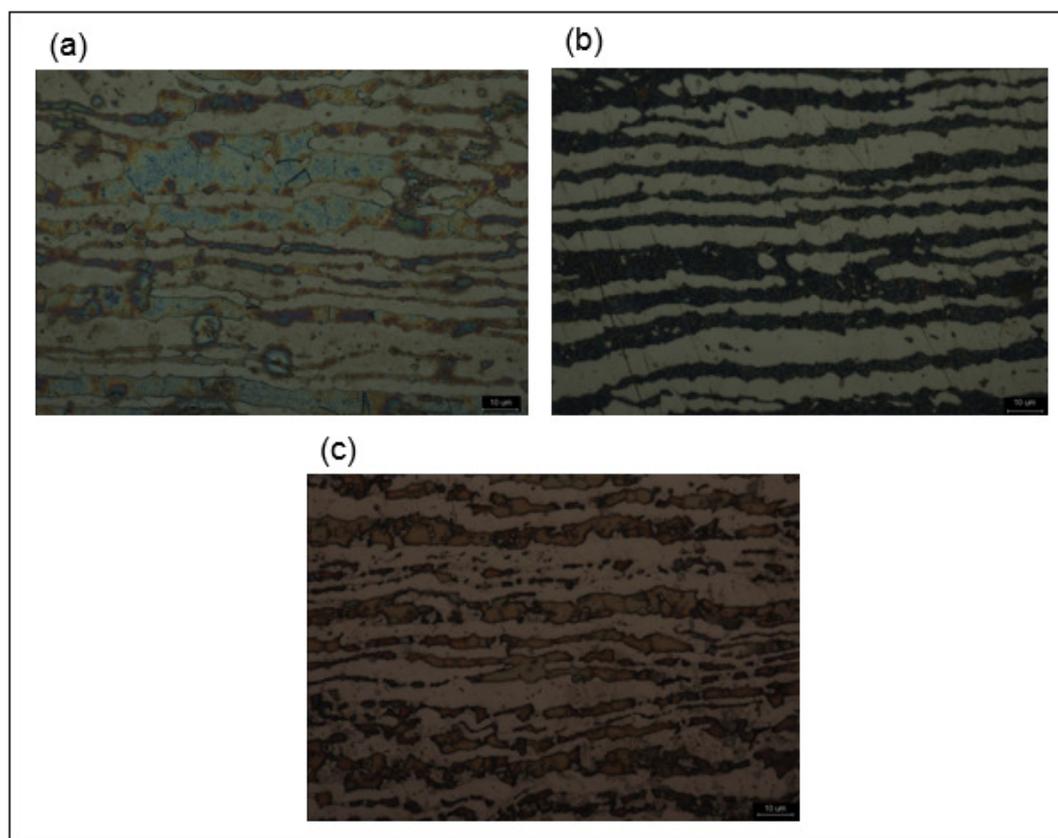
4.6 TRATAMENTOS TÉRMICOS A 1000 °C

Foram realizados tratamentos térmicos nas amostras na temperatura de 1000°C onde variou-se o tempo de tratamento das amostras em 7,5 minutos, 15 minutos e 30 minutos que as amostras eram mantidas a tal temperatura. Com isso o intuito era avaliar a evolução dos efeitos do tratamento térmico em cada amostra. Os resultados destes tratamentos nas estruturas dos aços processados seguem nas imagens a seguir.

Amostras tratadas a 1000°C por 7,5 minutos são apresentadas na figura 35, onde as amostras são de 1 passe, 2 passes e 4 passes, respectivamente.

Figura 35 - Amostras de 1 (a), 2 (b) e 4 (c) passes tratadas a 1000°C por 7,5 minutos, respectivamente.

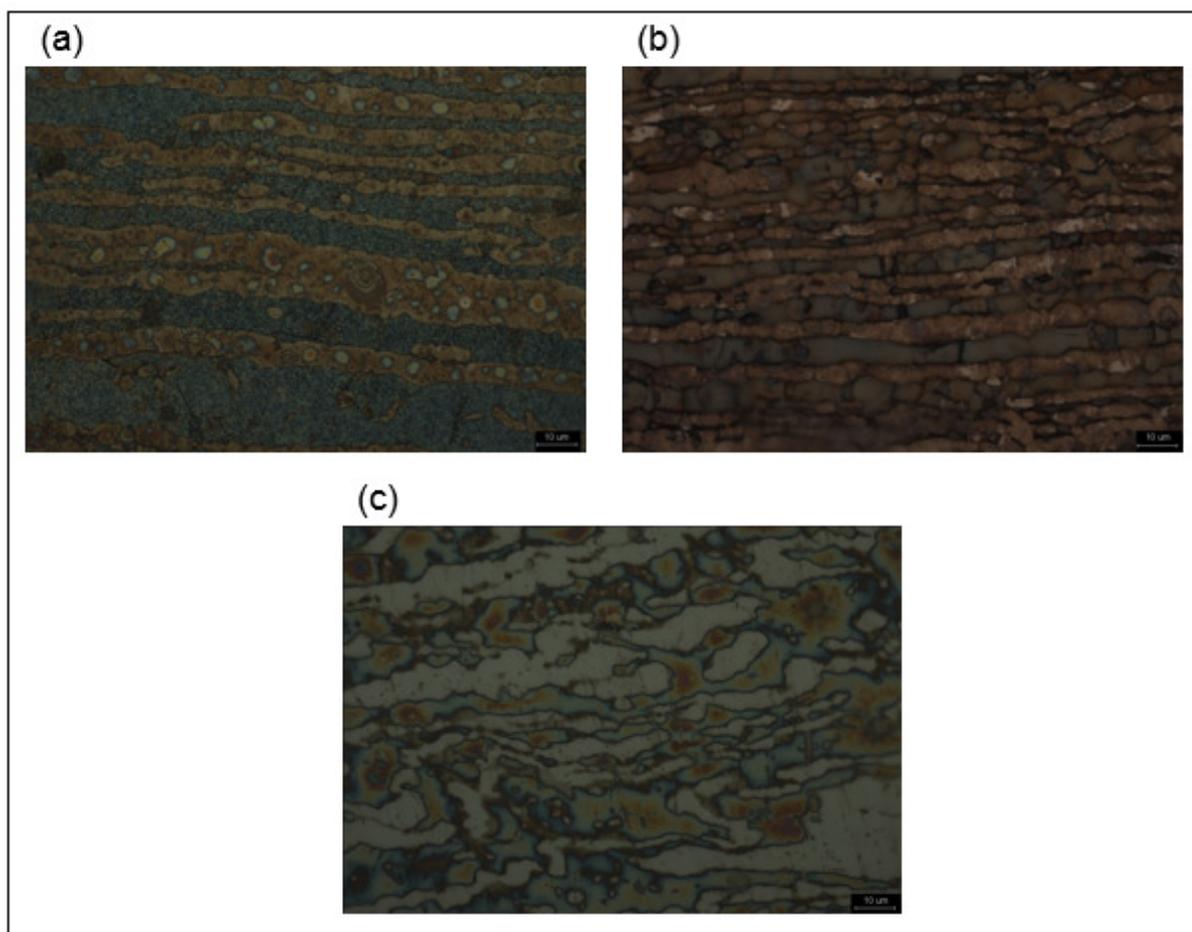
Fonte: Autor



Amostras tratadas a 1000°C por 15 minutos são apresentadas na figura 36, onde as amostras são de 1 passe, 2 passes e 4 passes, respectivamente.

