

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**INVESTIGAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS DE SUPERPLASTICIDADE DE
UM AÇO DO SISTEMA Fe-Mn-Al**

Paulo Guanabara Júnior

**SÃO CARLOS – SP
2008**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**INVESTIGAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS DE SUPERPLASTICIDADE
DE UM AÇO DO SISTEMA Fe-Mn-Al**

Paulo Guanabara Júnior

**Tese apresentada ao Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia
de Materiais como requisito parcial à
obtenção do título de DOUTOR EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Orientador: Dr. Levi de Oliveira Bueno

Agência Financiadora: CAPES

São Carlos

2008

**Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da
Biblioteca Comunitária/UFSCar**

G913ic	<p>Guanabara Jr., Paulo. Investigação das características de superplasticidade de um aço do sistema Fe-Mn-Al / Paulo Guanabara Júnior. – São Carlos: UFSCar, 2008. 257 f.</p> <p>Tese (Doutorado) – Universidade Federal de São Carlos, 2008.</p> <p>1. Superplasticidade. 2. Fluência. 3. Deformação plástica. 4. Sensibilidade a taxa de deformação. 5. Ligas Fe-Mn-Al. I. Título.</p> <p>CDD: 620.17 (20ª)</p>
--------	---

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA TESE DE DOUTORADO DE
PAULO GUANABARA JÚNIOR
APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS, DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO
CARLOS, EM DATA: 29 fevereiro de 2008

BANCA EXAMINADORA:

LEVI DE OLIVEIRA BUENO
ORIENTADOR
DEMA / UFSCar

VICTOR LUIZ SORDI
DEMA / UFSCar

THOMAZ ISHIKAWA
DEMA / UFSCar

LUIZ CARLOS CASTELETTI
EESC / USP

DIRCEU SPINELLI
EESC / USP

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Prof. Dr. Levi de Oliveira Bueno por ter me aceito num momento de transição, e pela paciência e oportunidades durante todo o desenvolvimento deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Luis Carlos Casteletti da EESC/USP pelo fornecimento de vários lingotes da liga estudada neste trabalho, e pelo amplo apoio durante a etapa de caracterização metalográfica do material. Em especial ao técnico Ezequiel da mesma instituição, cujo auxílio foi inestimável nesta fase.

Aos amigos do Setor de METAIS do DEMa / UFSCar, dos quais tive apoio, companheirismo e amizade nos momentos mais críticos. Não vou enumerá-los todos para não correr o risco de esquecer algum, mas eles sabem que sempre os terei em consideração.

Ao Prof. Dr. Alberto J. Moreira Jr. da Microscopia Eletrônica pelo uso do Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) do DEMa/UFSCar nas análises de MEV. Em especial à técnica Isabel, também do LCE, cujo apoio foi fundamental desde muito antes do início deste trabalho.

Ao técnico do Laboratório de Ensaio Mecânicos do DEMa/UFSCar José Luis dos Santos, pela ajuda, cooperação e paciência nos experimentos de tração a quente. Ao técnico do Laboratório de Tratamento Térmico do DEMa/UFSCar Rover Belo, nas fases de tratamento e laminação. Aos técnicos Marcos Ferrari e Edson Roberto D'Almeida do Laboratório de Micrografia Ótica do DEMa/UFSCar, pela ajuda e cooperação. Em especial à STM (Sistemas de Teste em Materiais Ltda.) que cedeu recursos para usinagem de garras e de todos os corpos de prova, disponibilizando máquinas de fluência e de tração para os ensaios em altas temperaturas e equipamento de microscopia ótica.

Ao técnico Renato Isaac Cardoso pelo auxílio durante a etapa de ensaios de fluência.

À minha família pelo apoio e compreensão durante todo este período, especialmente a Carmem companheira dos momentos bons e ruins e que esteve sempre ao meu lado. Ao Rafael e a Camila pelos filhos que são.

iv

A CAPES, pelo apoio financeiro que permitiu a realização deste trabalho.

RESUMO

Os aços austeníticos do sistema Fe-Mn-Al, bastante estudados nos últimos anos, indicam bom potencial de aplicação devido a vantagens como densidade (cerca de 15% menor que a dos aços inoxidáveis tradicionais), e boas propriedades mecânicas em temperaturas ambiente e criogênica, apresentando-se, em alguns casos, como alternativa de substituição de certas ligas do sistema Fe-Cr-Ni. No entanto, a literatura apresenta muito pouca informação sobre suas propriedades mecânicas em altas temperaturas, como no caso de tração a quente e fluência, por exemplo. O fenômeno de escoamento superplástico, em especial, permanece inteiramente inexplorado neste tipo de aço.

Este trabalho teve como principal objetivo caracterizar sistematicamente pela primeira vez o comportamento superplástico de um aço austenítico desse tipo, com composição Fe-24.5Mn-6.5Al-1.5Si- 1.1C (% peso). O material foi preparado utilizando-se diferentes rotas de processamento termomecânico, para obtenção de chapas com espessura da ordem de 1 mm, com estrutura de grãos finos e equiaxiais, tendo duas fases: austenita / ferrita, com tamanho médio em torno de 3 μm .

O material foi ensaiado tanto em máquinas de tração (com velocidades constante do travessão) como de fluência (a carga constante) numa faixa de temperatura de 600°C a 1000°C, envolvendo taxas de deformação variando de 10^{-6} a 1 s^{-1} . Em um dos métodos de ensaios de tração, diferentes amostras foram ensaiadas até a ruptura em velocidades e temperaturas distintas. Numa outra modalidade do mesmo ensaio, as amostras foram submetidas a uma seqüência de saltos de velocidade de tração, ao atingir a carga máxima, em uma certa temperatura. Em ambos os casos, foi possível determinar o parâmetro m (expoente de sensibilidade à taxa de deformação). Os ensaios de fluência permitiram obter valores dos parâmetros n (expoente de tensão), Q_f (energia de ativação aparente de fluência) e σ_0 (tensão limiar). Com os ensaios que foram prolongados até a ruptura (tração a quente e

fluência) determinou-se também valores de ϵ_f (alongamento máximo na ruptura).

Os resultados tanto dos ensaios de tração como de fluência foram comparados entre si e apresentaram boa concordância em ambos os procedimentos. Os maiores valores de ϵ_f (da ordem de 660 %) associados aos maiores valores de m (da ordem de 0,54) foram observados a 800°C, para taxas de deformação na faixa de 10^{-4} a 10^{-3} s^{-1} (no caso dos ensaios de tração) e tensões aplicadas entre 20 a 50 MPa (no caso dos ensaios de fluência).

Ensaio de tração a *taxa de deformação constante* e de fluência a *tensão constante*, nessa temperatura, permitiram obter valores ainda maiores desses parâmetros, na região de máxima sensibilidade à taxa de deformação. No caso de um ensaio de tração com $\dot{\epsilon} = 2,47 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ chegou-se a $\epsilon_f = 750\%$ e no caso de fluência com $\sigma = 30 \text{ MPa}$ atingiu-se um valor de $\epsilon_f = 737\%$ (sem ruptura da amostra).

Medidas de energia de ativação a partir dos ensaios de fluência indicaram que a liga Fe-Mn-Al apresenta valores próximos dos de autodifusão em contornos de grão do Fe na Austenita, concordando com o que se espera do processo de escoamento superplástico.

A análise dos resultados de fluência indicou também que o material apresenta uma Tensão Limiar (σ_0) variando de 6 – 7 MPa nas temperaturas de 700 a 800°C, e de $\approx 30 \text{ MPa}$ a 900°C, podendo todos os dados de variação da Taxa de Deformação com a Tensão (diagrama de Norton) ser racionalizados por um único expoente de tensão $n = 2$, típico do mecanismo de escorregamento de contornos de grãos.

Observações metalográficas por microscopia ótica das amostras ensaiadas tanto em tração como fluência indicaram que a estrutura granular permanece equiaxial e praticamente estável, mesmo após os grandes alongamentos atingidos em cada temperatura, caracterizando a condição superplástica conseguida neste trabalho para a liga Fe-Mn-Al.

INVESTIGATION ON THE SUPERPLASTIC CHARACTERISTICS OF AN Fe-Mn-Al ALLOY

ABSTRACT

The alloys of Fe-Mn-Al system have been rather studied in last few years indicating good potential for application, with the benefit of exhibiting 10 to 15% less density, coupled to good performance related to its mechanical properties and strength at room and cryogenic temperatures, being an alternative for replacing some alloys of the Fe-Cr-Ni system, in certain situations. However, the literature presents a very limited amount of information about the mechanical properties of these materials at high temperatures, as in the case of hot tensile and creep testing. The superplasticity phenomenon remains as an entirely unexplored issue for this kind of steel.

This work was planned with the objective of undertaking for the first time a systematic study on the superplastic behavior of an austenitic steel of this system, with chemical composition Fe-24.5Mn-6.5Al-1.5Si-1.1C (weight %). The material was prepared by different thermomechanical processing routes, so as to obtain sheets with thickness around 1 mm, having a fine grained equiaxial, dual phase austenite / ferrite structure, with grain size around 3 μm . The material was submitted to both tensile testing (at constant crosshead speed) and creep testing (at constant load), on a temperature range from 600 to 1000 $^{\circ}\text{C}$, and strain rates ranging from 10^{-6} to 1 s^{-1} .

A set of tensile tests was carried out monotonically using separate specimens until rupture under different combinations of crosshead speed and temperature. In another set the specimens were subjected to a sequence of crosshead speed changes at the ultimate tensile stress level, at a certain temperature. In both case the parameter m (strain rate sensitivity exponent) could be determined. The creep experiments enabled obtaining parameters like n (the stress exponent), Q_f (the apparent activation creep energy) and σ_0 (the threshold stress). Values of ϵ_f (maximum elongation observed at rupture) could be also obtained from both the tensile test and creep tests.

The results from both procedures, i.e. tensile and the creep testing, were compared together showing good agreement with each other. The largest values of ϵ_f (around 660 %) associated to the largest m values (around 0,54) were observed at 800°C, for strain rates in the range from 10^{-4} to 10^{-3} s^{-1} (in the case of tensile testing) and applied stress in the range from 20 to 50 MPa (in the case of creep testing).

Tensile tests carried at *constant strain rate* and creep tests carried out at *constant stress* allowed even greater values of these parameters to be achieved, at the maximum strain rate sensitivity region. A tensile test performed at constant $\dot{\epsilon} = 2,47 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ produced a maximum elongation at rupture $\epsilon_f = 750\%$ and a creep test with constant $\sigma = 30 \text{ MPa}$ a maximum elongation $\epsilon_f = 737 \%$ (without rupture of the specimen).

Measurements of activation energy from creep tests indicated that the Fe-Mn-Al alloy exhibits values around that of grain boundary self diffusion of Fe in Austenite, in agreement with which is expected from the superplastic flow process.

The analysis of creep test results also revealed that the material presents a Threshold Stress (σ_0) around 6 – 7 MPa from 700 to 800°C, and $\sigma_0 \approx 30 \text{ MPa}$ at 900°C. In this way, all the data from the variation of strain rate with stress (Norton diagram) could be rationalized by a single stress exponent $n = 2$, which is typical of the grain boundary sliding mechanism.

Metallographic observation by optical microscopy on specimens from both the tensile and creep tests indicated that the grain size structure remains equiaxial and essentially stable even after the great levels of deformation attained at the various temperatures, which confirms the superplastic behavior condition achieved in this work.

