

# EFEITO DO TEMPO ENTRE DEFORMAÇÕES NA INTERAÇÃO RECRISTALIZAÇÃO: PRECIPITAÇÃO DE UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO COM ALTO TEOR DE NIÓBIO E NITROGÊNIO

Mariana Beatriz dos Reis Silva <sup>1</sup>

Juno Gallego <sup>2</sup>

José Maria Cabrera Marrero <sup>3,4</sup>

Oscar Balancin <sup>5</sup>

Alberto Moreira Jorge Júnior <sup>5</sup>

## Resumo

Neste trabalho foi avaliada a influência do tempo entre passes de deformação na interação entre precipitação e recristalização durante o processamento termomecânico do aço ISO 5832-9. A evolução da microestrutura foi investigada por microscopia ótica, eletrônica de transmissão e EBSD. Observou-se que quanto menor o tempo entre passes de deformação, maiores foram as tensões necessárias para promover a deformação e menores os tamanhos dos grãos e precipitados obtidos. Após o encharque, somente precipitados de TiNbN foram encontrados, entretanto NbCrN (fase Z) e NbN precipitaram durante o processamento termomecânico. O material sofre recristalização dinâmica e partículas de 50 nm foram efetivas no ancoramento dos contornos de grãos e discordâncias.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável; MET; Interação recristalização-precipitação; Nióbio.

## EFFECT OF INTERPASS TIME ON RECRYSTALLIZATION: PRECIPITATION INTERACTION OF HIGH NIOBIUM AND NITROGEN AUSTENITIC STAINLESS STEEL

## Abstract

In this work it was investigated the influence of interpass time on recrystallization-precipitation interaction during thermomechanical processing of the ISO 5832-9 steel. The microstructure evolution was investigated by optical microscopy, transmission electron microscopy and EBSD. The results show that smaller the interpass time, higher is the stress level and smaller are the grain and precipitate sizes. After soaking, only TiNbN precipitates were found, whereas NbCrN (Z-phase) and NbN were formed during thermomechanical processing. The material dynamically recrystallizes and particles of 50 nm were effective in pinning grain boundaries and dislocations.

**Keywords:** Stainless steel; TEM; Interaction recrystallization-precipitation; Niobium.

## I INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos são amplamente utilizados devido a uma combinação favorável de propriedades, tais como: resistência à corrosão e à oxidação, resistência mecânica a quente, trabalhabilidade e soldabilidade; representando uma parcela significativa da produção mundial de ligas metálicas. Dentro desta classe de aços encontram-se os aços inoxidáveis austeníticos com alto teor de nitrogênio,

com melhores propriedades mecânicas, como por exemplo, dureza e tenacidade, devido ao endurecimento por solução sólida [1].

As propriedades desses materiais são determinadas pela matriz austenítica e pelas numerosas fases que podem ser formadas, tais como: carbonetos, fases intermetálicas e nitretos. A quantidade, tamanho, distribuição e a morfologia

<sup>1</sup>Programa de Pós-Doutorado, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, São Carlos, SP, Brasil.  
E-mail: marianabdrs@gmail.com

<sup>2</sup>Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de São Paulo – UNESP, Ilha Solteira, SP, Brasil.

<sup>3</sup>Departamento de Ciências dos Materiais e Engenharia Metalúrgica, Universitat Politècnica de Catalunya – UPC, Barcelona, Espanha.

<sup>4</sup>Fundação CTM, Centro de Tecnologia, Manresa, Espanha.

<sup>5</sup>Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, São Carlos, SP, Brasil.

dessas fases têm influência marcante nas propriedades dos materiais [2]. A presença de pequenos precipitados, com pequeno espaçamento entre eles, tende a ancorar contornos de grãos e inibir a recristalização estática e dinâmica, enquanto que o coalescimento de tais precipitados pode deteriorar as propriedades de resistência à fadiga e à corrosão dos produtos finais [3].

Além da precipitação, o arraste de soluto pode reduzir a mobilidade dos contornos de grãos e subgrãos durante o processo de recristalização. É bem conhecido que o nióbio é o elemento com maior poder de retardar a recristalização estática [4]. A utilização de nióbio em aços microligados tem sido bastante estudada. Também, este elemento vem sendo usado na fabricação de aços inoxidáveis, no entanto, ainda existe a necessidade do melhor entendimento do papel do nióbio em solução sólida e na formação de precipitados.

O refinamento de grãos em metais e ligas por meio do trabalho a quente tem grande importância prática porque melhora várias propriedades dos produtos manufaturados. Recentemente o conhecimento metalúrgico dos aços inoxidáveis tem aumentado significativamente, entretanto o controle microestrutural por processamento termomecânico ainda deixa a desejar na área de aços inoxidáveis quando comparado com aços carbono de baixa e alta liga [1].

Entender o comportamento dos aços em altas temperaturas é necessário para controlar o processo e dimensionar com precisão os produtos laminados e forjados bem como as propriedades finais dos materiais. Neste trabalho, objetivando o refinamento de grão, procurou-se analisar a influência do tempo entre passes de deformação na interação recristalização-precipitação de um aço austenítico com alto teor de Nb e N, utilizando a simulação física da laminação a quente por ensaios de torção.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

O aço inoxidável austenítico ISO 5832-9, usado neste trabalho, foi fornecido pela Villares Metals e sua composição química é apresentada na Tabela 1. O aço foi previamente laminado na forma de barras com diâmetro de 20 mm, recozido a 1.030°C por 60 min e resfriado em água. Corpos de prova foram confeccionados a partir deste material, com diâmetro e comprimento úteis de 10 mm. Os ensaios mecânicos foram realizados em uma máquina de torção a quente do Laboratório de Tratamentos Termomecânicos do DEMa-UFSCar. As amostras foram aquecidas em um forno de indução, acoplado diretamente à máquina. A temperatura foi medida utilizando um pirômetro ótico.

A interação precipitação-recristalização foi analisada através de ensaios de torção a quente com múltiplas deformações em resfriamento contínuo, simulando o processamento

industrial. As amostras foram aquecidas até 1.250°C com uma taxa de 5,5°C/s e mantidos nessa temperatura por 300 s. Em seguida, os corpos de prova foram submetidos a sucessivas deformações, com deformação verdadeira ( $\epsilon$ ) de 0,3 e taxa de deformação constante de 1,0 s<sup>-1</sup>. Os ensaios foram interrompidos após a 2<sup>a</sup>, 6<sup>a</sup> e 13<sup>a</sup> (ou 12<sup>a</sup>) deformação e com tempo entre passes de deformação de 50, 20 ou 5 s. As taxas de resfriamento foram de 24 (50 s), 60 (20 s) e 240°C/min (5 s), de modo que em uma determinada deformação as amostras estavam na mesma temperatura, e após a interrupção do último passe de deformação, as amostras foram resfriadas em água.