Figura 36 - Amostras de 1 (a), 2 (b) e 4 (c) passes tratadas a 1000°C por 15 minutos, respectivamente.

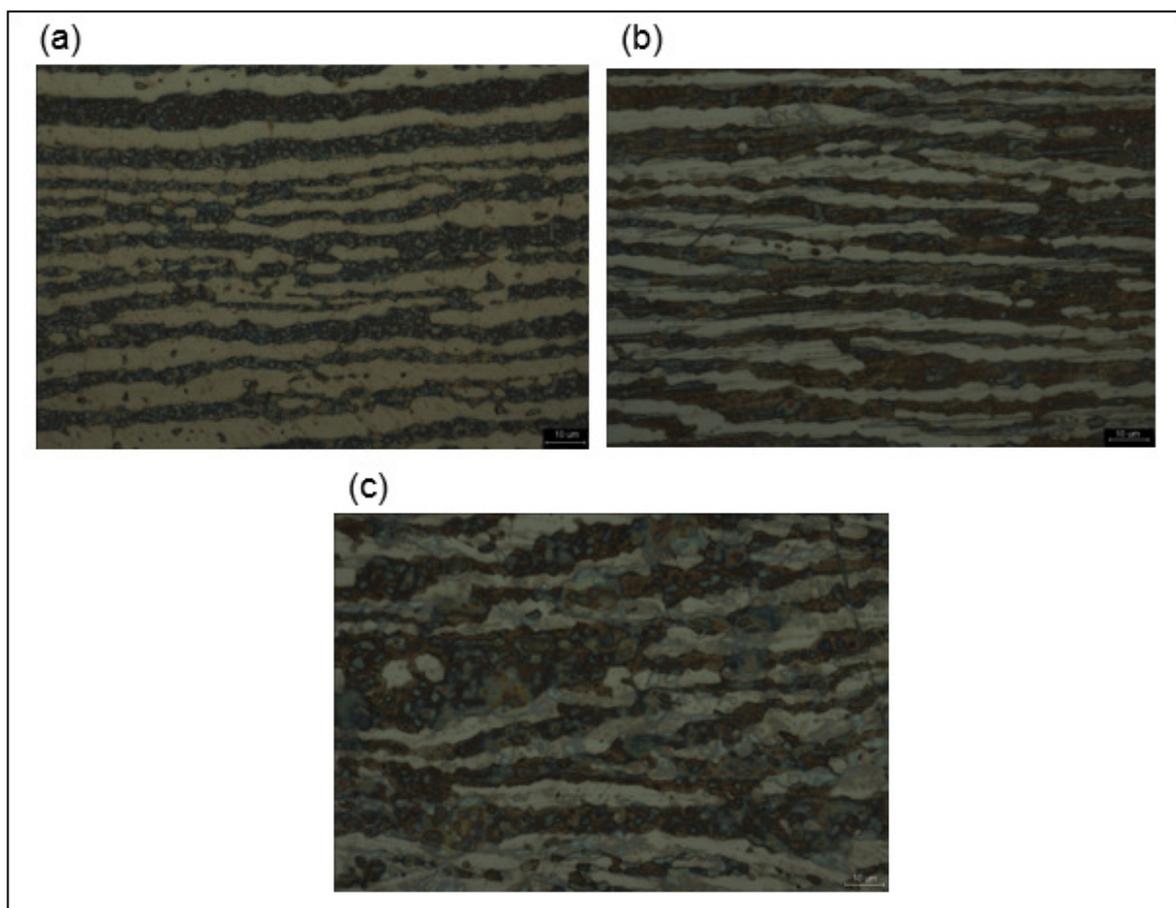
Fonte: Autor



Amostras tratadas a 1000°C por 30 minutos são apresentadas na figura 37, onde as amostras são de 1 passe, 2 passes e 4 passes, respectivamente.

Figura 37 - Amostras de 1 (a), 2 (b) e 4 (c) passes tratadas a 1000°C por 30 minutos, respectivamente.

Fonte: Autor



Observando as amostras, verifica-se que não há grandes diferenças nos tamanhos de grãos, também não é possível verificar o processo de nucleação de novos grãos nas amostras. Diferentemente dos resultados encontrados no trabalho de Farias (27), os novos grãos não começam a se formar nestas condições de tratamento térmico.