PUBLICAÇÕES

- GUANABARA JR., P.; BUENO, L.O. Superplasticity of Fe-Mn-Al austenitic stainless steel. Apresentados no : IV Encontro da SBPMat – Sociedade de Pesquisa em Materiais.....Foz do Iguaçu-PR. Out. 2004.
- GUANABARA JR., P.; BUENO, L.O. Superplastic behavior of Fe-Mn-Al duplex stainless steel. Apresentado no: 18º INTERNATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING, COBEM 2005. **Anais...** Ouro Preto-MG. Novembro 2005.
- GUANABARA JR., P.; BUENO, L.O. Assessing the superplastic behavior of an Fe-Mn-Al austenitic stainless steel. Apresentado: 61º CONGRESSO ANUAL DA ABM. **Anais**Rio de Janeiro-RJ. Julho 2006.
- GUANABARA JR., P.; BUENO, L.O. Strain rate sensitivity of the thin sheet Fe-Mn-Al austenitic steel. In: V Encontro da SBPMat, BRAZILIAN MRS MEETING 2006..... Florianópolis-SC. Outubro 2006.
- GUANABARA JR., P.; BUENO, L.O. Assessing possible application of Fe-Mn-Al austenitic steel in hoting forming process. In: 4º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO. **Anais** ... São Pedro-SP. Abril 2007.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
BANCA EXAMINADORA	i
AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT.....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO	xi
ÍNDICE DE TABELAS.....	xv
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xvii
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES.....	xxxiii
1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 Considerações Gerais.....	3
2.2 O Sistema Fe-Mn-Al	4
2.3 Cronologia da superplasticidade	12
2.4 A superplasticidade.....	14
2.4.1 Conceituação de superplasticidade.....	14
2.4.2 A superplasticidade estrutural.....	17
2.4.2.1 Requisitos para a superplasticidade estrutural.....	17
2.4.3 Escoamento plástico.....	19
2.4.3.1 Características gerais do escoamento.....	19
2.4.3.2 Fenômeno de encruamento e sensibilidade à taxa de deformação.....	25
2.4.3.3 Fenômeno de fluência.....	29
2.4.3.4 Relação entre tensão e taxa de deformação.....	30
2.4.4 Modelos para deformação superplástica estrutural.....	36
2.4.5 Cavitação.	42
2.4.6 A conformação superplástica.....	44
2.4.6.1 Fundamentos de Manufatura.....	44
2.5 Técnicas experimentais para o estudo de superplasticidade	55

3 MATERIAIS E METODOS	61
3.1 Materiais.....	61
3.1.1 Composição química	68
3.1.2 Caracterização microestrutural	68
3.2 Metodologia	69
3.2.1 Processamento do material na forma de chapa fina	72
3.2.2 Caracterização pelo alongamento.....	73
3.2.2.1 Curva de tensão real por deformação	75
3.2.3 Estudos de recristalização e crescimento de grão.....	76
3.2.4 Ensaio de tração	77
3.2.5 Ensaio de fluência	79
3.2.5.1 Observações quanto aos resultados dos ensaios de tração e fluência	82
3.2.5.2 Considerações sobre os valores do expoente de tensão (n) e a energia de ativação (Q_f) para fluência	83
3.2.5.3 Ensaio de tração com taxa de deformação constante e fluência a tensão constante	85
3.2.5.3.1 Fluência a tensão constante	87
3.2.5.4 Considerações sobre o Limiar de Tensão (Threshold Stress, σ_0) no comportamento superplástico do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2 ...	89
3.2.6 Caracterização microestrutural	90
3.3 Dispositivos e equipamentos	91
3.3.1 Dispositivo de fixação e corpo-de-prova	91
3.3.2 Tratamentos térmicos	92
3.3.3 Laminação	92
3.3.4 Dureza	92
3.3.5 Ensaio de tração	93
3.3.6 Ensaio de fluência	94
3.3.7 Caracterização microestrutural	95
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	97
4.1 Primeira etapa do trabalho : Estudo do material na condição SL.....	97
4.1.1 Ensaio de Tração a Quente até a ruptura com V_T constante,	97

4.1.2 Ensaio de Dureza e Microestruturas do material ensaiado em tração com V_T constante até a ruptura.....	104
4.1.3 Ensaio de Tração a Quente com variação em V_T	111
4.2 Segunda Etapa do trabalho: Estudo de recristalização crescimento de grão do material	117
4.2.1 Tratamentos térmicos realizados e medidas de dureza	118
4.2.2 Microestruturas do material tratado	122
4.3 Terceira Etapa do trabalho: Estudo do material nas condições SLT1, SLT2 e SLT3	137
4.3.1 Ensaio de Tração a Quente com variação de V_T na faixa de temperatura de 600 a 1000°C	137
4.3.2 Microestruturas do material nas condições SLT1, SLT2 e SLT após os ensaios de Tração a Quente	150
4.3.3 Ensaio de Fluência a carga constante, até a ruptura, nas condições SLT1, SLT2 e SLT3 a 900°C	160
4.4 Quarta Etapa do trabalho: complementação do estudo do material na condição SLT2 (que exibiu melhor comportamento superplástico).....	172
4.4.1 Caracterização em tração à temperatura ambiente	172
4.4.2 Ensaio de Fluência a carga constante, até a ruptura	175
4.4.3 Ensaio de Tração até a ruptura com V_T constante a 800°C.....	184
4.4.4 Valores do Expoente de Tensão (n) e a Energia de Ativação (Q_f) para Fluência	187
4.4.5 Ensaio de tração com taxa de deformação constante e fluência a tensão constante	206
4.4.5.1 Tração a taxa de deformação constante	207
4.4.5.2 Fluência a Tensão constante	209
4.4.5.3 Comparação entre o resultado de Fluência a Tensão Constante e o de Tração a Taxa de Deformação constante	213
4.4.5.4 Comparação entre os resultados de Fluência a Carga Constante e o de Tração a Velocidade de Tração constante	217
4.4.6 Microestruturas do Material Ensaio na condição SLT2	219

4.4.7 Limiar de Tensão (Threshold Stress $-\sigma_0$) no comportamento superplástico do aço Fe-Mn- Al na condição SLT2	230
5 CONCLUSÕES	235
6 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	239
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	241

ÍNDICE DE TABELAS

	Pag.
Tabela 2.1 – Fatores que influem no deslizamento de contornos de grão	38
Tabela 2.2 – Processos e materiais alternativos a conformação superplástica	51
Tabela 2.3 – Fatores para escolha de um processo superplástico	52
Tabela 2.4 – Vantagens tecnológicas de um material superplástico durante a conformação [1].....	53
Tabela 2.5 – Processos de conformação superplástica do material [126]	54
Tabela 2.6 – Processos de conformação superplástica de chapas [126].	55
Tabela 4.1 – Temperaturas e tempos utilizados nos tratamentos térmicos, com as respectivas durezas médias HV ₁₀	109
Tabela 4.2 – Dados de fluência do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2 a 900°C	172
Tabela 4.3 – Quadro comparativo dos valores de n, de corpos-de-prova de aço austenítico Fe-Mn-Al de material na condição SLT1; SLT2 e SLT3, nas temperaturas de 700°C; 800°C e 900°C	184
Tabela 4.4 – Cálculo da correção da velocidade de tração, para manter é constante em 2.469E-04 s ⁻¹ para o ensaio à temperatura de 800°C, com V _T = 0,1 mm / min até o pico de tensão. Obs.: vista parcial da tabela Excel	191
Tabela 4.5 – Cálculos de correção de carga para execução de um ensaio de fluência com $\sigma = 30$ MPa a tensão constante	196
Tabela 4.6 – Ensaio a tensão / taxa constante : 800°C	198

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pag.
Figura 2.1 – Seção isotérmica a 760°C do diagrama Fe-Mn-Al proposto por Schmatz e Zackay [29]	5
Figura 2.2 – Seção isotérmica do diagrama Fe-Mn-Al obtida: a) 650°; b) 750°C;c) 850°C;d) 1000°C conforme Shvedov e Goretskii [38]	7
Figura 2.3 – Diagrama de fases estrutural do sistema ternário Fe-Mn-Al de 1000°C [53]	10
Figura 2.4 – (a) Curva tensão nominal (S)x deformação nominal (e) para liga eutética superplástica Sn-Pb [24]. (b) Curva esquemática real de tensão (σ) x deformação (ϵ) para um material superplástico [24]	21
Figura 2.5 – (a) Esquema ilustrativo da ocorrência de deformação plástica homogênea em materiais superplásticos, (b) Passos de formação de instabilidade que provocará ruptura do material e crescimento preferencial de um único pescoço [112]	22
Figura 2.6 – Representação da relação entre tensão de escoamento e taxa de deformação (curva superior). O valor m corresponde a inflexão instantânea da curva superior . E m está relacionado nas ordenadas da curva inferior. Região II ocorre o comportamento superplástico do material [102]	24
Figura 2.7 – Comportamento da curva tensão x deformação e conseqüente diminuição de n' (expoente de encruamento) com o aumento da temperatura [117]	26
Figura 2.8 – Curvas típicas de: a) Ensaio de Relaxação de Tensão; b) Ensaio de Fluência	27
Figura 2.9 – Variação típica da curva tensão x deformação mostrando as regiões de domínio dos parâmetros n', m, função da temperatura de ensaio, [116, 117].....	28

Figura 2.10 – Gráfico de deformação em função do tempo, material ensaiado por fluência com os 3 estágios característicos deste fenômeno.	30
Figura 2.11 – Rotas hipotéticas de movimentação dos átomos durante a deformação [111]	32
Figura 2.12 - Representação esquemática dos dois procedimentos diferentes usados para a plotagem logarítmica dos dados mecânicos de materiais superplásticos : (a) tensão x taxa de deformação;(b) taxa de deformação x tensão, conforme Langdon [102]	36
Figura 2.13 – (a) Modelo de difusão, Ashby e Verrall [120]; (b) difusão durante os rearranjos; (c) difusão não contemplada no modelo original [114]	39
Figura 2.14 – Mecanismo de fluência por difusão [113].	40
Figura 2.15 – Deslizamento Cooperativo de Contornos de Grão [113]	41
Figura 2.16 – Influência do início de estricção na tensão de escoamento em tração, [1].....	46
Figura 2.17 – Fatores que influenciam no valor de m [1]	47
Figura 2.18 – Efeito da variação de velocidade de tração na força durante a conformação [98]	47
Figura 2.19 – Procedimento de determinação do expoente de sensibilidade à taxa de deformação, [98]	48
Figura 2.20 – Variação de m em função da taxa de deformação $\dot{\epsilon}$, tamanho de grão e temperatura [1].....	48
Figura 2.21 – Efeito da variação da área da secção transversal do corpo de prova no decréscimo da taxa $\frac{dA}{dt}$ conforme Dieter	49
Figura 2.22 – Variação da : a) Tensão de Escoamento; b) Expoente m e c) Alongamento Final – em função da Taxa de Deformação, nas 3 regiões da curva senoidal [1].....	50
Figura 2.23 – Sensibilidade à Taxa de Deformação x Temperatura para diferentes processos de conformação, em ligas de Al [1,113,126].....	51

Figura 2.24 – Campos de aplicação de diferentes processos de manufatura [126].....	55
Figura 2.25 – Gráficos da: a) Relação de Norton; b) Relação de Monkman-Grant; c) gráfico de Arrhenius.	59
Figura 3.1 – Rota de Processamento para obtenção de Chapas Finas a partir dos Lingotes da Liga Fe-Mn-Al	62
Figura 3.2 – Primeira Etapa de Ensaios de Tração a Quente com o material na condição S L	63
Figura 3.3 – Segunda etapa, estudo das características de Recristalização e Crescimento de Grão do material na condição S L	64
Figura 3.4 – Terceira Etapa de Ensaios de Tração a Quente e Fluência para determinação da melhor condição de superplasticidade entre os Tratamentos SLT 1, SLT 2 e SLT 3.....	66
Figura 3.5 – Quarta etapa do trabalho. Material na condição SLT2, ensaiado em tração a quente e fluência, para determinação da melhor condição de superplasticidade.....	67
Figura 3.6 – Microestrutura de amostra a partir de lingote bruto de fusão da liga Fe-Mn-Al utilizado neste trabalho, na condição SL. Ataque Nital 2%.....	68
Figura 3.7 – Variação do tamanho de grão (tempo e temperatura), Cintho [147].....	70
Figura 3.8 – a) Lingote bruto de fusão; b) após tratamento de homogeneização; c) após operação de retífica; d) seccionamento em 2 partes; e)-f) após diferentes estágios de laminação; g) formato final como chapa fina com ~ 1 mm de espessura; h) amostras para os ensaios de tração e fluência.....	72
Figura 3.9 – Corpos-de-prova, desenho esquemático	74
Figura 3.10 – Curva esquemática de um ensaio de tração a quente (Tensão x Deformação Nominal) com mudanças na velocidade de tração (V_T) após alcançar o pico de tensão.	78

