



Centro Universitário da FEI

Tamiris Basan Hubmann

**OBTENÇÃO DE DIFERENTES DISTRIBUIÇÕES DE TAMANHOS DE GRÃO  
POR INTERMÉDIO DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA E RECRISTALIZAÇÃO  
E/OU CRESCIMENTO DE GRÃO EM UM AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO  
UNS S43932**

São Bernardo do Campo

4 de novembro de 2016



Centro Universitário da FEI

Tamiris Basan Hubmann

**OBTENÇÃO DE DIFERENTES DISTRIBUIÇÕES DE TAMANHOS DE GRÃO  
POR INTERMÉDIO DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA E RECRISTALIZAÇÃO  
E/OU CRESCIMENTO DE GRÃO EM UM AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO  
UNS S43932**

Trabalho de Iniciação Científica

Orientador: Júlio César Dutra

São Bernardo do Campo

4 de novembro de 2016

### **Agradecimentos**

Ao Centro Universitário da FEI, pelo financiamento do projeto de iniciação científica e bolsa de estudos assim como ao laboratório de materiais pelo seu pessoal e equipamentos para a execução desse projeto e ao orientador Júlio César Dutra por todo o apoio e ensinamentos.

## Resumo

Uma placa de aço inoxidável ferrítico foi analisada com o intuito de estudar a cinética de recristalização em amostras de formato tronco-trapezoidal para obtenção de uma distribuição de tamanhos de grão heterogênea. Para que esses corpos de prova exibiam recristalização, eles devem primeiramente ser deformados plasticamente. Desse modo, foi realizado um ensaio de tração preliminar em corpos de prova normalizados para se determinar a quantidade de tensão que o material suporta e o quanto exibe de deformação. De posse dessas informações, transformaram-se os valores de tensão e deformação de engenharia em tensão e deformação verdadeiros para estudo dos modelos matemáticos empíricos propostos por Hollomon (1945), Ludwigson (1971), Zhou *apud* Tian e Zhang (1994) e Tian e Zhang (1994).

Para o estudo desses modelos, mais de trezentos pontos da região de deformação plástica uniforme da curva tensão *versus* deformação foram escolhidos visto que somente a região plástica era de interesse para o estudo. Tais pontos foram linearizados conforme solicitação de cada modelo matemático por meio do método dos mínimos quadrados, obtendo-se desse modo os valores das constantes de cada modelo. A partir do coeficiente de determinação  $R^2$ , é possível determinar o quanto esses pontos se assemelham a uma reta. Segundo Morettin (2010), quanto mais próximo esse coeficiente for da unidade, melhor o ajuste dos pontos e mais preciso o modelo. A partir desse coeficiente, constatou-se que o modelo de Tian e Zhang (1994) é o que melhor representa o comportamento da deformação plástica uniforme do aço em estudo, já que apresentou o valor de  $R^2$  mais próximo da unidade. Isso possibilitou a confecção dos corpos de prova tronco-trapezoidais citados assim como a determinação da porcentagem de deformação que será aplicada ao aço para que se possa estudar a cinética de recristalização.

A metalografia também é importante para continuação do trabalho, pois possibilita a comparação do tamanho de grão antes da deformação plástica do material assim como após a recristalização. Para realizar a metalografia, há necessidade de se realizar o lixamento e polimento mecânico de amostras do material em estudo para depois se realizar o ataque químico que seja o mais

eficaz para revelar contornos de grão nesse aço. Para isso, foram testados os reagentes ácido oxálico (STRUERS, s.d.) e Villela (LIPPOLD, 2015), esse último com duas composições diferentes. A partir das amostras investigadas, verificou-se que a revelação dos contornos de grão foi conseguida pelo reagente de Villela com menor quantidade de ácido pícrico que aquela recomendada por Lippold (2015) ou mesmo no Metals Handbook (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 2004).

Após determinado o reagente, foram estudadas amostras retiradas de um corpo de prova, laminado até 20% de deformação, em cinco temperaturas e cinco tempos cada para determinar a temperatura de recristalização do aço através da dureza das amostras. As temperaturas estudadas foram 650°C, 700°C, 750°C, 800°C e 1200°C nos tempos de 1, 5, 25, 125 e 625 minutos. Provou-se através desta análise que a temperatura e o tempo de recristalização mais adequados são, respectivamente, 700°C e 125 minutos. Em seguida, corpos de prova tronco-trapezoidais foram tracionados, cujas dimensões foram determinadas através dos resultados obtidos das análises mencionadas anteriormente, e recozidos, inicialmente a 700°C por 125 minutos. Notou-se que não se atingiu o objetivo do projeto com esses valores. Já a 1200°C por 25 minutos, notou-se ligeira mudança no tamanho médio de grãos, levando a conclusão de que a temperatura é, provavelmente, muito alta para alcançar o desejado.

**Palavras-Chaves:**

Recristalização

Cinética de recristalização

Crescimento de grão

Deformação plástica

## Abstract

Kinetics of recrystallization of a ferritic stainless steel sheet was studied in trapezoidal specimens to obtain a heterogeneous grain size distribution. They were first cold worked so recrystallization would take place on annealing. The stress and strain necessary for this process was determined by a tensile test. Following, models for true stress and strain by Hollomon (1945), Ludwigson (1971), Zhou *apud* Tian and Zhang (1994) and Tian and Zhang (1994) were examined.

More than 300 experimental results were used to test these models, but only in the region of uniform plastic deformation. The minimum square numerical method showed that the best result was obtained from Tian and Zhang (1994) one. Trapezoidal specimens were then built in which the whole spectrum of uniform plastic deformation could be examined.

Metallographical specimens were produced to observe both the recrystallization and grain growth process. They were mechanically grinded and polished, followed by Vilela etchant (LIPPOLD, 2015) which revealed grain boundaries. Samples were deformed by 20% in thickness reduction and treated at different temperatures: 650, 700, 750, 800 and 1200°C for 1, 5, 25, 125 and 625 minutes.

This analysis showed that recrystallization takes place at 700°C for 125 minutes. New specimens were then produced since at this temperature and time, it was not possible to obtain a heterogeneous grain size distribution. At 1200°C for a 25-minute period there was a difference in the average grain size, but not as much as necessary for fatigue tests.

### **Key-words:**

Recrystallization

Kinetics of recrystallization

Grain growth

Plastic deformation

## Lista de Figuras

Figura 1: Efeito do trabalho a frio no tamanho de grão recristalizado do latão alfa. Note que o tamanho de grão no final da recristalização não depende da temperatura de recristalização).....	17
Figura 2: Efeito do tamanho inicial de grão e do grau de deformação a frio (1-18%) na distribuição de tamanho de grão após o recozimento para recristalização em uma liga de alumínio a 600°C por 30 minutos. Tamanho de grão inicial de a) 600 $\mu\text{m}$ ; b) 48 $\mu\text{m}$ ; c) 31 $\mu\text{m}$ .....	19
Figura 3: Representação esquemática da sequência recuperação, recristalização e crescimento de grão. ....	26
Figura 4: Três tipos de curva de liberação de energia. ....	27
Figura 5: Variação de diversas propriedades físicas durante recuperação e recristalização.....	28
Figura 6: Representação esquemática da estrutura dos grãos e dos subgrãos em alumínio (esquerda: microscopia óptica e direita: microscopia eletrônica de transmissão, MET).....	29
Figura 7: Representação esquemática da coalescência de subgrãos através da rotação de subgrãos.....	30
Figura 8: Realinhamento das discordâncias durante poligonização. (A) O excesso de discordâncias restantes após o cristal ser encurvado. (B) O rearranjo das discordâncias após poligonização.....	31
Figura 9: Curvas de transformação isotérmica de recristalização do cobre puro (99.999% Cu) laminado a frio com grau de redução de 98%.....	33
Figura 10: Relação temperatura-tempo para recristalização do zircônio para duas diferentes porcentagens de trabalho a frio. ....	34
Figura 11: Microestrutura obtida por difração de elétrons retroespalhados em um aço inoxidável ferrítico após deformação de 0,6 na temperatura de 1100oC por 25 segundos e a fração recristalizada dinamicamente em função do tempo para as temperaturas investigadas a um grau de deformação de 0,6. ....	35
Figura 12: Mecanismo topológico de crescimento de grão.....	36
Figura 13: Comportamento da distribuição de tamanhos de grão ao longo do tempo para uma dada temperatura de recozimento T, quando da ocorrência do crescimento anormal de grãos.....	39

Figura 14: Medidas do corpo de prova confeccionado de acordo com a norma ASTM E8/E8M15a (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2015). .....	41
Figura 15: Medidas do corpo de prova submetido a laminação. ....	45
Figura 16: Curva tensão versus deformação de engenharia obtida por meio do ensaio de tração para o aço UNS S43932. ....	50
Figura 17: Curvas tensão versus deformação de engenharia [azul] e tensão versus deformação verdadeira [laranja]. ....	51
Figura 18: Relação da tensão verdadeira com a deformação verdadeira pelos modelos de (a) Hollomon (1945), (b) Ludwigson (1971), (c) Zhou apud Tian e Zhang (1992) e (d) Tian e Zhang (1992). ....	53
Figura 19: Gráfico tensão-deformação verdadeiras e tensão deformação segundo modelo de Tian e Zhang (1992). ....	54
Figura 20: Corpos de prova tronco-trapezoidais. ....	55
Figura 21: Micrografias obtidas pelos reativos (a) foi utilizado o ácido oxálico (1), (b) foi utilizado o ácido oxálico (2), (c) foi utilizado o Villela (1) e em (d) foi utilizado o Villela (2). ....	57
Figura 22: Obtenção do tamanho de grão na condição inicial (como recebido) da amostra atacada por Villela (2), Tabela 3. ....	59
Figura 23: Gráfico Dureza vs Tempo para as temperaturas estudadas, com exceção da temperatura de 1200°C, pois oxidou e não pôde-se obter dados suficientes para realizar a comparação. ....	61
Figura 24: Comparação das amostras que apresentaram maior número de precipitados, sendo (a) a amostra submetida a 650°C por 625 minutos, (b) a amostra submetida a 700°C por 625 minutos e (c) a amostra submetida a 750°C por 625 minutos. ....	63
Figura 25: Diagrama de fases para a composição típica do aço UNS S43932. ....	65
Figura 26: Diagrama da quantidade de fases presentes em relação à temperatura para a composição típica do aço UNS S43932. ....	66
Figura 27: Amostras recozidas a 1200°C, por (a) 1 minuto, (b) 5 minutos, (c) 25 minutos, (d) 125 minutos e (e) 625 minutos. ....	67
Figura 28: Diagrama de fases para a composição real do aço em estudo. ....	68
Figura 29: Micrografias do sentido longitudinal das amostras retiradas dos corpos tronco-trapezoidais recozidos a 700°C por 125 minutos; (a) região de	



maior grau de deformação do corpo de menor comprimento; (b) região de menor grau de deformação do corpo de menor comprimento; (c) região de maior grau de deformação do corpo de maior comprimento e (d) região de menor grau de deformação do corpo de maior comprimento. .... 70

Figura 30: Indicação das regiões estudadas do corpo tronco-trapezoidal de maior comprimento, sendo a região 1 a de maior grau de deformação e a região 2 a de menor grau de deformação. .... 71

Figura 31: Amostras retiradas do corpo tronco-trapezoidal de maior comprimento; (a) região de menor grau de deformação e (b) região de maior grau de deformação..... 72

## Lista de Tabelas

Tabela 1: Comparação entre as leis da recristalização e as chamadas leis de crescimento de cristais, através de deformações baixas e recozimentos em altas temperaturas. ....	18
Tabela 2: Composição química típica de um aço UNS S43932.....	41
Tabela 3: Relação dos reativos utilizados para a análise metalográfica com suas composições e os métodos utilizados para realização dos ataques químicos (PACE, 2015).....	44
Tabela 4: Faixa de temperaturas e tempos estudados na cinética de recristalização primária.....	46
Tabela 5: Composição real do aço estudado.....	48
Tabela 6: Propriedades do aço UNS S43932 obtidas através do ensaio de tração.....	51
Tabela 7: Comparação das fórmulas e dos coeficientes de determinação $R^2$ dos modelos de Ludwigson (1971), Zhou apud Tian e Zhang (1992), Hollomon (1945) e Tian e Zhang (1992) onde $\sigma_t$ é a tensão verdadeira, em MPa, $\epsilon_t$ é a deformação verdadeira e $\sigma_e$ é o limite de escoamento, em MPa.....	52
Tabela 8: Medidas obtidas para os corpos de prova tronco-trapezoidais, em mm.....	55
Tabela 9: Microdurezas médias obtidas (HV0,2) e respectivos desvios-padrão amostral (s) para cada tempo (em minutos) e temperatura (em °C) estudados.....	60
Tabela 10: Comparação dos tamanhos de grão para cada temperatura e tempo estudados para recristalização.....	62
Tabela 11: Tamanho de grão das amostras recozidas a 700°C por 125 minutos.....	69
Tabela 12: Tamanho médio de grão obtido para o corpo tronco-trapezoidal de maior comprimento por meio do ataque eletrolítico com ácido oxálico utilizando nomenclaturas das regiões segundo a Figura 30.....	71

## Sumário

Resumo.....	4
Abstract.....	6
1. INTRODUÇÃO.....	13
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	24
<b>2.1. Modelos Empíricos para estudo da curva Tensão Deformação Verdadeiras .....</b>	<b>24</b>
<b>2.2. Cinética de Recristalização .....</b>	<b>25</b>
2.2.1.1. Crescimento de subgrão.....	29
2.2.1.2. Coalescência ou rotação de subgrão .....	30
2.2.2. Poligonização .....	31
2.3. RECRISTALIZAÇÃO.....	32
2.4. CRESCIMENTO DE GRÃO .....	36
3. OBJETIVOS.....	40
3.1 Objetivo geral .....	40
3.2 Objetivo específico.....	40
4. MATERIAL E MÉTODOS .....	41
4.1. Análise dos modelos empíricos da curva tensão-deformação verdadeiras .....	42
4.2 Análise metalográfica.....	43
4.3 Investigação da cinética de recristalização primária .....	45
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	50
5.1. Ensaio de tração .....	50
5.2 Análise dos modelos empíricos.....	51
5.3 Análise metalográfica.....	55
5.4 Temperatura e tempo de recristalização .....	59
5.5 Tamanho de grão das amostras recozidas .....	62

5.6	Resultados para os corpos de prova tronco- trapezoidais .....	68
6.	CONCLUSÕES.....	74
7.	CRONOGRAMA DE TRABALHO .....	75
8.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	77

## 1. INTRODUÇÃO

A recristalização é um fenômeno tipicamente encontrado no recozimento de metais e ligas metálicas previamente deformados a frio, ou seja, encruados. Desse modo, o potencial termodinâmico para a recristalização é a energia armazenada na deformação (ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL, 1992). Há outro fenômeno, no entanto, que também possui como potencial termodinâmico a energia armazenada na deformação, conhecido como recuperação, o que significa que ambos os fenômenos concorrem e, portanto, a ocorrência de mecanismos associados à recuperação dificulta a recristalização, enquanto o inverso facilita a ocorrência do fenômeno de recristalização (PADILHA; SICILIANO, 1995a).

A recristalização pode ser conceituada e distinguida do primeiro fenômeno como aquele que ocorre no recozimento envolvendo a migração de contornos de alto ângulo sobre a estrutura encruada, cujo contorno delimita internamente uma região livre de discordâncias (CHRISTIAN, 1965, COTTERIL; MOULD, 1976a) Uma região recristalizada é vista como aquela que possui uma densidade de discordâncias bem inferior àquela ao seu redor, com um contorno de alto ângulo separando as regiões recristalizada e encruada (COTTERILL; MOULD, 1976b).

No caso da recuperação, os mecanismos estudados não envolvem a migração de contornos de alto ângulo. Esta característica permite distinguir os fenômenos de recuperação e recristalização, de maneira clássica (CAHN, 1970a).

Outro fenômeno tipicamente confundido com a recristalização primária no final do século XIX e início do século XX é o crescimento de grão (EWING; ROSENHAIN, 1899, 1900 e STEAD, 1898). Nessa época, no entanto, tais estudos poderiam ser mais bem denominados como transformações no recozimento de metais e ligas metálicas encruadas ou não. Isso porque os fenômenos de recuperação, recristalização e crescimento de grão, tais como são conhecidos atualmente, eram tratados de maneira simultânea. Em um

sentido geral, esses estudos preocupavam-se com o crescimento de cristais<sup>1</sup> (CARPENTER; ELAM, 1921a, 1921b, CHAPPELL, 1914) tanto em metais e ligas metálicas previamente deformadas quanto sem deformação. Apesar desse desconhecimento, várias das características da recristalização foram conhecidas no início desse século (CHAPPELL, 1914; CARPENTER; ELAM, 1920).

A deformação plástica em metais e ligas metálicas dar-se-á eminentemente pelo escorregamento de discordâncias, embora haja casos nos quais a deformação por maclação é bastante comum, como em metais com poucos sistemas de escorregamento. De todo modo, mesmo nesse último caso, a ocorrência de maclação pode ajudar a ocorrência do escorregamento de discordâncias já que outros sistemas de escorregamento começam a operar após a primeira tomar lugar no caso típico dos metais e ligas metálicas com estrutura cristalina hexagonal compacta (DIETER, 1981).

Em 1917, Carpenter e Taverner (CARPENTER; TAVERNER, 1917) publicaram um trabalho que reforçou os resultados sobre recristalização primária encontrados por Chappell (1914) e mostrou ainda o fenômeno de recuperação medindo a variação nas propriedades mecânicas de chapas de alumínio comercialmente puro. Os tratamentos executados foram prolongados - por até 2000 h - e em baixas temperaturas - 100 a 150°C. Apesar deles depararem com uma estrutura de grãos heterogênea após a recristalização, ela não foi explorada por esses pesquisadores.

Na mesma época, Jeffries (1917, 1918) apresentou outros estudos diferenciando claramente os fenômenos de crescimento de grão e recristalização. Outro trabalho que permitiu essa diferenciação foi o de Feitknecht (1926), em que se tem certeza que o fenômeno estudado era o crescimento de grão. A diferença entre os fenômenos de recristalização e crescimento de grão é descrita, por exemplo, de forma clara nos trabalhos de

---

<sup>1</sup> Outro fator complicador para o estudo desses fenômenos foi a teoria de formação de uma fase ou camada de material amorfo nos materiais cristalinos quando submetidos a deformação pronunciada, originária de Beilby *apud* Carpenter e Elam (1921a). Carpenter e Elam (1921b), através da cooperação de Bragg, conseguiram mostrar através da técnica de difração de raios-X que o estado cristalino dos metais mantém-se, mesmo após deformações pronunciadas, derrubando finalmente essa teoria.

Chappell, (1914) Jeffries (1918) e Carpenter e Elam, (1920) embora em outros trabalhos isso não ocorra (JEFFRIES; ARCHER, 1924).

A obtenção de uma estrutura contendo grãos relativamente grandes em uma microestrutura predominantemente fina foi mostrada por Jeffries (1917) como se tratando de um outro tipo de crescimento de grão. Junto a esse trabalho, Hanson (1918) mostrou que em determinadas condições - baixos graus de deformação e altas temperaturas - era possível obter um tamanho de grão recristalizado muito maior que os demais obtidos por trabalhos similares (CHAPPELL, 1914; CARPENTER; TAVERNER, 1917); ele denominou esse fenômeno de recristalização rápida (HANSON, 1918).

A falta do conhecimento da diferenciação entre os fenômenos de recristalização e crescimento de grão levou possivelmente a uma série de denominações diferentes para um mesmo fenômeno. Exemplos disso podem ser encontrados nos trabalhos de Charpy, (1910) Sauveur, (1912), Robin (1913a, 1913b) e Portevin (1913). Esses trabalhos apresentavam o recozimento de uma amostra metálica com variados graus de deformação (Le CHATELIER, 1921), mas só puderam ser explicados muito posteriormente (ANDERSON; MEHL, 1945) e contribuíram sobremaneira para a confusão terminológica (CARPENTER, 1920) e até mesmo conceitual (MATHEWSON; PHILLIPS, 1916).

O exemplo do experimento de Le Chatelier (1911) é talvez um dos melhores para ilustrar esse aspecto. Uma esfera típica do ensaio Brinell - desenvolvido há pouco naquela época (CARPENTER; ELAM, 1921b) - era introduzida por meio de uma carga de 6000 kgf em uma amostra de aço extra-doce produzindo uma indentação e em seguida essa era submetida a um tratamento de recozimento. O resultado era uma microestrutura com tamanho de grão extremamente variável: próximo à periferia havia uma granulação bastante fina, semelhante à da região não deformada e em seguida uma "calota" de grãos grossos. Essa microestrutura, bastante heterogênea, foi considerada inicialmente (ROBIN, 1913) como sendo resultante de recristalização primária. Mais especificamente, o termo utilizado foi o de crescimento exagerado de grãos induzido por deformação crítica, o qual,

segundo Mehl apud Cahn (1970a), foi mal colocado e forneceu ideias erradas sobre a fenomenologia envolvida. Essa calota apresentava um perfil hemisférico, seguindo o perfil da calota esférica produzida pelo penetrador de dureza Brinell, porém a uma determinada distância do fundo dessa impressão.

Embora tanto o crescimento anormal de grãos como o assim denominado crescimento exagerado de grãos induzido por deformação crítica conduzam a uma estrutura heterogênea de grãos, sua distinção fenomenológica não foi a preocupação principal dos pesquisadores da época. Preferiram atacar o problema da distinção entre a recristalização de metais encruados a graus de deformação relativamente altos e a recristalização (ou crescimento exagerado de grãos induzido por deformação crítica) de metais encruados a graus de deformação baixos. Esse era o objetivo do trabalho de Chappell (1914) que, apesar de não mostrar a existência da deformação crítica para recristalização - como é aceita atualmente (BURKE; TURNBULL, 1952) - permitiu evidenciar o refino de grãos que ocorre durante a recristalização de metais deformados a graus de deformação relativamente altos. Para graus de deformação mais baixos, concluiu-se que há uma competição entre o refino microestrutural e o crescimento, sendo que esse último é que acaba predominando, resultando em uma estrutura de grãos grossos. O conjunto experimental de Chappell (1914) permitiu explicar parte dos resultados encontrados naqueles experimentos envolvendo a calota esférica e recozimento. Esse trabalho foi importante porque parte de seus resultados experimentais foi utilizado para a construção das assim chamadas leis da recristalização, pioneiramente propostas por Burke e Turnbull (1952).