4.7 TRATAMENTOS TÉRMICOS A 1200 °C

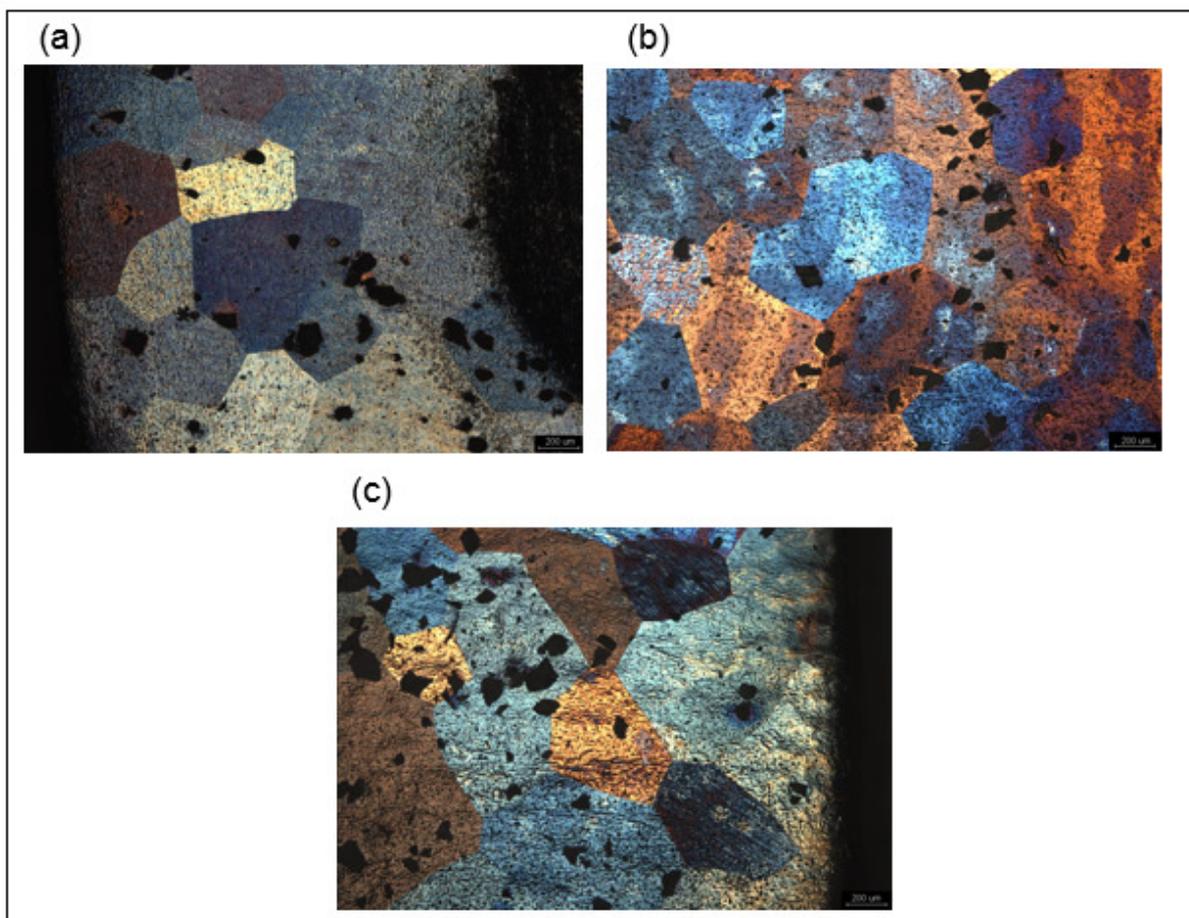
Foram realizados tratamentos nas amostras a temperaturas de 1200°C, pelos tempos de 7,5 minutos, 15 minutos e 30 minutos, para as amostras de 1,2 e 4 passes. Estes tratamentos foram realizados com o intuito de se buscar atingir a formação de estruturas angulares diferenciadas pela aniquilação de discordâncias na superfície do material. Os tratamentos nestas temperaturas promovem o tingimento térmico dos grãos das amostras tratadas, e os diferentes sistemas de

escorregamento promovem a formação de ângulos distintos na aniquilação de discordâncias na superfície do material, com ângulos de 109° aproximadamente para os grãos austeníticos e de 90° para a ferrita. Para atingir melhores resultados, as amostras foram lixadas e polidas antes do tratamento térmico para que a visualização fosse facilitada em uma superfície mais plana e limpa possível, no trabalho realizado por Farias (27), as amostras apresentaram esta coloração em uma superfície de corte de amostra, sem nenhuma preparação prévia. A figura 38 mostra os resultados dos tratamentos das amostras na temperatura de 1200°C .

4.7.1 Micrografias por microscopia Óptica

A figura 38 mostra as amostras processadas com 1, 2 e 4 passes tratadas a 1200°C por 15 minutos, respectivamente. Com o procedimento adotado de preparação de amostras foi possível fazer o tingimento das amostras com diferentes colorações para as diferentes orientações das amostras, o que permite uma visualização diferenciada e facilitada das estruturas de grãos da amostra e fornece um parâmetro qualitativo de diferenciação entre orientações de grãos vizinhos.

Figura 38 - Amostras de 1 (a), 2 (b) e 4 (c) passes tratadas a 1200°C por 15 minutos.
Fonte: Autor

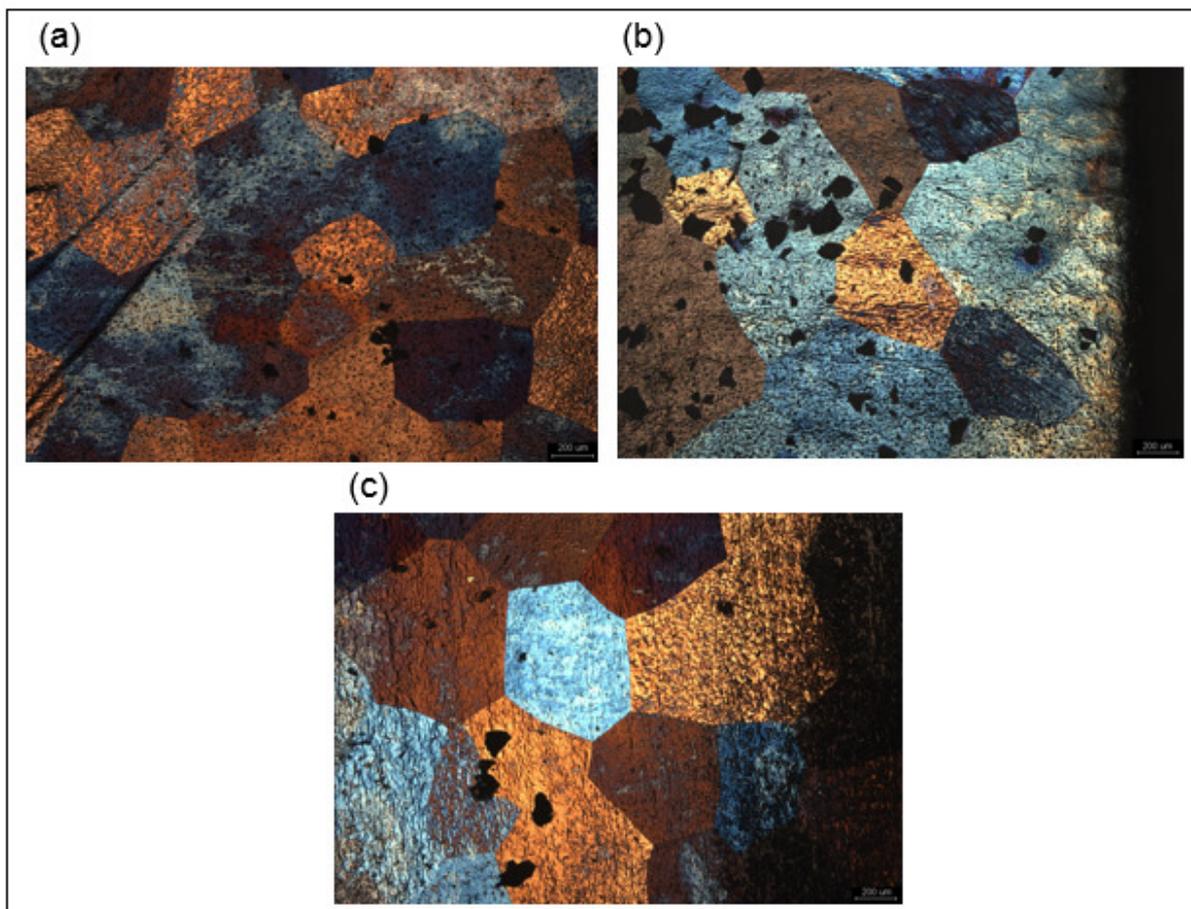


Observa-se que a alteração do número de passes não surte muito efeito nos resultados do tratamento térmico a esta temperatura, apresenta grãos com elevado crescimento, de formato equiaxial, bem modificado em relação ao material processado, com grãos alongados.