Figura 3.11 – Curva esquemática de Carga x Tempo representando mudança de velocidade de tração (V) para (V') no tempo. Os tempos A e B representam a mesma deformação com cargas P_A e P_B em V_T diferentes, respectivamente [36].....	78
Figura 3.12 – Desenho esquemático das tendências de $\dot{\epsilon}$ e σ durante os ensaios de: (a) tração com V_T constante; (b) fluência a carga constante...	86
Figura 3.13 – Detalhe (antes do início) do ensaio de fluência a tensão constante, com retiradas programadas de peso durante a execução, conforme montagem em uma máquina STM	88
Figura 3.14 - Desenho esquemático do perfil de came para ensaio superplástico proposto por DUDDERAR [146].....	88
Figura 3.15 - Esquema de montagem utilizada para as garras.....	91
Figura 3.16 – Desenho esquemático e dimensões dos corpos-de-prova utilizados nos ensaios de tração e fluência.....	92
Figura 3.17 – Máquina de tração (a) INSTRON 5500R com (b) forno elétrico tubular com 3 zonas de aquecimento.	93
Figura 3.18 – Máquina de ensaios de fluência a carga constante , modelo MF-100 da STM, com forno tubular de resistência elétrica.....	94
Figura 3.19 – Equipamento de microscopia eletrônica de varredura Philips XL 30 FEG / EDS com detector para microanálise de composição do material do tipo INCAX-SIGHT.....	95
Figura 4.1 – Curvas típicas de Tensão x Deformação Nominal do aço Fe-Mn-Al obtidas na primeira etapa deste trabalho: a) mesma velocidade de tração e diferentes temperaturas; b) mesma temperatura e diferentes velocidades de tração.....	98
Figura 4.2 – Variação da tensão de escoamento X temperatura, para diferentes velocidades de tração (V_T).....	99
Figura 4.3 – Variação da tensão máxima verdadeiro com o inverso da temperatura (curvas de Arrhenius).....	100
Figura 4.4 - Comparação entre este trabalho e os dados de Toscano (1983).com velocidade de tração $V_T = 0,5$ mm / min	101

Figura 4.5 – Sensibilidade da tensão X taxa de deformação verdadeira em picos de tensão nominais, com amostras diferentes / V_T em: a) 600°C; b) 700°C; c) 800°C; d) 900°C;.....	102
Figura 4.6 – Comparação entre a sensibilidade de tensão com a taxa de deformação usando amostras diferentes em temperaturas e taxas de deformação diferentes	103
Figura 4.7 – Amostras tracionadas até a ruptura com diferentes alongamentos em diferentes temperaturas e mesma velocidade $V_T = 0,05\text{mm/min}$	104
Figura 4.8 – Variação de dureza de liga Fe-Mn-Al observada na estrição em amostras ensaiadas a tração em diferentes temperaturas.....	105
Figura 4.9 – Variação de dureza em R_c de liga Fe-Mn-Al recozidas por 1 hora e resfriadas a vácuo, em amostras ensaiadas a tração em diferentes temperaturas, adaptado de Toscano (1983).....	106
Figura 4.10 – Variação de dureza e microestrutura de liga Fe-Mn-Al, na área de estrição, de amostras após ensaios de tração a: (a) 600°C.; (b) 700°C; (c) 800°C; (d) 850°C; (e) 900°C e (f) 1000°C	108
Figura 4.11 - Variação de dureza e microestrutura da liga Fe-Mn-Al na condição SL , após ensaios de tração de CP, com $V_T = 0.5\text{mm/min}$	110
Figura 4.12 – Curva típica Tensão x Deformação Nominal, de ensaio à temperatura $T = 800^\circ\text{C}$, com mudanças na velocidade de tração (V_T), após alcançar o pico de tensão,.....	111
Figura 4.13 – Comparação entre a sensibilidade do pico de tensão com a taxa de deformação usando os mesmos corpos de prova em diferentes temperaturas	113
Figura 4.14 – Comparação da sensibilidade à taxa usando uma única amostra e amostras diferentes 800°C	114
Figura 4.15 – Comparação da sensibilidade à taxa usando uma única amostra e amostras diferentes a 900°C	115
Figura 4.16 – Comparação dos resultados de m pela taxa de deformação verdadeira para o caso de única amostra a 800°C e 900°C.....	116

Figura 4.17 - Comparação da variação de $m_{\text{máximo}}$ (sensibilidade à taxa) usando uma única amostra com relação a temperatura.....	117
Figura 4.18 - Variação da dureza HV10 do aço Fe-Mn-Al na condição SL em função: a) do tempo de tratamento em várias temperaturas; (b) da temperatura de tratamento.em tempos diferentes.	120
Figura 4.19 - Variação da dureza HV10 do aço Fe-Mn-Al na condição SL em detalhe da figura 4.18(b), entre 600 e 1000°C	121
Figura 4.20 - Microscopia ótica de microestrutura (500x) de amostra do material a temperatura ambiente onde a estrutura original de fases apresenta-se em boa parte alongada	122
Figura 4.21 - Microscopias óticas de amostras tratadas por 5 minutos nas temperaturas : a) 600°C; b) 700°C	123
Figura 4.22 - Microscopia ótica (500 X) de amostra tratada por 5 minutos na temperatura de 800°C, na qual se observa uma estrutura de grãos mais refinada	124
Figura 4.23 - Microscopia ótica de amostra tratada por 5 minutos na temperatura de 900°C, ampliação 500X.....	125
Figura 4.24 - Microscopia ótica de amostra tratada por 5 minutos a 1000°C, ampliação 500X, escala 20 μm , na qual são visíveis as maclas de recozimento.....	126
Figura 4.25 - Microscopias óticas de amostra tratada na temperatura de 600°C por 20 minutos, e aumento de 500 x.....	127
Figura 4.26 - Microscopias óticas (500 x) de amostras tratadas por 20 minutos, na temperaturas de 700°C	127
Figura 4.27 - Microscopia ótica (500 X) de amostra tratada por 20 minutos na temperatura de 800°C, na qual se observa a estrutura de grãos mais refinada	128
Figura 4.28 - Microscopia ótica de amostra tratada por 20 minutos na temperatura de 900°C, ampliação 500X.....	129
Figura 4.29 - Microscopias óticas de amostras tratadas por 20 minutos, e aumento de 500 x na temperatura de 1000°C.....	129

Figura 4.30 - Microestrutura do aço austenítico Fe-Mn-Al (condição SL) antes de efetuar o tratamento térmico de micrografia MEV, nas condições indicadas na legenda da figura	131
Figura 4.31 - Micrografias do aço austenítico Fe-Mn-Al (SL) após tratamento térmico de amostras na temperatura de 800°C, em tempos de tratamento de: a) 5 min.; b) 20 min.; c) 60 min. e d) 180 minutos.....	132
Figura 4.32 - Amostras do aço austenítico Fe-Mn-Al (SL) tratadas a temperatura de 900°C nos tempos de:a) 5 min.; b) 20; c) 60 e d) 180 minutos	133
Figura 4.33 - Micrografias óticas (500X) de amostras tratadas a 1000°C por a) 60 min. e b) 180 min.....	134
Figura 4.34 - Microestruturas de amostras tratadas a temperatura de 900°C por: a) 5 minutos, micrografia FEG / BSE; b) 20 minutos, micrografia FEG / SE.	135
Figura 4.35 - Microestruturas de amostras tratadas a temperatura de 900°C por: a) 60 minutos, micrografia FEG / SE; b) 20 minutos, micrografia FEG/ SE	136
Figura 4.36 - Gráfico de σ real x $\dot{\epsilon}$ real, de amostra a 600°C com variação V_T	137
Figura 4.37 - Gráfico da tensão real x taxa de deformação real, da amostra ensaiada a 700°C com variação na velocidade de tração.....	138
Figura 4.38 - Gráfico da tensão real x taxa de deformação real, da amostra ensaiada a 800°C com variação na velocidade de tração.....	138
Figura 4.39 - Gráfico da tensão real x taxa de deformação real, da amostra ensaiada a 850°C com variação na velocidade de tração.....	139
Figura 4.40 - Gráfico da tensão real x taxa de deformação real, da amostra ensaiada a 900°C com variação na velocidade de tração.....	139
Figura 4.41 - Gráfico da tensão real x taxa de deformação real, da amostra ensaiada a 1000°C com variação na velocidade de tração.....	140
Figura 4,42 - Gráfico da tensão x taxa de deformação real,de amostra ensaiada com variação na velocidade de tração a 800°C.....	140

Figura 4.43 - Gráfico da tensão x taxa de deformação real, de amostra ensaiada com variação na velocidade de tração a 900°C.....	141
Figura 4.44 - Gráfico da tensão x taxa de deformação real, de amostra SLT2, ensaiada com variação na velocidade de tração a 1000°C.....	141
Figura 4.45 - Gráfico tensão X taxa deformação real, de amostra SLT3, a 800°C ensaiada a tração com salto de V_T	142
Figura 4.46 - Gráfico tensão X taxa deformação real, de amostra SLT3, a 900°C ensaiada a tração com salto de V_T	142
Figura 4.47 - Gráfico tensão X taxa deformação real, de amostra SLT3, a 1000°C ensaiada a tração com salto de V_T	143
Figura 4.48 - Curvas Log Tensão x Log Taxa Deformação verdadeiras, de amostras ensaiadas a tração com salto V_T , de aços Fe-Mn-Al com respectivos valores de m, em diferentes temperaturas: (a) (SLT1); (b) (SLT2)	144
Figura 4.49 - Curvas Log Tensão x Log Taxa Deformação verdadeiras, de amostras ensaiadas a tração com salto V_T , de aços Fe-Mn-Al com respectivos valores de m, em diferentes temperaturas do material na condição (SLT3).	145
Figura 4.50 - Curvas de tensão x taxa deformação real com respectivos valores de m máximo, de amostras de material SLT1, SLT2 e SLT3 ensaiadas a temperatura: (a) 800°C; (b) 900°C	146
Figura 4.51 - Curvas de tensão x taxa deformação real com respectivos valores de m máximo, de amostras de material SLT1, SLT2 e SLT3 ensaiadas a temperatura de : (c) 1000°C.....	147
Figura 4.52 - Curvas de variação de m x Log (taxa real de deformação), do aço Fe-Mn-Al nas condições SLT1, SLT2 e SLT3 nas temperaturas de: a)800°C; b) 900°C.	148
Figura 4.53 - Curvas de variação de m x Log (taxa real de deformação), do aço Fe-Mn-Al condições SLT1, SLT2 e SLT3 e temperatura 1000°C ..	149
Figura 4.54 - Curvas de variação de m x Log $\dot{\epsilon}$, para o material na condição SLT2 em três temperaturas de ensaio.....	149

Figura 4.55 - Microestruturas material (condição SLT1) a:(a) 800°C e (b) 850°C.....	151
Figura 4.56 - Micrografias de materiais na condição SLT1, ensaiados em tração a quente com saltos de velocidade de tração (V_T).....	152
Figura 4.57 - Microestruturas do material na condição SLT2, ensaiados por tração a quente com saltos na velocidade de tração V_T	153
Figura 4.58 - Micrografias de material SLT3, ensaiado por tração c/ saltos V_T	154
Figura 4.59 - Micrografia MEV (FEG /EDS) do material na condição SLT2, após de ensaio de tração a quente com saltos de V_T , a 850°C	155
Figura 4.60 - Micrografia MEV (FEG /BSE) do material na condição SLT2, após ensaio de tração a quente com saltos de V_T , a temperatura 900°C.....	156
Figura 4.61 - Micrografia MEV (FEG /BSE) material SLT2, após ensaio tração com saltos V_T , a 1000°C, com as maclas de recozimento	156
Figura 4.62 - Micrografias (FEG /SE) de corpo-de-prova de material SLT3, ensaiados em tração com saltos V_T , na temperatura de 800°C.....	157
Figura 4.63 - Micrografia MEV (FEG /SE) de corpo-de-prova de material SLT3, ensaiado em tração a quente com saltos em V_T na temperatura de 900°C.....	158
Figura 4.64 - Micrografias MEV (FEG /SE) de material SLT3, ensaiado em tração a quente com saltos em V_T na temperatura de 1000°C.....	158
Figura 4.65 - Microanálise realizada por INCAX-SIGHT do precipitado ferrítico nos contornos de grão austeníticos de amostra SLT2 de aço liga Fe-Mn-Al ensaiada a tração a 800°C com salto em V_T , e tamanho de grão médio com aproximadamente 5,7 μm	159
Figura 4.66 - Curvas típicas de fluência da liga Fe-Mn-Al, de material na condição SLT1, ensaiado a 900°C em 5 níveis de tensão.....	161
Figura 4.67 - Curvas de deformação x tempo de amostras do lote do material na condição SLT1, ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão ..	162