Carpenter e Elam (1920) são os que realmente exploraram a possibilidade de se obter grãos relativamente grandes para baixos graus de deformação e altas temperaturas na confecção de monocristais para o estudo de deformação plástica (HONEYCOMBE, 1959), já que o estudo da deformação plástica em policristais era de reconhecida dificuldade (ELAM, 1935). A sistematização desse trabalho permitiu aos autores chegar às conclusões vistas na Tabela 1, a seguir. Essa tabela foi construída (DUTRA, 1997)

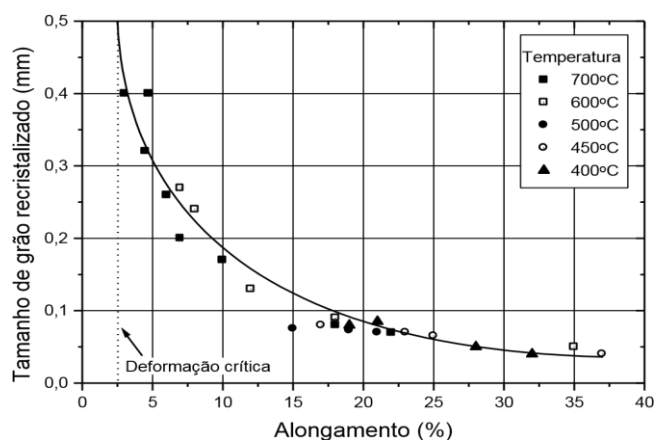


procurando-se comparar as assim chamadas leis de crescimento de cristais com aquelas da recristalização, publicadas por Burke e Turnbull (1952).

Nota-se por essa tabela que o fenômeno estudado por Carpenter e Elam (1921b) envolve basicamente recristalização primária. As condições mostradas nessa tabela foram posteriormente bastante utilizadas para a produção de monocristais (CARPENTER; ELAM, 1921a, b; BUCKLEY, 1951; AUST, 1972). Isso explica porque o artigo de Carpenter e Elam (1921a) é geralmente referenciado como o primeiro a produzir monocristais pela técnica de recozimento após deformação<sup>2</sup> (strain-anneal method) (BUCKLEY, 1951; AUST, 1972; HONEYCOMBE, 1959; SCHMID; BOAS, 1968).

A técnica de produção de monocristais por recozimento após deformações baixas explora o campo da recristalização primária em temperaturas relativamente altas. Isso pode ser visto através do diagrama de recristalização, apresentado esquematicamente na Figura 1. Apesar desse diagrama não levar em conta outras variáveis, como por exemplo o tamanho médio de grão inicial e a composição química (TIPPER, 1935), ele tem sido bastante utilizado para a compreensão do fenômeno (WILLIAMS; EBORALL, 1952-3).

Figura 1: Efeito do trabalho a frio no tamanho de grão recristalizado do latão alfa. Note que o tamanho de grão no final da recristalização não depende da temperatura de recristalização).



Fonte: Adaptado de ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL (1992).

<sup>2</sup> Outros dois métodos de produção de monocristais no estado sólido são o de *crescimento normal de grãos* e o de *recristalização secundária*, que não são abordados nesse texto, no intuito de se evitar confusão.

Tabela 1: Comparação entre as leis da recristalização e as chamadas leis de crescimento de cristais, através de deformações baixas e recozimentos em altas temperaturas.

<b>Leis da Recristalização</b>	<b>Leis do Crescimento de Cristais Induzido por Deformação</b>
1. É necessária uma mínima deformação para causar a recristalização	1. É necessária uma mínima deformação para causar o crescimento de poucos grãos (e grandes); há, entretanto, uma máxima deformação, a partir da qual obtêm-se grãos pequenos
2. Quanto menor o grau de deformação, tanto maior é a temperatura requerida para causar a recristalização	2. Quanto menor o grau de deformação, tanto maior é a temperatura e o tempo para conseguir-se grãos grandes
3. Aumentando o tempo de recozimento, diminui a temperatura necessária para a recristalização	3. Não foi possível elaborar uma “lei” contemplando esse aspecto
4. O tamanho de grão final depende fortemente do grau de deformação, e em menor extensão da temperatura de recozimento, sendo tanto menor quanto maior o grau de deformação e quanto menor a temperatura de recozimento	4. O tamanho de grão final depende da combinação entre o grau de deformação e a temperatura. Seu tamanho será usualmente maior para temperaturas altas e graus de deformação baixos; e menor, para temperaturas baixas e graus de deformação altos
5. Quanto maior o tamanho de grão original, tanto maior é a quantidade de deformação a frio requerida para se obter uma temperatura e tempo de recristalização equivalente	5. Quanto maior o tamanho de grão original (inicial), tanto maior é a dificuldade de obterem-se grãos grandes
6. A quantidade de trabalho a frio requerida para dar um grau de deformação equivalente aumenta com o aumento da temperatura de trabalho	6. Não foi possível elaborar uma “lei” contemplando esse aspecto
7. Continuado o aquecimento após a recristalização se completar, o tamanho de grão aumenta	7. Continuado o aquecimento após a obtenção de grãos grandes, o tamanho de grão aumenta pouco
	8. Quanto maior o nível de impurezas, tanto maior é a dificuldade de obterem-se grãos grandes

Fonte: adaptado de Burke e Turnbull (1952); Carpenter e Elam (1921b) e Dutra, (1997).

Os princípios envolvidos na produção de monocristais por esse método são, portanto, os mesmos da recristalização primária. Isso explica a presença de uma breve introdução ao assunto de recristalização primária quando os trabalhos (BUCKLEY, 1951; AUST, 1972; SCHMID; BOAS, 1968) versam sobre a produção de monocristais pelo método de deformação crítica, seguida de recozimento. A Figura 2, a seguir, apresenta em termos microestruturais o efeito do grau de deformação a frio e do tamanho médio inicial de grão no tamanho médio final de grão para uma dada temperatura e tempo de recozimento. Nota-se que quanto menor o tamanho médio de grão inicial, para uma dada temperatura e tempo de recozimento para recristalização, maior é a possibilidade de obtenção de uma estrutura heterogênea de grãos).

Figura 2: Efeito do tamanho inicial de grão e do grau de deformação a frio (1-18%) na distribuição de tamanho de grão após o recozimento para recristalização em uma liga de alumínio a 600°C por 30 minutos. Tamanho de grão inicial de a) 600  $\mu\text{m}$ ; b) 48  $\mu\text{m}$ ; c) 31  $\mu\text{m}$



Fonte: adaptado de Williams; Eboral (1952-3).

Para baixos graus de deformação e temperaturas relativamente altas, a obtenção de grãos relativamente grandes é possível graças ao número de núcleos ser bastante reduzido e, dessa forma, favorecendo o crescimento dessas regiões recristalizadas (CAHN, 1970b; AUST, 1972). O trabalho que mostrou isso foi o de Anderson e Mehl (1945), que estudaram a cinética de recristalização em alumínio. Seu trabalho mostrou que as energias de ativação para nucleação e crescimento variam em função do grau de

deformação (PETERS; BUSK; ELLIOTT, 1945).<sup>3</sup> Para baixos graus de deformação, a energia de ativação para nucleação é maior do que para crescimento enquanto para graus de deformação mais altos, a energia de ativação para nucleação é menor que para crescimento.

Apesar de o estudo da cinética de nucleação e crescimento de regiões recristalizadas ser de difícil execução e o método de medida ser discutível (EASTWOOD, 1945), as conclusões a que Anderson e Mehl (1945) chegaram são utilizadas para explicar a ocorrência de grãos relativamente grandes em uma microestrutura submetida a baixos graus de deformação e altas temperaturas (COTTERILL; MOULD, 1976a).

Do exposto até aqui, nota-se que a obtenção de uma estrutura de grãos heterogênea logo após a recristalização é muito comum (COTTERILL; MOULD, 1976b). Em geral, os estudos de recristalização e crescimento de grão são feitos de maneira conjunta. Isso se deve ao fato de o processo de recristalização ser heterogêneo (COTTERILL; MOULD, 1976c) e, portanto, regiões mais intensamente deformadas recristalizam em intervalos de tempos relativamente curtos enquanto as demais regiões exibem recristalização em intervalos mais longos. Aquelas regiões que exibiram recristalização nos intervalos curtos, uma vez que seus grãos recristalizados se encontram, começam então a exibir crescimento de grão. Dessa forma, os fenômenos acabam superpondo-se em uma mesma amostra, obrigando a quem estuda o fenômeno de recristalização tratar também o de crescimento de grão. Outro aspecto interessante é o fato do crescimento normal de grãos ser o responsável pela obtenção da homogeneidade da microestrutura após a incidência da recristalização primária.

A deformação plástica pode ocorrer por intermédio da movimentação ou escorregamento de discordâncias. Historicamente, a discordância foi proposta antes do advento de instrumentos capazes de comprovar a sua existência. Boa parte da teoria de discordâncias já tinha sido criada quando o

---

<sup>3</sup> Especulações do que foi mostrado por Anderson e Mehl (1945), entretanto, já tinham sido feitas por Robin *apud* Peters et al. (1945). Segundo Robin (PETERS et al., 1945), no nível crítico de deformação, existem poucos centros de recristalização e todo o material trabalhado a frio recristaliza-se a partir desses núcleos, resultando em uma estrutura de grãos grossos.

microscópio eletrônico de transmissão foi utilizado para evidenciá-las. É por conta da quantidade relativamente grande de discordâncias que o recozimento posterior pode provocar a recristalização. O encruamento será tratado em maior nível de detalhe a seguir. Por hora, é importante saber que o aumento na densidade discordâncias promovido pela deformação a frio será a causadora para a recristalização, dependendo do tempo, da temperatura e finalmente do grau de deformação, para se citar os parâmetros mais importantes que serão investigados nesse trabalho.

Beck, em 1948, foi um dos primeiros pesquisadores a investigar o efeito do tamanho de grão inicial no fenômeno de crescimento de grão assim como o efeito de átomos de impureza ou elementos de liga no crescimento de grão (BECK et al., 1947).

O fenômeno de recristalização faz parte do tratamento térmico de recozimento, que é muito utilizado atualmente pois possibilita reverter os defeitos gerados após a deformação plástica do material metálico. Porém, antes do fenômeno de recristalização, outro fenômeno pode ocorrer no tratamento de recozimento, denominado recuperação.

Após a deformação plástica, os valores de certas propriedades do metal são alterados devido ao escorregamento e multiplicação de discordâncias. Porém, durante a recuperação, tais valores tendem a voltar aos seus valores iniciais, ainda que não completamente. Algumas propriedades alteradas são a dureza, resistividade elétrica (ou condutividade) e a densidade.

Por muito tempo, portanto, não se sabia por que tais propriedades tendiam a voltar aos seus valores iniciais, já que nem sempre ocorrem mudanças perceptíveis na microestrutura do metal durante este fenômeno, no nível de resolução do microscópio óptico (CALLISTER, 2007). Atualmente, sabe-se um pouco mais sobre o fenômeno, porém a recuperação é um processo extremamente complicado e que ainda tem muito a ser descoberto e entendido (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Durante a recristalização, por seu turno, as propriedades chegam a valores muito próximos daqueles antes da deformação plástica a frio. Pode-se concluir

que a recuperação e a recristalização são fenômenos complementares no que tange ao retorno às propriedades prévias à deformação permanente, ou seja, são fenômenos que restauram tais propriedades.

Uma diferença muito perceptível entre a recuperação e a recristalização é a mudança na microestrutura (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Durante o processo de recuperação, os mecanismos associados envolvem a diminuição no número de lacunas em excesso, a formação de contornos de subgrão, o crescimento de subgrãos e/ou rotação de subgrãos assim como a aniquilação de discordâncias; em todos esses mecanismos, o ponto crucial é que não há movimentação de contornos de alto ângulo com redução substancial na quantidade de discordâncias. É essa movimentação dos contornos de alto ângulo que marca o início da recristalização (ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL, 1992) e que o diferencia do fenômeno de recuperação. Durante a recristalização, os grãos deformados são substituídos por novos grãos com a consequente redução substancial na quantidade de discordâncias e, portanto, livres de tensões internas advindas da presença desses defeitos entre outros. Nota-se que, de modo geral, esses novos grãos têm tamanhos menores que os grãos originais do metal (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004), embora isso dependa de outros fatores como a temperatura e o tempo de recozimento, assim como o grau e o modo de deformação, a presença de orientação preferencial pronunciada, para citar alguns fatores (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Como contornos de grão podem servir como barreiras à movimentação de discordâncias (CALLISTER, 2007), quanto mais contornos de grão, mais difícil será para as discordâncias se movimentarem posto que elas geralmente são empilhadas em tais contornos. É possível, portanto, logo após a recristalização ter se completado, aumentar o número de grãos por unidade de volume em relação ao material antes da deformação plástica a frio e, conseqüentemente, haver um ganho de resistência e dureza em relação ao material que não foi encruado. É importante citar, no entanto, que esse ganho não é muito grande, ou seja, não é tão eficiente quanto o que se pode alcançar com o material após a deformação plástica a frio (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Estudos posteriores revelaram que após a recristalização, se o material for mantido sob a mesma temperatura utilizada para a ocorrência dos fenômenos citados por um longo período de tempo (BURKE; TURNBULL, 1952), esses novos grãos crescem, diminuindo assim o número de grãos por unidade de volume. Consequentemente, ocorrerá perda de resistência e dureza no material, podendo ter valores inferiores aos valores obtidos antes do encruamento. Isso significa que os potenciais termodinâmicos para esses fenômenos são muito distintos: para a recuperação e a recristalização o potencial termodinâmico é o alívio da energia armazenada na deformação a frio enquanto para o crescimento de grão o potencial termodinâmico é a redução na energia associada com a presença de contornos de grão (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

O tratamento de recozimento pode passar, portanto, por três etapas, a depender da temperatura e tempo, entre outros fatores: recuperação, recristalização e crescimento de grão, enquanto anteriormente acreditava-se que se tratava de somente um mecanismo atuando durante o recozimento (DUTRA, 1997).

Estudar o tamanho de grão de um metal é, portanto, muito importante pois influencia diversas propriedades do material como o limite de escoamento, ductilidade e a resistência à fadiga. De modo geral, sabe-se que quanto menor o tamanho de grão, maior os valores dessas propriedades. Por causa da mudança nessas propriedades, esse trabalho tem como objetivo estudar um formato diferente para um corpo de prova, que no caso será tronco-trapezoidal, para assim obter tamanhos de grão diferentes ao longo da peça, possibilitando o estudo posterior da distribuição de tamanhos de grão na resistência à fadiga. É objetivo desse trabalho a análise da reprodutibilidade dos resultados desse nível de heterogeneidade de modo que se tenha ao final um procedimento sistemático para a obtenção das heterogeneidades microestruturais. O próximo item abordará os três mecanismos separadamente e de modo mais aprofundado.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Modelos Empíricos para estudo da curva Tensão Deformação Verdadeiras

Em um ensaio de tração, a região do empescoçamento é particularmente relevante para se realizar a análise dos modelos empíricos, posto que os modelos são utilizados apenas para estudo da região de deformação plástica uniforme (CALLISTER, 2007), como proposto por Hollomon (1945), Ludwigson (1971), Zhou *apud* Tian e Zhang (1992) e Tian e Zhang, (1992). O empescoçamento é caracterizado pela deformação plástica pronunciada em determinada região do corpo de prova cujo diâmetro é menor que em outras regiões do comprimento útil e é geralmente aquela na qual a fratura ocorrerá. Em termos gráficos, isso é caracterizado pela notória (e suposta) queda na tensão de engenharia para a continuidade da deformação de engenharia. Contudo, a tensão verdadeira permite chegar à conclusão de que esse valor não diminui durante o ensaio de tração (CALLISTER, 2007).

Para se saber a carga necessária verdadeira para se conseguir determinada deformação verdadeira, diversos pontos devem ser selecionados na análise, obtidos por meio do gráfico de tensão-deformação de engenharia. No caso da tensão de engenharia, seu valor depende da área da secção transversal inicial do corpo de prova enquanto a deformação de engenharia depende do comprimento inicial do corpo de prova (CALLISTER, 2007). Tais parâmetros precisam ser transformados em tensão e deformação verdadeiras, respectivamente. Isso é feito pelas seguintes equações:

$$\sigma_t = \sigma(\varepsilon + 1) \quad (3)$$

$$\varepsilon_t = \ln(\varepsilon + 1) \quad (4)$$

onde  $\varepsilon$  e  $\varepsilon_t$  são, respectivamente, a deformação de engenharia e a verdadeira,  $\sigma$  e  $\sigma_t$ , tensão de engenharia e verdadeira, em MPa. Essas relações foram estabelecidas há tempos por Ludwik *apud* Hollomon (1945) e são válidas



apenas para a região de deformação plástica uniforme, ou seja, antes da estrição propriamente dita.

Hollomon (1945) propôs uma equação que relaciona a tensão com a deformação, ambas verdadeiras, da seguinte forma:

$$\sigma_t = K\varepsilon_t^n \quad (3)$$

na qual K e n são constantes determinadas empiricamente, com K em MPa<sup>-n</sup>.

Outros modelos empíricos para o cálculo da tensão verdadeira foram propostos e eventualmente são mais precisos que essa proposta por Hollomon (1945), tais como o de Ludwigson (1971), Zhou *apud* Tian e Zhang (1992) e Tian e Zhang, (1992). Desse modo, na presente investigação, esses modelos também foram avaliados de modo que se tenha o modelo mais preciso para o cálculo da tensão verdadeira para uma dada deformação do aço estudado.

## 2.2. Cinética de Recristalização

Quando se deforma um metal plasticamente, em temperaturas, grosso modo, abaixo de um terço de sua temperatura de fusão (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004), diz-se que o metal sofreu deformação a frio ou trabalho a frio. A maior parte da energia fornecida durante a deformação a frio é liberada na forma de calor (PADILHA; SICILIANO, 1995b), porém uma quantidade dessa energia imposta ao material (cerca de 10%) permanece no material na forma de defeitos internos.

A quantidade de energia armazenada, contudo, depende de diversos fatores, como a composição do material, o grau de deformação plástica sofrido pelo material, defeitos preexistentes na estrutura, tipos de defeitos provocados na estrutura por conta da deformação permanente a frio entre outros. Pode-se citar também que quanto maior a deformação imposta ao material, maior a energia armazenada por ele.

Como o movimento dos átomos e das lacunas são auxiliados pelo aumento da temperatura (CALLISTER, 2007), é possível aumentar a temperatura até que se atinja um valor no qual o metal começa a relaxar as tensões armazenadas

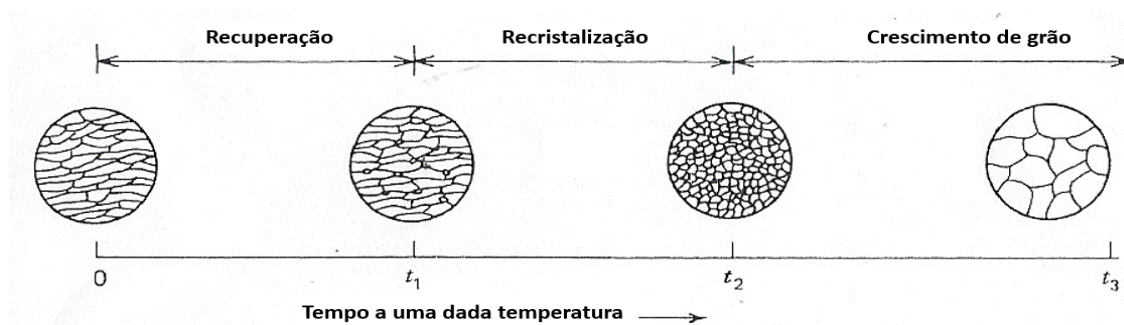
durante a deformação a frio e fazer com que a energia armazenada seja liberada de modo notório, o que significa que os fenômenos estudados são termicamente ativados.

Há diversos métodos para se conseguir esse aumento de temperatura, porém os dois mais importantes modos, segundo Abbaschian, R.; Abbaschian, L. e Reed-Hill (1992) são aquecimento não isotérmico, cujo metal é aquecido de uma temperatura mais baixa para uma temperatura mais alta, e o aquecimento isotérmico, no qual o metal é aquecido em temperatura constante.

Em qualquer desses modos, nota-se a ocorrência de três fenômenos ao longo do tempo: recuperação, recristalização e crescimento de grão. Nesse projeto focar-se-á no aquecimento isotérmico. A Figura 3, a seguir, mostra as transformações que ocorrem em cada fenômeno no formato e tamanho do grão em função do tempo para uma dada temperatura.

A Figura 3 mostra que no instante zero os grãos estão alongados devido a deformação a frio previamente imposta ao metal. Ao aquecê-lo até o instante  $t_1$  ocorre a recuperação, porém quase não se notam alterações na morfologia dos grãos. Mantendo a temperatura até o instante  $t_2$ , ocorre a recristalização. Nesse instante nota-se que os grãos deixaram de ser alongados e se tornaram menores e mais numerosos. Todavia, se o metal for mantido na mesma temperatura até o instante  $t_3$ , ocorre o crescimento de grão, onde pode-se ver que os grãos, que no instante  $t_2$  eram pequenos, cresceram, diminuindo assim a quantidade de grãos presentes na peça.

Figura 3: Representação esquemática da sequência recuperação, recristalização e crescimento de grão.