A figura 39 mostra as amostras processadas com 4 passes tratadas a 1200°C por 7,5 minutos, 15 minutos e 30 minutos, respectivamente.

Figura 39 - Amostras processadas com 4 passes e tratadas a 1200°C por 7,5 (a); 15 (b) e 30 (c) minutos, respectivamente.

Fonte: Autor



Nas imagens obtidas por microscopia óptica não foi possível verificar variações significantes nas amostras em relação ao número de passes e ao tempo de tratamento térmico, com as amostras apresentando tamanhos bastante próximos umas das outras.

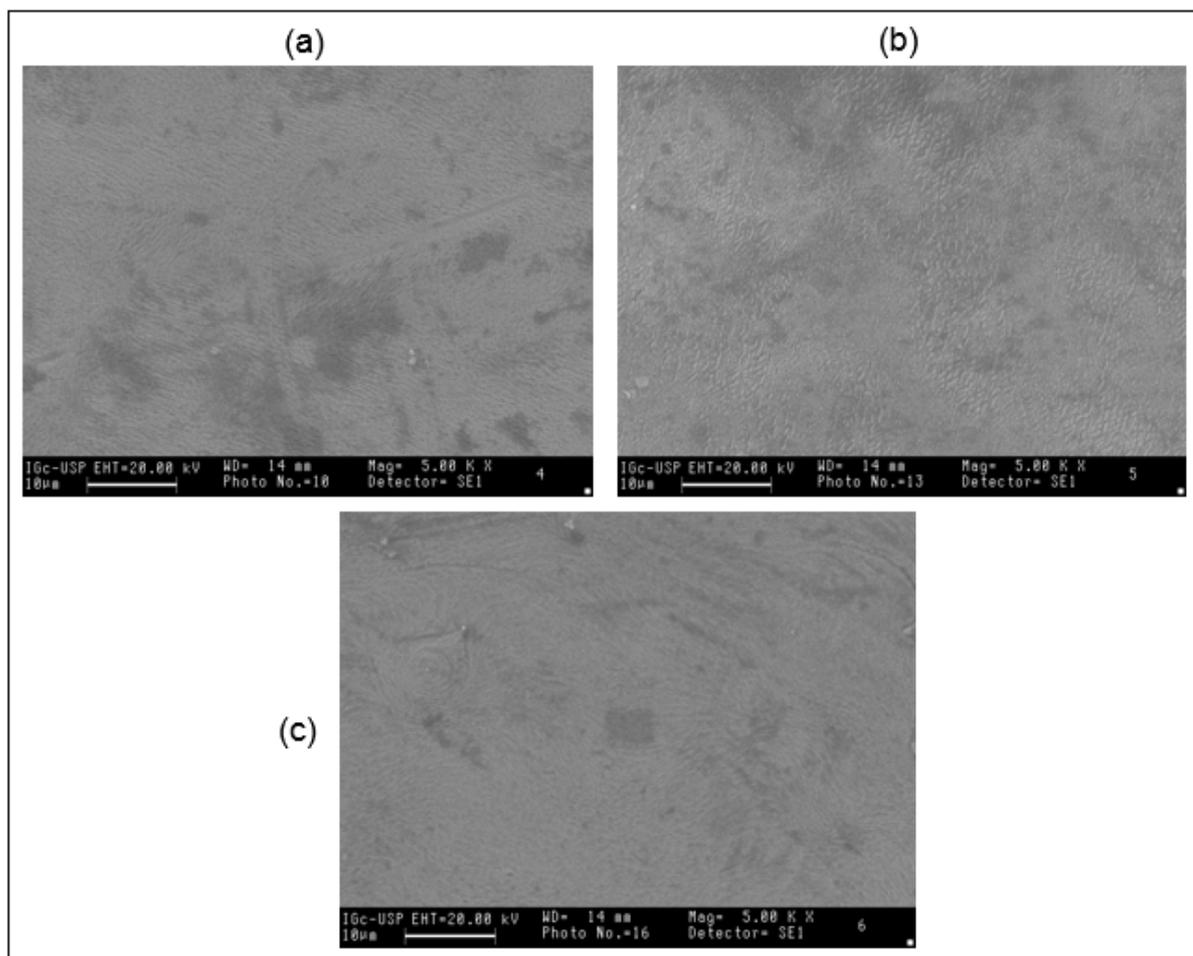
4.7.2 Micrografias por Microscopia Eletrônicas de Varredura

Foram realizados nestas amostras imagens por microscopia eletrônica de varredura, para avaliar as alterações em níveis submicrométricos. As imagens obtidas são apresentadas a seguir.

A figura 40 mostra as amostras que foram processadas por 1 (a), 2 (b) e 4 passes, respectivamente tratadas a 1200°C por 15 minutos.

Figura 40 - Amostras processadas por 1 (a), 2 (b) e 4 passes (c), respectivamente tratadas a 1200 °C por 15 minutos.