As amostras foram caracterizadas por microscopia ótica, difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e microscopia eletrônica de transmissão (MET), sendo a microestrutura observada no plano longitudinal, abaixo da superfície deformada com no máximo 0,3 mm de profundidade. As análises de MET (tanto lâminas finas como réplicas de carbono) foram realizadas em um equipamento FEI TECNAI G2-F20 (200 KV). As amostras foram polidas e atacadas eletroliticamente com solução de HNO<sub>3</sub> (65%) para as análises óticas e réplicas de carbono. Amostras de lâminas finas e para análise em EBSD foram preparadas por polimento eletrolítico utilizando uma solução de ácido acético (95%) e ácido perclórico (5%).

Para medidas de tamanho de grãos foram considerados ao menos 400 grãos (a média também inclui maclas como contornos de grãos) e foi utilizado o software de análise de imagens AnalysisFive. Para a média dos tamanhos dos precipitados foram capturadas imagens de pelo menos 200 precipitados. A fração recristalizada foi indiretamente obtida através das medidas de contornos de altos ângulos por meio de EBSD. A fração volumétrica foi calculada utilizando o método proposto por Maniar [5].

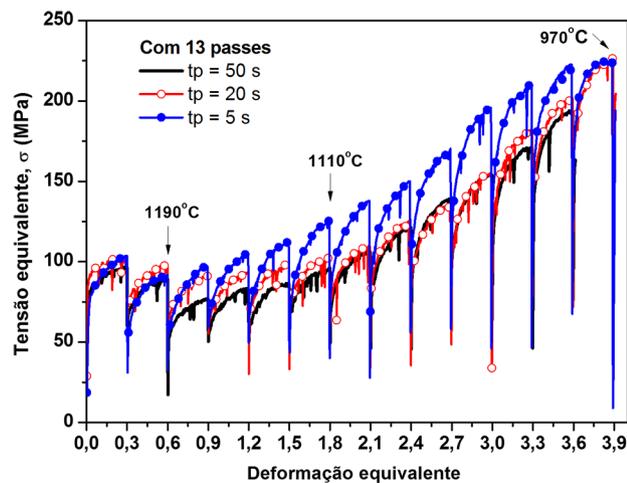
## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra a sobreposição das curvas experimentais dos ensaios de torção realizados com sequência de deformações em resfriamento contínuo com deformação de 0,3, após o reaquecimento a 1.250°C, com intervalos de 50, 20 e 5 s e com até 13 deformações. De maneira geral observa-se que a tensão aumenta com a evolução da sequência de passes de deformação, sendo que esse aumento é mais acentuado em temperaturas mais baixas. Conforme a amostra vai sendo deformada, há um aumento no nível de tensão, sendo que este aumento, em geral, é associado ao resfriamento. No entanto, em temperaturas mais baixas o aumento é mais acentuado devido ao aumento de resistência com a diminuição da temperatura e também

**Tabela 1.** Composição química do aço ISO 5832-9, fornecida pelo fabricante (% em peso)

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	S	P	Cu	N	Nb	V	Ti	Fe
0,031	0,38	3,98	10,43	20,43	2,46	0,0018	0,022	0,12	0,35	0,28	0,12	0,005	bal.

pela ação simultânea de mecanismos de endurecimento como o acúmulo de discordâncias ancoradas por precipitados, que passa a ser expressiva abaixo da temperatura de transição. Esta temperatura está associada com a transição de uma região de recristalização completa para outra região de recristalização parcial, análoga à temperatura de não recristalização ( $T_{nr}$ ) observada em aços microligados. Nas condições analisadas neste trabalho, as temperaturas de transições estão em torno de  $1.100^{\circ}\text{C}$ , sendo que estas

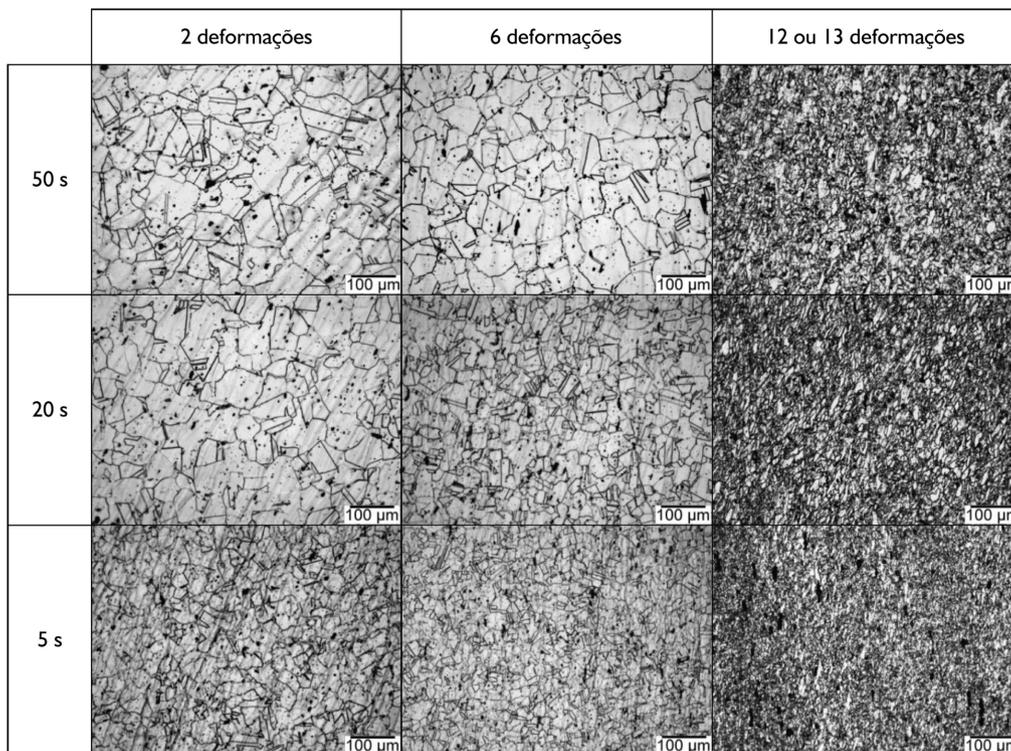


**Figura 1.** Sobreposição das curvas de escoamento plástico obtidas em resfriamento contínuo com deformações múltiplas de 0,3 e tempo entre passes de deformação de 50, 20 e 5 s e indicação das temperaturas em que os ensaios foram interrompidos.

foram determinadas a partir das mudanças de inclinações nas curvas dos gráficos de tensão média equivalente versus o inverso da temperatura calculada, conforme o método proposto na literatura [6].