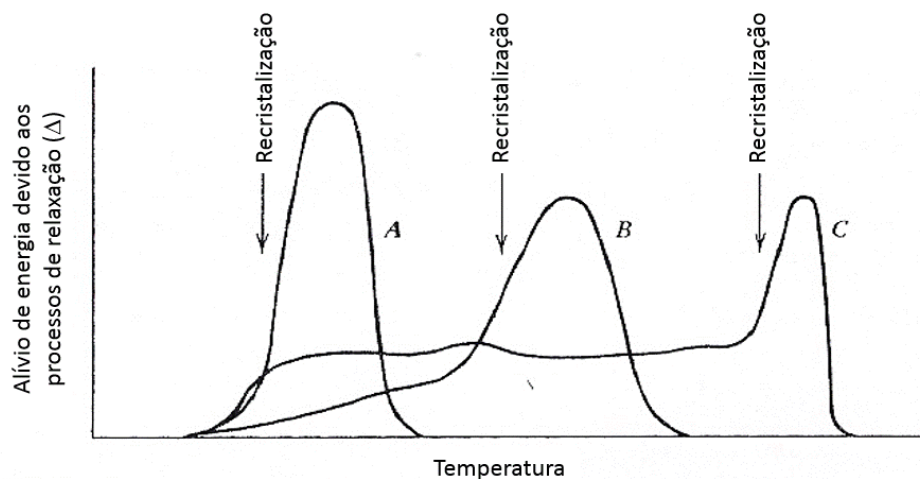


Fonte: adaptado de Verhoeven (1975).

A Figura 4 mostra esquematicamente a curva de alívio da energia armazenada na deformação plástica a frio em função do tempo para três materiais metálicos. Nota-se que, para qualquer uma das curvas, a recristalização começa quando a curva começa a subir de maneira mais acentuada; antes deste ponto, o metal está passando supostamente pelo fenômeno de recuperação.

Segundo Verhoeven (1975), a curva **A** é típica de metais puros enquanto as curvas **B** e **C** são típicas de metais impuros, ou seja, nos quais há elementos de liga. É importante citar que as composições dos metais que originaram as curvas **B** e **C** são diferentes e, portanto, o tempo que cada metal leva para atingir o ponto onde se inicia a recristalização é tanto maior quanto maior for a quantidade de elementos adicionados ao metal solvente.

Figura 4: Três tipos de curva de liberação de energia.

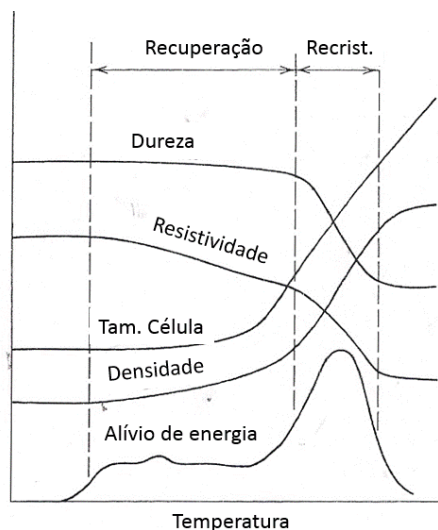


Fonte: adaptado de Verhoeven (1975).

### 2.2.1. Recuperação

Durante o fenômeno da recuperação, o metal tende a recuperar os valores iniciais de algumas de suas características que foram alteradas devido a deformação a frio como dureza, densidade e a resistividade elétrica; os dois primeiros, de modo tênue, enquanto a última de maneira substancial, como pode ser visto na Figura 5.

Figura 5: Variação de diversas propriedades físicas durante recuperação e recristalização.



Fonte: adaptado de Verhoeven (1975).

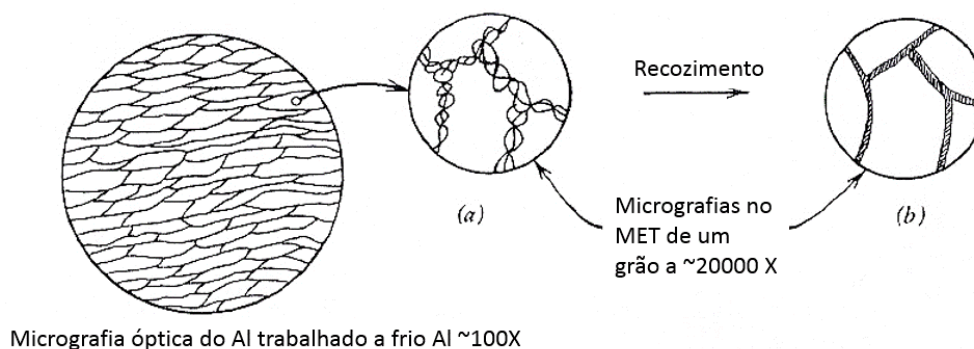
Nota-se a partir da Figura 5 que as propriedades dos metais modificadas pela deformação a frio tendem a voltar aos seus valores originais, ou seja, aos valores que possuíam antes de ser deformado. A primeira curva (superior) mostra como a dureza muda em função do tempo; percebe-se que durante o período de recuperação, a mudança não é significativa; entretanto, na recristalização essa curva cai rapidamente. A segunda curva mostra a alteração na resistividade elétrica do material, que cai acentuadamente durante a recuperação e a ainda mais durante a recristalização. Outra curva interessante é a da densidade, representada na quarta curva de cima para baixo, que tende a aumentar consideravelmente durante a recuperação e, ao iniciar a recristalização, a curva cresce de forma mais notória.

Primeiramente há de se estudar o fenômeno da recuperação para, em seguida, abordar em pormenor a recristalização, apesar de já ter sido mencionada anteriormente em diversas ocasiões. Durante a recuperação, os principais mecanismos que ocorrem no processo são: redução na quantidade de lacunas em excesso, aniquilação de discordâncias (PADILHA; SICILIANO, 1995a), crescimento de subgrão, coalescência e/ou rotação dos subgrãos e poligonização (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

### 2.2.1.1. Crescimento de subgrão

A formação de células de deformação ou subgrãos está relacionada com a energia de defeito de empilhamento (ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL, 1992). Para o caso dos metais ou ligas metálicas com alta energia de defeito de empilhamento, as discordâncias são mais móveis e a frequência de ocorrência de formação de células de deformação ou subgrãos é mais comum (PADILHA; SICILIANO, 1995a) enquanto metais ou ligas metálicas com baixa energia de defeito de empilhamento tendem a possuir uma distribuição de discordâncias mais homogênea e, portanto, uma menor frequência de formação de células de deformação ou subgrãos (ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL, 1992). Isso porque as células de deformação representam regiões com variada densidade de discordâncias: baixa na região central e alta na região dos subcontornos, que são de baixo ângulo. A representação esquemática de tais células de deformação pode ser vista a seguir, na Figura 6.

Figura 6: Representação esquemática da estrutura dos grãos e dos subgrãos em alumínio (esquerda: microscopia óptica e direita: microscopia eletrônica de transmissão, MET).



Fonte: adaptado de Verhoeven (1975).

Observa-se pela Figura 6 que as discordâncias, arranjadas na forma de células de deformação em (a) consistem em regiões livres de discordâncias e outras com uma densidade muito maior, formando as paredes ou subcontornos. Após o recozimento, essas paredes tornam-se mais nítidas (b) por conta de mecanismos associados à eliminação de discordâncias de sinais opostos. Com

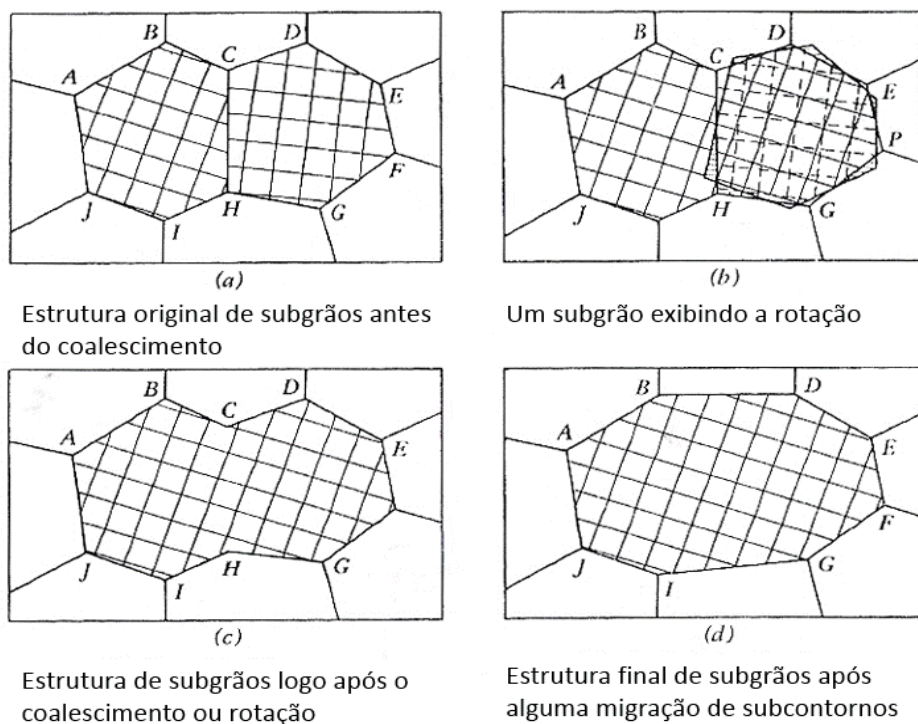
o aumento da temperatura, esse emaranhado é refinado, formando assim contornos de subgrãos mais nítidos como mostra a Figura 6 (b).

### 2.2.1.2. Coalescência ou rotação de subgrão

Quando alguns contornos que separam subgrãos desaparecem, dá-se o nome de coalescência dos subgrãos. A Figura 7 ajuda a entender melhor este mecanismo. Esse coalescimento ou crescimento de subgrão pode ocorrer pela rotação de subgrão (ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL, 1992) ou crescimento de subgrão propriamente dito (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

No caso da Figura 7 (a), nota-se que os subcontornos ABCHIJ e os CDEFGH circunscrevem os subgrãos esquerdo e direito, respectivamente. Com uma suposta rotação do subgrão CDEFGH, Figura 7 (b), há o desaparecimento do subcontornos CH, Figura 7 (c), posto que a diferença de orientação desses subgrãos deixa de existir como pode ser observado pelo hachureado desses subgrãos, Figura 7 (d).

Figura 7: Representação esquemática da coalescência de subgrãos através da rotação de subgrãos.



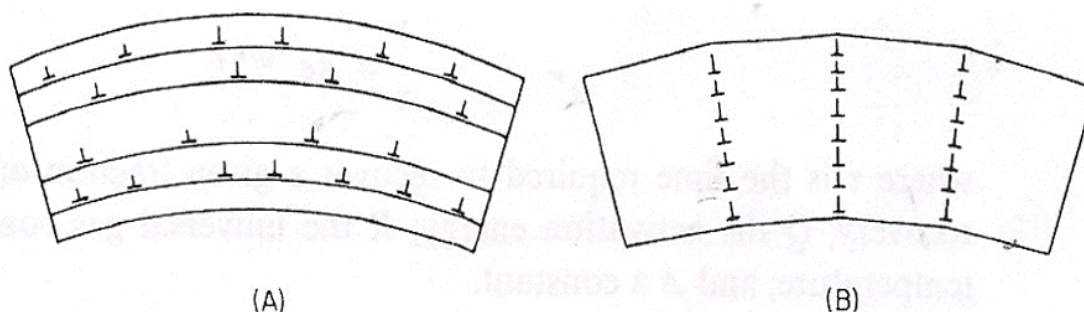
Fonte: adaptado de Verhoeven (1975).

Tal rotação ou coalescimento de subgrãos, expressa na Figura 7 (b), é possível por conta da migração de átomos (ou de discordâncias). A eliminação do subcontornos CH, no entanto, pode conduzir à formação de contornos de alto ângulo, como os subcontornos BD e GI - Figura 7 (d) - e, desse modo, pode-se considerar que esse mecanismo de recuperação conduza ao início da recristalização, caracteriza pela migração de contornos de alto ângulo.

### 2.2.2. Poligonização

Quando cristais de materiais metálicos ligeiramente curvados por algum processo de conformação mecânica é submetido a um aumento na temperatura na qual ele se encontra, este cristal pode se subdividir em cristais menores (subgrãos) (ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL, 1992, PADILHA; SICILIANO, 1995b). Essa subdivisão se dá por conta do rearranjo de discordâncias de mesmo sinal; tal rearranjo é possível pelos mecanismos de ascensão ou escalada (PADILHA; SICILIANO, 1995a). Esse fenômeno só ocorre em temperaturas elevadas e produz subgrãos muito maiores que aqueles mecanismos mencionados anteriormente. A Figura 8 mostra tal fenômeno dentro de um cristal deformado plasticamente por flexão simples. As discordâncias presentes são frequentemente denominadas de geometricamente necessárias.

Figura 8: Realinhamento das discordâncias durante poligonização. (A) O excesso de discordâncias restantes após o cristal ser encurvado. (B) O rearranjo das discordâncias após poligonização.



Fonte: adaptado de Abbaschian, R.; Abbaschian, L.; Reed-Hill (1992).

### 2.3. RECRISTALIZAÇÃO

Durante a recristalização há nucleação de novos grãos, livres da energia armazenada na deformação a frio por causa da eliminação das discordâncias presentes nos grãos deformados. A etapa de nucleação está frequentemente associada aos mecanismos de recuperação outrora mencionados (PADILHA; SICILIANO, 1995a).

A recristalização é dependente do tempo e da temperatura de recozimento do metal ou liga metálica previamente encruado. Um método para estudar a recristalização é por intermédio de curvas isotérmicas de recristalização. Ao plotar a curva da fração recristalizada *versus* o logaritmo natural do tempo, pode-se estudar qual tempo para uma dada temperatura ou qual temperatura para um dado tempo será necessário para que o metal ou liga metálica previamente encruado recristalize de acordo com a fração recristalizada desejada. Um exemplo desta curva está mostrado na Figura 9.

A Figura 9 permite perceber-se que quanto maior a temperatura, menor o tempo para que ocorra uma determinada fração recristalizada. Tais curvas são geralmente obtidas através da equação de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov, ou JMAK, mostrada a seguir.

$$X = 1 - \exp(-Kt^n) \quad (1)$$

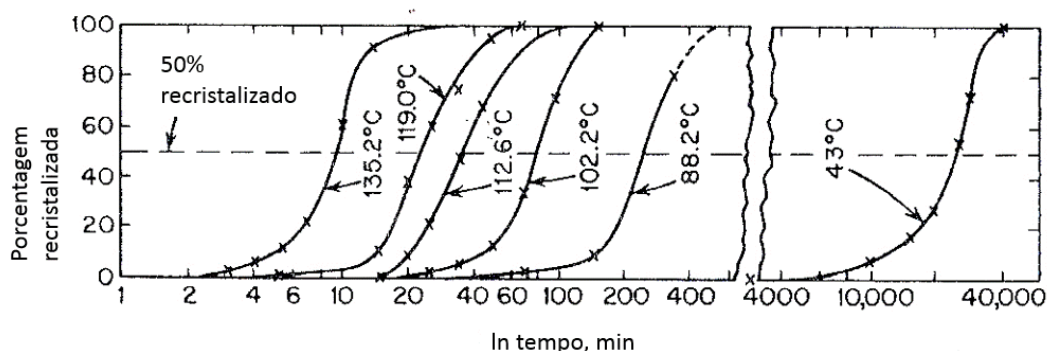
onde  $X$  é a fração recristalizada,  $t$  é o tempo em segundos e  $K$  e  $n$  são constantes que dependem da temperatura e do material, entre outros fatores. O valor da constante  $K$ , por sua vez, pode ser determinado pela seguinte relação com a temperatura:

$$K = K_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (2)$$

na qual  $K_0$  é uma constante preexponencial,  $Q$  é a energia de ativação para recristalização, em  $\text{J mol}^{-1}$ ,  $T$ , a temperatura, em  $\text{K}$ , e  $R$ , a constante universal dos gases, de valor  $8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$ .



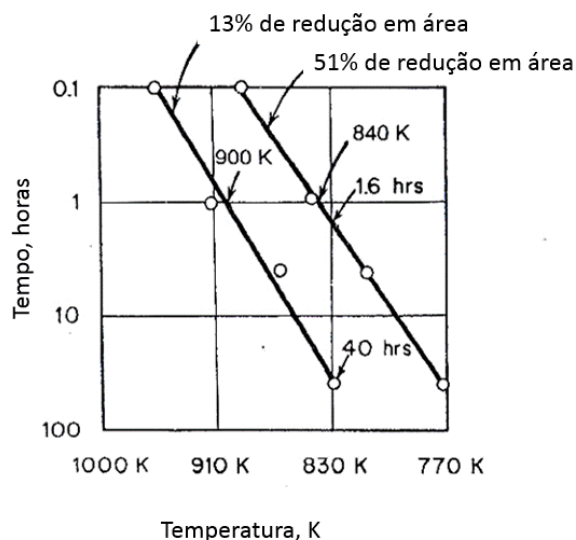
Figura 9: Curvas de transformação isotérmica de recristalização do cobre puro (99.999% Cu) laminado a frio com grau de redução de 98%.



Fonte: adaptado de Decker e Harker apud Verhoeven (1975).

A temperatura na qual o metal recristaliza-se completamente, geralmente em um intervalo de tempo de uma hora, é denominada temperatura de recristalização; ela está associada aos mecanismos de ascensão ou escalada de discordâncias (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Além da temperatura, o grau de deformação a frio é muito importante para a recristalização pois, segundo Verhoeven (1975) e Abbaschian, R.; Abbaschian, L. e Reed-Hill (1992), quanto maior a porcentagem de trabalho a frio imposta ao metal, mais rápida será a sua recristalização. Isso significa que o termo temperatura de recristalização é, de certo modo, arbitrário já que inúmeros fatores podem afetar a temperatura na qual o fenômeno ocorre de maneira extensa. A Figura 10 compara o tempo necessário para recristalizar duas amostras de zircônio que sofreram diferentes quantidades de deformação, extraídas de Treco *apud* Abbaschian, R.; Abbaschian, L. e Reed-Hill (1992).

Figura 10: Relação temperatura-tempo para recristalização do zircônio para duas diferentes porcentagens de trabalho a frio.



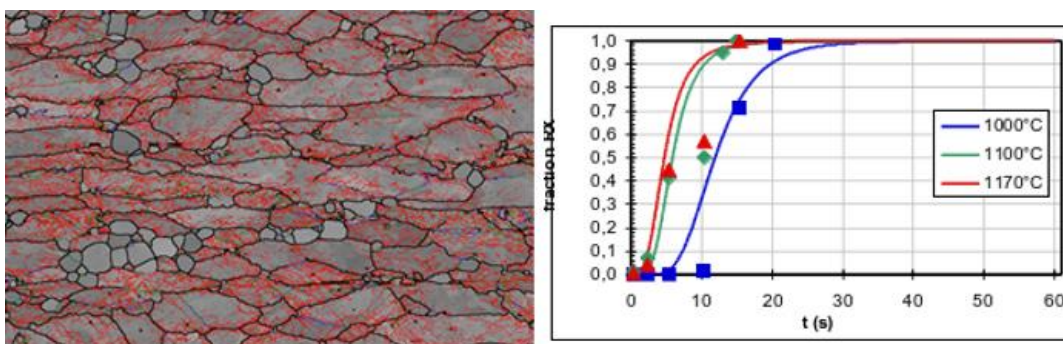
Fonte: adaptado de Treco apud Abbaschian, R.; Abbaschian, L.; Reed-Hill (1992).

Um fator muito importante no estudo da recristalização é o tamanho de grão após o tratamento térmico. Segundo Verhoeven (1975) e Abbaschian, R.; Abbaschian, L. e Reed-Hill (1992), quanto maior a deformação sofrida pelo metal, menor será o tamanho de grão após a recristalização para uma dada temperatura e tempo. É importante citar que, quanto menor o tamanho de grão gerado durante a recristalização, maior a dureza do material, apesar de seu valor ser inferior ao valor obtido após a deformação a frio. Outros fatores podem afetar a cinética de recristalização tais como a textura de deformação plástica, distribuição de tamanhos de grão, tamanho inicial de grão, modo de deformação, átomos de soluto, para citar alguns (HUMPHREYS; HATHERLY, 1994). Se o material sofrer pouca deformação plástica, a recristalização pode não ocorrer devido à baixa quantidade de energia armazenada durante a deformação plástica a frio (BURKE; TURNBULL, 1952). Acredita-se que esse mínimo grau de deformação esteja ligado à necessidade de geração de contornos de grão tipicamente obtida na recristalização primária.

Para a escolha da temperatura e do tempo de recristalização para o presente trabalho, utilizou-se como base os artigos de Qu et al. (2012) e Belyakov et al. (2005), mesmo não apresentando as exatas características do presente

trabalho. Como ambos apresentam temperaturas e tempos de recristalização parecidos, possibilitou-se a escolha de uma temperatura preliminar; porém, como os artigos não apresentam exatamente a mesma composição química do aço em estudo, escolheu-se um intervalo de temperaturas próximo a essa temperatura. Uma investigação da cinética de recristalização de Jacquet (2013) mostrou que no intervalo de temperatura entre 1000 e 1170°C, a fração recristalizada é conseguida em menos de 30 segundos, como pode ser visto na Figura 11.

Figura 11: Microestrutura obtida por difração de elétrons retroespalhados em um aço inoxidável ferrítico após deformação de 0,6 na temperatura de 1100°C por 25 segundos e a fração recristalizada dinamicamente em função do tempo para as temperaturas investigadas a um grau de deformação de 0,6.



Fonte: adaptado de Jacquet (2013).

A investigação da cinética de recristalização neste trabalho ocorreu por intermédio do ensaio de microdureza Vickers por intermédio da medida após a deformação plástica a frio e após cada tempo de recozimento para recristalização. Embora essa maneira de investigação seja pouco precisa (PADILHA; SICILIANO, 1995b), ela é rápida e talvez seja suficiente (CALLISTER, 2007) para a condução da segunda parte do trabalho propriamente dito. De todo modo, uma investigação mais detalhada dessa cinética de recristalização será conduzida em outro trabalho de iniciação científica, sob orientação do mesmo orientador (DUTRA, 2015).