Fonte: Autor

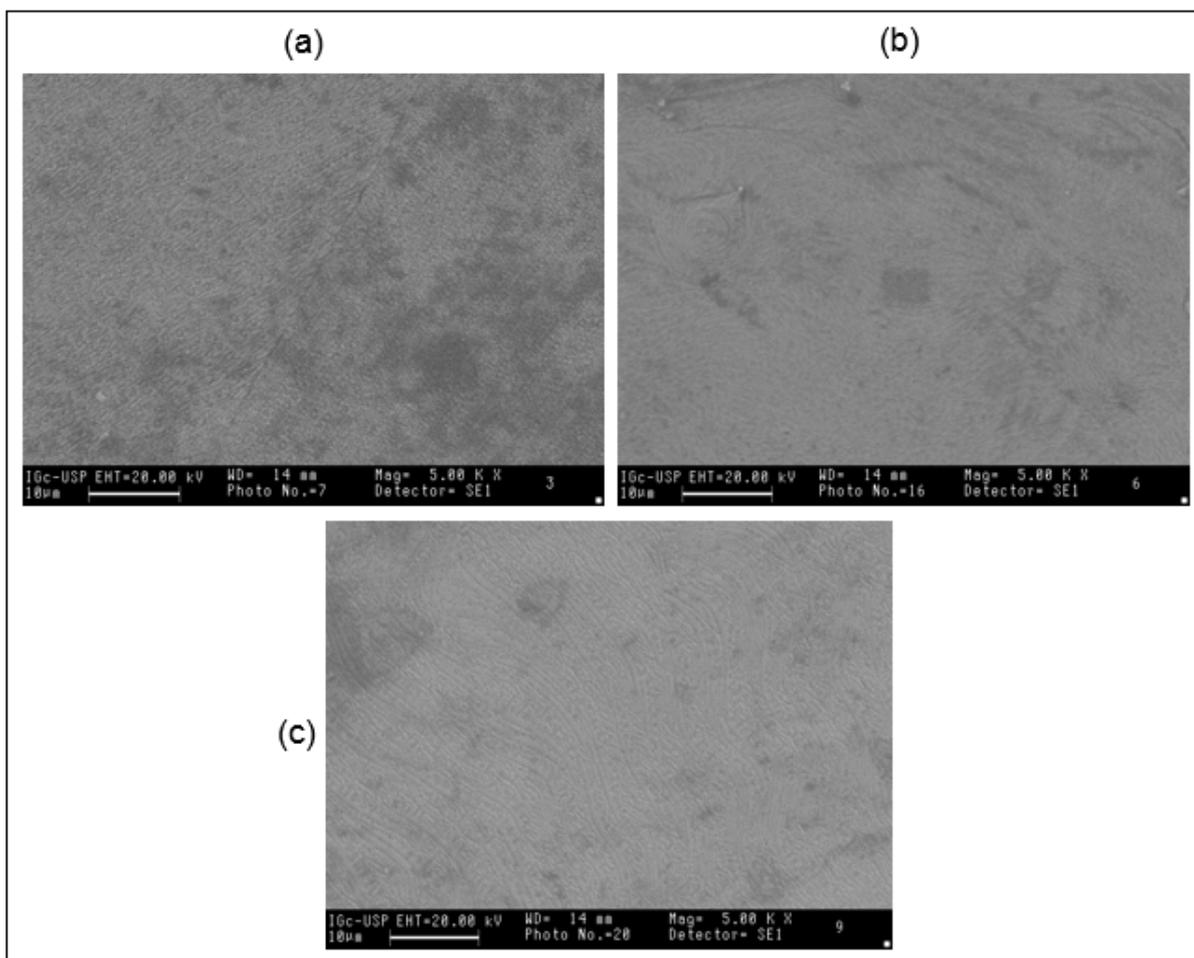


Nas variações de acordo com o número de passes, verifica-se que o tempo de tratamento não foi suficiente para gerar as geometrias angulares na superfície devido a aniquilação de discordâncias do material encruado.

Na figura 41, são mostradas as imagens da amostra processada por 4 passes, onde o tempo de tratamento variou entre 7,5 minutos (a), 15 minutos (b) e 30 minutos (c).

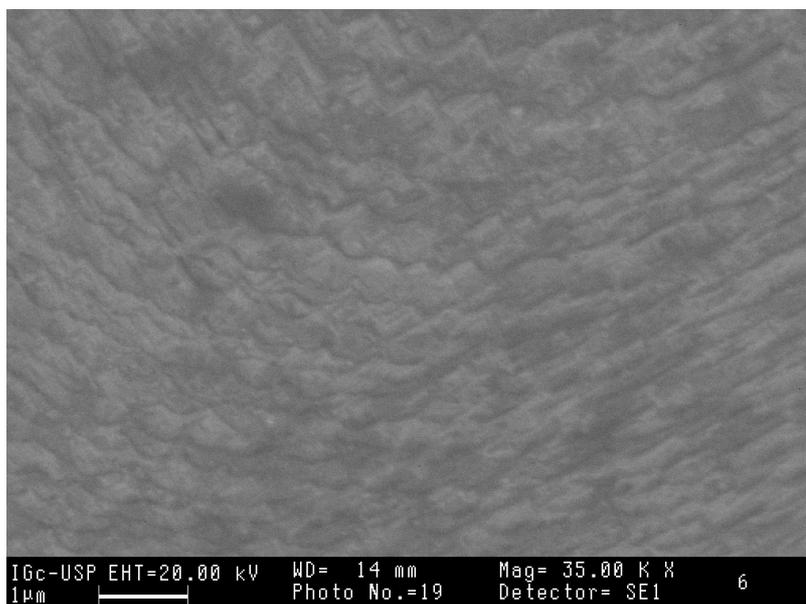
Figura 41 - Amostra processada por 4 passes e tempo de tratamento de 7,5 minutos (a), 15 minutos (b) e 30 minutos(c).

Fonte: Autor



Na amostra de 4 passes tratada por 15 minutos verifica-se o início da formação das estruturas angulares, como é mostrada em maior aumento na figura 42.