Figura 4.68 - Gráfico de queda de resistência x tempo de ruptura de amostras do lote do material, na condição SLT1, ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão	163
Figura 4.69 - Gráfico de Norton de amostras do lote do material, na condição SLT1, ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão	164
Figura 4.70 - Gráfico de Monkman-Grant, temperatura 900°C, 5 níveis tensão, material SLT1.....	164
Figura 4.71 - Gráficos, do material SLT2, ensaiado a 900°C, 5 níveis de tensão: (a) deformação x tempo; (b) queda de resistência x tempo ruptura.....	165
Figura 4.72 - Amostras do lote SLT2 ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão: (a) gráfico de Norton; (b) gráfico de Monkman-Grant.....	166
Figura 4.73 - Amostras do lote do material na condição SLT3, ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão, em curvas de : deformação x tempo.....	167
Figura 4.74 - Gráfico de queda de resistência x tempo de ruptura, de amostras do lote do material, na condição SLT3, ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão	168
Figura 4.75 - Amostras do lote SLT3 ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão: (a) gráfico de Norton; (b) gráfico de Monkman-Grant.....	169
Figura 4.76 - Diagramas comparativos entre os comportamentos de fluência da liga Fe-Mn-Al nas condições SLT1, SLT2 e SLT3: gráfico de queda de resistência com o tempo de ruptura.....	170
Figura 4.77 - Diagramas comparativos entre os comportamentos de fluência da liga Fe-Mn-Al nas condições SLT1, SLT2 e SLT3:a) gráfico de Norton; b) gráfico de Monkman-Grant	171
Figura 4.78 - Gráfico tensão x deformação com $V_T = 0,5 \text{ mm / min}$ no material SLT2: Limite de Resistência a Tração na temperatura ambiente .	172
Figura 4.79 - Gráfico tensão x deformação com $V_T = 0,5 \text{ mm / min}$ do material na condição SLT2, onde a Tensão de Escoamento 0,2% na temperatura ambiente	173

Figura 4.80 - Gráfico tensão x deformação com $V_T = 0,5$ mm /min do material na condição SLT2, a temperatura ambiente (25°C) com os parâmetros de encruamento.....	174
Figura 4.81 - Micrografia do material SLT2, original antes dos ensaios, destacando o tamanho médio de grão conforme	175
Figura 4.82 - Amostras do lote do material, na condição SLT2, ensaiadas a 700°C , em 5 níveis de tensão, em gráfico com curvas de deformação x tempo.....	176
Figura 4.83 - Amostras do lote do material, na condição SLT2, ensaiadas a 700°C , em 5 níveis de tensão, em gráfico de queda de resistência x tempo de ruptura	177
Figura 4.84 - Gráfico de Norton, material SLT2, a 700°C em 5 níveis de tensão.....	177
Figura 4.85 - Amostras do lote do material, na condição SLT2, ensaiadas a 700°C , em 5 níveis de tensão, em gráfico de Monkman-Grant.....	178
Figura 4.86 – Amostras do lote SLT2 ensaiadas a 800°C em 5 níveis de tensão: (a) curvas de deformação x tempo; (b) queda de resistência x tempo de ruptura.....	179
Figura 4.87 – Amostras do lote SLT2 ensaiadas a 800°C em 5 níveis de tensão: (a) gráfico de Norton; (b) gráfico de Monkman-Grant.....	180
Figura 4.88 – Amostras do lote SLT2 ensaiadas a 850°C em 2 níveis de tensão: curvas de deformação x tempo	181
Figura 4.89 - Gráficos da taxa de deformação x tempo, do material SLT2, agrupados nas várias temperaturas de ensaio, nas tensões de: (a) 14 MPa; (b) 20 MPa.....	182
Figura 4.90 - Gráficos da taxa de deformação x tempo, do material SLT2, agrupados nas várias temperaturas de ensaio, nas tensões de: a) 28 Mpa e (b) 50 Mpa.....	183
Figura 4.91 - Gráfico da taxa de deformação x tempo, do material SLT2, agrupados nas temperaturas de ensaio, e tensão de 85 Mpa	184
Figura 4.92 - Gráfico de curvas tensão real x deformação logarítmica para a temperatura 800°C comparativo de diferentes V_T	185

Figura 4.93 - Corpos-de-prova tracionados a 800°C com V_T constante, com diferentes alongamentos após ruptura em várias velocidades de tração	186
Figura 4.94 - Gráfico de \log (tensão real máxima) x deformação logarítmica, na temperatura de 800°C, dos ensaios de tração com V_T constante (corrigido).	187
Figura 4.95 - Gráfico de Norton do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, com os valores de n , onde t_x a 800°C > t_x a 900°C	188
Figura 4.96 - Gráfico de Arrhenius do aço Fe-Mn-Al, na condição SLT2, nos diferentes níveis de tensão e com as energias de ativação Q_f associadas a cada uma das curvas	189
Figura 4.97 - Gráfico de Norton com taxa mínima real na forma logarítmica h^{-1} , na temperatura de ensaio: 700°C	190
Figura 4.98 - Gráfico de Norton com taxa mínima real na forma logarítmica h^{-1} , na temperatura de ensaio: 800°C.....	191
Figura 4.99 - Gráfico de Norton com taxa mínima real e h^{-1} , na temperatura de ensaio: 900°C.....	192
Figura 4.100 - Gráfico de Norton com taxa mínima real e h^{-1} , na temperatura de ensaio de 900°C, na condição: SLT1.....	192
Figura 4.101 - Gráfico de Norton com taxa mínima real e h^{-1} , na temperatura de ensaio de 900°C, na condição: SLT3.....	192
Figura 4.102 - Gráficos deformação x tempo, material na condição SLT2 ensaio a 600°C, com tensão de ensaio de 50 Mpa, comparando: a) taxa inicial de fluência; b) taxa mínima de fluência.....	193
Figura 4.103 - Comparação das taxas inicial e taxa mínima de fluência do aço Fe- Mn-Al na condição SLT2, ensaiado a temperatura de 700°C, nas tensões de ensaio: 20 MPa (a) e (b); 28 MPa (c) e (d); 85 MPa (e) e (f).	194
Figura 4.104 - Comparação das taxas inicial e taxa mínima de fluência do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, ensaiado a 800°C, nas tensões de ensaio: 20 MPa (a) e (b); 28 MPa (c) e (d); 85 MPa (e) e (f).	195

Figura 4.105 - Comparação das taxas inicial e taxa mínima de fluência do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, ensaiado a 900°C, nas tensões de ensaio: 20 MPa (a) e (b); 28 MPa (c) e (d); 85 MPa (e) e (f).	196
Figura 4.106 - Gráficos de Norton com taxa inicial em h^{-1} , de material na condição SLT2, temperatura de ensaio: a) 700°C e b) 800°C.....	197
Figura 4.107 - Gráfico de Norton com taxa inicial em h^{-1} , de material na condição SLT2, temperatura de ensaio 900°C.....	198
Figura 4.108 - Gráfico de Norton, com isotermas nas várias temperaturas de ensaio, apresentando os respectivos valores de n (expoente de tensão), de Log (taxa inicial de fluência, h^{-1}) x Log (tensão, MPa).....	199
Figura 4.109 - Gráfico de Norton, com isotermas nas várias temperaturas de ensaio, apresentando os respectivos valores de n (expoente de tensão), para: Log (taxa mínima REAL de fluência, h^{-1}) x Log (tensão REAL, MPa).....	200
Figura 4.110 - Variação de n com a temperatura para o aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, composto pelas curvas de taxas mínimas nominais; taxas mínimas reais e taxas iniciais.	203
Figura 4.111 - Gráfico de Arrhenius do aço Fe-Mn-Al, na condição SLT2, nos diferentes níveis de tensão inicial , e com as energias de ativação Q_f associadas a cada uma das curvas	204
Figura 4.112 - Gráfico de Arrhenius do aço Fe-Mn-Al, na condição SLT2, nos diferentes níveis de tensão real , e com as energias de ativação Q_f associadas a cada uma das curvas.....	205
Figura 4.113 - Corpos de prova do material na condição SLT2, após ensaios de fluência, na temperatura de 800°C.....	206
Figura 4.114 - Corpo-de-prova tracionado com $\dot{\epsilon} = 2,47 \times 10^{-4} s^{-1}$ constante é comparado com os demais corpos-de-prova tracionados com V_T constante, todos ensaiados a temperatura de 800°C.....	208
Figura 4.115 - Gráfico comparativo de curvas tensão verdadeira x deformação, em diferentes V_T para temperatura de ensaio de 800°C, onde o ensaio com taxa de deformação constante $\dot{\epsilon} = 2,47 \times 10^{-4} s^{-1}$ a 800°C apresentou tensão máxima de $\sigma = 23,5$ MPa.	209

Figura 4.116 - Gráfico com correção de peso, para fluência a tensão constante, em ensaio a $\sigma = 30$ MPa.....	211
Figura 4.117 - Curva de deformação x tempo do material SLT2, carregamento frontal direto, e correções de peso para manter a tensão de $\sigma = 30$ MPa constante, na temperatura de 800°C . (Obs.: $t_r = 19,9\text{h}$, $\epsilon_r = 737\%$, sem ruptura).....	212
Figura 4.118 - Comparação de curvas deformação x tempo, dos resultados de ensaio a carga constante, e ensaio a tensão constante, nas mesmas condições de temperatura, 800°C	213
Figura 4.119 - Comparação de corpos-de-prova (CP), de ensaios a fluência e tração, onde se observa a grande concordância dos resultados	214
Figura 4.120 - Comparativo do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, utilizado neste trabalho a $800^{\circ}\text{C} / V_T$, baseado no gráfico de ensaios de tração, $\text{Log}(\sigma_{\text{Max}}, \text{MPa}) \times \text{Log}(d\epsilon / dt, \text{s}^{-1})$, entre os resultados de tração a taxa deformação constante, e resultados de fluência a tensão constante.....	215
Figura 4.121 - Comparativo do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, utilizado neste trabalho a $800^{\circ}\text{C} / V_T$, baseado no gráfico de Norton, entre os resultados de fluência a tensão constante, e resultados de tração a taxa deformação constante.	216
Figura 4.122 - Comparação entre os resultados de: a) fluência a carga constante e; b) tração a V_T constante, do aço Fe-Mn-Al, na condição SLT2 a 800°C	218
Figura 4.123 - Microestruturas após ensaio de tração com V_T constante do material SLT2 a 800°C , $V_T = 0,01\text{mm/min}$, $t_r = 99,7\text{h}$, $\epsilon_r = 598\%$; a) região não deformada; b) região deformada.	219
Figura 4.124 - Microestruturas após ensaio de tração com V_T constante do material SLT2 a 800°C , nas $V_T = 0,5\text{mm/min}$, figuras (a) regiões não deformada e (b) região deformada, $t_r = 2,2\text{h}$, $\epsilon_r = 660\%$, e $V_T = 200\text{mm/min}$, $t_r = 8,92 \times 10^{-4}\text{h}$ (3,2s), $\epsilon_r = 107\%$, (c) região não deformada; (d) mesmas condições, região deformada.....	220

Figura 4.125 - Micrografia após ensaio de fluência a carga constante no material SLT2 a 600°C: a) 50MPa, $t_r = 65,03h$, $\epsilon_r = 124,5\%$, a) região não deformada; b) mesmas condições, região deformada.....	221
Figura 4.126 - Microestruturas após ensaio de fluência carga constante, material SLT2 a 700°C: $\sigma=14MPa$, $t_r = 276,4h$, $\epsilon_r = 396,6\%$, a) região não deformada; b) região deformada; $\sigma=28MPa$, $t_r = 11,2h$, $\epsilon_r = 200\%$, idem regiões c) e d); $85MPa$, $t_r = 0,66h$, $\epsilon_r = 160\%$, e) região não deformada ; f) região deformada	222
Figura 4.127 - Micrografia após ensaio de fluência a carga constante no material SLT2 a 800°C: ensaio $\sigma =14MPa$, valores $t_r = 13,00h$, $\epsilon_r =480\%$, região não def.; b) região def.; ensaio $\sigma =28MPa$, valores com $t_r = 1,54h$, $\epsilon_r = 492\%$, c) região não def.; d) região def.;ensaio a $\sigma =85MPa$, valores $t_r = 0,071h$, $\epsilon_r = 225\%$, e) região não def., f) região def.....	224
Figura 4.128 - Micrografia após ensaio de fluência a carga constante no material SLT2 a 900°C: $\sigma=14MPa$, valores $t_r = 77,13h$, $\epsilon_r = 331,1\%$, a) região não deformada;b) região deformada; $\sigma=28MPa$, valores de $t_r = 5,83h$, $\epsilon_r = 262,6\%$, c) região não deformada; d) região deformada; $\sigma = 85MPa$, valores $t_r = 0,046h$, $\epsilon_r = 262,0\%$,e) região não deformada; f) mesmas condições, região deformada.	225
Figura 4.129 - Micrografias após ensaio de fluência a carga constante, material SLT2,com $\sigma = 20 MPa$: 700°C, $t_r =33,66h$, $\epsilon_r =250\%$, a) região não deformada; b) região deformada; 800°C, $t_r = 2,75h$, $\epsilon_r = 433\%$, c) região não deformada; d) região deformada; 900°C, $t_r = 32,85h$, $\epsilon_r =248,3 \%$, e) região não deformada; f) mesmas condições região deformada	226
Figura 4.130 - Micrografia após ensaio de fluência a tensão constante, material condição SLT2, ensaio a 800°C:a $\sigma = 30MPa$, com valores de $t_r = 19,9h$, $\epsilon_r = 737\%$ (sem ruptura), a) região não deformada; b) mesmas condições, região deformada.	227
Figura 4.131 - Micrografias das seções longitudinais na parte útil de corpos de prova ensaiados em fluência: a) 750°C; b) 800°C; c) 850°C ; d) 900°C.	228