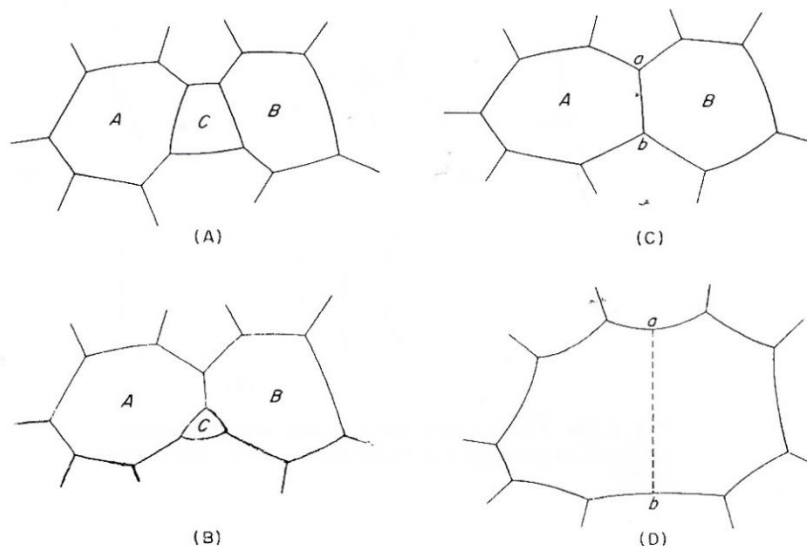
Posteriormente, ao realizar pesquisas sobre solubilização em aços inoxidáveis ferríticos, encontrou-se um artigo de Kuzucu et al. (1997), que trata sobre formação de carbonetos em quatro composições diferentes de aços inoxidáveis

ferríticos, uma das quais muito parecida com a composição típica do aço estudado. Este artigo mostrou que, na faixa de temperaturas obtida anteriormente, havia formação do carboneto  $M_{23}C_6$ , sendo que o M é utilizado para indicar presença de um metal e que, como o aço possui alta quantidade de cromo, poderia haver a formação de carbonetos de cromo. Para confirmar a composição dos carbonetos, seria necessário realizar uma análise no microscópio eletrônico de varredura (MEV), porém não foi possível realizar tal ensaio. Também constava neste artigo que a  $1200^{\circ}\text{C}$  os carbonetos se dissolviam por completo.

## 2.4. CRESCIMENTO DE GRÃO

Se o material, após a recristalização, for mantido em altas temperaturas ou por um longo período de tempo, ocorrerá o crescimento de grão. A Figura 12 apresenta o mecanismo topológico de crescimento de grão.

Figura 12: Mecanismo topológico de crescimento de grão.



Fonte: adaptado de Verhoeven (1975).

É possível perceber-se pela Figura 12 (a), os grãos A e B são maiores que o grão C. Na Figura 12 (b) nota-se que os grãos A e B, por serem maiores, começam a consumir o grão C, diminuindo assim o tamanho desse último. Na Figura 12 (c) percebe-se que o grão C foi inteiramente consumido pelos outros grãos. Finalmente, na Figura 112 (d), os grãos A e B, por possuírem

orientações similares, se uniram, formando assim um único grão. Ressalte-se, no entanto, que o termo consumo talvez não seja o mais adequado posto que a migração de contornos de grão se dá por conta da difusão de átomos através do contorno (DUTRA, 1994), tendo como consequência a redução no tamanho de alguns grãos e o aumento de outros (DUTRA, 1997). Esse fenômeno é, portanto, termicamente ativado, à semelhança do que ocorre com a recristalização primária e a recuperação, com a diferença que seu potencial termodinâmico é muito menor que aquele para os outros dois (Humphreys, et al., 2004). De todo modo, tanto a recristalização primária como o crescimento de grão podem ser entendidos como fenômenos controlados pela difusão na interface (ou em contornos de alto ângulo) (CHRISTIAN, 1965).

Em alguns casos, esse fenômeno deve ser evitado (DUTRA, 1994), pois se o tamanho de grão crescer excessivamente, a resistência do material, sua dureza, e resistência à fadiga diminuirão, o que pode ser capital em algumas aplicações como por exemplo engrenagens.

O crescimento de grão é um fenômeno que pode ocorrer durante o tratamento térmico de metais e ligas metálicas. Ele pode ser de dois tipos: o normal e o anormal de grãos (DUTRA, 1994). Ele normalmente está associado a temperaturas mais altas de recozimento ou tempos longos visto que ele só toma lugar após a ocorrência da recristalização.

O crescimento normal de grãos ocorre quando não há qualquer mecanismo de restrição, ou seja, ele se dá com o aumento da temperatura ou do tempo de recozimento. Os contornos migram por mecanismos dependentes da difusão de átomos. A Figura 12 apresenta esquematicamente, do seu lado esquerdo, o modo como a distribuição de tamanhos de grão pode ser caracterizada durante a ocorrência do crescimento normal de grãos. Nota-se que a distribuição permanece log-normal independente do tempo estudado.

No crescimento anormal de grãos, por seu turno, alguns grãos são mais capazes de crescer em relação aos demais, passando de uma distribuição inicial homogênea ( $t_1$ ) para uma bimodal, num determinado instante  $t_2$ , como pode ser visto na Figura 13, do seu lado direito (DUTRA, 1997). A estrutura

final ( $t_3$ ) pode ser novamente homogênea, mas com um tamanho médio de grão maior.

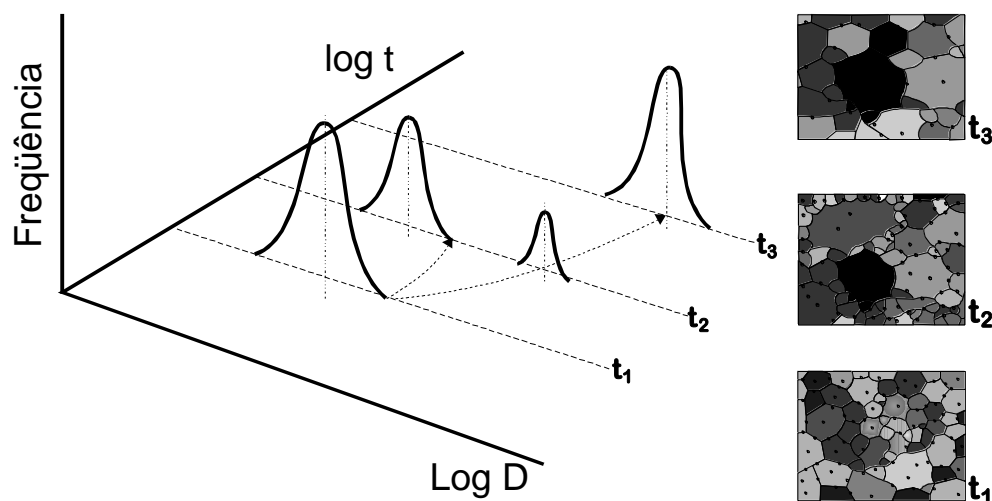
Os fatores que fazem com que uma estrutura exiba o crescimento anormal de grãos são os seguintes (CAHN, 1970b e COTTERILL; MOULD, 1976a):

(a) ***inibição do crescimento normal de grãos***: deve haver algum mecanismo pelo qual o crescimento normal de grãos seja impedido de ocorrer. Estes podem ser partículas de segunda fase (BECK et al, 1948), orientação preferencial pronunciada (ASSMUS; DETERT, 1957) ou sulcos térmicos (MULLINS, 1958).

(b) ***fator potencializador do crescimento anormal de grãos***: além do primeiro fator já citado, deve existir outro que potencialize a ocorrência deste fenômeno (DUNN; WALTER, 1966). É esse que permite que alguns contornos de grão sejam mais hábeis de migrar em relação aos demais da estrutura.

Um dos diversos fatores potencializadores do crescimento anormal de grãos é a dissolução das partículas de segunda fase, que geralmente ocorre de maneira heterogênea (GLADMAN, 1966); partículas maiores são geralmente mais estáveis enquanto as partículas menores tendem a se dissolver. Tal dissolução localizada pode propiciar a migração de alguns contornos de grão, provocando o crescimento anormal de grãos.

Figura 13: Comportamento da distribuição de tamanhos de grão ao longo do tempo para uma dada temperatura de recozimento  $T$ , quando da ocorrência do crescimento anormal de grãos.



Fonte: adaptado de Cotterill; Mould (1976c).

A situação em  $t_1$  corresponde àquela no início do tratamento; a situação em  $t_2$  é correspondente a algum tempo intermediário, onde o crescimento anormal está ocorrendo copiosamente; finalmente a situação em  $t_3$  é aquela na qual o crescimento anormal ocorreu completamente, restando apenas os grãos grandes que tiveram crescimento preferencial.

O presente trabalho, por ter o objetivo de se conseguir uma distribuição heterogênea de tamanhos de grão, provavelmente trabalhará com a competição entre a recristalização e o crescimento de grão já que ao explorar diferentes graus de deformação em uma mesma amostra, as regiões menos deformadas devem exibir a recristalização rapidamente abrindo espaço para a ocorrência do crescimento de grão enquanto as regiões intensamente deformadas deverão exibir apenas a recristalização sem muito tempo para a ocorrência do crescimento de grão. Contudo, tal competição depende fundamentalmente das temperaturas e tempos escolhidos para o recozimento propriamente ditos.

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1 Objetivo geral**

Sabe-se que a resistência à fadiga depende do tamanho médio de grão; geralmente atribui-se uma maior resistência à fadiga para materiais metálicos com tamanho médio de grão menor, mas não há qualquer estudo que explore de maneira sistemática o efeito da heterogeneidade de tamanhos de grão na resistência à fadiga. Essa sistematização será conseguida por intermédio do desenvolvimento de uma sequência de deformação a frio e tratamento de recozimento que culmine em uma distribuição heterogênea de tamanhos de grãos com alto grau de repetitividade.

Ao mesmo tempo, esse conhecimento pode culminar na discussão do efeito do grau de deformação na temperatura e no tempo de recozimento para a ocorrência dos fenômenos de recristalização e crescimento de grão.

#### **3.2 Objetivo específico**

É de difícil repetitividade a técnica de variados graus de deformação conduzirem a distribuições heterogêneas de tamanho de grão sem o uso intencional de um dos fatores que afetam o crescimento anormal de grãos, uma das maneiras mais simples de se conseguir tal distribuição, mas assim somente com o emprego de partículas de segunda fase no crescimento de grão, devidamente exploradas nas teorias de Hillert (1965), Gladman (1966) e Rios (1987). Desse modo, o estudo minucioso desse efeito pode contribuir para um entendimento mais aprofundado deste fenômeno.



#### 4. MATERIAL E MÉTODOS

O material escolhido para estudo foi o aço inoxidável ferrítico UNS S 43932 por seu reconhecido valor na ocorrência de recristalização e crescimento de grão, na forma de chapas de espessura de 1,27 mm, 616 mm de largura e 2141 mm de comprimento. A composição química típica desse material pode ser vista na Tabela 2, a seguir.<sup>4</sup>

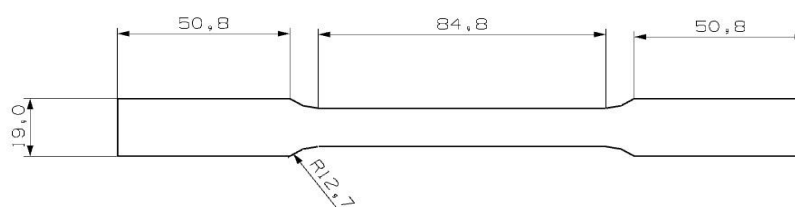
Tabela 2: Composição química típica de um aço UNS S43932.

%C	%Mn	%Si	%P	%S	%Cr	%Ni	%N
0,03	1,00	1,00	0,04	0,015	18,0	0,5	0,030

Fonte: APERAM, s.d.

Para a realização da presente investigação, foi necessária a realização do ensaio de tração desse aço no intuito de se investigar, ainda que de maneira preliminar, algumas propriedades mecânicas. Isso foi feito de acordo com a norma ASTM E8/E8M15a (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2015); para isso, foram confeccionados corpos de prova com dimensões normalizadas, como pode ser visto na Figura 14. Como o proposto desta etapa é apenas verificar a região plástica linear, não as propriedades mecânicas propriamente ditas, não foram realizados todos os ensaios pedidos pela norma.

Figura 14: Medidas do corpo de prova confeccionado de acordo com a norma ASTM E8/E8M15a (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2015).



Fonte: autora.

<sup>4</sup> A análise química das chapas desse trabalho não havia sido feita, razão pela qual menciona-se nesse relatório a composição típica da liga investigada.

Foram realizados dois ensaios de tração, ambos utilizando como velocidade inicial  $5 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  e como velocidade secundária  $15 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ ; o primeiro ensaio apresentou erros na medida da carga aplicada quando o extensômetro foi retirado para uma porcentagem de deformação de 0,6%. Constatou-se que as informações fornecidas pela máquina e o gráfico fornecido não estavam coerentes. Ao realizar o segundo ensaio, o extensômetro foi mantido até instantes imediatamente antes da ruptura propriamente dita, diminuindo substancialmente a discrepância entre os valores fornecidos e o gráfico. Em seguida, o gráfico da curva tensão-deformação típico de materiais dúcteis foi obtido, com uma região de deformação pronunciada, geralmente denominada de estricção ou empescoçamento (CALLISTER, 2007).

#### **4.1. Análise dos modelos empíricos da curva tensão-deformação verdadeiras**

Para escolher o modelo que melhor representa o material em estudo, foram selecionados mais de 300 pontos na região de deformação plástica, obtidos através do ensaio de tração, que foram transformados em tensão e deformação verdadeiras seguindo as equações apresentadas no item 2.1. Estes pontos de tensão e deformação verdadeiras foram linearizados conforme cada modelo. Em seguida, utilizou-se o método dos mínimos quadrados para determinação das constantes de cada modelo e o coeficiente de determinação  $R^2$ . Ao se determinar o quanto esses pontos se assemelham a uma reta, esse coeficiente mostra, segundo Morettin (2010), o quanto esse ajuste dos pontos experimentais se aproxima do modelo proposto e permite determinar, de certo modo, a precisão do modelo e dos valores de suas constantes.

A escolha do modelo para a confecção do corpo de prova para a investigação propriamente dita foi baseada no valor do coeficiente de determinação; quanto mais próximo da unidade, melhor a precisão do modelo (MORETTIN, 2010).

Corpos de prova no formato tronco-trapezoidal foram confeccionados para o estudo da cinética de recristalização. Esse formato se deve à tentativa de se conseguir variado grau de deformação em um único corpo de prova, o menor

valor (ou base superior) correspondendo ao maior grau de deformação plástica e o maior valor (ou base inferior) correspondendo ao menor grau de deformação plástica.

## 4.2 Análise metalográfica

Para a análise do tamanho médio de grão das amostras, foi preciso estabelecer um reativo capaz de revelar os contornos de grão e as fases presentes. Para isso, pequenos pedaços da chapa foram seccionados e embutidos em baquelite. Em seguida, essas amostras passaram por um processo de lixamento. Para o processo de lixamento, foram utilizadas lixas com granulação de 320,<sup>5</sup> 400 e 600, sequencialmente. Na passagem de uma lixa de determinada granulação para a subsequente, a amostra era lavada em água corrente e posteriormente submetida à secagem por um secador ordinário. As amostras foram submetidas então ao polimento mecânico com pasta de diamante de granulação 6 e 1  $\mu\text{m}$ , removendo desse modo os riscos oriundos do lixamento imediatamente anterior. Uma análise preliminar em um microscópio de bancada permitiu a verificação da eficiência desse polimento, ou seja, se os riscos foram de fato eliminados.

Após o polimento, as amostras foram submetidas a ataques químicos para determinação do melhor reativo para a revelação dos contornos de grão e eventuais fases presentes. A Tabela 3, a seguir, mostra os reativos testados, sua composição, o tempo de imersão e a voltagem, no caso de ataque eletrolítico. As amostras foram também ensaiadas por microdureza Vickers, com carga de 0,2 kgf (1,96 N).

---

<sup>5</sup> O número indica a quantidade de partículas por polegada quadrada. Desse modo, ao aumentar o número, mais finos serão os riscos produzidos na amostra.

Tabela 3: Relação dos reativos utilizados para a análise metalográfica com suas composições e os métodos utilizados para realização dos ataques químicos (PACE, 2015).

<b>Ataques Químicos</b>				
<b>Reagentes</b>	<b>Composição</b>	<b>Tempo de imersão</b>	<b>Ataque Eletrolítico</b>	<b>Voltagem</b>
Ácido Oxálico (1) <sup>6</sup>	10 g de ácido oxálico 1000 mL de água destilada	30 s	Sim	7 V
Ácido Oxálico (2)	10 g de ácido oxálico 1000 mL de água destilada	1 min	Sim	6 V
Ácido Oxálico (3)	10 g de ácido oxálico 1000 mL de água destilada	2 min	Sim	3 V
Villela (1)	5 mL de HCl 4 g de ácido pícrico 100 mL de álcool etílico	45 s	Não	-
Villela (2)	5 mL de HCl 2 g de ácido pícrico 100 mL de álcool etílico	45 s	Não	-

<sup>6</sup> Os números presentes logo após a menção dos reativos serão utilizados no capítulo de Resultados e Discussão.

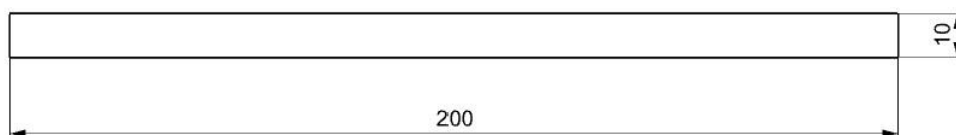
### 4.3 Investigação da cinética de recristalização primária

Para dar continuidade ao projeto, os corpos de prova tronco-trapezoidais foram deformados para exibir o fenômeno de recristalização de modo a se obter variada distribuição de tamanho de grão, ou seja, nas regiões de menor grau de deformação, esperava-se um tamanho de grão sensivelmente maior que as regiões de maior grau de deformação.

Para que isso ocorresse, corpos de prova tronco-trapezoidais foram submetidos ao ensaio de tração até uma deformação verdadeira de 0,2 (ou 20%), ou seja, a deformação verdadeira ( $\epsilon_t$ ) obtida para o limite de resistência verdadeiro ( $\sigma_t$ ) mencionados anteriormente. Todavia, não é certo se esse tipo de ensaio foi preciso o suficiente para se obter a distribuição de tamanho de grão que se deseja, já que não se encontrou até o momento um trabalho científico ou técnico na área que tenha investigado a sua cinética de recristalização.

Portanto para realizar esta investigação foram confeccionados corpos de prova iniciais, como mostrado na Figura 15, que foram submetidos à deformação plástica a frio por laminação até atingir uma redução na espessura de 20% para em seguida ser investigada a fração recristalizada em diversas temperaturas e tempos, na escala logarítmica.

Figura 15: Medidas do corpo de prova submetido a laminação.



Fonte: autora.

Após a laminação, as amostras foram cortadas em 15 pedaços para a investigação da fração recristalizada em diversas temperaturas e tempos, esse último em uma progressão geométrica.

Como salientado anteriormente, ao procurar por trabalhos que envolvessem a recristalização em um aço inoxidável ferrítico em busca de uma temperatura e um tempo de recristalização, não houve sucesso, pois não há trabalhos que tratem da recristalização para uma composição parecida com a do aço em estudo, valores de deformações parecidos e de deformação por trabalho a frio, fatores que influenciam consideravelmente na escolha da temperatura e do tempo de recristalização (BURKE; TURNBULL, 1952). A partir do que foi discutido no item 2.2.1.2, escolheu-se uma faixa de temperaturas e tempos de recristalização, que pode ser vista na Tabela 4.

Tabela 4: Faixa de temperaturas e tempos estudados na cinética de recristalização primária.

<b>Temperatura (°C)</b>	<b>t1</b>	<b>t2</b>	<b>t3</b>	<b>t4</b>	<b>t5</b>
650	1	5	25	125	625
700	1	5	25	125	625
750	1	5	25	125	625

As amostras foram recozidas, respeitando a tabela acima e, logo em seguida, foram resfriadas ao ar calmo na temperatura ambiente. A investigação da cinética de recristalização ocorreu por intermédio do ensaio de microdureza Vickers; ressalta-se aqui que foram utilizados 0,2 kgf (2 N) de carga para realização dos ensaios.

Sabe-se que, após deformado, o material exibe um ganho de dureza devido ao acúmulo de discordâncias (CALLISTER, 2007). Portanto, na laminação, a dureza preliminarmente obtida, de 154 HV<sub>0,2</sub>, medida anteriormente, aumentará. Quando o material estiver completamente recristalizado, ocorrerá uma diminuição significativa na dureza devido aos mecanismos associados aos fenômenos de recuperação e de recristalização, esse último provavelmente mais pronunciado já que o aço investigado possui baixa energia de defeito de

empilhamento (ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL, 1992). É possível, portanto, que os ensaios de microdureza Vickers sejam suficientes para determinar, com razoável grau de precisão, qual temperatura e tempo serão suficientes para a ocorrência de recristalização primária de modo generalizado.

O passo seguinte foi realizar a metalografia das amostras recozidas utilizando o reativo adequado, adotando o mesmo procedimento relatado no item de análise metalográfica. O tamanho de grão recristalizado foi determinado de acordo com a norma ASTM E-112 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2013).