Figura 42 - Amostra de 4 passes tratada por 15 minutos a 1200°C.
Fonte: Autor

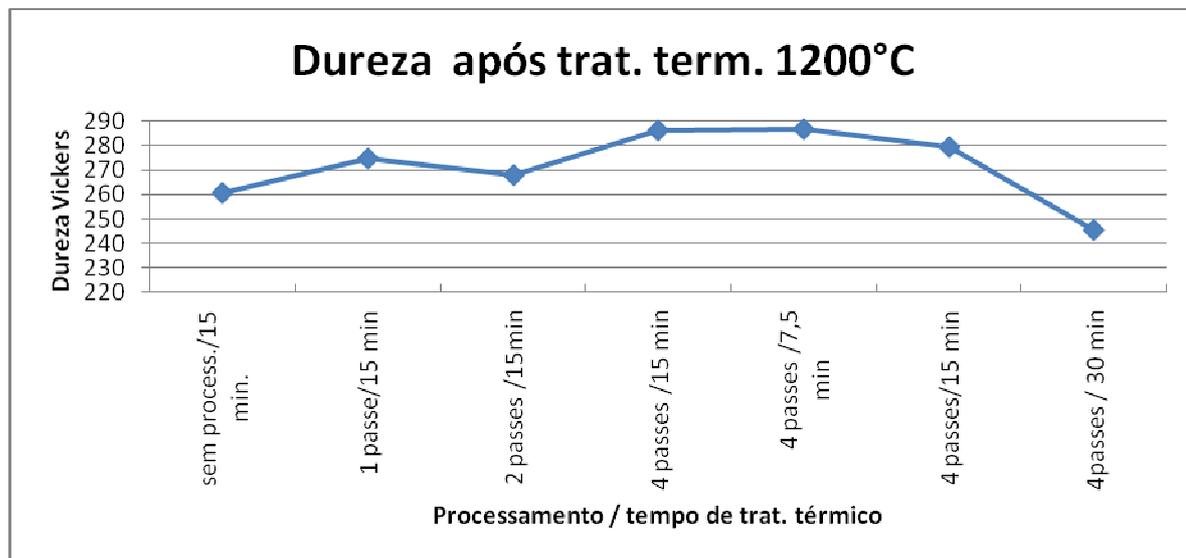


Na figura 42 foi observada uma estrutura similar à encontrada no trabalho de Farias (27), de estruturas angulares devido a aniquilação de discordâncias na superfície do material. O que ocorreu no presente estudo é a formação de estruturas mais refinadas, devido ao maior acúmulo de deformação de 4 passes pela amostra. Em tempos de tratamento de 60 minutos não foi possível visualizar tais estruturas, pois as amostras apresentavam um nível de oxidação elevado, não permitindo a visualização da superfície da amostra da maneira desejada. Este tempo foi o que apresentou os melhores resultados no trabalho de Farias. (27,36)

4.7.3 Dureza por Microindentação

Foram medidas as durezas das amostras após o tratamento térmico a 1200°C, para verificar o quanto o processamento por ECA afeta esta propriedade após o tratamento térmico. Os resultados estão apresentados na forma de gráfico na figura 43.

Figura 43 - Gráfico de dureza das amostras tratadas a 1200°C.
Fonte: Autor

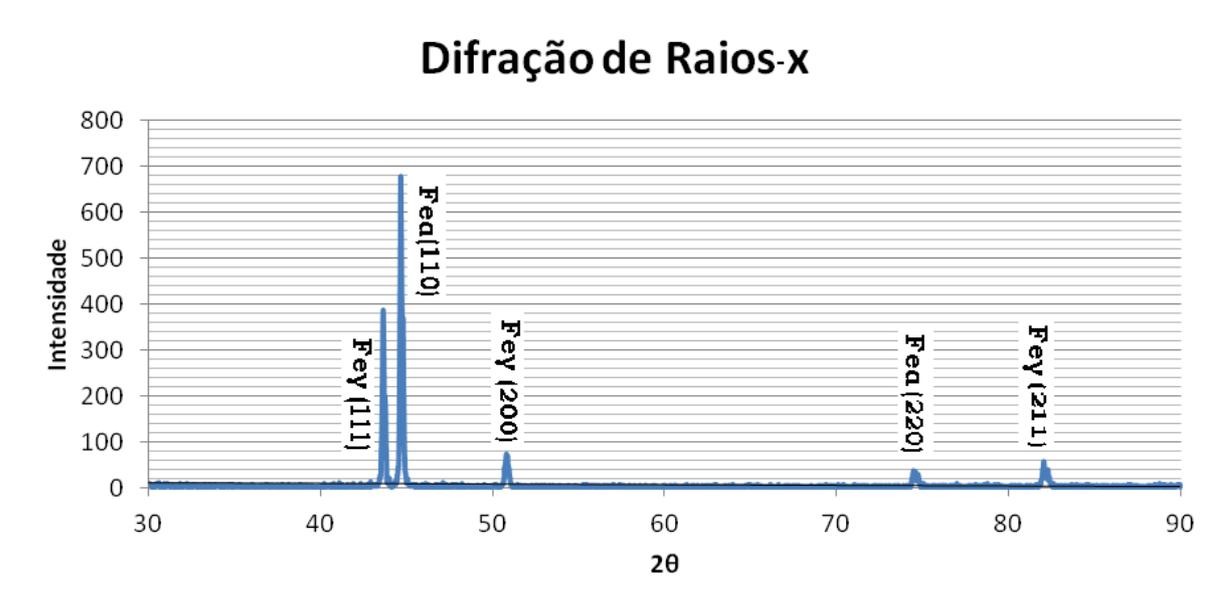


É verificado que a dureza do material aumenta após o processamento para os tratamentos térmicos realizados com tempo igual ou menor que o utilizado na amostra de controle, sem procesamento. Apenas para o caso onde o tempo de tratamento térmico é maior que o da amostra de controle, onde o crescimento de grãos é maior, apresenta um valor de dureza menor que o da amostra não processada. Isto mostra a efetividade do processamento por canal angular para o aumento dos valores de dureza e resistência dos materiais.

4.7.4 Difração de Raios-X

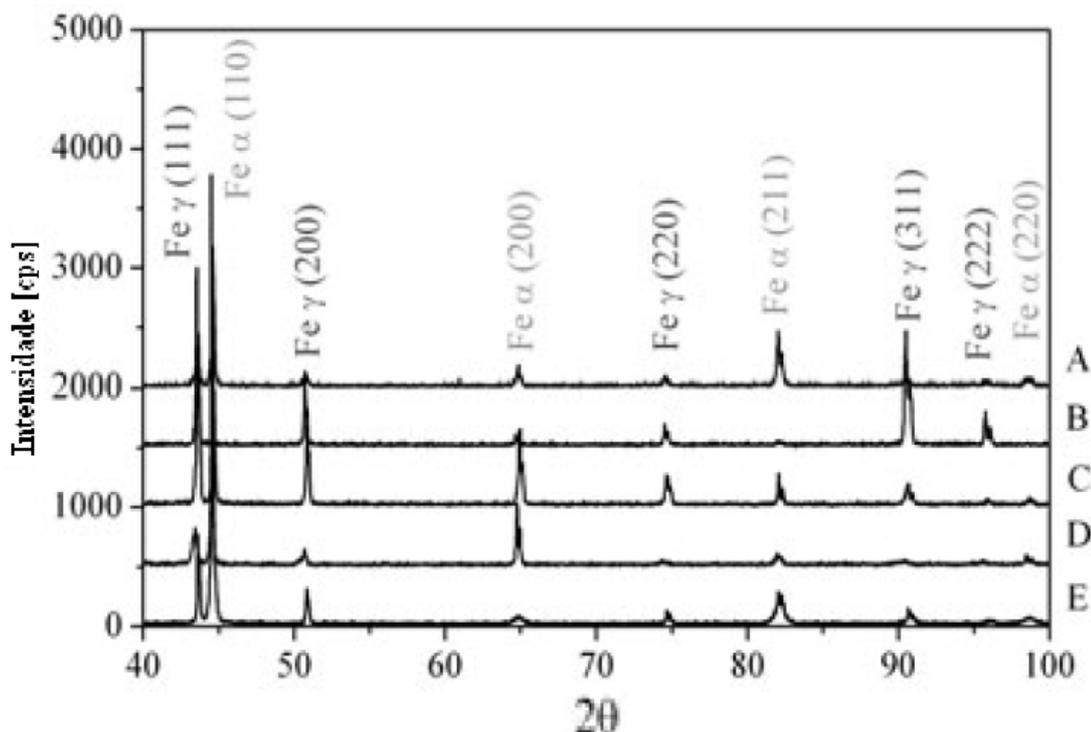
Para verificar as fases presentes no material processado e tratado termicamente, foram realizadas difrações de raios-x nas amostras. Os resultados são mostrados na figura 44.