A sobreposição das curvas mostra que, nas duas primeiras deformações, a tensão necessária para deformar o material é praticamente a mesma, independentemente do tempo entre passes de deformação. O fato destas primeiras tensões serem maiores do que na terceira deformação pode estar associado com a presença de precipitados coalescidos, resultantes da incompleta dissolução durante o encharque e que podem estar agindo como partículas de reforço. Da terceira até a sexta deformação nota-se uma diferença nos níveis de tensões sendo que quanto menor o tempo entre passes de deformação maior é a tensão, e à medida que o número de deformações aumenta, maior é a diferença. Do sétimo ao décimo passe de deformação verificam-se valores parecidos para as amostras com 50 e 20 s, que diferem significativamente da outra curva, com 5 s. Esta última exige, em média, 30 MPa de tensão maior. A partir do 10º passe de deformação a tensão é ligeiramente maior para a amostra com um intervalo de 20 s do que a com 50 s, e estas ainda permanecem com uma diferença significativa em relação à amostra com 5 s. Com um menor intervalo entre passes de deformação tem-se que o amaciamento é menor, permitindo maior acúmulo de deformação mesmo em temperaturas elevadas.

A Figura 2 mostra as micrografias óticas obtidas após as interrupções na 2ª, 6ª e 13ª (ou 12ª) para os tempos de 50, 20 e 5 s. Após 2 passes de deformação as



**Figura 2.** Micrografias óticas do material após 2º, 6º e 13º (ou 12º) passes de deformação com tempo entre passes de deformação de 50, 20 e 5 s.

amostras com maiores intervalos apresentaram tamanho de grão médio em torno de  $30 \mu\text{m}$  (a média do tamanho de grão também inclui maclas como contornos de grãos). Os grãos da amostra com 5 s mostraram se menores e não apresentam crescimento anormal. No sexto passe de deformação, nota-se nas micrografias que o tempo entre passes de deformação já passa a influenciar significativamente no tamanho de grão, sendo que quanto menor o intervalo entre passes de deformação menor é o diâmetro dos grãos. Após a temperatura de transição, observou-se também que o refinamento dos grãos foi maior quanto menor o intervalo entre passes de deformação.

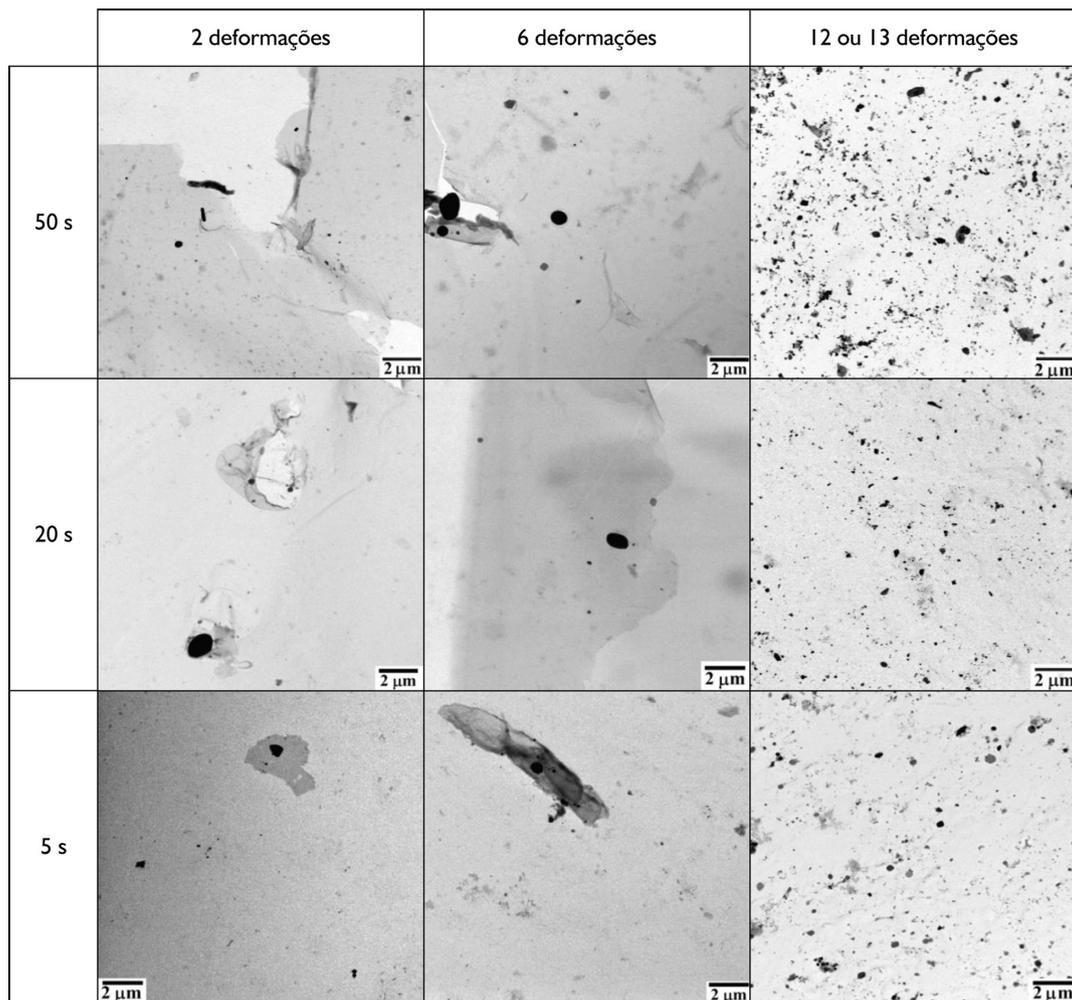
A Figura 3 apresenta as micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão utilizando o método de extração por réplicas de carbono para análises dos precipitados. Nesta figura são apresentadas as micrografias capturadas com baixo aumento, visando comparar o grau de intensidade da precipitação. No entanto, para a contagem dos precipitados (pelo menos 200) foram utilizados aumentos maiores, sendo que estas análises serviram para a obtenção de informações

como densidade de partículas e fração volumétrica, que são posteriormente apresentadas na Tabela 2.