Figura 4.132 - Micrografia da secção longitudinal (da parte útil), de CPs. ensaiados a tração, 800°C, com V_T constante: a) 0,01 mm/min; b) 0,1 mm/min; c) 0,5 mm/min.....	229
Figura 4.133 - Gráfico da (Taxa mínima real de fluência) ^{1/2} , s ^{-1/2} x (Tensão real), MPa, com parametrização dos níveis de Limiar de Tensão (σ_0) para o escoamento superplástico no aço Fe-Mn-Al / SLT2, gráfico tipo $\dot{\epsilon}^{1/2} \times \tilde{\sigma}$	230
Figura 4.134 - Racionalização do gráfico de Norton, Log (Taxa mínima real, h ⁻¹) x Log ($\sigma - \sigma_0$), MPa , considerando os valores de σ_0 calculados analiticamente, obtidos pelas intersecções exatas de σ_0 no gráfico $\dot{\epsilon}^{1/2} \times \sigma$ da Figura 4.132), para o escoamento superplástico de aço da liga Fe-Mn-Al / condição SLT2	231
Figura 4.135 - Determinação dos níveis de Limiar de Tensão para o escoamento superplástico no Fe-Mn-Al / SLT2, racionalização do gráfico de Norton considerando os valores de σ_0 mais prováveis para n= 2 em todos os níveis de temperatura.....	232

SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

α - alfa – fase cúbica de corpo centrado no diagrama Fe-Mn-Al

β - beta – fase β -Mn no diagrama Fe-Mn-Al

γ - gama – fase cúbica de face centrada no diagrama Fe-Mn-Al

ΔL – variação do comprimento

Δl – alongamento somente na parte útil (L_0)

$\Delta l'$ - alongamento lido pelo DL + LVDT

$\Delta l_f = L_f - L_0$ - alongamento medido no corpo de prova

$\Delta l'_f$ - último ponto da matriz

δ - derivada $\partial \ln \varepsilon / \partial \ln \sigma = 1/m$

ε – deformação verdadeira $\varepsilon = \ln (1 + e)$

$\dot{\varepsilon}$ – taxa estável de deformação $\dot{\varepsilon} = - \left(\frac{1}{A} \right) \left(\frac{dA}{dt} \right)$

$\dot{\varepsilon}$ – taxa estacionária de deformação (equação MBD)

ε_0 – alongamento inicial

ε_f – alongamento final

$\dot{\varepsilon}_s$ – taxa estacionária de fluência ou taxa mínima de fluência = $t_{x_{min}}$

$$\dot{\varepsilon}'_s = A' \cdot \sigma^n \cdot \exp \left(- \frac{Q_f}{RT} \right)$$

ε_u – deformação nominal $n \sim \varepsilon_u$

μm – micrometro

σ - tensão aplicada; tensão verdadeira (N / mm²); (MPa),

σ - tensão de escoamento (MPa)

σ_0 - tensão limite (limiar de tensão) (MPa) (“threshold stress”)

φ – logaritmo da deformação

φ' - taxa de deformação logaritmica

A – área da seção transversal e/ou coeficiente do material

A' - constante do material

B_1 – coeficiente incluindo dependência da temperatura = C

B_2 . coeficiente [= (1 / B_1)^{1/m}] = C'

- b** – vetor de Burgers (μm)
- C** – coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação
- C₁** – constante adimensional, incorpora todos os parâmetros estruturais menos o tamanho de grão (d) (equação MBD)
- C'** - constante ($= (1/C)^{1/m}$) – coeficiente da relação $\dot{\epsilon} = C' \sigma^n$
- CGBS** – (cooperative grain boundary sliding) deslizamento de contorno de grão cooperativo
- D₀** – coeficiente independente de difusão (m^2/s)
- D** – coeficiente de difusão (m^2/s)
- d** – tamanho de grão médio (μm)
- e** - deformação nominal (mm) $e = \frac{\Delta L}{L_0}$
- E** – módulo de elasticidade
- F** – fator de correção $F = \frac{\Delta l_f}{\Delta l_f'}$
- G** – módulo de cisalhamento (N/mm^2); (MPa)
- GBS** – (grain boundary sliding) deslizamento de contorno de grão
- K** – coeficiente de resistência
- k** – constante de Boltzmann ($1,381 \times 10^{-23} \text{ J/K}$)
- k'** – coeficiente função da deformação
- K_f** – tensão de escoamento = σ
- L₀** – comprimento útil do corpo de prova
- L_f** – alongamento final medido na parte útil do corpo de prova
- L₃** – comprimento equivalente ao procedimento de intercepto da especificação ASTM – E112, igual a $L_3 = L_T / P.M. = 1/N_L$
- L_T** – comprimento total da linha de teste
- m** - expoente de sensibilidade à taxa de deformação $m = \frac{d \log \sigma}{d \log \dot{\epsilon}}$
- M** – ampliação da micrografia
- M** – expoente de sensibilidade a taxa de deformação
- MBD** – equação constitutiva para plasticidade em temperaturas elevadas, ou equação de Mukherjee, Bird e Dorn

n' – expoente de encruamento $n' \sim \epsilon_u$

n - expoente de tensão

N_L – número de intersecção de partículas por unidade de comprimento de uma linha randômica de teste

p – expoente de tamanho de grão

P – número de intersecções de contornos de grãos

Q_f – energia de ativação do processo de fluência (kJ / mol) = Q

Q_v – energia de ativação em volume, por processo de autodifusão na rede cristalina (kJ / mol)

Q_B – energia de ativação para autodifusão nos contornos de grão (kJ/mol)

R – constante dos gases (8,314 J/mol.K)

SLT1 – material homogeneizado, laminado e recozido 800°C/ 1h.

SLT2 – material homogeneizado , laminado e recozido 850°C/ 1h.

SLT3 – material homogeneizado, laminado e recozido 900°C/ 1h.

$t_{x\text{ inicial}}$ – taxa inicial

T – temperatura absoluta de teste em graus Kelvin (K).

V_T – velocidade de tração (mm / min.).

1 INTRODUÇÃO

Os aços do sistema Fe-Mn-Al têm sido estudados nas últimas décadas como uma alternativa ao uso dos aços tradicionais do sistema Ni-Cr, indicando bom potencial de substituição em várias aplicações, com vantagens como exibir densidade 10 a 15% menor, boa combinação de resistência mecânica e ductilidade, constituindo-se numa alternativa potencial de substituição de alguns aços inoxidáveis tradicionais em várias aplicações.

Durante tal período tem havido também grande interesse no estudo do comportamento superplástico de aços inoxidáveis duplex do sistema Fe-Ni-Cr.

Superplasticidade é a propriedade apresentada por certos materiais, que permite sua deformação plástica homogênea (sem apresentar estricção localizada) com alongamentos em grande escala, de centenas a milhares por cento no material [1-5]. Tal processo tem encontrado extensiva aplicação principalmente na indústria aeroespacial na conformação de ligas de alumínio (5083, 7475), ligas de titânio (TA6V), aços inoxidáveis duplex (URANUS 45N) e até superligas (INCONEL 718) entre outras. Este fenômeno vem sendo pesquisado na atualidade por seus pontos positivos, tanto no contexto dos fundamentos de escoamento e mecanismos de falha, como pela sua importância tecnológica nas operações de conformação, incluindo aí o estudo de processos relacionados como a conformação por envelhecimento a fluência, cujo uso é crescente na indústria aeronáutica [6].

Informações sobre o comportamento das ligas do sistema Fe-Mn-Al em altas temperaturas, com grandes deformações como superplasticidade, são extremamente escassas na literatura, havendo indicação no entanto, de que esses materiais podem apresentar comportamento superplástico com potencial de aplicação prática, a exemplo dos aços inoxidáveis duplex.

No período de 1986 a 1988 foram realizados trabalhos de pesquisa pioneiros sobre o comportamento de fluência desses aços, que levaram a uma dissertação de mestrado no DEMa/UFSCar [7]. Os resultados mostraram desempenho comparável dessas ligas com o dos aços inoxidáveis da série AISI 300. Em 1983 Toscano [8], indicou a possibilidade de comportamento

superplástico de aço do sistema Fe-Mn-Al, em temperaturas na faixa de 700°C a 800°C, atribuindo à uma provável precipitação de fase Beta-manganês, que gerou uma estrutura de grãos finos.

Em particular, a composição Fe - 30/35Mn - 8/10Al - 1C - 1,5Si, tem se mostrado bastante promissora, com relação às suas propriedades mecânicas e em alguns casos em menor grau de resistência à corrosão na temperatura ambiente.

O presente trabalho, teve o objetivo de caracterizar o comportamento superplástico com alta deformação à quente, a partir de amostras de chapa fina, de um aço austenítico do sistema Fe-Mn-Al, de liga com composição Fe- 24.5Mn- 6.5Al- 1.5Si- 1.1C- 0.009P- 0.016S (% pêso), apresentando:

- no capítulo 2 uma revisão bibliográfica dos aços do sistema Fe-Mn-Al, e apresentando alguns conceitos no estudo da superplasticidade, técnicas experimentais e condições empregadas. As informações que tais técnicas proporcionam e as exigências metalúrgicas e de processo para a conformação superplástica;
- no capítulo 3 descrevendo as várias etapas de desenvolvimento do trabalho, o material e os equipamentos utilizados e os ensaios de tração, fluência, além de outros procedimentos experimentais adotados;
- no capítulo 4 apresentando e discutindo os resultados obtidos para a caracterização do material, utilizados tanto o procedimento de alongamento por tração como por fluência, comparando resultados como o expoente de sensibilidade à taxa de deformação (m) em ambos os procedimentos, no caso da fluência a partir do expoente de tensão (n), apresentando alguns aspectos microscópicos do material nas condições ensaiadas.
- no capítulo 5 as principais conclusões do trabalho, seguido do capítulo 6, onde são sugeridos alguns temas para pesquisas futuras.
- sendo apresentadas no capítulo 7 as referências bibliográficas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Considerações Gerais

O aço liga do sistema Fe-Mn-Al é 15% mais leve que o aço inoxidável comum e 20 a 25% mais leve que superligas Co e Ni, em determinadas composições, apresentando boa razão resistência / peso e uma combinação satisfatória de resistência mecânica, tenacidade à fratura e estabilidade microestrutural numa ampla faixa de temperatura [9]. Esta liga cujas propriedades foram bastante estudadas, tem disponível uma série de resultados como propriedades mecânicas, magnéticas, cinética de envelhecimento e precipitação, e resistência à oxidação e corrosão. Tais aços são utilizados nas indústrias de automóvel, aviação, molas, engrenagens entre outras, principalmente na Rússia [10 -14].

Até o momento, não há na literatura pesquisas sobre as características de grandes deformações, em altas temperaturas deste material. Mesmo estudos de fluência, relativos a tais ligas, não estão relacionados a processos de conformação nestas condições, salvo um trabalho, cujos resultados de ensaios de tração a quente, em liga do sistema Fe-Mn-Al, mostram comportamento superplástico em temperaturas acima de 700°C [8]. Daí o interesse em caracterizar tal comportamento a alta temperatura, em uma liga deste sistema, para posterior utilização em processos de conformação superplástica (SPF) ou de conformação de envelhecimento por fluência (CAF).

Para que se verifique o fenômeno da superplasticidade são necessários alguns requisitos *microestruturais* como materiais bifásicos com distribuição equivalente de fases, e presença de grãos relativamente pequenos e equiaxiais e condições *de processo*, como as temperaturas de ensaio e as taxas de deformação aplicadas ao material [2,8 ,15].

O fenômeno superplástico vem sendo bastante pesquisado, ocorrendo não só em materiais metálicos, mas também em materiais intermetálicos, cerâmicos e compósitos [16-19]. Outro aspecto importante diz respeito aos mecanismos de deformação que permitem o comportamento superplástico do material. Nesta revisão são abordados os mecanismos que ocorrem em materiais metálicos, onde se distingue duas linhas de pensamento :

Segundo alguns autores [20-22] as grandes deformações eram relacionadas ao mecanismo de deslizamento dos contornos de grãos. Onde ocorre a acomodação da deformação através da rotação dos grãos em relação aos seus vizinhos, promovendo desta forma a combinação e/ou aniquilação das discordâncias.

Outros autores [23,24] consideraram tais deformações decorrentes do resultado combinado dos mecanismos de amaciamento (recuperação e recristalização dinâmica entre outros) e deslizamento dos contornos de grãos.