Calculado o tamanho de grão para cada amostra, determinou-se a temperatura e o tempo de recristalização do aço UNS S43932. Em seguida, dois corpos de prova tronco-trapezoidais, de comprimentos diferentes, foram submetidos ao ensaio de tração. Devido a suas geometrias não serem normalizadas e para evitar a formação de estrição nos corpos de prova antes dos mesmos alcançarem 20% de deformação, utilizou-se uma velocidade inferior à utilizada no ensaio de tração do corpo normalizado:  $1\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$  para a velocidade inicial e  $10\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$  para a velocidade secundária, para ambos os corpos. Mesmo tomando estas providências, houve estrição no corpo de prova antes da porcentagem de deformação desejada e, ao surgirem as estrições, os ensaios foram encerrados. Após essa etapa, os corpos de prova foram recozidos a  $700^{\circ}\text{C}$  por 125 minutos para analisar se esta temperatura seria suficiente para se obter a heterogeneidade dos tamanhos de grãos como desejado.

Duas amostras foram retiradas de cada corpo após o recozimento: uma amostra na região de menor grau de deformação de cada corpo e uma na de maior grau de deformação de cada corpo. Assim pôde-se determinar o tamanho de grão destas amostras, seguindo a norma ASTM E-112 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2013).

De posse dos tamanhos de grãos das amostras mencionadas acima, percebeu-se a necessidade de aumentar a temperatura de recozimento, mesmo que os corpos tronco-trapezoidais tenham sido completamente

recristalizados. Para que não existisse o risco de modificar a microestrutura do aço de ferrítico para austenítico por conta da transformação de fase, escolheu-se a temperatura de 800°C, mantendo os tempos de recozimento (1, 5, 25, 125 e 625 minutos) e os procedimentos utilizados permaneceram inalterados. Para realizar tal investigação foram utilizadas amostras do corpo de prova laminado.

Após a pesquisa sobre a solubilização deste aço, mencionado no item 2.2.1.2, comparou-se a temperatura que constava no artigo com o diagrama de fases, que foi gerado através do software Thermocalc<sup>®</sup>, e decidiu-se utilizar esta temperatura (1200°C) para os mesmos tempos de recozimento estudados anteriormente. Para isto, utilizou-se o forno Jung<sup>®</sup>; porém, as amostras que permaneceram no forno por 125 minutos e 625 minutos oxidaram devido à atmosfera não controlada do forno e o forno tubular, no qual existe a possibilidade de controlar a atmosfera, não alcança temperaturas acima de 1100°C, temperatura esta que não poderia ser utilizada, pois ocorreria mudança na microestrutura do material. Surgiu assim a necessidade de confirmar a composição química do aço para obter diagramas de fases que apresentassem maior precisão.

Foi pedido ao Instituto de Pesquisas e Estudos Industriais (IPEI) a realização de uma análise química instrumental em uma pequena amostra do aço, na qual utilizaram Espectroscopia de Emissão Atômica (Plasma Acoplado Indutivamente), Espectroscopia de Absorção por Infravermelho após combustão (LECO) e dois procedimentos internos que seguiram as normas ASTM E1097 e ASTM E1019. A partir desta análise, constatou-se que a composição inicial do aço é diferente da composição real do mesmo, a qual está listada na Tabela 5, a seguir.

Tabela 5: Composição real do aço estudado.

%C	%Si	%Mn	%P	%V	%Cr	%Ni	%Mo	%Cu
0,018	0,17	0,16	0,024	0,029	15,4	0,23	0,011	0,001

Com a composição real do aço, levantou-se novo diagrama de fases no software Thermocalc<sup>®</sup> para escolha de uma nova temperatura para estudo do tamanho de grão dos corpos de prova tronco-trapezoidais.



Após análise destes dados, foi realizado um ensaio de tração em dois corpos de prova tronco-trapezoidais de diferentes comprimentos, seguindo as mesmas condições utilizadas no ensaio anterior, sendo que novamente os corpos de prova começaram a apresentar estricção antes da deformação desejada de 20%. Em seguida, os corpos foram submetidos ao recozimento no forno Jung® a 1200°C por 25 minutos, pois a esta temperatura o material não apresentou oxidação considerável.

De cada corpo foram retiradas três amostras, cujos comprimentos impossibilitariam o embutimento em baquelite, portanto deveriam ser embutidas em resina epóxi. Para o embutimento, precisou-se de uma superfície plana coberta por vaselina para apoio das amostras e tubos de metal, cuja superfície interna foi recoberta com vaselina, para verter a mistura de resina epóxi e catalisador. A vaselina utilizada nos objetos serve para facilitar a remoção do embutimento após a cura da resina. Não se sabe qual a proporção utilizada de resina epóxi e catalisador, pois a mistura foi feita arbitrariamente no laboratório e, como a resina estava vencida, utilizou-se mais catalisador do que o recomendado para que a cura ocorresse. No entanto, notou-se que o tamanho do molde da resina era do mesmo tamanho que o molde maior para embutimento em baquelite; assim, apenas uma amostra foi embutida em resina enquanto as outras foram embutidas em baquelite pois o lixamento se torna mais fácil neste material.

Em seguida, duas amostras foram analisadas: a da região de maior deformação e a da região de menor deformação do corpo de prova tronco-trapezoidal de maior comprimento. Como o ácido pícrico, que é necessário para produzir o reagente Villela, estava em falta nos laboratórios químicos sem previsão de chegada do produto, as amostras foram atacadas por meio de ataque eletrolítico utilizando ácido oxálico com a mesma composição utilizada anteriormente, porém com tensão de 15 volts e tempo de 5 minutos. Ainda assim, o ataque não revelou os contornos de grão em toda a amostra, apenas nas bordas das mesmas. De posse de algumas micrografias, os tamanhos de grão destas amostras foram medidos de acordo com a norma ASTM E-112 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2013).

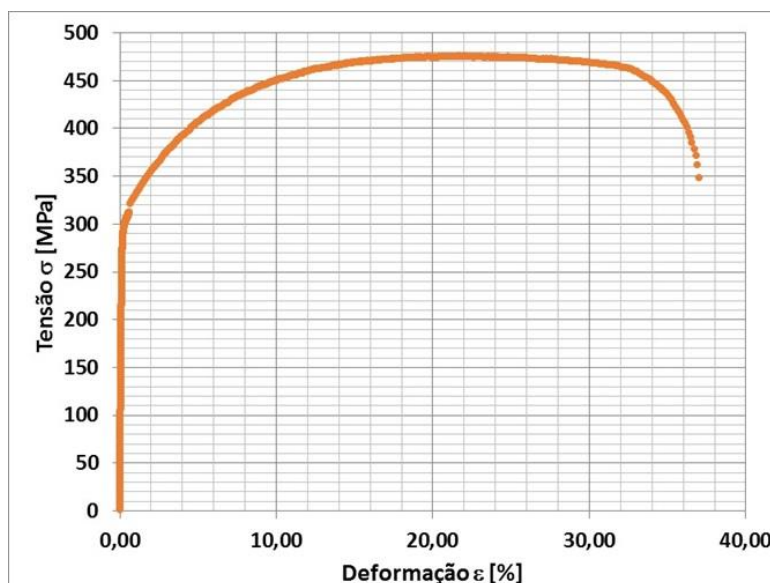
## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Esse capítulo apresenta os resultados obtidos assim como uma breve discussão da precisão dos modelos e a profundidade de investigação do problema.

### 5.1. Ensaio de tração

A curva tensão-deformação de engenharia pode ser observada na Figura 16, a seguir. Ela mostra a tensão e a deformação de engenharia para o aço até valores de tensão e deformação próximos da ruptura do corpo de prova, pois o ensaio foi interrompido pouco antes da ruptura do mesmo.

Figura 16: Curva tensão versus deformação de engenharia obtida por meio do ensaio de tração para o aço UNS S43932.



Fonte: autora.

Através desse gráfico, é possível determinar as principais propriedades mecânicas do aço; elas estão mostradas na Tabela 5. Os valores do limite de escoamento e de resistência à tração são, portanto, 303 e 476 MPa, respectivamente, enquanto o alongamento exibido foi de pouco mais de 36%. Esses valores determinaram o intervalo de investigação dos modelos empíricos, como será visto em seguida.

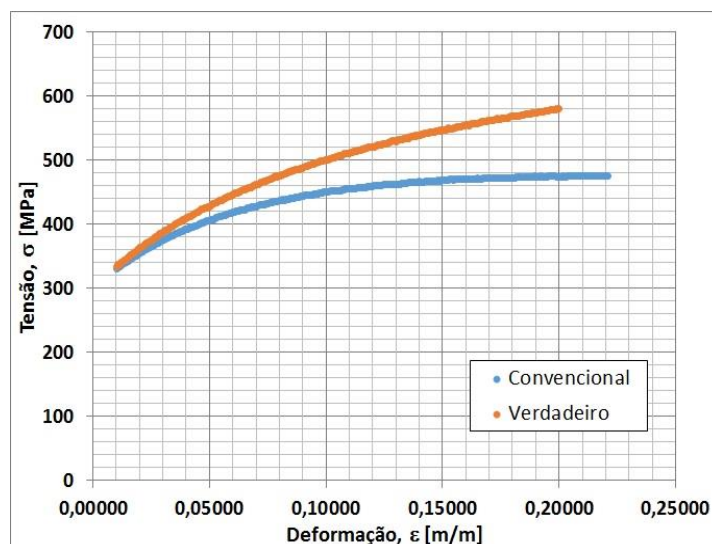
Tabela 6: Propriedades do aço UNS S43932 obtidas através do ensaio de tração.

$\sigma_y$ (MPa)	303,0 MPa
$\sigma_u$ (MPa)	476,0 MPa
E (GPa)	151,5 MPa

Fonte: autora.

A Figura 17 tem como objetivo comparar a curva de tensão-deformação de engenharia com a de tensão-deformação verdadeiras para os pontos selecionados dentro do intervalo obtido do ensaio de tração, ou seja, entre o limite de escoamento e o limite de resistência à tração. Pode-se notar por essa figura que o material resiste a tensões maiores que aquelas fornecidas pela máquina (tensões de engenharia) e exibe deformações menores que as deformações de engenharia, resultados esses tipicamente obtidos quando do uso das Equações (3) e (4).

Figura 17: Curvas tensão versus deformação de engenharia [azul] e tensão versus deformação verdadeira [laranja].



Fonte: autora.

## 5.2 Análise dos modelos empíricos

Através da linearização das equações dos modelos empíricos de Hollomon, (Hollomon, 1945) Ludwison (1971), Zhou *apud* Tian e Zhang (1992) e Tian e

Zhang (1992), obteve-se os valores das constantes para cada modelo e seus respectivos  $R^2$ . A Figura 18, a seguir, compara as retas obtidas através do método dos mínimos quadrados para cada modelo e seus respectivos coeficientes de determinação  $R^2$ . É possível perceber pela Figura 18 (d) a linearização de pontos está muito próxima de uma reta; apenas os primeiros valores (em preto) ficaram fora da reta média (em vermelho).

A Tabela 7 mostra as equações de cada modelo, suas constantes e seus respectivos valores de  $R^2$  (em ordem crescente).

Tabela 7: Comparação das fórmulas e dos coeficientes de determinação  $R^2$  dos modelos de Ludwigson (1971), Zhou apud Tian e Zhang (1992), Hollomon (1945) e Tian e Zhang (1992) onde  $\sigma_t$  é a tensão verdadeira, em MPa,  $\varepsilon_t$  é a deformação verdadeira e  $\sigma_e$  é o limite de escoamento, em MPa.

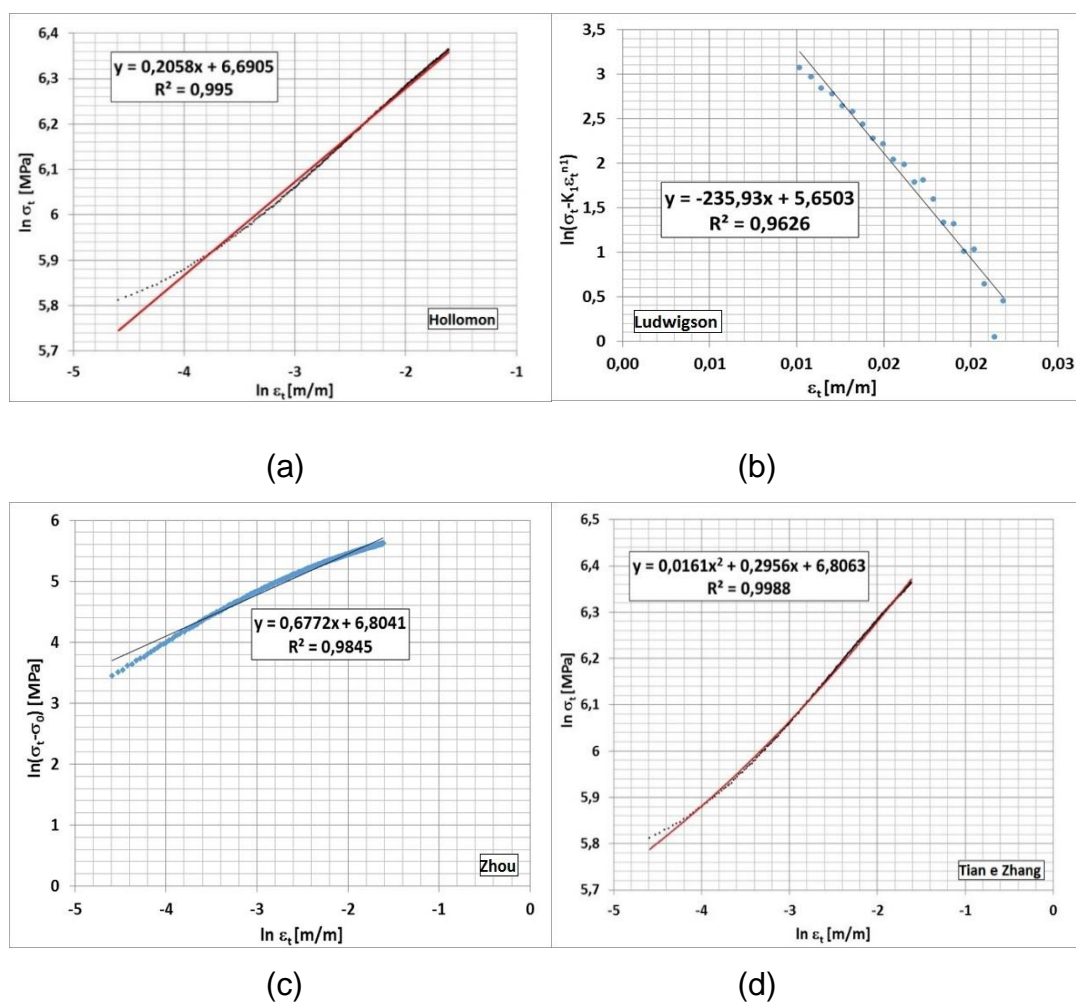
Modelo	Equação	$R^2$	Constantes
Ludwigson (1971)	$\sigma_t = K_1 \varepsilon_t^{n_1} + \exp(K_2 + n_2 \varepsilon_t)$	0,9626	$K_1 = 804,725 \text{ MPa}^{n_1}$ $K_2 = 5,6503$ $n_1 = 0,22058$ $n_2 = -235,93$
Zhou apud Tian e Zhang (1992)	$\sigma_t = \sigma_e + K \varepsilon_t^n$	0,9845	$K = 901,536 \text{ MPa}^n$ $n = 0,6772$
Hollomon (1945)	$\sigma_t = K \varepsilon_t^n$	0,9950	$K = 804,725 \text{ MPa}^n$ $n = 0,2058$
Tian e Zhang (1992)	$\sigma_t = K \varepsilon_t^{n_1 + n_2 \ln \varepsilon_t}$	0,9980	$K = 903,522 \text{ MPa}^n$ $n_1 = 0,2956$ $n_2 = 0,0161$

Comparando os valores de  $R^2$  mostrados na Tabela 7, pode-se observar que o modelo de Tian e Zhang, (1992) cuja linearização está mostrada na Figura 18 (d), tem o valor de  $R^2$  mais próximo da unidade. Portanto, esse modelo foi usado para determinar os valores da tensão verdadeira para o aço UNS S43932. A Figura 19, por sua vez, mostra a comparação da curva de tensão-

deformação verdadeiras (em preto) e aquela obtida por meio do modelo de Tian e Zhang (1992) (em azul).

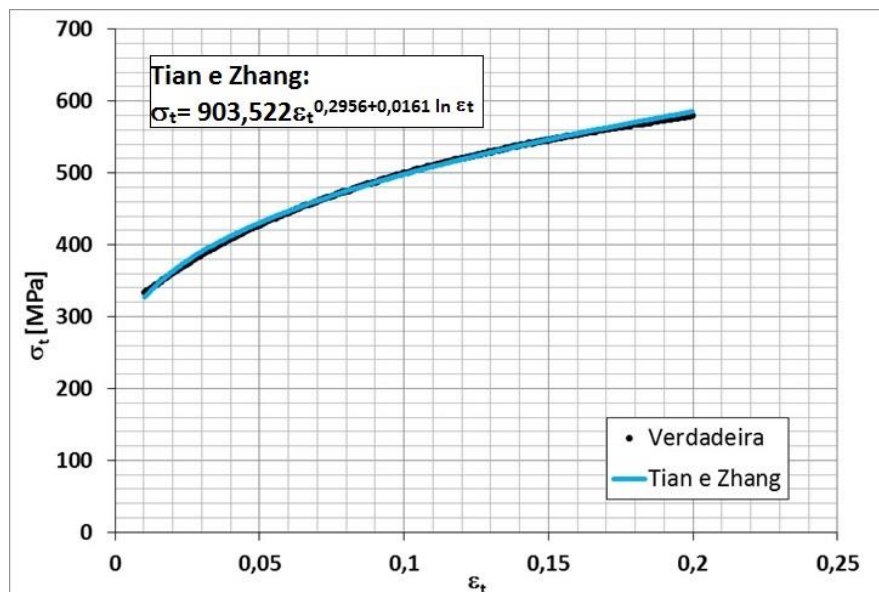
Desse modo, é possível concluir que o limite de resistência verdadeiro  $\sigma_t$  para o presente aço é 584,8 MPa enquanto a deformação verdadeira  $\varepsilon_t$  correspondente é 0,20. Esses valores foram utilizados para deformar o material no estudo da cinética de recristalização.

Figura 18: Relação da tensão verdadeira com a deformação verdadeira pelos modelos de (a) Hollomon (1945), (b) Ludwigson (1971), (c) Zhou apud Tian e Zhang (1992) e (d) Tian e Zhang (1992).



Fonte: autora.

Figura 19: Gráfico tensão-deformação verdadeiras e tensão deformação segundo modelo de Tian e Zhang (1992).



Fonte: autora.

Como descrito anteriormente, corpos de prova tronco-trapezoidais foram confeccionados de modo a se ter uma variedade de graus de deformação em um único ensaio de tração. Esses corpos de prova, quando submetidos ao tratamento de recozimento para recristalização, promoveriam uma variedade de tamanhos de grão: um tamanho de grão relativamente menor na região de menor área da secção transversal na qual o corpo sofreu maior deformação plástica e um tamanho médio de grão maior na região de maior área transversal, onde o corpo sofreu um menor grau de deformação permanente. A Figura 20, a seguir, mostra os corpos de prova confeccionados, seguida da Tabela 7, que compara as medidas utilizadas para a confecção de cada corpo de prova tronco-trapezoidal. Optou-se por dois diferentes corpos de prova porque eles permitem a análise de diferentes variedades de grau de deformação: o maior com uma variedade sensivelmente maior que aquele de menor dimensão.

Figura 20: Corpos de prova tronco-trapezoidais.



Fonte: autora.

Tabela 8: Medidas obtidas para os corpos de prova tronco-trapezoidais, em mm.

<b>Medidas</b>	<b>Valores para o corpo de prova menor</b>	<b>Valores para o corpo de prova maior</b>
Comprimento	101,6	203,2
Largura Maior	18,83	18,83
Largura Menor	12,70	12,70
Espessura	1,27	1,27

### 5.3 Análise metalográfica

A partir das amostras preparadas como descrito no capítulo anterior, diversas micrografias foram obtidas, como podem ser vistas na Figura 21. Para a discussão destas micrografias utilizar-se-ão as nomenclaturas designadas na Tabela 3 para avaliar a eficácia dos reativos. Além disso, o ensaio de microdureza realizado nessas amostras levou ao valor de 154 HV1 (carga de 9,8 N).

O ataque com ácido oxálico (1), Tabela 3, não foi suficiente para a revelação de quaisquer contornos de grão. Além disso, o uso de uma tensão de 7 volts por 30 segundos fez com que a amostra apresentasse corrosão generalizada, o que significa não ter sido possível o ataque propriamente dito.

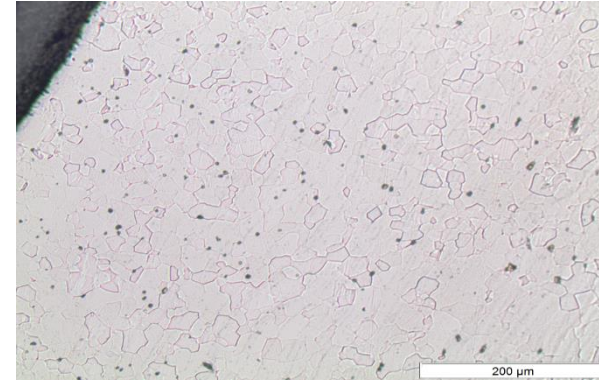
Segundo o Metals Handbook (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 2004), a voltagem ideal para o ataque eletrolítico com ácido oxálico seria de 6 volts por 1 minuto, o que foi utilizado na amostra cuja microestrutura pode ser observada na Figura 21 (a). Percebe-se por essa figura que os contornos de grão são quase imperceptíveis, ou seja, não parece ter sido suficiente para a observação com nitidez suficiente para a medida de tamanho de grão. Portanto, decidiu-se aumentar o tempo de imersão e diminuir a voltagem, resultando na micrografia mostrada na Figura 21 (b). Os contornos de grão tornaram-se mais bem delineados, porém com um ataque relativamente heterogêneo. Apesar de o Metals Handbook (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 2004) indicar o ácido oxálico como o melhor reativo para esse tipo de aço inoxidável, ao que parece, para a corrida dessa chapa, o ataque não apresentou bons resultados.