Figura 44 - Gráfico gerado pela difração de raios x no material processado e tratado a 1200°C.
Fonte: Autor



Neste gráfico é possível notar dois picos bem definidos com maiores intensidades em relação aos demais, que, quando comparados com as cartas de comparação de materiais para identificação da JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) de número 060696 da Ferrita e 330397 da austenita, foram encontradas similaridades com os picos esperados da ferrita e austenita. Observe estes picos identificados na figura 45.

Figura 45 - Difração de raios x revelando os picos referentes à austenita($Fe\gamma$) e à ferrita ($Fe\alpha$).



Nos resultados obtidos, na figura 44, é possível observar um pico correspondente ao valor de 2θ de 43,6, que identifica-se ver na figura 45 como sendo um pico relacionado à austenita ($Fe\gamma$), devido ao plano (111). Outro pico destacado no resultado obtido ocorre para um valor de 2θ igual a 44,6, que pode ser identificado como sendo um pico relacionado à ferrita ($Fe\alpha$) (110). Estes são os picos de maior intensidade, relacionados aos principais planos mais densos para as estruturas cristalinas destas duas estruturas distintas. (39)

É possível verificar outros três picos, com intensidades menores, que se encontram nos valores de 2θ de aproximadamente 51, que corresponde aos picos encontrados na literatura para austenita relacionado ao plano (200), 74 que é relacionado ao pico da austenita referente ao plano (220) e 82 que corresponde ao pico da ferrita relacionado ao plano (211). Nota-se em comparativo com a figura 4.21 que o pico referente ao plano (200) não aparece nitidamente no resultado obtido no ensaio realizado no material. Isso ocorre devido às intensidades dos raios x incidentes na amostra, aparentemente menores em relação aos valores obtidos na literatura, que promoveram resultados muito discretos relacionados a este ângulos de incidência dos raios. (39)

Com os resultados obtidos por difração de raios-X foi possível verificar as fases presentes no material processado, onde não houve a ocorrência de outras fases que poderiam ser precipitadas durante o processo de tratamentos térmicos devido às temperaturas escolhidas estarem acima das faixas críticas de precipitações destas fases. Fases que poderiam ser formadas pela deformações severa no material, como a martensita induzida por deformações não foram indicadas por estas difrações pois apenas amostras tratadas termicamente a 1200°C foram analisadas, e com este tratamento a esta temperatura a martensita presente na amostra estaria novamente revertida a estrutura austenítica.

5 CONCLUSÕES

Com os processamentos e ensaios de caracterização realizados foi possível analisar o processo e as consequências nas propriedades do material.

Com a modificação do tamanho dos corpos de prova foi possível atingir um maior número de passes em cada amostra, reduzindo assim os níveis de tensões e a quebra dos punções utilizados.

A redução da velocidade de processamento influencia na redução dos níveis de tensão e na realização de um maior número de passes.

Os níveis de tensões se mantêm aproximadamente o mesmo para os passes múltiplos, o que permite levar as amostras a um maior número de passes do que o realizado neste estudo.

A dureza do material aumenta significativamente com o processamento por ECA, chegando a ser 69% superior no material processado por 4 passes.

Os perfis longitudinais das amostras processadas mostraram variação da deformação e alterações na orientação dos grãos e evidenciaram os níveis crescentes de deformação pelos seguidos passes na pela matriz no processo de ECA.

Não foi visível uma variação dos tamanhos de grão em relação ao número de passes, porém foi possível visualizar uma grande heterogeneidade de deformação nos grãos do material processado, fator que influencia na formação de novos grãos equiaxiais menores que o grão deformado durante a recristalização.

Foi possível verificar uma equivalência da deformação por ECA por 4 passes com o nível de deformação de um processo de laminação com valores de 44 a 75% de redução de seção transversal.

Verificou-se o início da formação de estruturas angulares pela aniquilação de discordâncias na superfície do material.

Observou-se que as fases presentes no material se mantiveram as mesmas após o processamento e o tratamento térmico, não aparecendo a formação de precipitados intermetálicos ou estruturas formadas pela severidade de deformação.

Foram confirmados os aumentos de dureza no material após os tratamentos térmicos, sendo sempre crescente o valor de dureza em relação ao material não

processado por extrusão em canal angular. Isso indica que o processamento atinge seu objetivo de aumentar características mecânicas do aço inoxidável dúplex.

REFERÊNCIAS

- 1 MEYERS, M. CHAWLA, K. K.; **Mechanical Behavior of Materials**. Segunda Edição. Editora da Universidade de Cambridge. p. 348-349. Cambridge, EUA. 2009.
- 2 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), p. 881-981, 2006.
- 3 SHIN D. H.; PARK J.J.; CHANG S. Y.; LEE Y.K.; PARK K.T. **Ultrafine Grained Low Carbon Steels Fabricated by Equal Channel Angular Pressing: Microstructures and Tensile Properties**. ISIJ International. vol. 42. 12. p. 1490-1496. 2002.
- 4 SANDIM, H.R.Z.; H.H. BERNARDI; B. VERLINDEN; D. RAABE. **Equal Channel Angular Extrusion of Niobium Single Crystals**. Materials Science and Engineering. v. 467. p. 44–52. 2007.
- 5 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. A485. p.643–650.2008.
- 6 KAMACHI M.; FURUKAWA M.; HORITA Z.; LANGDON T.G. **ECAP Using Plate Samples**. Materials Science and Engineering. A361. p. 258-266. 2003.
- 7 FURUKAWA M.; HORITA Z.; LANGDON T.G.. **Factors Influencing the Shearing Patterns in ECAP**. Materials Science and Engineering. A332. p. 97-109. 2002.
- 8 QU S.; HUANG C.X.; GAO Y.L.; YANG G.; WU S.D.; ZANG Q.S.; ZANG Z.F. **Tensile and Compressive Properties of AISI 304L Stainless Steel Subjected to Equal Channel Angular Pressing**. Materials Science and Engineering. A 475. p. 207-216. 2008.
- 9 ILUCOVA– L.; SAXL I.; SVOBODA M.; SKLENICKA V.; KRÁL P. **Structure of ECAP Aluminum After Different Number of Passes**. Image Anal Stereol. 26. p. 37-43. 2007.