Conforme a literatura os grãos manteriam sempre uma morfologia apropriada (equiaxiais) e um tamanho relativamente pequeno para a deformação superplástica [24]. Posteriormente passaram a considerar que o comportamento superplástico, numa escala mesoscópica, se devia principalmente a um mecanismo específico denominado deslizamento de contornos de grãos cooperativo [25].

No aspecto tecnológico o fenômeno superplástico permite a conformação de peças com geometrias complexas, com bastante precisão, em poucas etapas de processamento, aliado a boa resistência mecânica, [26, 27].

2.2 O Sistema Fe-Mn-Al

O diagrama ternário parcial deste sistema de liga proposto em 1934 por Koster e Town [28], foi confirmado e modificado parcialmente por Schmatz [29], conforme mostra a Figura 2.1. Em 1941 e 1943 Dean e Anderson [16,38] propuseram a substituição parcial do Cr por Al, patenteando uma série de ligas complexas Fe-Mn-Al com 0,15 a 10%Cr. Em 1958 Ham e Cairns [32] realizaram o desenvolvimento do chamado “aço inoxidável dos pobres” de composição: 10,2Al; 34,4Mn; 0,76C; Fe (balanceamento) → 15% mais leve que o aço inox comum e 20 a 25% mais leve que superligas Co e Ni, com boa razão resistência / peso.

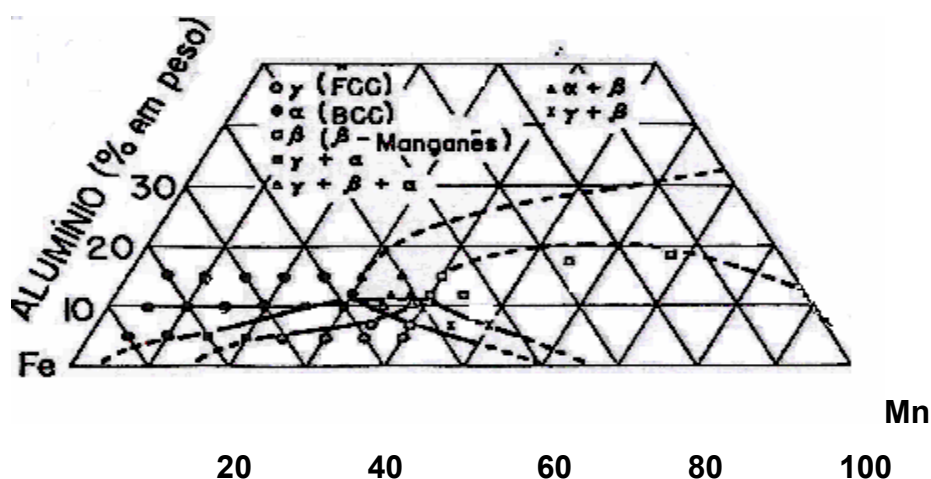


Figura 2.1 Seção isotérmica a 760°C do diagrama Fe –Mn -Al proposto por Schmatz e Zackay [29].

Em 1959 Schmatz e Zackay [29] apresentaram um trabalho com grande série de ligas do sistema Fe-Mn-Al, nas quais o C atua como estabilizador da fase Gama, confirmando as composições limites do campo de fases ternário, verificando a transformação martensítica a baixa temperatura, suprimida pela adição de Mn. Observando, para limite superior de Mn na composição entre 36 a 38%, ferrita em ligas com menos de 25% Mn. Schmatz também estudou o efeito de uma série de elementos adicionais à composição básica, que se mostraram ineficientes para melhorar as propriedades de tração com exceção do Si. Tais aços apresentaram: boa ductilidade, comparativamente com os dados de Ham e Cairns [32], porém com aumento significativo de Al (não reportado).

Nas propriedades mecânicas de ligas Fe-Al-Si foi observado que o Si melhorava a resistência mecânica tanto a temperatura ambiente quanto em temperatura elevada, prejudicando porém sua ductilidade.

Lillys e Gibson [33] confirmaram o pequeno efeito do Co, Cu, Ni em estrutura c.f.c (cúbica de face centrada) nestas ligas Fe-Mn-Al-C, e verificaram o aumento de resistência à tração do Si a partir de 600°C. As propriedades mecânicas, no entanto, mostraram-se dependentes do tratamento térmico da

liga e do envelhecimento após a deformação, aumentando a resistência em até 15%, confirmando as observações de Ham e Cairns [32].

Schmatz [34] estudando o conteúdo de carbono observou um aumento da resistência à temperatura ambiente. Tentando desenvolver, a partir de elementos não estratégicos, materiais que deveriam ter resistência à oxidação devido à presença do Al, com estrutura austenítica e propriedades mecânicas comparáveis aos aços inoxidáveis comerciais. Adicionou a esta liga vários outros elementos como o Cr, Ni, B, Si, N, Ti, Mo, sendo que a maioria não apresentou modificações significativas nas propriedades mecânicas de tração.

Segundo HAN [35] as ligas seriam austenítica, mais dúcteis a temperatura ambiente, com maior teor de manganês e mais apropriadas para laminação a frio.

Em 1969 James [36] constatou, para ligas laminadas e solubilizadas, e somente laminadas, perda de ductilidade e de tenacidade, mesmo com aumento da resistência por envelhecimento, ocorrência de maclas e precipitação de carbonetos em contornos de grãos austeníticos.

Em 1972 Shvedov e Goretskii [37], determinaram o perfil politérmico do diagrama de fases do sistema Fe-Mn-Al. Em 1974 Shvedov e Goretskii [38], apresentaram, para o sistema Fe-Mn-Al, as seções isotérmicas de 5 temperaturas: conforme mostrado na Figura 2.2. Em 1977 Storchak e Drachinskaia [39], detectaram precipitação de partículas do tipo $(\text{FeMn})_3\text{AlC}$, em estruturas C.F.C., além da formação de ferrita e beta-Mn, comentando inclusive várias aplicações em que aços do sistema Fe-Mn-Al são utilizados pela indústria russa.

Em 1978 Banerji [40] publica pesquisa bibliográfica sobre a liga desenvolvida por Ham e Cairns [32], comparando suas propriedades mecânicas com aquelas de alguns aços comerciais.

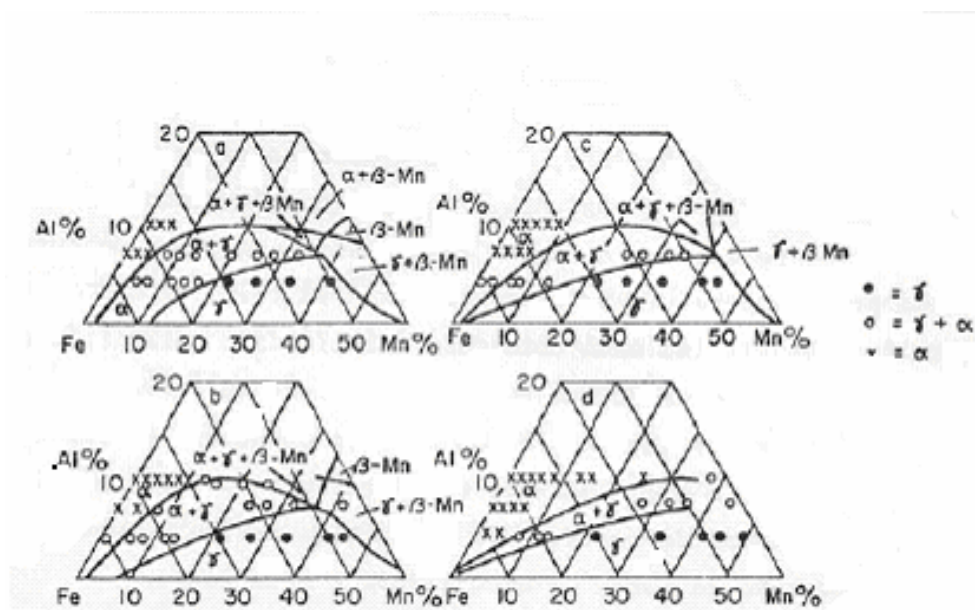


Figura 2.2 Seções isotérmicas do diagrama Fe-Mn-Al obtida: a) 650°C, b) 750°C, c) 850°C, d) 1000°C conforme Shvedov e Goretskii [38].

Em 1980 Tschiptschin e co-autores [41] baseando-se em Schmatz [29,34] obtém resultados de ensaios de resistência à oxidação considerados satisfatório. Análise metalográfica da formação de fase devido à oxidação de C e Mn dissolvidos na austenita, levaram os autores a crença na melhoria da resistência a oxidação, por tratamento de pré-oxidação a temperatura maior que a de serviço, conforme havia sugerido Schmatz [29].

Casteletti [42] em 1981 obteve parâmetros de resistência mecânica, na faixa de temperatura de 24°C a 815°C, superiores aos valores tabelados para os aços inox austeníticos comerciais do sistema Fe-Cr-Ni, observando melhora das propriedades de tração com o grau de redução a frio. Os dados de resistência à oxidação foram próximos aos valores encontrados para o aço inox AISI 304. Na comparação com ligas termo-resistivo na faixa de 80°C a 800°C os valores foram comparáveis aos das ligas comerciais de Kanthal e Ni-Cr.

Em 1981 Charles e co-autores [43], publicaram trabalho sobre as ligas Fe-Mn-Al, no qual além do efeito de endurecimento com o C, como elemento estabilizador da austenita, a adição de Si mostrou a sua importância no endurecimento, com as ligas no estado homogeneizado completamente austenítico e no estado bruto de fusão apresentando 2 fases (austenita e

ferrita). A quantidade de ferrita mostrou ser bastante dependente do teor de Si, com bom comportamento mecânico tanto a 650°C como para aplicações criogênicas.

Em 1981, Banerji [44], apresenta nova revisão bibliográfica sobre as ligas Fe-Mn-Al, alertando para a importância de se armazenar informação sobre seu potencial de aplicação visando à substituição de metais críticos. Neste trabalho é citada uma série de trabalhos russos, com e sem adição de Mo, W e Nb, mais leves 12% a 15% que os aços comuns e densidade de 6,7 a 6,8 g/cm³. Tais autores russos fornecem uma série de resultados sobre este aço, como de propriedades mecânicas, magnéticas, cinética de envelhecimento e precipitação, resistência à oxidação e corrosão, segundo o autor, e do uso nas indústrias de automóvel, aviação, molas, engrenagens entre outras, na Rússia.

Em 1982, Banerji [45], apresenta outra revisão do desenvolvimento das ligas Fe-Mn-Al, com dados de fluência de W. J. D. Shaw, indicando serem tais características equivalentes as do aço 9%Cr – 1%Mo, mas inferiores ao do aço AISI304. Ainda em 1982, Garcia e colaboradores [46] estudaram as microestruturas e os comportamentos de corrosão das ligas Fe-Mn-Al, em amostras com vários tratamentos de deformação e homogeneização, livres assim de segregações. Estas ligas Fe-Mn-Al apresentaram comportamento superior ao aço carbono SAE 1010, e uma delas a liga E, devido à adição de Cu, C e Si em solução sólida, à temperatura de 500°C apresentou comportamento comparável ou superior ao AISI 304, e à 700°C similar ao mesmo aço AISI 304. Neste estudo constataram através de mapeamento por raios-x, a formação de camada de óxido superficial rico em Al (provavelmente responsável pela resistência à corrosão).

Em 1983 Wang e Beck [47] estudaram aplicação das ligas Fe-Mn-Al com resultados melhores, em termos de resistência mecânica e ductilidade, que aqueles do latão usado em propulsão marítima, sendo 22% mais leves e mais baratas, podendo tais ligas ser inclusive melhorada uma vez que não foram submetidas a tratamento térmico depois de fusão.

Toscano em 1983 [8], apresentou resultados de testes de tração a quente de liga com composição nominal Fe- 32Mn- 11Al- 1,5Si- 1C,

evidenciando comportamento superplástico em temperaturas acima de 700°C, nas quais observou aumento de dureza em amostras recozidas, confirmando Schmatz [29].

Buono e colaboradores [48] em 1984 estudaram a estabilidade da fase austenítica em uma série de ligas Fe-Mn-Al, associando as mudanças de inclinações das curvas entre 1000°C e 1200°C à transformação austenita-ferrita. Com a transformação da austenita em ferrita-delta, a temperatura de transição aumenta com o teor de C e diminui com o teor de Si, e o coeficiente de expansão térmica fica ligeiramente superior ao do aço AISI 316.