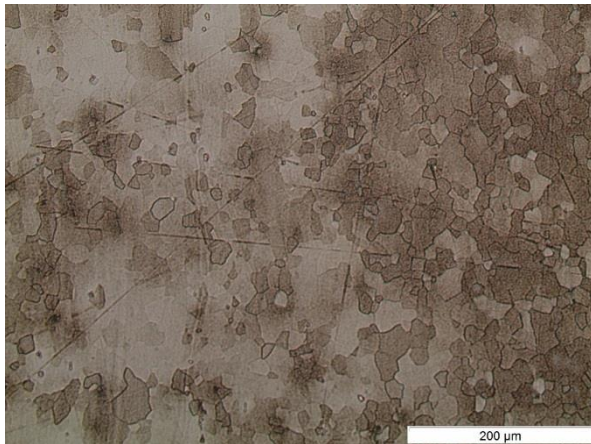
Figura 21: Micrografias obtidas pelos reativos (a) foi utilizado o ácido oxálico (1), (b) foi utilizado o ácido oxálico (2), (c) foi utilizado o Villela (1) e em (d) foi utilizado o Villela (2).



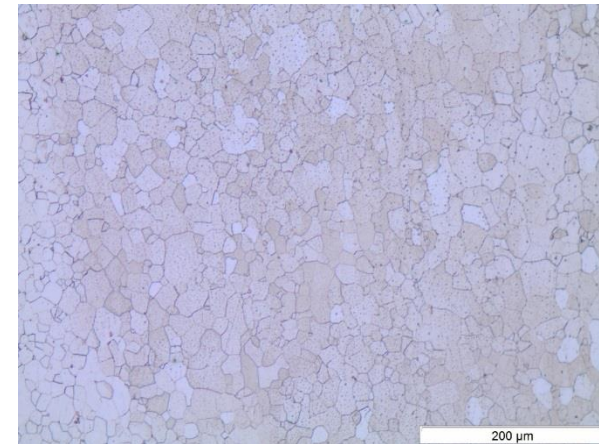
(a)



(b)



(c)



(d)

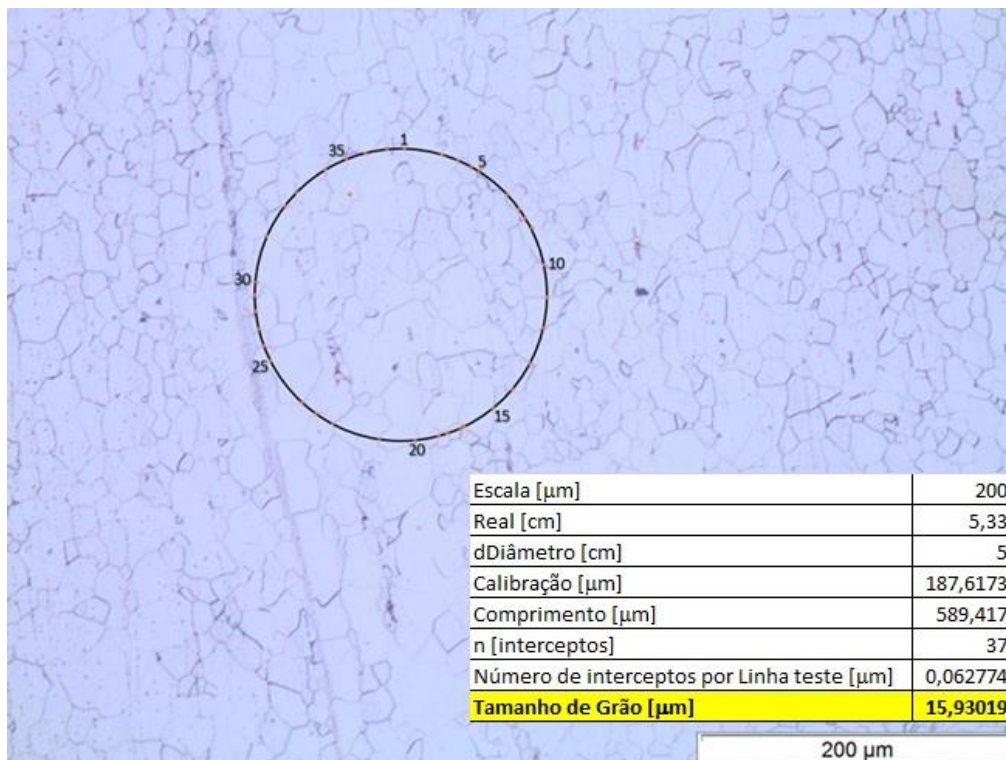
Fonte: autora.

Segundo o sítio Carpenter Technology Corporation (2015), o reagente de Villela também pode ser utilizado para revelar contornos de grão. Para o primeiro ataque com esse reativo, foi utilizada a composição que se encontrava disponível no Laboratório de Materiais do Centro Universitário da FEI, como pode ser visto na Tabela 3 para Villela (1). Esse ataque resultou na Figura 21 (c); nota-se por esta imagem que a revelação dos contornos de grãos ficou razoavelmente heterogênea, com maior ataque nas bordas da amostra enquanto no seu centro poucos contornos foram de fato revelados.

Ainda segundo o Carpenter Technology Corporation (2015), a composição recomendada para esse reativo é diferente daquela encontrada no laboratório. Portanto, realizou-se uma análise com essa nova composição, mostrada na Tabela 3 para o reagente Villela (2). Nessa, além de submergir a amostra, promoveu-se leve agitação dela no reativo, obtendo-se assim a micrografia vista na Figura 21 (d). Pode-se perceber que os contornos de grão estão muito bem delineados e atacados de forma homogênea sobre a amostra. Esse foi, portanto, o reativo utilizado para a caracterização por metalografia nos corpos de prova tronco-trapezoidais.

Para se determinar a eficiência do ataque propriamente dito, um campo da micrografia apresentada na Figura 21 (d) foi avaliado de acordo com a norma ASTM E-112 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2013). A Figura 22 apresenta os resultados dessa medição, com tamanho médio de grão de 16  $\mu\text{m}$ .

Figura 22: Obtenção do tamanho de grão na condição inicial (como recebido) da amostra atacada por Villela (2), Tabela 3.



#### 5.4 Temperatura e tempo de recristalização

A partir do corpo laminado determinou-se que a microdureza média do corpo encruado é de 228 HV<sub>0,2</sub> com desvio padrão de 4,49, mostrando um aumento considerável em comparação com a medida média obtida antes do encruamento, que foi de 154 HV<sub>0,2</sub> com desvio padrão de 2,23 HV. Com as 15 amostras recozidas nos tempos e temperaturas estabelecidos na Tabela 4, mais as temperaturas estudadas após determinação da faixa inicial de temperaturas, obteve-se os resultados do ensaio de microdureza Vickers dados pela Tabela 9.

Pode-se observar através desta tabela que, para a temperatura de 650°C, os valores das microdurezas sofreram alterações irrelevantes entre 1 e 125 minutos, a alteração mais pronunciada ocorreu após a amostra ser submetida a esta temperatura por 625 minutos, sendo esse um tempo muito elevado e que, ainda assim, não ocorreu a recristalização do material. Para a temperatura de 700°C, nota-se que ocorreram mudanças significativas para os tempos de 25 e

125 minutos, estabelecendo-se assim que, nesta temperatura, o tempo de recristalização adequado seria de 125 minutos. Para a temperatura de 750°C, nota-se uma mudança significativa logo no primeiro minuto, pois reduziu consideravelmente a dureza em relação ao valor obtido com o corpo encruado. Nota-se também que no tempo de 25 minutos já teria ocorrido a recristalização completa do material.

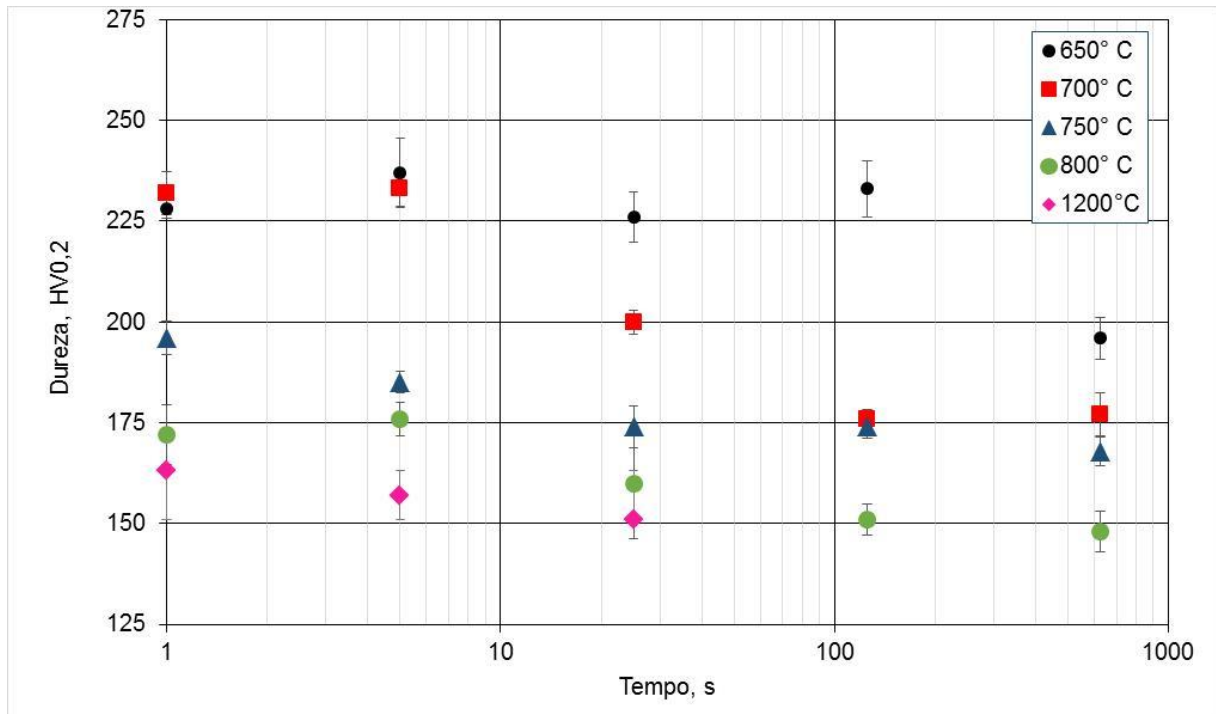
Tabela 9: Microdurezas médias obtidas (HV0,2) e respectivos desvios-padrão amostral (s) para cada tempo (em minutos) e temperatura (em °C) estudados.

Tempo	650°C		700°C		750°C		800°C		1200°C	
	$\overline{HV}$	s	$\overline{HV}$	s	$\overline{HV}$	s	$\overline{HV}$	s	$\overline{HV}$	s
1	228	2,30	232	5,35	196	4,16	172	7,44	163	2,82
5	237	8,67	233	4,32	185	2,74	176	4,15	157	0,71
25	226	6,18	200	2,95	174	5,17	160	13,8	151	5,66
125	233	6,96	176	2,17	174	2,91	151	3,78	175	6,43
625	196	5,22	177	5,45	168	3,71	148	4,97	-	-

Fonte: autora.

Analisando o tamanho de grão destas amostras, que será discutido no próximo tópico, notou-se que não ocorreram mudanças significativas nas amostras analisadas entre as temperaturas de 650 e 750°C. Portanto, foram estudadas as temperaturas de 800°C e 1200°C, cujos resultados de dureza são mostrados também na Tabela 9 (os motivos que levaram a escolha da temperatura de 1200°C será discutida no próximo item). Nota-se que, para a temperatura de 800°C, ocorre recristalização logo no primeiro minuto e, decorridos 625 minutos, a dureza obtida é ainda menor que a dureza medida para o material não encruado. Já a amostra recozida a 1200°C, por ter sido utilizado o forno Jung® que não possui meios para controlar a atmosfera, apresenta um aumento de dureza na amostra recozida por 125 minutos devido à oxidação que ela exibiu. A amostra recozida a 1200°C por 625 minutos oxidou-se por completo impossibilitando a medição de dureza.

Figura 23: Gráfico Dureza vs Tempo para as temperaturas estudadas, com exceção da temperatura de 1200°C, pois oxidou e não pôde-se obter dados suficientes para realizar a comparação.



Fonte: autora.

O gráfico acima possibilita uma melhor visualização e entendimento da discussão anterior. Além disso, possibilita perceber que as curvas de dureza em função do tempo são curvas sigmoidais e que, para a temperatura de 650°C, os pontos se encontram no patamar superior da curva sigmoideal e apenas o último ponto sai deste patamar, dando início à queda de dureza. Para a temperatura de 700°C, nota-se que o patamar superior se estende até o segundo ponto, iniciando a queda de dureza a partir do terceiro ponto, chegando-se assim ao patamar inferior no quarto ponto da curva, ou seja, formou-se uma curva sigmoideal completa. Já para as temperaturas de 750°C e 800°C, nota-se que o primeiro ponto já pertence à região de queda de dureza da curva sigmoideal, atingindo-se o patamar inferior no terceiro ponto, aproximadamente. Deve-se mencionar que, ao atingir o patamar inferior, o corpo se encontra recristalizado. Para a temperatura de 1200°C, o gráfico mostra apenas três pontos, pois são referentes às amostras que não sofreram oxidação substancial.

### 5.5 Tamanho de grão das amostras recozidas

Foram medidos os tamanhos de grão de cada amostra estudada anteriormente conforme mostra a Tabela 10, a seguir.

Tabela 10: Comparação dos tamanhos de grão para cada temperatura e tempo estudados para recristalização

Tamanho de grão [ $\mu\text{m}$ ]	
Não encruado	15,9
650° C por 1 min	15,4
650° C por 5 min	14,0
650° C por 25 min	13,2
650° C por 125 min	15,4
650° C por 625 min	16,5
<b>Desvio Padrão</b>	<b>1,2</b>

Tamanho de grão [ $\mu\text{m}$ ]	
Não encruado	15,9
700° C por 1 min	14,0
700° C por 5 min	14,0
700° C por 25 min	14,4
700° C por 125 min	15,4
700° C por 625 min	13,2
<b>Desvio Padrão</b>	<b>1,0</b>

Tamanho de grão [ $\mu\text{m}$ ]	
Não encruado	15,9
750° C por 1 min	13,6
750° C por 5 min	14,0
750° C por 25 min	12,8
750° C por 125 min	13,6
750° C por 625 min	12,5
<b>Desvio Padrão</b>	<b>1,2</b>

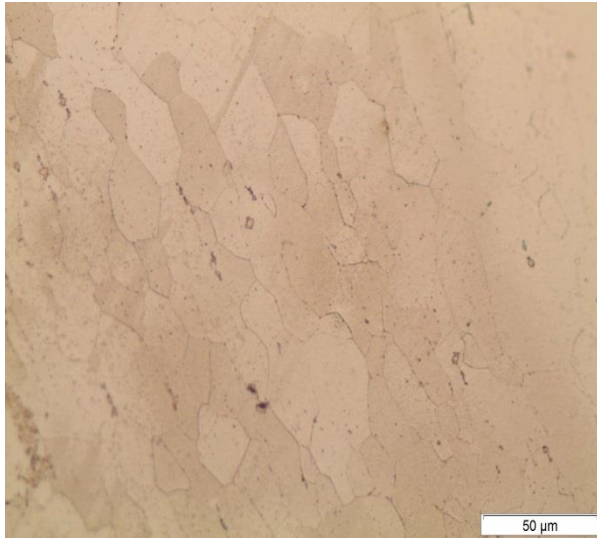
Tamanho de Grão [ $\mu\text{m}$ ]	
Não encruado	15,9
800° C por 1 min	10,2
800° C por 5 min	8,4
800° C por 25 min	9,2
800° C por 125 min	9,2
800° C por 625 min	8,3
<b>Desvio Padrão</b>	<b>0,8</b>

Tamanho de Grão [ $\mu\text{m}$ ]	
Não encruado	15,9
1200° C por 1 min	167,8
1200° C por 5 min	168,5
1200° C por 25 min	177,3
1200° C por 125 min	188,0
1200° C por 625 min	OXIDADO
<b>Desvio Padrão</b>	<b>9,4</b>

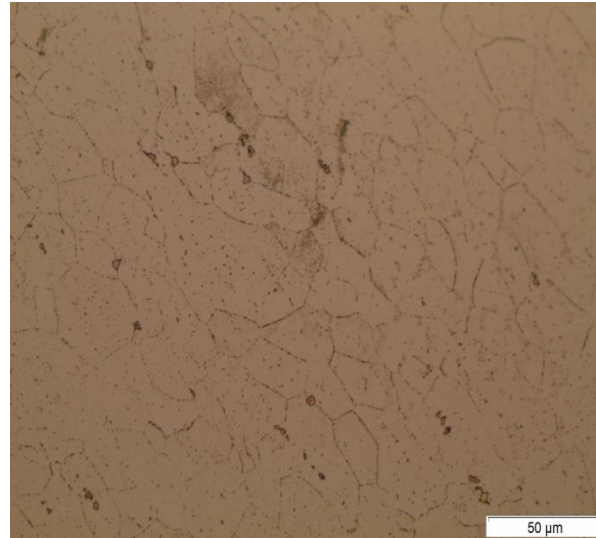
Pode-se perceber que os valores obtidos para os tamanhos de grão das amostras recozidas a 650°C, 700°C, 750°C são muito parecidos, apresentando desvio padrão muito baixo, portanto pode-se dizer que a mudança nos valores dos tamanhos de grão são insignificantes. Pode-se assumir assim que, para as temperaturas e os tempos estudados inicialmente, os tamanhos de grão são iguais. Porém, como pode-se notar na Figura 24, com o aumento da temperatura e/ou do tempo, começam a surgir precipitados, que podem inibir o crescimento de grão.



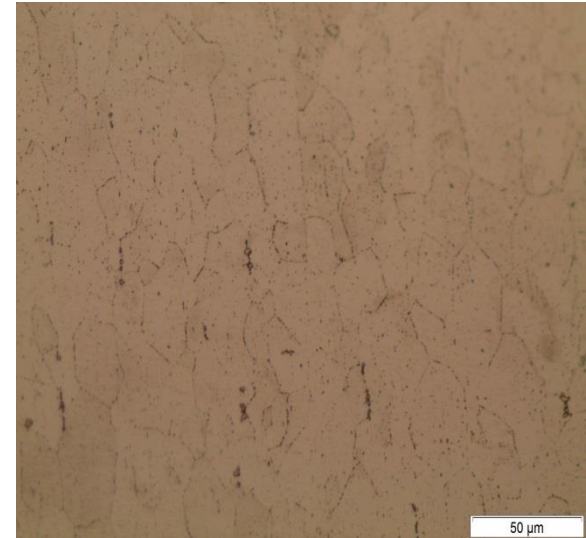
Figura 24: Comparação das amostras que apresentaram maior número de precipitados, sendo (a) a amostra submetida a 650°C por 625 minutos, (b) a amostra submetida a 700°C por 625 minutos e (c) a amostra submetida a 750°C por 625 minutos.



(a)



(b)



(c)

Fonte: autora.

Apesar de esse trabalho apresentar apenas as micrografias para o tempo de 625 minutos, deve-se ressaltar que as amostras apresentaram precipitados para alguns períodos de tempos mais curtos variando conforme as temperaturas e os tempos aos quais foram submetidas.

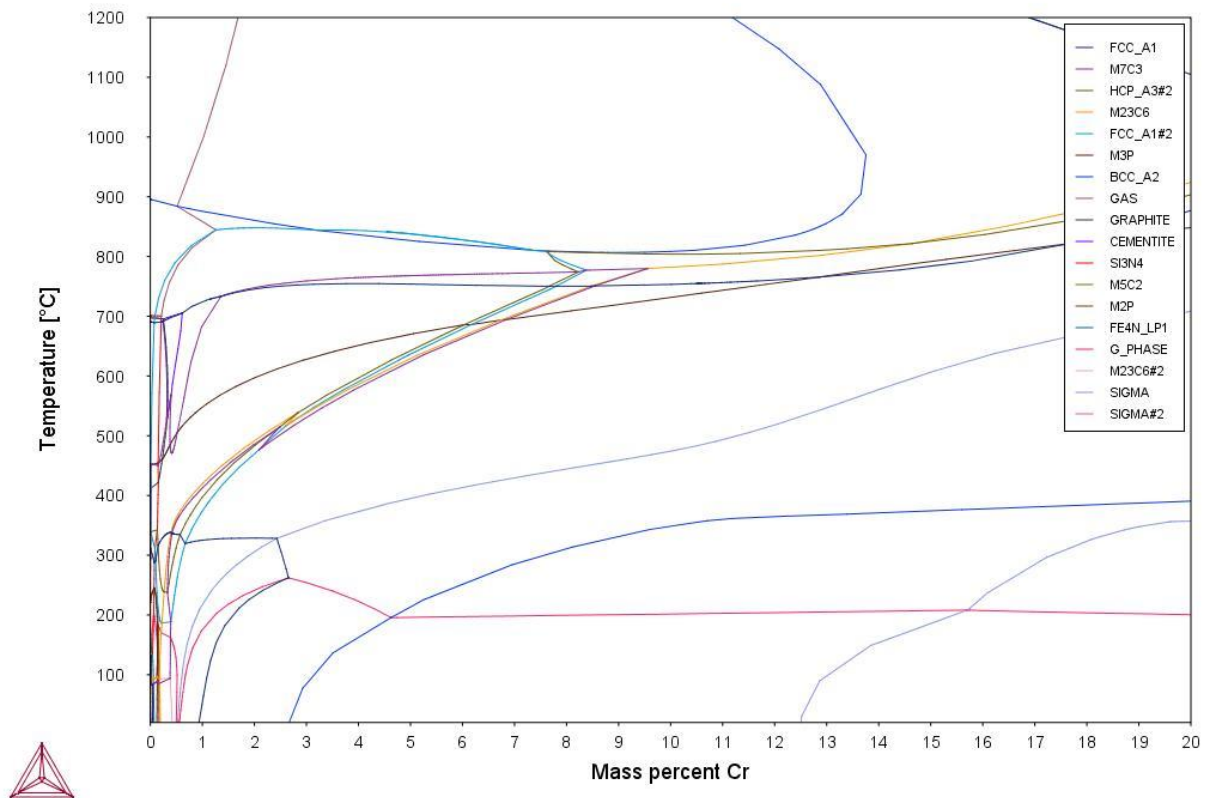
De acordo com o artigo de Kuzucu et al. (1997), esses precipitados são provavelmente carbonetos  $M_{23}C_6$  e que, como o aço em estudo possui grande quantidade de cromo, é muito provável que sejam carbonetos de cromo e que, de acordo com o artigo, se dissolvem completamente a  $1200^{\circ}C$ .