De modo geral, observa-se que as amostras com 2 e 6 deformações apresentaram maior quantidade de precipitados grandes ( $> 100 \text{ nm}$ ) tendo poucos precipitados por área analisada e que a precipitação é intensa após a temperatura de transição (nos 12° ou 13° passes de deformação), com porcentagens expressivas de precipitados pequenos ( $< 50 \text{ nm}$ ). Foram encontrados precipitados de diferentes formatos (esféricos, alongados e quadrados) em uma ampla faixa de tamanhos.

Conforme mencionado anteriormente, a Tabela 2 sumariza as principais informações obtidas dos experimentos nos diferentes tempos entre passes de deformação em comparação com as amostras como recebida e após o encharque. Análises de EBSD foram realizadas objetivando analisar a fração recristalizada em cada condição e também permitiram observar mais detalhadamente a microestrutura, mostrando se os grãos estavam deformados ou não.

O tamanho médio de grão foi determinado considerando-se ao menos 400 grãos e observou-se que os



**Figura 3.** Micrografias (MET) dos precipitados obtidos por réplica de carbono após 2, 6 e 12 (ou 13) passes de deformação com tempo entre passes de deformação de 50, 20 e 5 s.

valores diminuem à medida que os passes de deformação são aplicados e à medida que o tempo entre passes de deformação diminui. O tamanho dos precipitados segue a mesma tendência dos grãos, porém a amostra com 2 deformações e intervalo entre passes de deformação de 50 s apresentou um valor médio maior do que o encontrado após a solubilização, o que não é surpreendente devido à elevada temperatura e ao longo tempo para o crescimento dos precipitados. A fração recristalizada mostra que com 2 e 6 deformações o material ainda sofre recristalização completa e que, após a temperatura de transição, a fração recristalizada é inferior a 60%, apresentando recristalização parcial.

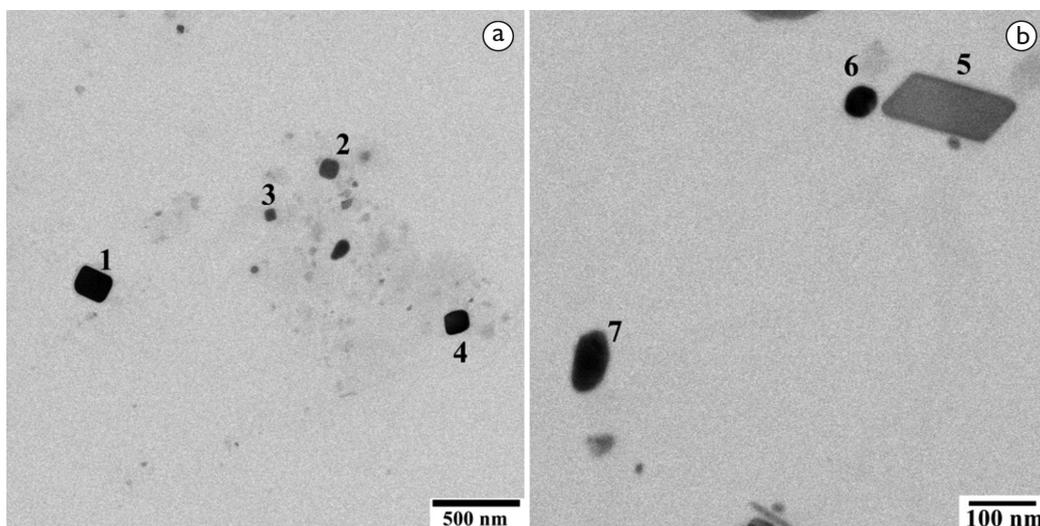
Ainda, analisando-se conjuntamente a Figura 3 com a Tabela 2, vê-se que a densidade de partículas aumenta à medida que o processamento vai ocorrendo, sendo que com 2 e 6 deformações todos os valores ficaram abaixo de 1,2 partículas/ $\mu\text{m}^2$ . Já após a temperatura de transição o número de precipitados por área aumenta bastante, sendo que com o tempo de 50 s a quantidade de partículas formadas

é maior. As frações volumétricas, de maneira geral, foram maiores em intervalos maiores e o fato das frações com 2 deformações serem superiores aos com 6 deformações deve-se ao fato de que com 6 passes de deformação apesar da precipitação ser ligeiramente maior, os precipitados são menores, mas a densidade de partículas por área é maior.