10 NAGASHEKAR A.V.; TICK-HON Y.; SEOW H.P. **Deformation Behavior and Strain Homogeneity in ECAP**. Journal of Materials Processing Technology. 192-193. p. 449 – 452. 2007.

11 YOON S.C.; QUANG P.; HONG S.I.; KIM H.S. **Die Design for Homogeneous Plastic Deformation During ECAP**. Journal of Materials Processing Technology. 187-188. p. 46–50. 2007.

12 KORSHUNOV A. I.; VERDENIKOVA I.I.; POLYAKOV L.V.; KRAVCHENKO T.N.; SMOLYAKOV A.A.; SOLOVIEV V.P. **Effects of the Number of ECAP Passes and ECAP Route in Mechanical Properties Across the Samples from Ultrafine Copper**. Advanced Materials Science. 10. p. 235-238. 2005.

13 LAWRENCE, J. K; OLSON D.L. **Corrosion in ASM HANDBOOK**. Vol. 13. ASM International the Materials Information Company. 1992.

14 NILSSON; J. O. **Super Duplex Stainless Steels**. Materials Science and Technology. London. v. 8, n. 8. p. 685-700.1992.

15 AGGEN, G. et al. **Properties and Selection: Irons, Steels and High Performance Alloys in ASM HANDBOOK Vol. 1**. ASM International the Materials Information Company. 1993.

16 SMUK O. **Microstructure and Properties of Modern P/M Super Duplex Stainless Steels**. Tese de Doutorado. Department of Materials Science and Engineering; Royal Institute of Technology of Stockholm. Sweden. 2004.

17 TAVARES, S. S. M.; SILVA, M. R. da; PARDAL, J. M.; ABREU, H. F. G.; GOMES, A. M. **Microstructural Changes Produced by Plastic Deformation in the UNS S31803 Duplex Stainless Steel**. Journal of Materials Processing Technology. v. 180. p. 318-322. 2006.

18 POHL, M.; PADILHA, A. F. **Aços Inoxidáveis Ferríticos-Austeníticos com Microestrutura Duplex**. Nickel, v. 3, n. 8, p. 7-8, 1988.

19 LIMA, N.B. de; LIMA; L.M.F.G. de; REICK, W.; PADILHA, A.F. **Deformation and Recrystallization Textures in Duplex Stainless Steel**. Materials Science Forum, v. 408-412, p. 1353-1358, 2002.

20 DOBRÁNSZKY, J.; SZABÓ, P. J. **EDS- Analysis of Intermetallic Precipitation in Thermally Aged SAF 2507 Type Superduplex Stainless Steel.** Materials Science Forum, v. 414-415, p.189-194, 2003.

21 MARTINS, M.; CASTELETTI, L.C. **Heat Treatment Influence on ASTM A890 GR 6A Super Duplex Stainless Steel Microstructure.** Materials Characterization. v. 55. p. 225-233. 2005.

22 ZEMPULSKI, P. R. S.; **Correlação de Propriedades Eletroquímicas da Fase Sigma com Propriedades Mecânicas e Metalográficas em Aços Inoxidáveis Dúplex SAF2205;** tese de mestrado, Mestrado em Engenharia Mecânica; UFPR.2011.

23 NILSSON J.O.; KANGAS P.; KARLSSON T; WILSON A. **Microstructural Stability and Mechanical Properties of a High Nitrogen Super Duplex Stainless Steel.** Materials Science Forum. V. 318-320. p. 751-756. 1999.

24 ARAI, T. et al. **Heat Treatment in:** ASM HANDBOOK Vol. 4. ASM International The Materials Information Company.1991.

25 PADILHA, A. F.; PLAUT R. L.; RIOS P.R. **Capítulo 12: Stainless Steel Heat Treatment. In: Handbook; in: George E. Totten. (Org.). Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies.**

26 PADILHA, A.F.; SICLIANO JR, F.; **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura;** ABM, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais; São Paulo; 1996.

27 FARIAS F. A. **Processamento de Aço Inoxidável Duplex por Extrusão em Canal Angular.** Tese de mestrado; Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais UEPG. 2009.

28 PADILHA, A.F.; SICILIANO JR, F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura.** Terceira edição, revisada e ampliada, ABM. São Paulo, 2005.

29 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.

30 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). p. 567-571. 1998.

31 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.

32 DOHERTY, R. D., **Metals Science**, vol. 8, p.132, 1974.

33 IACOVIELLO F.; BONIARDI M.; LA VECCHIA G.M. **Fatigue Crack Propagation in Austeno-Ferritic Duplex Stainless Steel 22 Cr 5 Ni**. International Journal of Fatigue. 21. p. 957-963. 1999.

34 MARTINS M.; ROSSITTI S. M; RITONI M.; CASTELETTI L. C. **Effect of Stress at 350 °C and 550 °C on the Impact Properties of Duplex Stainless Steels**. Materials Characterization. 58. p. 909-916. 2007.

35 POHL, M.; STORZ, O.; GLOGOWSKI, T. **Effect of Intermetallic Precipitations on the Properties of Duplex Stainless Steel**. Materials Characterization, v. 58, p. 65-71, 2007.

36 FARIAS, F. A.; PONTES, M.J.H; CINTHO, O. M.; **Processing of a Duplex Stainless Steel by Equal Channel Angular Extrusion**; Revista Matéria, V.15; n.2; pp.356-369;2010.

37 DELAFOSSE, D.; MAGNIN, T.; **Hydrogen Induced Plasticity in Stress Corrosion Cracking of Engineering Systems**; Engineering Fracture Mechanics, 68(6); 693-729; 2001

38 GHENO S. M.; SANTOS F. S.; KURI S. E.; **Probing the Duplex Stainless Steel Phases Via Magnetic Force Microscopy**. Journal of Applied Physics; 103; 053906. 2008.

39 DOBRZANSKI L.A., BRYTAN Z., ACTIS GRANDE M., ROSSO M.; **Corrosion Resistance of Sintered Duplex Stainless Steel Evaluated by Electrochemical Method**; Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering; V.19;p. 38-45; 2006.