Brito e Silva [49] em 1984, realizaram testes de oxidação em duas ligas desse sistema a 600°C, estas ligas permaneceram estáveis até 6 horas de ensaio apresentando bom nível de resistência à oxidação, e em tempos maiores houve o aparecimento de ferrita e de fase beta-manganês. Não foram detectadas porém, nem ferrita na superfície, nem camada superficial de óxidos.

Benz e Leavenworth em 1985 [50] analisaram as propriedades mecânicas de duas ligas deste sistema, solubilizadas e submetidas a envelhecimento. Após testes de tração e fluência tais ligas mostraram-se inicialmente com resistência superior a do aço AISI 314, porém tal resistência caiu rapidamente com o tempo.

Achselrad e colaboradores em 1994 [51] analisaram ligas austeníticas envelhecidas que apresentaram baixa tenacidade à fratura, sugerindo o controle da taxa de resfriamento da temperatura de solubilização, ou introdução de deformação por laminação como variáveis de processo, para melhoria desta propriedade.

Ainda em 1994 Sordi e Bueno [52], apresentaram estudo do comportamento de fluência de liga austenítica do sistema Fe-Mn-Al na faixa de temperatura de 600°C a 800°C. De acordo com os valores médios obtidos a liga apresentou resistência à fluência na temperatura de 700°C, de 1000 horas similar ao valor de resistência à fluência para o aço AISI 304.

Em 1997 CHAKRABARTI, como citado por ALCAZAR [53] apresentou um diagrama de fases ternário isotérmico a 1000°C, como mostra a Figura 2.3, onde as 3 fases estruturais principais são a austenítica (CFC), ferrítica e a fase

β -Mn. Estas isotermas são as mais utilizadas e as que apresentam maior campo de composição da fase CFC, fase esta que geralmente apresenta as melhores propriedades mecânicas.

Em 2000 GRÄSSEL e colaboradores [54] apresentaram pesquisa sobre o desenvolvimento, propriedades e aplicação de aços da liga Fe-Mn-Al-Si de alta resistência obtidos por plasticidade por transformação induzida (TRIP) / plasticidade por macla induzida (TWIP).

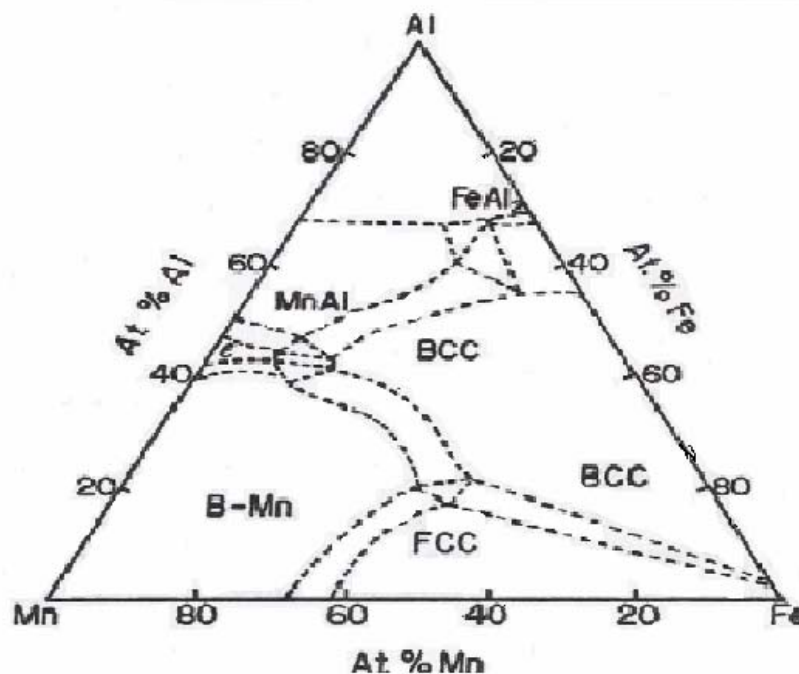


Figura 2.3 Diagrama de fase estrutural do sistema ternário Fe-Mn-Al de 1000°C [53].

Em 2002 ACSELRAD e colaboradores [54] discutiram sobre a variação da resistividade elétrica específica do aço Fe-Mn-Al-C, observada na transformação de fase em aços austeníticos com adição de Si, E WANG, LEE e TWU [55].

CHENG, LIN e LIU [56] em 2002 reportaram a observação de transformação amorfa em liga do sistema Fe-Mn-Al. CHENG, LIU e LAI [57] em 2002 observaram o aparecimento da fase DO_3 com sua precipitação homogênea dentro dos grãos de ferrita em amostra temperada e envelhecida,

resultado consistente com o mecanismo de nucleação e crescimento clássico de precipitação e crescimento do DO_3 na matriz ferrítica.

CHENG e LIN [58] neste mesmo ano apresentaram trabalho sobre a precipitação da fase CFC (Cúbica de Face Centrada) a partir de uma matriz CCC (Cúbica de Corpo Centrado), verificando através de estudos de difração de elétrons que a fase austenita precipitava da matriz ferrítica. E que a proporção de fase austenita é maior para baixas temperaturas de envelhecimento ou resfriamento ao forno do que em condições de têmpera. No ano seguinte, 2003 CHENG, LIN e LIU [59] apresentaram trabalho sobre o comportamento de fratura durante o processo de têmpera em liga Fe-Mn-Al.

Em 2003 OSÓRIO e colaboradores [60] estudaram as propriedades termodinâmicas de um sistema ternário Fe-Mn-Al, quanto ao efeito em termos de energia livre da desordem no comportamento crítico de um sistema magnético, e constataram que os átomos de Al podem entrar nestas ligas não apenas como um diluidor, mas gerando efeito de indução numa interação de supertroca, como proposto para as ligas de Fe-Al por PLASCAK e colaboradores [61].

CHENG e LIN [62] em 2003 apresentaram trabalho sobre a formação de austenita por macla de recozimento a partir de fase ferrítica, durante envelhecimento em uma liga do sistema Fe-Mn-Al, observados pela primeira vez no estágio inicial de nucleação durante o envelhecimento. Em 2003 foi publicado novo trabalho de CHENG, LIU e LAI [63] sobre o comportamento do C na transformação de fase martensítica de liga do sistema Fe-Mn-Al.

Em 2004, LINS, FREITAS e SILVA [64] apresentaram estudo sobre a cinética de oxidação de uma liga do tipo Fe-Mn-Al-Si-C entre 600°C e 900°C. com boa resistência à oxidação ao ar na faixa de 600°C e 700°C e em oxigênio a 600°C. Neste mesmo ano 2004, vários estudos sobre os efeitos de filmes passivos nestas ligas, foram apresentados por LI e ARNBERG [65]; ZANG colaboradores [66] e ZHANG, ZHU e ZHONG [67].

Para aços das ligas austeníticas do sistema Fe-Mn-Al não se encontram disponíveis na literatura diagramas de fase ou rotas de processamento

esquemático com indicações de regiões com provável composição favorável a uma caracterização de superplasticidade, a não ser o trabalho de Toscano [8].

2.3 Cronologia da Superplasticidade

O primeiro trabalho de ductilidade elevada por tração antes da ruptura é atribuído a BENGOUGH (1912) [68], seguido de JENKINS (1928) [69] que obteve 300% de alongamento em ligas eutéticas Cd-Zn e Pb-Sn e PEARSON (1934) [70] com alongamento de 1950% em liga eutética de Bi-Sn, propondo este pesquisador o mecanismo de deformação por escorregamento viscoso de contornos de grão. A partir dos trabalhos de PEARSON [70] foram realizadas extensas pesquisas na União Soviética, por BOCHVAR [71,72], PRESNYAKOV e colaboradores [73], em várias das ligas binárias eutéticas e eutetóides estudadas por PEARSON [70]. Em 1945 BOCHVAR e SVIDERSKAIA [74] introduziram o termo "sverhplastichnost" (plasticidade ultra-alta), traduzidos para o inglês em 1947 como "superplasticity"[71]. A superplasticidade foi explicada por BOCHVAR [72] como um fenômeno no qual, em ligas quase eutetóide, a influência das temperaturas de tratamento nas propriedades de dureza e ductilidade, de material ensaiado a tração, apresentam acentuada perda de dureza e valores bem abaixo daqueles das fases constituintes. Os teóricos russos acreditavam que o sistema deveria se encontrar em equilíbrio metaestável onde a deformação fosse dependente do processo de decomposição [71]. Tal posição foi posteriormente contestada por pesquisadores americanos, argumentando que a liga eutética solubilizada se decompõe espontaneamente à temperatura ambiente, e mesmo após completa transformação, apresenta superplasticidade [75]. Tais pesquisas só vieram receber atenção e ter seus estudos reabertos no Ocidente com a publicação em 1962 da clássica revisão por UNDERWOOD [76] dos trabalhos de superplasticidade russos.

Em 1964, BACKOFEN, TURNER e AVERY [77] apresentam o primeiro trabalho no Estados Unidos, com os fundamentos para o desenvolvimento das pesquisas neste campo, propondo e provando que o comportamento das ligas

superplásticas é resultado da alta sensibilidade da taxa de deformação com a tensão de escoamento. É uma primeira demonstração do potencial de uso das ligas superplásticas em operações de conformação simples.

Em 1965 AVERY e BACKOFEN [78], demonstraram que a metaestabilidade não é responsável pelo comportamento superplástico das ligas Sn-Pb e Sn-Bi. Em 1965 FIELDS [79] demonstrou que a conformação superplástica pode ter aplicação em manufatura por meio de termoformagem a vácuo. Em 1970 AL-NAIB e DUNCAN [80] e CORNFIELD e JOHNSON [81] mostraram que se podia produzir peças de formatos complexos a níveis de tensão muito baixos.

As revisões de JOHNSON [82], em 1972, DAVIES e colaboradores [83] indicaram que tal comportamento pode ser obtido de duas maneiras diferentes: - *superplasticidade de microgrão* – grandes alongamentos por tração, grão fino, $T > 0,5 T_m$ (temperatura de fusão); - *superplasticidade de transformação* – alongamentos $>100\%$ por ciclagem térmica, aplicação simultânea de deformação por tração e temperaturas de transformação de fase.

Em 1972 YORDER e WEISS [84] tentaram relacionar estas duas maneiras de comportamento superplástico em aços-carbono de composição quase-eutetóide, concluindo que a de microgrão está relacionada à capacidade de endurecimento pela taxa de deformação, enquanto a de transformação está relacionada ao endurecimento por deformação.

As pesquisas experimentais continuaram ainda durante muitos anos, a ser efetuada exclusivamente para ligas metálicas. Como a superplasticidade exige grãos estáveis e muito pequenos (normalmente $< 10 \mu\text{m}$) e alta temperatura de ensaio, foi necessário prevenir o crescimento significativo dos grãos durante o processo de deformação, o que foi conseguido utilizando ligas metálicas (com duas fases eutéticas ou eutetóides) ou introduzindo fina dispersão de uma segunda fase para agir como refinador de grãos [85]. Pesquisas estas sumarizadas em uma série de revisões cobrindo vários aspectos do processo superplástico [86-100].

Finalmente o campo da superplasticidade vem se ampliando com novos e avançados materiais, sumarizados em revisões para classes particulares de

materiais [85,94,96], tais como: -cerâmicos, -intermetálicos, - metais ligados mecanicamente e -compósitos de matrizes metálica e cerâmica. E em estudos de materiais nanométricos, com superplasticidade por alta taxa de deformação [100], bem com estudos de comportamento relacionados ao deslizamento de contorno de grão, deslizamento de contorno de grão cooperativo (em inglês CGBS) [25], entre outros.

2.4 A Superplasticidade

2.4.1 Conceituação da Superplasticidade

A superplasticidade é normalmente definida como fenômeno que alguns materiais policristalinos apresentam de grandes deformações no campo homogêneo (da ordem de centenas a milhares por cento), geralmente de maneira isotrópica [25], sob certas condições de: taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$), temperatura (T) e microestrutura [101]. Este fenômeno apresenta uma certa resistência ao alongamento não uniforme devido à alta sensibilidade da tensão de escoamento à variação da taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$). Segue daí o conceito de superplasticidade, caracterizado por um fluido não-Newtoniano com partículas rígidas, onde a fase mais resistente faz um movimento de rotação sem deformação, e a fase mais macia sofre deformação plástica acentuada com acomodação por escorregamento dos contornos de grão (sigla GBS em inglês) entre as duas fases.

O fenômeno passa a ser dominante nos materiais que apresentam as características de: tamanhos de grão ultrafinos, semelhantes, mas de resistências diferentes; tipicamente em ligas de composição eutética ou eutetóide contendo proporções aproximadamente iguais de ambas as fases; e estabilidade do tamanho de grão das duas fases durante o regime superplástico e tendência de haver somente a componente do alongamento uniforme. Assim a condição para um bom metal superplástico tenderá para : uma liga de *duas fases* eutética ou eutetóide onde o crescimento de grão é limitado pela presença das duas fases, ou uma liga contendo uma fina dispersão da segunda fase agindo como um refinador de grãos [102].