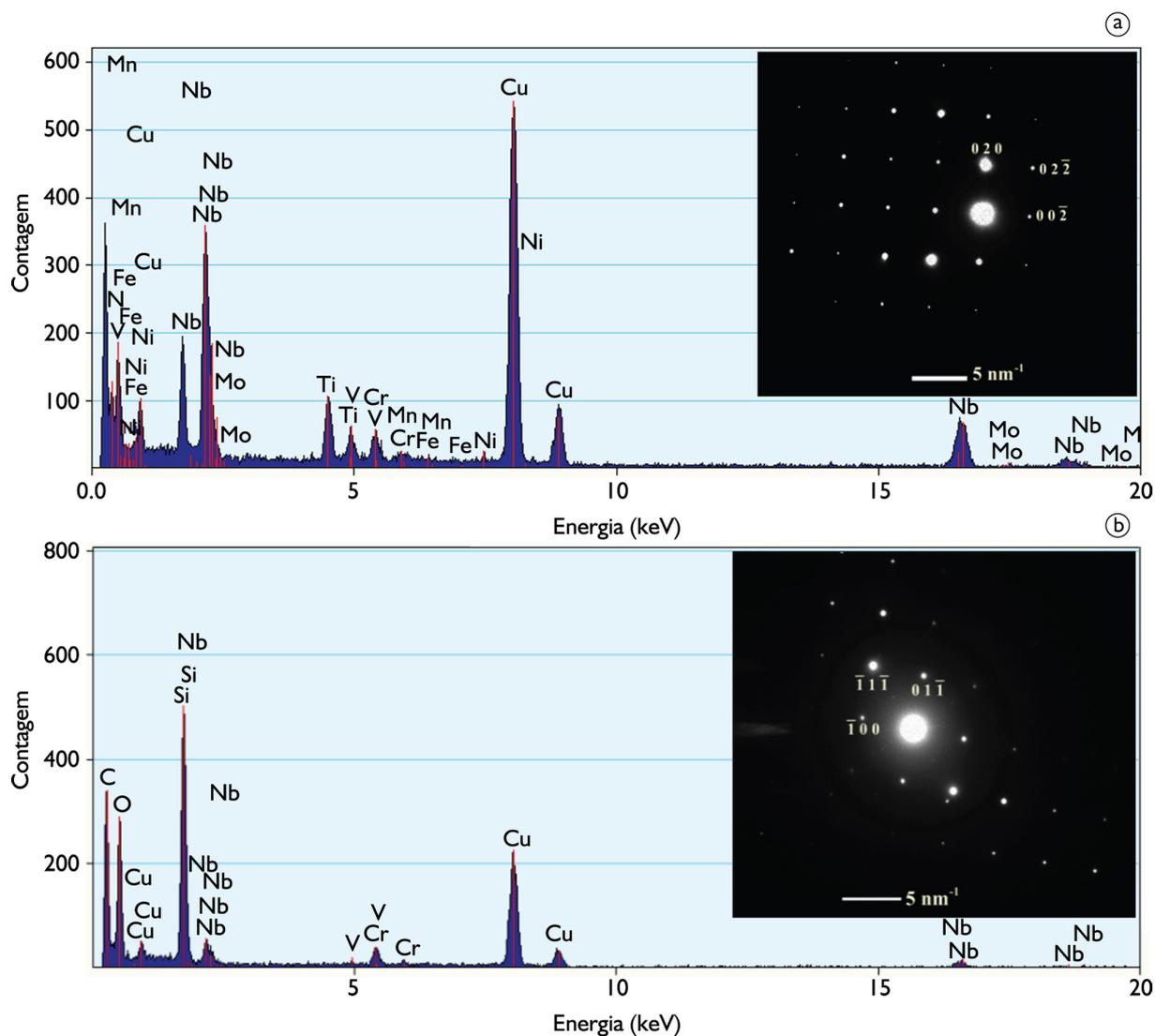
Alguns precipitados extraídos por réplicas de carbono das amostras após o encharque (A) e após 12 deformações com tempo entre passes de deformação de 50 s (B) são apresentados na Figura 4. Na Tabela 3 são quantificados os elementos metálicos das partículas da Figura 4, e espectros de EDX e padrões de difração de elétrons dos precipitados 1 e 5 são apresentados na Figura 5. Verificou-se que após a solubilização, os precipitados não dissolvidos apresentavam teores significativos de nióbio e titânio e que os precipitados formados durante o processamento termomecânico eram compostos principalmente por cromo e nióbio (NbCrN – fase Z), sendo poucos os mais ricos em Nb (NbN). Não é esperado encontrar vanádio em temperaturas elevadas conforme a

**Tabela 2.** Dados de tamanho médio dos grãos, tamanho médio dos precipitados, fração recristalizada, densidade de partículas ( $\rho$ ) e fração volumétrica dos precipitados para as amostras como recebida, após a solubilização e com tempo entre passes de deformação de 50, 20 e 5 s

		$d_{\text{grão}}$ ( $\mu\text{m}$ ) (desvio)	$d_{\text{precipitados}}$ (nm) (desvio)	$f_{\text{recristalizada}}$	$\rho$ (part/ $\mu\text{m}^2$ )	$f_{\text{volumétrica}}$
<b>Recebido</b>		14,4 (4,7)	—	—	—	—
<b>1250 °C/5 min</b>		61,8 (34,4)	133,0 (95,8)	—	0,32	0,97 $10^{-3}$
<b>2 deformações</b>	50 s	33,3 (21,1)	153,8 (94,8)	0,81	0,57	4,00 $10^{-3}$
	20 s	32,6 (20,9)	102,7 (65,7)	0,81	0,56	1,80 $10^{-3}$
	5 s	25,7 (8,8)	95,9 (64,2)	0,81	0,77	1,87 $10^{-3}$
<b>6 deformações</b>	50 s	33,9 (19,0)	109,8 (72,6)	0,67	0,95	2,99 $10^{-3}$
	20 s	24,2 (11,2)	95,7 (109,1)	0,75	0,99	1,91 $10^{-3}$
	5 s	15,0 (6,1)	78,2 (74,3)	0,78	1,15	1,34 $10^{-3}$
<b>12 ou 13 deformações</b>	50 s	11,1 (4,6)	48,9 (30,6)	0,50	16,12	8,51 $10^{-3}$
	20 s	9,5 (4,4)	38,6 (24,1)	0,57	14,18	4,56 $10^{-3}$
	5 s	5,1 (2,1)	32,2 (25,3)	0,57	13,83	2,78 $10^{-3}$



**Figura 4.** Micrografia de regiões da amostra após o encharque (a) e da amostra com 12 passes de deformação de deformação e tempo entre passes de deformação de 50 s (b). A numeração correspondente aos precipitados analisadas por EDX e difração de elétrons (Tabela 3 e Figura 5).



**Figura 5.** Análises de EDX do precipitado 1 (Figura 4a) com difratograma na orientação próxima ao eixo de zona [100] da fase TiNbN (a); e do precipitado 5 (Figura 4b) correspondendo a fase NbCrN e difratograma próximo ao eixo de zona [011] (b).

**Tabela 3.** Porcentagem atômica dos elementos metálicos dos precipitados identificados na Figura 4

	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb	Mo
1	26,50	5,76	5,64	0,00	0,05	0,23	61,79	0,00
2	27,23	6,73	6,00	0,00	0,56	0,27	59,18	0,00
3	13,35	7,63	9,58	0,00	0,32	0,54	68,56	0,00
4	27,93	7,93	9,34	0,00	0,24	0,29	54,21	0,00
5	0,00	3,99	54,56	0,00	4,72	0,00	36,72	0,00
6	0,00	5,41	57,65	0,00	8,03	0,00	28,89	0,00
7	0,00	6,17	54,44	0,01	4,82	0,23	33,33	0,96

literatura [7] e esses valores obtidos (precipitados 1 a 4) podem ser oriundos dos picos de  $Ti_{K\beta}$  e  $Cr_{K\alpha}$ .