Como as amostras recozidas a  $650^{\circ}C$ ,  $700^{\circ}C$  e  $750^{\circ}C$  apresentaram tamanhos de grão muito próximos, optou-se inicialmente por aumentar a temperatura para  $800^{\circ}C$  ao invés de  $1200^{\circ}C$ , pois não se sabia em qual temperatura ocorreria mudança de fase no aço, de ferrítico para austenítico. Como se observa na Tabela 10, aumentar  $50^{\circ}C$  em relação à última temperatura estudada não alcançou o tamanho de grão desejado, sendo que o tamanho de grão das amostras recozidas a  $800^{\circ}C$  são muito próximos aos tamanhos obtidos anteriormente.

Como o intuito do projeto é mostrar uma distribuição heterogênea de grãos no corpo tronco-trapezoidal, era essencial encontrar uma temperatura que possibilitasse o crescimento pronunciado de grão; por essa razão, recorreu-se ao software Thermocalc<sup>®</sup> para analisar as fases presentes no aço de acordo com a temperatura, verificando se a  $1200^{\circ}C$  ocorreria mudança de fase de ferrita para austenita. Porém, naquele momento, a análise química ainda não havia sido feita e, portanto, utilizou-se a composição típica como base, dada na Tabela 2.



Figura 25: Diagrama de fases para a composição típica do aço UNS S43932.



Fonte: autora.

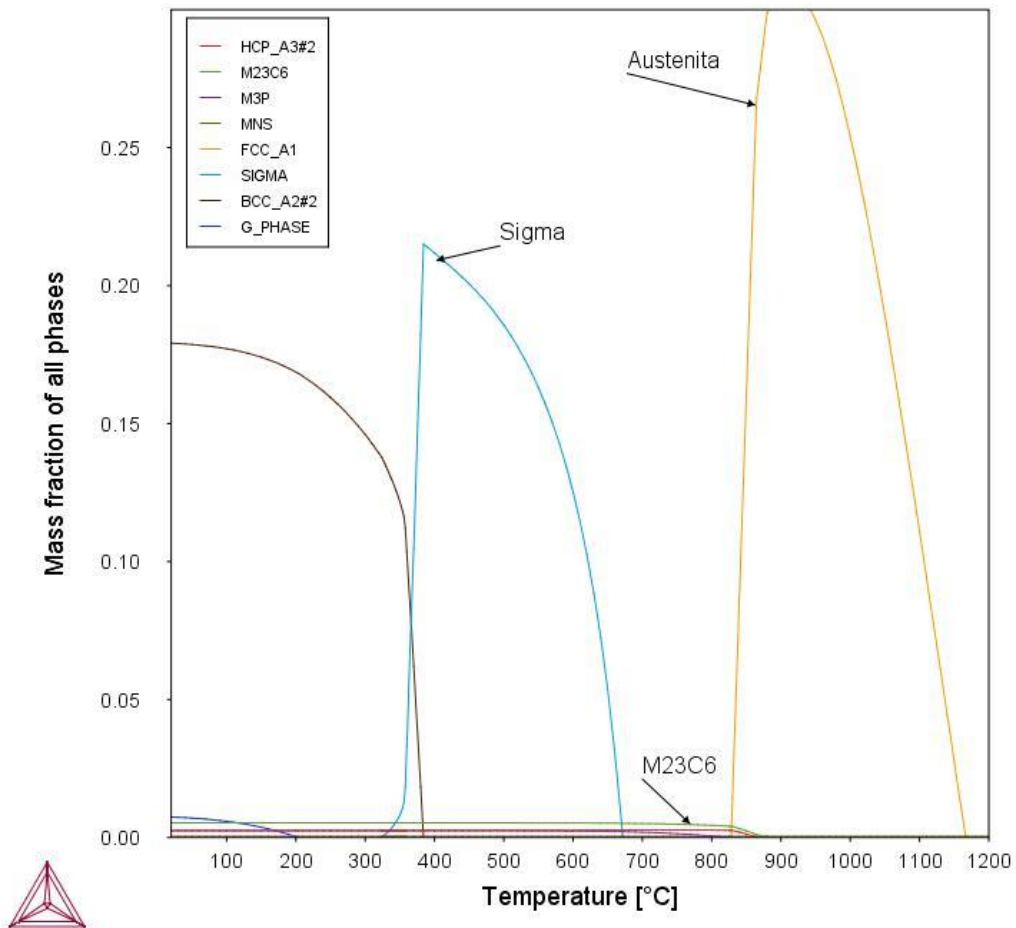
A Figura 25 mostra que para a temperatura de 1200°C obtém-se microestrutura ferrítica, permitindo a utilização desta temperatura no projeto. Também pode-se confirmar que toda a fração mássica dos carbonetos  $M_{23}C_6$  são dissolvidos nesta temperatura. Isso pode ser mais facilmente observado na Figura 26, a seguir.

Logo, utilizando mais cinco seções do corpo de prova laminados até 20% de deformação, realizou-se o recozimento do material a 1200°C por 1, 5, 25, 125 e 625 minutos, utilizando o forno Jung®. Porém, como mencionado anteriormente, pode ocorrer oxidação considerável nessa temperatura e resultou na oxidação parcial da amostra recozida por 125 minutos e oxidação total da amostra recozida por 625 minutos.

Ao realizar a análise metalográfica nas amostras recozidas a 1200°C, fez-se a medida do tamanho de grão para as amostras recozidas por 1, 5, e 25 minutos, com valores superiores aos obtidos nas amostras anteriores (cujas

temperaturas de recozimento foram 650°C, 700°C, 750°C e 800°C), resultados estes que também estão mostrados na Tabela 10.

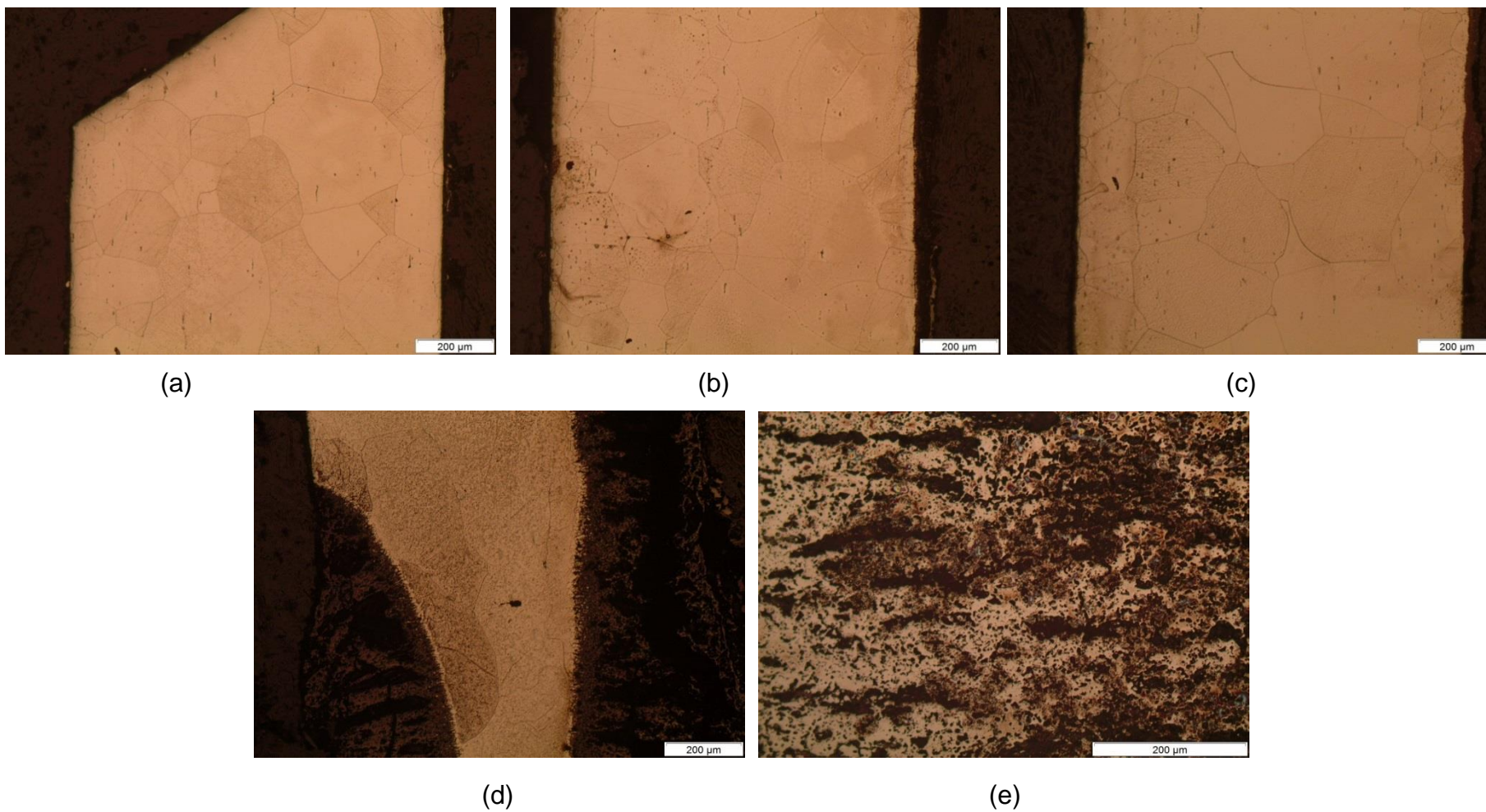
Figura 26: Diagrama da quantidade de fases presentes em relação à temperatura para a composição típica do aço UNS S43932.



Fonte: autora.

A Figura 27 mostra os resultados do ataque nas amostras submetidas ao tratamento a 1200°C por diversos tempos.

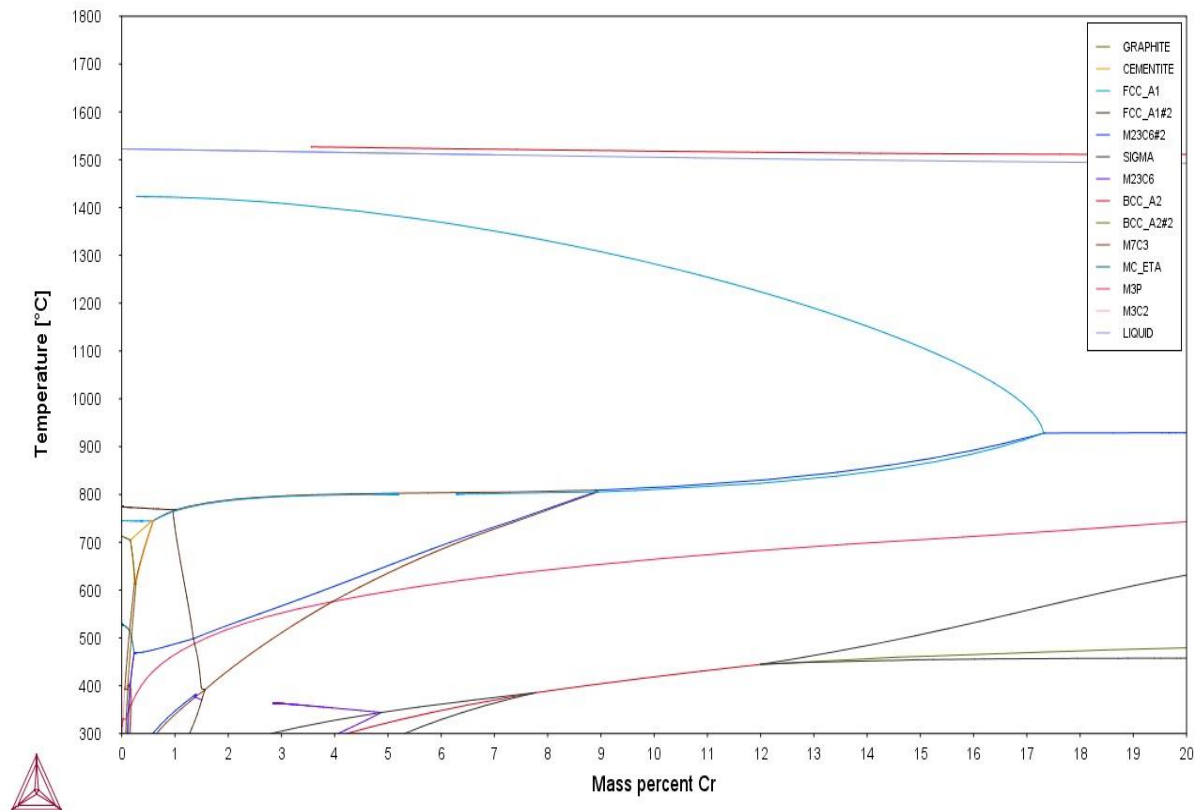
Figura 27: Amostras recozidas a 1200°C, por (a) 1 minuto, (b) 5 minutos, (c) 25 minutos, (d) 125 minutos e (e) 625 minutos.



Fonte: autora.

Após a metalografia, a análise química realizada no IPEI foi feita, mostrando que a composição do aço não era a mesma que se estava considerando até então. Para averiguar se o recozimento deste aço poderia realmente ser realizado a 1200°C, realizou-se nova análise no software Thermocalc®, que resultou na Figura 28, a seguir.

Figura 28: Diagrama de fases para a composição real do aço em estudo.



Fonte: autora.

Nota-se a partir deste diagrama que, para 15,4% de cromo, acima de 1100°C o aço pode ser recozido, saindo do campo de austenita. Portanto, a temperatura de 1200°C pode ser utilizada para continuação do estudo.

## 5.6 Resultados para os corpos de prova tronco- trapezoidais

A partir dos dois primeiros corpos de prova tronco-trapezoidais recozidos, foram retiradas uma amostra da região de menor grau de deformação e uma

da região de maior grau de deformação. A Figura 29 mostra as micrografias obtidas destas amostras.

A partir dessas micrografias, foram realizadas as medições do tamanho de grão para cada amostra, como mostra a Tabela 11. A partir das medições, pode-se concluir que nas condições de recozimento utilizadas os tamanhos de grão apresentam diferenças desprezíveis, ou seja, pode-se dizer que os tamanhos são muito similares.

Tabela 11: Tamanho de grão das amostras recozidas a 700°C por 125 minutos.

#### **Amostras referentes ao corpo de prova de menor comprimento**

<b>região de maior grau de deformação</b>			<b>Desvio Padrão</b>	<b>Média [<math>\mu\text{m}</math>]</b>
Longitudinal [ $\mu\text{m}$ ]	14,209	12,673	1,086	13,441
Transversal [ $\mu\text{m}$ ]	10,420	12,339	1,357	11,380

<b>região de menor grau de deformação</b>			<b>Desvio Padrão</b>	<b>Média [<math>\mu\text{m}</math>]</b>
Longitudinal [ $\mu\text{m}$ ]	13,791	10,905	2,041	12,348
Transversal [ $\mu\text{m}$ ]	12,023	10,657	0,966	11,340

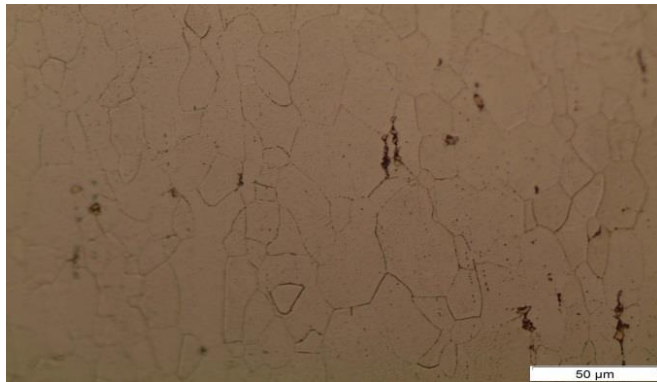
#### **Amostras referentes ao corpo de prova de maior comprimento**

<b>região de menor grau de deformação</b>			<b>Desvio Padrão</b>	<b>Média [<math>\mu\text{m}</math>]</b>
Longitudinal [ $\mu\text{m}$ ]	11,722	13,025	0,921	12,374
Transversal [ $\mu\text{m}$ ]	14,653	13,025	1,151	13,839

<b>região de maior grau de deformação</b>			<b>Desvio Padrão</b>	<b>Média [<math>\mu\text{m}</math>]</b>
Longitudinal [ $\mu\text{m}$ ]	13,397	14,653	0,888	14,025
Transversal [ $\mu\text{m}$ ]	12,339	13,025	0,485	12,682



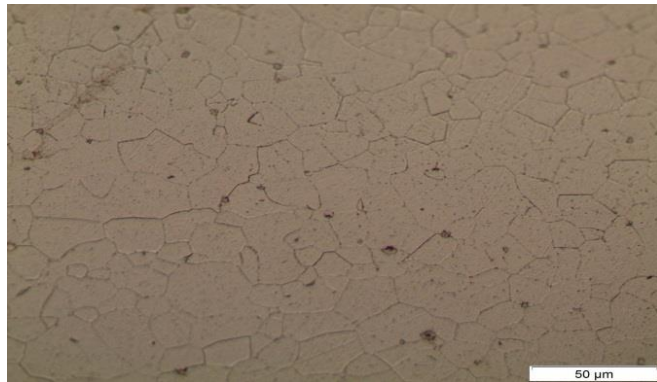
Figura 29: Micrografias do sentido longitudinal das amostras retiradas dos corpos tronco-trapezoidais recozidos a 700°C por 125 minutos; (a) região de maior grau de deformação do corpo de menor comprimento; (b) região de menor grau de deformação do corpo de menor comprimento; (c) região de maior grau de deformação do corpo de maior comprimento e (d) região de menor grau de deformação do corpo de maior comprimento.



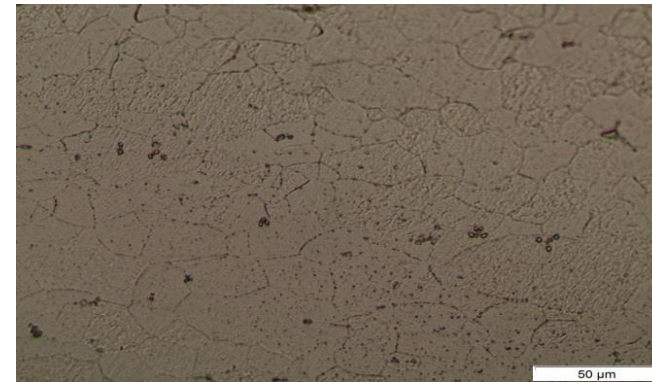
(a)



(b)



(c)



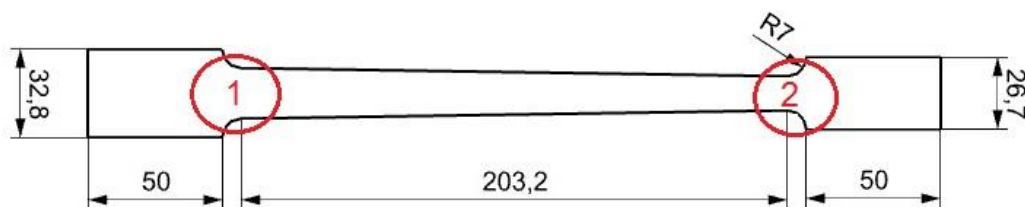
(d)

Fonte: autora.

Para o corpo tronco-trapezoidal de maior comprimento estudado a uma temperatura de 1200°C, as regiões analisadas podem ser observadas na Figura 30, a seguir. Nota-se que aquela denominada como (1) foi submetida ao menor grau de deformação enquanto a (2) a que foi submetida ao maior grau de deformação.

A Tabela 12, por sua vez, apresenta os resultados do tamanho médio de grão dessas duas regiões.

Figura 30: Indicação das regiões estudadas do corpo tronco-trapezoidal de maior comprimento, sendo a região 1 a de maior grau de deformação e a região 2 a de menor grau de deformação.

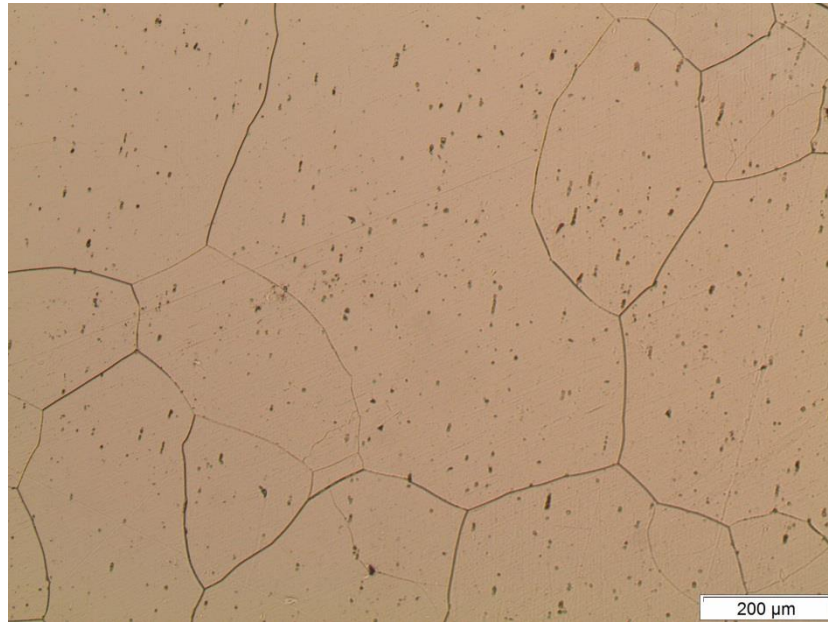


Fonte: autora.