Os espectros de EDX apresentados na Figura 5 exemplificam os picos típicos encontrados para cada tipo de precipitados, destacando-se a presença ou não do pico de Ti. Análises de difração de elétrons foram feitas para cada precipitado em pelo menos 2 eixos de zonas

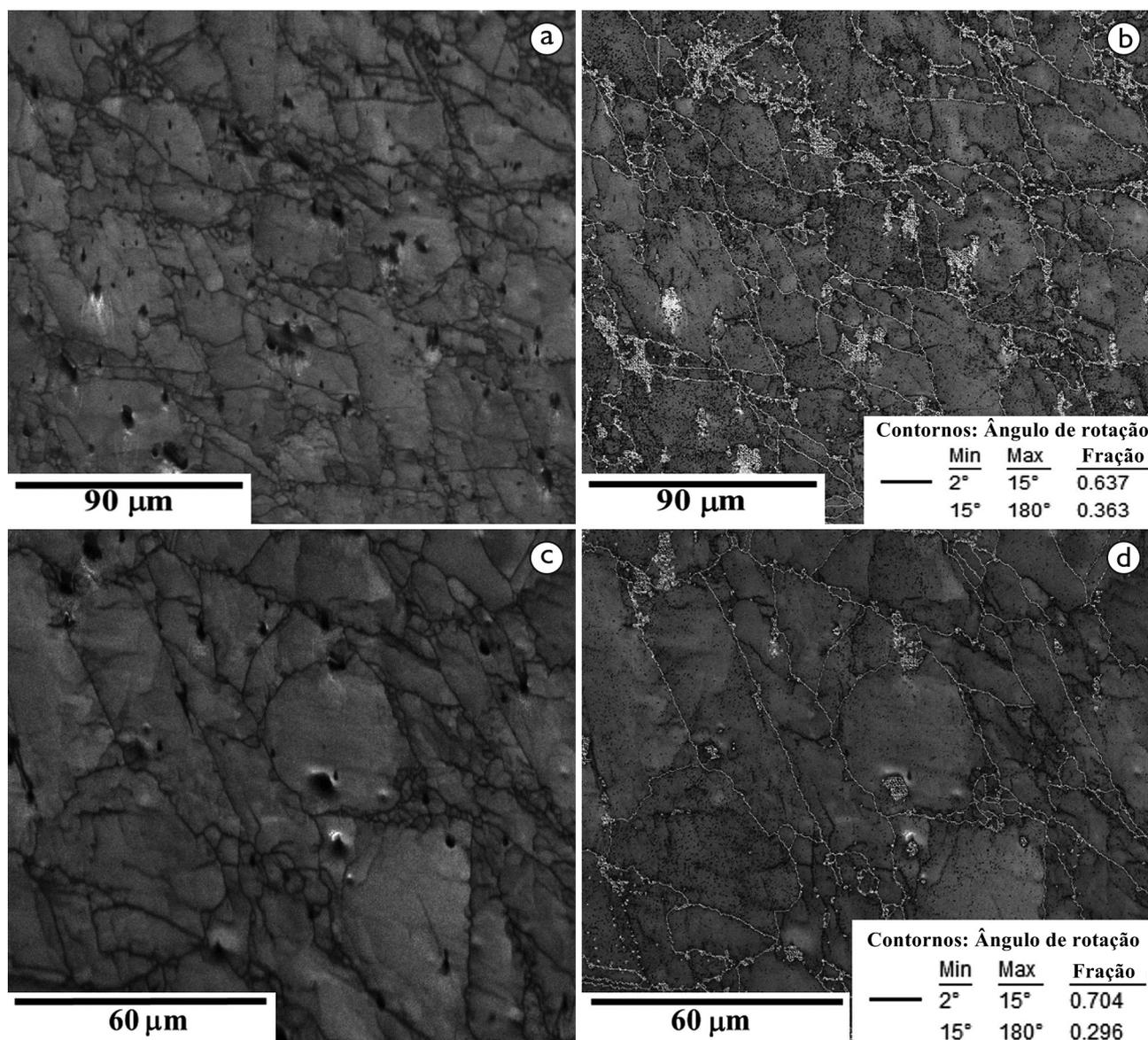
diferentes e a indexação dos difratogramas mostraram que os precipitados não dissolvidos durante o encharque correspondem ao nitreto de titânio-nióbio ( $Ti_3Nb_7N_{10}$ ) com estrutura cristalina cúbica de face centrada e parâmetro de rede de 0,436 nm. Os difratogramas dos precipitados ricos em Cr e Nb revelaram que se trata de um nitreto complexo com composição típica de NbCrN, conhecido como fase Z,

tendo estrutura cristalina tetragonal e parâmetros de rede de  $a = 0,304$  e  $c = 0,739$  nm. Os resultados mostraram que, independentemente do formato das partículas, elas apresentaram composições parecidas. As indexações foram feitas por meio do software Jems32 [8] e as informações cristalográficas das fases foram consultadas na base de dados Inorganic Crystal Structure Database (ICSD) [9].

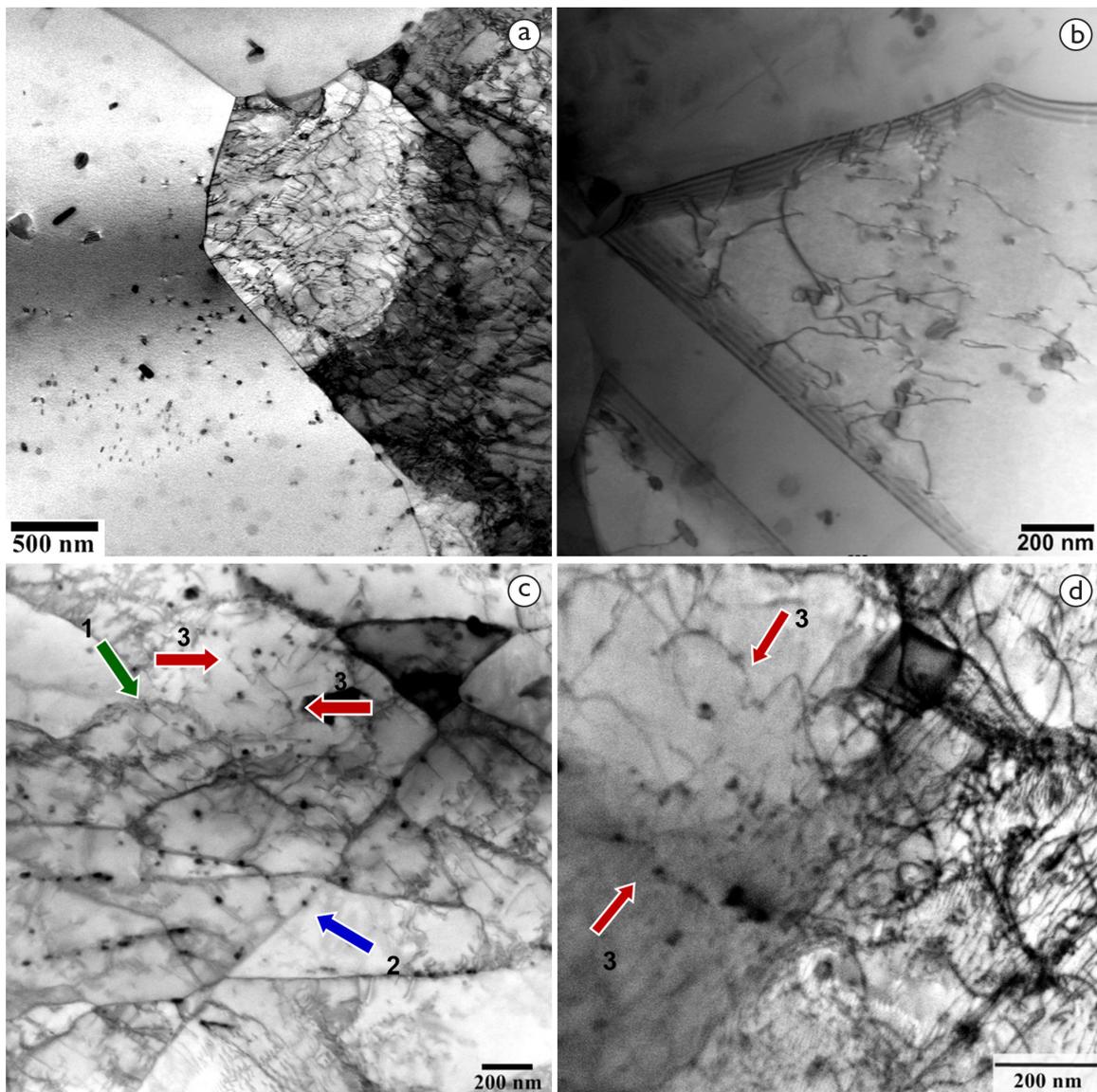
A Figura 6 mostra as micrografias das amostras com 2 e 6 deformações com tempo entre passes de deformação de 20 s, obtidas via difração de elétrons retroespalhados (EBSD), sendo que as amostras foram resfriadas imediatamente após as deformações, sem intervalo de tempo entre passes de deformação. O objetivo deste procedimento foi o de verificar se o material sofria ou não recristalização dinâmica.

Nitidamente observa-se por meio dos mapas de qualidade (Figura 6a, c) a presença de grãos alongados rodeado por grãos pequenos em processo de crescimento comprovando que o material recristaliza dinamicamente tanto com 2 deformações quanto com 6 deformações.

A deformação aplicada neste estudo foi de 0,3 e com duas deformações já se nota que o material atingiu a deformação crítica para que ocorra a recristalização dinâmica. Verifica-se também que com 6 deformações a precipitação ainda não é intensa o suficiente para retardar os processos de restauração de modo a proporcionar a recristalização parcial. Contornos de baixo (linhas pretas) e alto (linhas brancas) ângulo são apresentados na Figura 6b, d mostrando que grande parte dos contornos é de subgrãos



**Figura 6.** Mapas e dados de EBSD/OIM para a amostra imediatamente após 2 (a e b) ou 6 passes de deformação (c e d) de deformação e tempo entre passes de deformação de 20 s. Mapa de qualidade de imagem (IQ) (a e c); contornos de grãos de alto ângulo (linhas brancas),  $\theta > 15^\circ$  e contornos de subgrãos,  $2 < \theta < 15^\circ$  (linhas pretas) (b e d - correspondendo à a e c, respectivamente).



**Figura 7.** Micrografias no modo STEM de lâminas finas das amostras após a temperatura de transição: com  $t_p = 50$  s mostrando parte recristalizada e não recristalizada (a) e o ancoramento de contorno de grão (b); e com  $t_p = 20$  s exemplificando a interação dos precipitados com subgrãos (seta verde-1), contornos de grão (seta azul-2) e discordâncias (setas vermelhas-3) em (c) e (d).

e a fração recristalizada é menor que 40%, para as duas condições analisadas.

Como descrito anteriormente, antes da temperatura de transição a maioria dos precipitados eram grandes ( $> 100$  nm) e encontravam-se no interior e nos contornos dos grãos. Análises de lâminas finas em MET são apresentadas na Figura 7a-d, que corresponde às amostras após temperatura de transição. A Figura 7a mostra o encontro de uma frente recristalizada com uma região não recristalizada, sendo possível observar que na região recristalizada os precipitados estão livres de discordâncias enquanto que na região não recristalizada há uma grande quantidade delas. Vale também destacar que os precipitados estão ancorando momentaneamente o contorno de grão, principalmente no canto inferior direito da imagem. Na Figura 7b observa-se

uma região maclada e uma partícula em torno de 50 nm segurando contorno de grão. A interação dos precipitados com subgrãos e discordâncias é mostrada na Figura 7c, d. Pesquisas em aços microligados [10] tem priorizado os precipitados menores que 15 nm afirmando que estes são os realmente efetivos para retardar a recristalização. No entanto, este trabalho, onde a maioria dos precipitados está na faixa de 20 a 50 nm, mostra que eles são eficientes para atrasar os processos de recristalização.