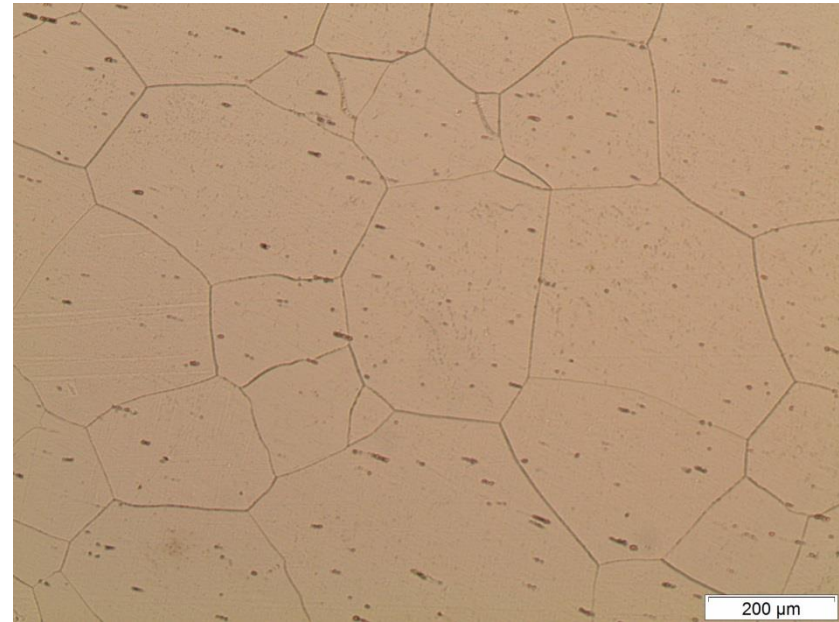
Tabela 12: Tamanho médio de grão obtido para o corpo tronco-trapezoidal de maior comprimento por meio do ataque eletrolítico com ácido oxálico utilizando nomenclaturas das regiões segundo a Figura 30.

<b>Tamanho de grão [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	
<b>Região 1</b>	234,95
<b>Região 2</b>	213,78

Figura 31: Amostras retiradas do corpo tronco-trapezoidal de maior comprimento; (a) região de menor grau de deformação e (b) região de maior grau de deformação.



(a)



(b)

Fonte: autora.



Pode-se perceber através da Tabela 12 que existe uma pequena diferença no tamanho médio de grão da região (1) para a região (2) da Figura 30, indicando que, apesar de ser pequena, formou uma distribuição heterogênea dos tamanhos de grão ao longo do corpo de prova. Possivelmente, para temperaturas de recozimento mais baixas, esta heterogeneidade será mais pronunciada, pois a uma temperatura mais alta, ocorre crescimento de grão em maior extensão que a temperaturas mais baixas. No entanto, deve-se atentar para a temperatura de transformação de fase ferrítica para austenítica que, como mostrado na Figura 28, é pouco superior a 1200°C.

## 6. CONCLUSÕES

O presente trabalho experimental permite que as seguintes conclusões sejam depreendidas:

- ❖ O modelo empírico de Tian e Zhang (1992) é o que melhor descreve o comportamento da tensão verdadeira em função da deformação verdadeira do aço por ter apresentado valor de  $R^2$  mais próximo da unidade que dos outros modelos;
- ❖ As dimensões do corpo de prova tronco-trapezoidal foram obtidas a partir dos resultados da análise do melhor modelo empírico da curva tensão-deformação verdadeiras para a investigação do efeito do grau de deformação na distribuição de tamanhos de grão recristalizado;
- ❖ O reativo de Villela com 2 g de ácido pícrico, 5 mL de ácido clorídrico e 100 mL de álcool etílico foi capaz de revelar com nitidez e homogeneidade os contornos de grão do aço estudado;
- ❖ A cinética de recristalização primária do aço estudado teve de ser investigada por não haver resultados de investigações anteriores na literatura;
- ❖ A composição do aço estudado é diferente da composição do aço UNS S43932;
- ❖ Através da investigação da cinética de recristalização realizada, determinou-se que a temperatura de recristalização mais viável para o aço estudado é de 700°C com o tempo de recristalização de 125 minutos;
- ❖ Apesar da temperatura de 700°C ser a mais indicada para a recristalização, só existe crescimento de grão em altas temperaturas, como em 1200°C, logo no primeiro minuto, porém, a esta temperatura, o material oxida se recozido em atmosfera não controlada;
- ❖ O corpo de prova tronco-trapezoidal recozido a 1200°C indicou pequena diferença no tamanho de grão entre as regiões de menor e maior grau de deformação, levando a hipótese de que a temperatura utilizada talvez seja muito elevada para se obter a distribuição heterogênea desejada de tamanhos de grão.

## 7. CRONOGRAMA DE TRABALHO

As atividades a seguir representam o plano de trabalho seguido pela bolsista de iniciação científica. Tais atividades foram cumpridas de acordo com o cronograma previsto, como pode ser visto nesse item.

- 1) Conhecimento das dependências onde a bolsista irá realizar os ensaios tanto de tração como a usinagem dos corpo de prova como os tratamentos térmicos, preparação metalográfica e análise quantitativa (metalográfica);
- 2) Preparação e atualização da bibliografia sobre o efeito do grau de deformação na cinética de recristalização e crescimento de grão em aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos, esses últimos a título comparativo;
- 3) Leitura dos ensaios preliminares do orientador assim como a tese do orientador;
- 4) Ensaio preliminares procurando determinar as propriedades mecânicas do aço inoxidável ferrítico e a escolha do melhor modelo para previsão da tensão verdadeira necessária para a realização do ensaio de tração no corpo de prova tronco-trapezoidal;
- 5) Tratamentos térmicos visando a investigação da temperatura ótima para recristalização, no tempo de uma hora, que conduza a uma estrutura de tamanhos de grão heterogênea;
- 6) Análise metalográfica do tamanho médio de grão em função das posições do corpo de prova deformado a frio e recozido para recristalização;
- 7) Análise da reprodutibilidade da sequência de deformação plástica a frio e recozimento para recristalização;
- 8) Análise dos resultados e do efeito estudado;
- 9) Preparação de artigos visando apresentação em Congresso Nacional ou Internacional na área de metalurgia física e no Simpósio de Iniciação Científica do próprio Centro Universitário da FEI.

Atividade N°	Descrição
01	Conhecimento dos equipamentos e seções
02	Revisão bibliográfica
03	Confecção de amostras-padrão
04	Ensaio de tração preliminar
05	Estabelecimento de um procedimento padrão para confecção das amostras
06	Análise do melhor modelo de tensão-deformação verdadeiras
06	Ensaio de tração do corpo de prova tronco-trapezoidal
07	Análise do tratamento térmico de recozimento para recristalização e seu efeito no tamanho médio de grão para variados graus de deformação
08	Preparação metalográfica e análise quantitativa
09	Análise dos resultados
10	Preparação de trabalho para ser submetido a um Congresso na Área de Metalurgia Física e Simpósio de Iniciação Científica da FEI

Atividade N°.	Mês 1	Mês 2	Mês 3	Mês 4	Mês 5	Mês 6	Mês 7	Mês 8	Mês 9	Mês 10	Mês 11	Mês 12
01	Realizado											
02	Realizado	Realizado	Realizado		Realizado	Realizado						
03	Realizado	Realizado										
04			Realizado	Realizado	Realizado							
05			Realizado	Realizado	Realizado	Realizado						
06				Realizado	Realizado	Realizado						
07						Realizado			Realizado			
08							Realizado	Realizado	Realizado			
09							Realizado	Realizado	Realizado			
10										Realizado	Realizado	Realizado

### Legenda

Realizado	
A realizar	

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABBASCHIAN, Reza; ABBASCHIAN, Lara; REED-HILL, Robert E.. **Physical Metallurgy Principles**. Boston: Publishing Company. 1992.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Metallography and Microstructures**. Ohio: ASM International. v.9, 1184p., 2004.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Characterizing Duplex Grain Sizes. (E1181-87) **Annual Book of ASTM Standards**. Section 3: Metals Test Methods and Analytical Procedures, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, Pa., v.03.01, p.867-80, 1993.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. **Annual Book of ASTM Standards**. 29p., 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. **Annual Book of ASTM Standards**. v.03.01, 28p., 2013b.

ANDERSON, W.A.; MEHL, R.F. Recrystallization of Aluminum in Terms of the Rate of Nucleation and the Rate of Growth. **Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers**. v.161, p.140-67, 1945.

APERAM SOUTH AMERICA. **Aço Inox – Especificações Técnicas**. 4p. s.d.

ASSMUS, F.V.; DETERT, K.; IBE, G. Über Eisen-Silizium mit Wülfertextur. II. Ausbildung der Textur. **Zeitschrift für Metallkunde**. v.48, p.344-9, 1957.

AUST, K.T. Principles of Crystal Growth from the Solid State in Relation to the Preparation of Large Crystals. **Journal of Crystal Growth**. v.13/14, p.57-61. In: 3<sup>rd</sup>.

INTERNATIONAL CONFERENCE ON CRYSTAL GROWTH. Marseille, Jul. 1971. North-Holland Publishing Company, Amsterdam, 1972.

BECK, P.A. Effect of Recrystallized Grain Size on Grain Growth. **Journal of Applied Physics**. v.19, p.507-9, 1948.

BECK, P.A.; HOLZWORTH, M.L.; SPERRY, P.R. Effect of a Dispersed Phase on Grain Growth in Al-Mn Alloys. **Transactions of the American Institute for Metallurgical Engineers**. v.180, p.163-92, 1948.

BECK, P.A.; KREMER, J.C.; DEMER, L.J.; HOLZWORTH, M.L. Grain Growth in HighPurity Aluminum and in an Aluminum-Magnesium Alloy. **Transactions of the American Institute for Metallurgical Engineers**. v.175, p.372-400, 1947.

BELYAKOV, A.; KIMURA, Y.; TSUZAKI, K. Recovery and recrystallization in ferritic stainless steel after large strain deformation. Japan. 2005.

BUCKLEY, C.G. **Crystal Growth**. John Willey & Sons., Chapman & Hall, New York, 1951. Cap.2, p.43-104: The Artificial Preparation of Crystals.

BURKE, J.E.; TURNBULL, D. Recrystallization and Grain Growth. **Progress in Metal Physics**. v.3, p.220-92, 1952.

CAHN, R.W. **Physical Metallurgy**. North-Holland Publishing Co., American Elsevier Publishing Company, 2<sup>a</sup> ed., Amsterdam, 1970a. In: Mehl, R.F., Cap. 1, p.1-31: The Historical Development of Physical Metallurgy.

CAHN, R.W. **Physical Metallurgy**. North-Holland Publishing Co., American Elsevier Publishing Company, Amsterdam, 1970b, Cap. 19, p.1129-97: Recovery and Recrystallization.

CALLISTER, W.D. **Materials Science and Engineering**. New York: John Willey & Sons. 975p. 2007.

CARPENTER, H.C.H. Author's Reply to Discussion; Discussion on Carpenter and Elam's Paper: Crystal Growth and Recrystallization in Metals. **Journal of the Institute of Metals**. v. 24, n.2, p.152-4, 1920.

CARPENTER, H.C.H.; ELAM, C.F. Crystal Growth and Recrystallization in Metals. **Journal of the Institute of Metals**. v.24, n.2, p.83-131, 1920.

CARPENTER, H.C.H.; ELAM, C.F. Stages in the Recrystallization of Aluminium Sheet on Heating: With a Note on the Birth of Crystals in Strained Metals and Alloys. v.25, p.259-80, 1921a.

CARPENTER, H.C.H.; ELAM, C.F. The Production of Single Crystals of Aluminium and their Tensile Properties. **Proceedings of the Royal Society A**. v.100, p.329-53, 1921b.

CARPENTER, H.C.H.; TAVERNER, L. The Effects of Heat of Various Temperatures on the Rate of Softening of Cold-Rolled Aluminium Sheet. **Journal of the Iron and Steel Institute**. v.18, n.2, p.115-55, 1917.

CARPENTER TECHNOLOGY CORPORATION. A Guide to Etching Specialty Alloys for Microstructural Evaluation. Disponível em: <[http://www.carttech.com/news.aspx?id=578&terms=\\*etchants\\*](http://www.carttech.com/news.aspx?id=578&terms=*etchants*)> . Acesso em: 10 set. 2015

CHAPPELL, C. The Recrystallization of Deformed Iron. **Journal of the Iron and Steel Institute**. v.15, n.1, p.460-98, 1914.

CHARPY, M.G. Sur la Maladie de L'écrouissage dans L'acier. **Revue de Métallurgie. Mémoires**. v.7, p.655-6, 1910.

COTTERILL, P.; MOULD, P.R. **Recrystallization and Grain Growth in Metals**. Halsted Press, John Wiley & Sons., New York, 1976a.

COTTERIL, P.; MOULD, P.R. **Recrystallization and Grain Growth in Metals**. Halsted Press, John Wiley & Sons, New York, 1976b. Cap. 4, p.60-114: Phenomena Involved in Primary Recrystallization.

COTTERIL, P.; MOULD, P.R. **Recrystallization and Grain Growth in Metals**. Halsted Press, John Wiley & Sons., New York, 1976c. Cap. 10, p.326-42: Technological Aspects of Recrystallization and Grain Growth.

CHRISTIAN, J.W. **The Theory of Transformations in Metals and Alloys**. Pergamon Press, Oxford. Chap. 7: The Theory of Dislocations. p.224-305, 1965.

DIETER, G.E. **Metalurgia Mecânica**. Guanabara Dois, Rio de Janeiro. Parte 2: Fundamentos de Metalurgia. Cap. 4: Deformação Plástica de Monocristais. 2<sup>a</sup>. p.92129, 1981.

DUNN, C.G.; WALTER, J.L. Secondary Recrystallization. In: **Recrystallization, Grain Growth and Textures**. Ohio, American Society for Metals, 1966. p.461-521.

DUTRA, J.C. Cinética de Crescimento Anormal de Grãos em Aços Inoxidáveis Austeníticos Fe-15%Cr-15%Ni com e sem Partículas de Segunda Fase. **Tese**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo. Orientador: Ângelo Fernando Padilha. 210p., 1997.

DUTRA, J.C. Crescimento Anormal de Grãos em Aços para Cementação. **Dissertação**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo. Orientador: Ferdinando Luiz Cavallante. 220p., 1994.

DUTRA, J.C. **Resultados Preliminares (Notas)** da Tese de Doutorado "Cinética de Crescimento Anormal de Grãos em Aços Inoxidáveis Austeníticos Fe-15%Cr15%Ni com e sem Partículas de Segunda Fase" **Tese**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo. Orientador: Ângelo Fernando Padilha. 210p., 1997.

DUTRA, J.C. Cinética de Recristalização do Aço Inoxidável Ferrítico UNS S43932. **Projeto de Iniciação Científica**. Em composição.

EASTWOOD, L.W. **Discussion** in "Recrystallization of Aluminum in Terms of the Rate of Nucleation and the Rate of Growth". **Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers**. v.161, p.168-9, 1945.

ELAM, C.F. **Distortion of Metal Crystals**. Clarendon Press., Oxford, 1935. Cap.1, p.1-7: Introduction. Preparation of Metal Crystals.

EWING, J.A.; ROSENHAIN, W. The Crystalline Structure of Metals. **Philosophical Transactions of the Royal Society**. v.65, p.85-90, 1899.

EWING, J.A.; ROSENHAIN, W. The Crystalline Structure of Metals. **Philosophical Transactions of the Royal Society A**. v.193, p.353-72, 1900.

FEITKNECHT, W. Crystal Growth in Recrystallized Cold-Worked Metals. **The Journal of the Institute of Metals**. v.35, n.1, p.131-72, 1926.

GLADMAN, T. On the Theory of the Effect of the Precipitate Particles on Grain Growth in Metals. **Proceedings of the Royal Society**. v.194A, p.298-309, 1966.

HANSON, D. Rapid Recrystallization in Deformed Non-Ferrous Metals. **Journal of the Institute of Metals**. v.20, n.2, p.141-5, 1918.

HILLERT, M. On the Theory of Normal and Abnormal Grain Growth. **Acta Metallurgica**. v.13, p.227-38, 1965.

HOLLOMON, J.H. Tensile Deformation. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**. n. 162, p. 286-290, 1945.

HONEYCOMBE, R.W.K. The Growth of Metal Single Crystals. **Metallurgical Reviews**. v.4, n.13, p.1-47, 1959.

HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. Recrystallization of Single-Phase Alloys. Cap. 7: p.215-268. In: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2ed., Oxford: Elsevier, 617p., 2004.

JACQUET, G. Étude de la cinétique de recristallisation au cours du laminage à chaud d'aciers inoxydables stabilisés. **Tese**. Laboratoire Georges Friedel. École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne. 2013.

JEFFRIES, Z. Grain Growth Phenomena in Metals. **Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers**. v.56, p.571-81, 1917.

JEFFRIES, Z. Grain Growth in Metals. **Journal of the Institute of Metals**. v.20, n.2, p.109-40, 1918.

JEFFRIES, Z.; ARCHER, R.S. **The Science of Metals**. London, McGraw-Hill Book Company, Inc., 1924. Cap. 5, p.86-114: Grain Growth and Recrystallization.

Kuzucu, V.; Aksoy, M.; Korkut, M. H. **The Effect of Strong Carbide-forming Elements such as Mo, Ti, V and Nb on the Microstructure of Ferritic Stainless Steel**. 1997.

Le CHATELIER, H. Notes de Métallographie. **Revue de Métallurgie. Mémoires**. v.8, p.367-76, 1911.



LIPPOLD, J.C. **Welding Metallurgy and Weldability**. John Wiley & Sons. Apêndice D: Etching Techniques, p.388-395, 2015.

LUDWIGSON, D. Modified Stress-Strain Relation for FCC Metals and Alloys. **Metallurgical Transactions**. v.2, n.10, p.2825-2828, 1971. Acesso somente ao resumo.

MORETTIN, L.G. **Estatística Básica**. Rio de Janeiro: Makron. 375p., 2010.

MATHEWSON, C.H.; PHILLIPS, A. Recrystallization of Cold-Worked Alpha Brass on Annealing. **Transactions of the American Institute of Mining Engineers**. v.54, p.608-70, 1916.

MULLINS, W.W. The Effect of Thermal Grooving on Grain Boundary Motion. **Acta Metallurgica**. v.6, p.414-27, Jun.1958.

PACE TECHNOLOGIES. Metallographic Stainless Steel Etchants. Disponível em:  
<<http://www.metallographic.com/Etchants/Stainless%20steel%20etchants.htm>  
>. Acesso em 14 de nov. de 2015.

PADILHA, A.F.; SICILIANO Jr., Fúlvio **Encruamento, recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais. São Paulo. Cap.3: Início da Recristalização, p.17-27, 1995a.

PADILHA, A.F.; SICILIANO Jr., Fúlvio **Encruamento, recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais. São Paulo. Cap.4: Crescimento das Regiões Recristalizadas, p.28-35, 1995b.

PETERS, A.T.; BUSK, R.S.; ELLIOTT, H.E. Factors Affecting Abnormal Grain Growth in Magnesium-Alloy Castings. **Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers**. v.161, p.291-314, 1945.

PORTEVIN, M.A. Contribution a L'étude de L'influence du Recuit sur la Structure des Alliages. **Revue de Métallurgie. Mémoires**. v.10, n.6, p.677-721, 1913.

QU, H.P.; LANG, Y.P.; FAO, C.F.; YAO; H.T.; CHEN; YANG, C.Q. The effect of heat treatment on recrystallized microstructure, precipitation and ductility of hot-rolled Fe-Cr-Al-REM ferritic stainless steel sheets. China. 2012.

RIOS, P.R. A Theory for Grain Boundary Pinning by Particles. **Acta Metallurgica**. v.35, n.12, p.2805-14, 1987.

ROBIN, M.F. Développement des Grains de Recuit dans les Alliages. **Revue de Métallurgie. Mémoires**. v.10, p.758-68, 1913a.

ROBIN, M.F. Recherches sur le Développement des Grains des Métaux par Recuit après Ecrouissage. **Revue de Métallurgie. Mémoires.** v.10, p.721-57, 1913b.

SAUVEUR, M.A. Note sur la Croissance de la Ferrite au-dessous de sa Zone Critique de Température. **Revue de Métallurgie. Mémoires.** v.9, p.1086-91, 1912.

SCHMID, E.; BOAS, W. **Plasticity of Crystals (with special reference to metals).** (Tradução do alemão para o inglês) Chapman and Hall Ltd. London, 1968. Cap.3, p.22-33: Production of Crystals.

STEAD, J.E. Crystalline Structure of Iron and Steel. **Journal of the Iron and Steel Institute.** v.1, p.145-205, 1898.

STRUERS. Metallographic Preparation of Stainless Steel. **Application Notes.** 6p. s.d.

TIAN, X.; ZHANG, Y. Mathematical Description for Flow Curves of some Stable Austenitic Steels. **Materials Science and Engineering.** A174, L1-L3, 1994.

TIPPER, G.H. (ELAM, C.F.) **Distortion of Metal Crystals.** Oxford at Clarendon Press., 1935. Cap.14, p.156-62: Effect of Heat on Deformed Metals.

VERHOEVEN, J.D. **Fundamentals of Physical Metallurgy.** New York: John Wiley & Sons., 567p., 1975.

WILLIAMS, W.M.; EBORALL, R. Critical Strain Effects in Cold Worked Wrought Aluminium and Its Alloys. **Journal of the Institute of Metals.** v.81, p.501-12, 1952-3.