Visando comparar os resultados obtidos com informações da literatura, a Tabela 4 apresenta os raios críticos calculados utilizando as equações propostas por Zener, Gladman, Hillert e Rios [11] juntamente com os raios médios medidos nas amostras analisadas. Nas equações  $r$  corresponde ao raio médio dos precipitados e  $f$  a fração

**Tabela 4.** Dados obtidos utilizando a fórmula de Zener, Gladman, Hillert e Rios para o cálculo do tamanho do raio crítico ( $R_c$ ) em  $\mu\text{m}$ , para segurar contorno de grão [11]

		$R_{\text{medido}}$ ( $\mu\text{m}$ )	$R_c = 1,33 r/f$ Zener	$R_c = r/f[\pi(0,25 - 0,33/Z)]$ Gladman	$R_c = 0,44r/f$ Hillert	$R_c = 0,17r/f$ Rios
<b>1250 °C/5 min</b>		30,9	91,6	31,9	30,2	11,7
<b>2 deformações</b>	<b>50 s</b>	16,7	25,6	11,5	8,5	3,3
	<b>20 s</b>	16,3	48,5	20,3	16,0	6,2
	<b>5 s</b>	15,3	34,2	7,7	11,3	4,4
<b>6 deformações</b>	<b>50 s</b>	17,0	24,5	7,9	8,1	3,1
	<b>20 s</b>	12,1	72,3	28,4	23,9	9,2
	<b>5 s</b>	7,5	38,2	13,0	12,6	4,9
<b>12 ou 13 deformações</b>	<b>50 s</b>	5,5	3,8	1,6	1,3	0,5
	<b>20 s</b>	4,7	5,6	2,3	1,9	0,7
	<b>5 s</b>	2,6	7,7	2,7	2,5	1,0

volumétrica deles e, na equação de Gladman,  $Z$  é a razão entre o raio máximo dos grãos da matriz e o raio médio deles, e representa a heterogeneidade da distribuição de grão da amostra.

De modo geral, os raios críticos encontrados por meio da equação de Zener são maiores do que os obtidos neste trabalho e utilizando-se a equação proposta por Rios os raios deveriam ser bem menores. Os valores estimados através das equações de Gladman e Hillert foram os que ficaram mais próximos dos raios medidos, porém vale ressaltar que todas as equações foram baseadas em resultados experimentais de materiais puros ou ligas simples, bem diferentes deste aço que apresenta composição complexa.

#### 4 CONCLUSÃO

Os resultados permitem concluir que o tempo entre passes de deformação exerce influência nos tamanhos dos grãos e dos precipitados, atuando diretamente nos processos de recristalização e de precipitação, sendo observadas diferenças significativas nos diâmetros dos grãos mesmo em temperaturas elevadas (antes da temperatura de transição). Quanto menor o intervalo entre passes de deformação menor é o diâmetro dos grãos e precipitados

e maior é a fração de partículas pequenas ( $< 50 \text{ nm}$ ), proporcionando maior refinamento microestrutural. Após o encharque uma quantidade significativa dos precipitados não foi dissolvida, e as análises de difração de elétrons e microanálises mostraram que se trata de nitretos de titânio-nióbio. Os precipitados de diferentes formas e tamanhos formados durante o processamento correspondem à fase  $Z$  ( $\text{NbCrN}$ ) e  $\text{NbN}$ . Os dados de EBSD mostraram que o material recristaliza-se dinamicamente e que até 6 passes de deformação de deformações, para todas as condições de tempo, a recristalização foi completa e após 12 passes de deformação, parcial. Lâminas finas comprovaram que precipitados entre 20 e 50 nm são eficientes para ancorar contornos de grão e discordâncias. Os tamanhos dos raios críticos para segurar contornos de grão, calculados por meio de equações propostas por diferentes autores, foram divergentes dos obtidos experimentalmente.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem à Villares Metals por fornecer o material para o estudo e também ao suporte financeiro dado pela CAPES.

#### REFERÊNCIAS

- 1 Maki T. Stainless steel: progress in thermomechanical treatment. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*. 1997;2(3):290-295. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-0286\(97\)80117-9](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-0286(97)80117-9).
- 2 Gladman T. Precipitation hardening in metals. *Materials Science and Technology*. 1999;15(1):30-36. <http://dx.doi.org/10.1179/026708399773002782>.
- 3 Abdollah-Zedeh A, Dunne DP. Effect of Nb on recrystallization after hot deformation in austenitic Fe-Ni-C. *ISIJ International*. 2003;43(8):1213-1218. <http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.43.1213>.
- 4 Vervynck S, Verbeken K, Lopez B, Jonas JJ. Modern HSLA steels and role of non-recrystallization temperature. *International Materials Reviews*. 2012;57(4):187-207. <http://dx.doi.org/10.1179/1743280411Y.0000000013>.
- 5 Seher RJ, James HM, Maniar GN. Quantitative metallography of the age hardening precipitate in superalloys by replica electron microscopy. In: *Proceedings of the 74th Symposium American Society for Testing and Materials*; 1971 June 27-July 2; Atlanta City, USA. Easton: ASTM; 1971. p. 119-137.

- 6 Boratto F, Barbosa R, Yue S, Jonas JJ. Effect of chemical composition on the critical temperatures of microalloyed steels. In: Proceedings of the International Conference on Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals, Thermec-88; 1988; Tokyo, Japan. Tokyo: ISIJ; 1988. p. 383-390.
- 7 Morales EV, Gallego J, Kestenbach HJ. On coherent carbonitride precipitation in commercial microalloyed steels. Philosophical Magazine Letters. 2003;83(2):79-87. <http://dx.doi.org/10.1080/0950083021000056632>.
- 8 Stadelmann P. Jems: java version V4, Japan. Lausanne: CIME; 2014 [acesso em 03 mar. 2015]. Disponível em: <http://cimewww.epfl.ch/people/stadelmann/jemsWebSite/jems.html>
- 9 FIZ Karlsruhe. Inorganic Crystal Structure Database - ICSD. Version 3.2.1 [página da internet]. Karlsruhe; 2015 [acesso em 03 mar. 2015]. Disponível em: <http://www.fiz-karlsruhe.de/icsd.html>
- 10 Dutta B, Valdes E, Sellars M. Mechanism and kinetics of strain induced precipitation of Nb(C,N) in austenite. Acta Metallurgica et Materialia. 1992;40(4):653-662. [http://dx.doi.org/10.1016/0956-7151\(92\)90006-Z](http://dx.doi.org/10.1016/0956-7151(92)90006-Z).
- 11 Manohar PA, Ferry M, Chandra T. Five decades of the Zener equation. ISIJ International. 1998;38(9):913-924. <http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.38.913>.

Recebido em: 3 Mar. 2015

Aceito em: 14 Set. 2015