A superplasticidade não ocorre apenas em solicitação por tração, como pode sugerir o conceito inicial acima, mas como uma deformação caracterizada por ductilidade sob fluência [103-105], tração, compressão ou torção que venha exceder o comportamento convencional do material conforme Johnson [82]. O fenômeno da superplasticidade não deve ser confundido com a ductilidade.

Existem 2 requisitos principais para a deformação superplástica :

- 1- tamanho de grão estável e pequeno, tipicamente $< 10 \mu\text{m}$.
- 2- alta temperatura de ensaio ($\sim 0,5 T_m$) com: T_m - ponto de fusão absoluto do material.

Este *segundo* requisito é relevante porque o processo superplástico é um processo de difusão controlada, claramente incompatível com a retenção de grãos com tamanho pequeno, pois nos metais puros e ligas de solução sólida simples, ocorrerá necessariamente crescimento de grãos a elevada temperatura.

No processo superplástico a dependência da taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) com a tensão de escoamento (σ) é muito forte. Os materiais superplásticos apresentam grande resistência à formação de pescoço quando deformados sob tensão de tração (σ). As condições para grande resistência à formação de estricção são: altas temperaturas $T \geq 0,5 T_m$; taxas de deformação em torno de $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$ [106]; tamanho de grão fino (d): ($d < 10 \mu\text{m}$) em metais; para cerâmicas ($d < 1 \mu\text{m}$).

Os materiais metálicos que podem apresentar superplasticidade geralmente são ligas de : Al, Bi, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mg, Ni, Ag, Sn, Ti, W, Zn, Zr, e Fe [101], sendo as mais exploradas comercialmente as ligas de Ni, Ti e Al [106].

O comportamento superplástico tem sido observado numa grande quantidade de materiais como: metais, cerâmicas, materiais intermetálicos e materiais compósitos [107]. Podem ocorrer formas de superplasticidade distintas.

As classificações dos tipos de superplasticidade no entanto, são mais descrições de processos de refino de grãos ou técnicas para diminuir o

tamanho de grãos. A primeira classificação que se tem registro foi elaborada em 1969 por Hayden et al. [108] dividida em dois tipos:

- **superplasticidade isotérmica:** ocorre em materiais com estrutura refinada, aquecidos a temperatura igual ou superior a metade da temperatura absoluta de fusão, carregados a seguir sob certas condições de taxa de deformação;
- **superplasticidade por transformação de fase:** ocorre em materiais que apresentam transformação alotrópica, submetidos a carregamento, e junto à temperatura de ensaio sofre variação acima / abaixo temp. de transformação.

Tal classificação foi posteriormente reestruturada e ampliada para [25]:

- **superplasticidade estrutural:** classificação relacionada diretamente à definição de superplasticidade isotérmica [25].
- **superplasticidade por transformação de fase:** mesmo processo anterior de transformação de fase, mas utilizando uma pequena carga durante a ciclagem térmica (muito menor do que o limite de escoamento) [25,101].
- **superplasticidade por ciclagem térmica:** quando é induzida por uma ciclagem de temperatura sob uma pequena carga em material com alto grau de anisotropia nos coeficientes de expansão térmica [101].

Tanto na superplasticidade por *transformação de fase* como naquela por *ciclagem térmica*, a deformação plástica ocorre para acomodar [101]: a variação de volume associada à transformação de fase ou a presença de dilatações diferentes em diversas direções cristalográficas. Nestas duas formas de superplasticidade são geradas tensões internas no material devido à variação do volume e à presença de dilatações diferentes nas diversas direções cristalográficas, resultando numa deformação plástica, soma das tensões internas e externas aplicada. Na *superplasticidade estrutural* que é a que ocorre na maioria dos metais e ligas, a deformação ocorre principalmente por um mecanismo de escorregamento de grãos, onde os mecanismos de acomodação de discordâncias ocorrem pela estrutura (deslizamento dos contornos de grão e combinação deste com a recristalização dinâmica), esta forma de superplasticidade, a estrutural, passará a ser tratada a seguir com maiores detalhes.

2.4.2 A superplasticidade estrutural

A grande maioria dos metais apresenta este tipo de superplasticidade, como, por exemplo, as ligas a base de Al e Ti usadas na indústria aeroespacial, assim como o Inconel (liga a base de Ni), daí o interesse tecnológico e a concentração de esforços no desenvolvimento e estudo desta forma de superplasticidade [104]. A principal vantagem dos materiais com este comportamento é a possibilidade de conformação de peças de formato complexo com um mínimo de energia [109], e apresentando propriedades melhores de tenacidade e resistência, graças a sua estrutura refinada, condição não muito vantajosa porém, se o material trabalhar a altas temperaturas, visto que o refino da estrutura favorecer os mecanismos de fluência.

2.4.2.1 Requisitos para a superplasticidade estrutural

A principal limitação que alguns metais apresentam, de utilização comercial da capacidade superplástica são, as *baixas taxas* de deformação necessárias para a verificação do fenômeno, taxas que utilizadas em regime superplástico podem ser até mil vezes menores do que aquelas empregadas em processos usuais de conformação ($0,1 < \dot{\epsilon} < 10 \text{ s}^{-1}$) [110].

A superplasticidade estrutural depende da combinação de requisitos externos (processo) e internos (estruturais) do material.

Requisitos externos :- os requisitos de processo (externos) para o comportamento superplástico só são possíveis em condições bem determinadas:

- taxas de deformação: $10^{-6} < \dot{\epsilon} < 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ dependem do tipo de liga;.
- temperatura: $T \geq 0,5 T_m$.

Tais requisitos são necessários, mas não suficientes, o que sugere que o processo depende de difusão pela estrutura do material [110], dependendo assim de requisitos internos (estruturais) adequados.

Requisitos internos : os *requisitos internos* (características estruturais), para que a superplasticidade seja desenvolvida em material metálico são :

- ▶ tamanho de grão, pequeno e que resista à separação por tração (para prevenir a cavitação);
- ▶ alto ângulo de contorno de grão (maior mobilidade dos grãos durante a deformação), visto os contornos de grão serem defeitos de alta energia .
Ao aquecer nas temperaturas em que ocorre o fenômeno superplástico, há no material uma tendência ao crescimento de grão, para diminuir a energia associada a esses defeitos;
- ▶ forma equiaxial [109];
- ▶ uma segunda fase (caso por exemplo dos aços inoxidáveis duplex). Tal fase se presente deve possuir propriedades mecânicas semelhantes a da matriz e estar distribuída de maneira uniforme para evitar formar cavidades, na interface matriz / partícula durante a tração, [109].

Textura e Morfologia dos Grãos:- Na deformação convencional o escorregamento dos planos cristalinos ou os processos de difusão de lacunas induzidos por tensão provocam alongamento dos grãos na direção de deformação, acarretando após a deformação uma textura na microestrutura do material. Na deformação superplástica não é observado tal textura, ficando os grãos praticamente equiaxiais ao final do alongamento, podendo se supor que em um aço laminado toda a textura inicial de sua estrutura será destruída através da recristalização dinâmica durante o processo. Após a deformação observa-se quase sempre a forma equiaxial dos grãos da microestrutura devido a quebra e diminuição de sua textura [93].

Observação da Estrutura de Discordâncias:- A análise por microscopia eletrônica de transmissão (MET) tem revelado grãos relativamente livres de discordâncias, relacionado a limitação dos mecanismos de escorregamento de planos cristalinos dentro dos grãos com a recristalização dinâmica prolongada [111].

2.4.3 Escoamento plástico

2.4.3.1 Características gerais do escoamento

A Figura 2.4 (a) mostra uma curva do tipo Tensão nominal (S) x deformação nominal (e), que descreve a deformação superplástica em tração (proporcional à curva de carga x deslocamento), para explicar o comportamento do material em uma amostra tracionada à velocidade de tração (V_T) constante. Observa-se um intenso decaimento de tensão após o ponto de carga máxima, não condizente com a forma esperada de ensaio típico de tração para regime de deformação superplástica. A Figura 2.4 (a) na região intermediária da curva, entre o ponto de carga máxima e o final do ensaio, há uma tendência de diminuição contínua da carga com o deslocamento, devido à redução da seção transversal da amostra com a deformação. Há também redução da taxa de deformação efetiva durante o ensaio, que é realizado com velocidade de deslocamento constante (velocidade de tração V_T) [20]. Como a velocidade é o produto do comprimento útil da amostra pela taxa de deformação, esta durante o ensaio, deve diminuir à medida que o comprimento útil vai aumentando, pois a velocidade de deslocamento permanece constante.

Na Figura 2.4(b), é apresentado a curva esquemática idealizada de tensão real ("real" ou "verdadeira") (σ) x deformação logarítmica (ϵ) para um material superplástico. Nem sempre este comportamento é observado devido a dois fatores:

- . **primeiro:** tendência de diminuição contínua da tensão com o deslocamento, entre o ponto de carga máxima e o final do ensaio (devido redução da área da seção transversal sob deformação), com conseqüente redução de tensão e da taxa de deformação com a evolução do processo [111].
- . **segundo:** durante a deformação não ocorre encruamento do material, assim a tensão não depende da deformação (ϵ) mas da taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$).

Nos materiais superplásticos a tensão é diretamente proporcional ao tamanho de grão [102,111], não se verificando a relação de Hall-Petch. A relação de Hall-Petch é aquela onde a tensão é inversamente proporcional à raiz quadrada do tamanho de grão e o mecanismo de deformação envolve a

movimentação de discordâncias dentro dos grãos. Quanto menores estes grãos, maior a tensão para que as discordâncias vençam a barreira do maior número de contornos de grão. Os mecanismos de deformação são uma forma utilizada para relacionar, em termos de comportamento, as propriedades do material com a sua estrutura interna.

Para se compreender a acomodação da deformação no regime superplástico estrutural, são propostos os seguintes mecanismos de deformação:- deslizamento de contornos de grão (como mecanismo básico); transporte de vacâncias induzido por tensão através da rede cristalina e contornos de grão; processo combinado de deslocamento por escalada e deslizamento; recuperação e recristalização dinâmica.

A deformação dos materiais superplásticos acontece por um mecanismo de escorregamento de contornos de grão. Neste caso o tamanho de grão é pequeno, e haverá um maior número de contornos para um mesmo volume de material, facilitando o mecanismo e diminuindo a tensão para a deformação. Assim se a tensão aumentar durante o ensaio, é porque ocorreu um provável aumento do tamanho de grão.

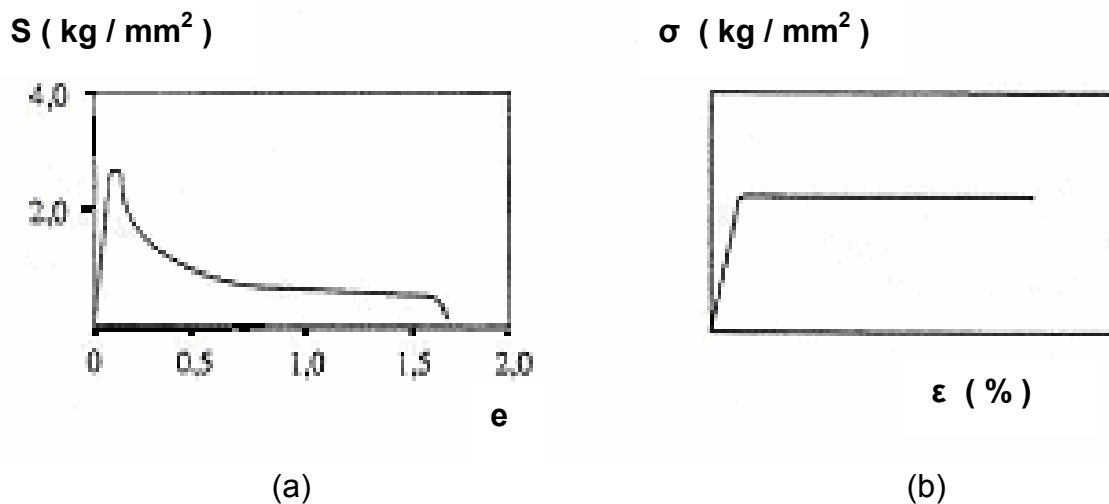


Figura 2.4 (a) Curva tensão nominal (S) x deformação nominal (e) para a liga eutética superplástica Sn-Pb [24]. (b) Curva esquemática real de tensão (σ) x deformação (ϵ) para um material superplástico [24].

Segundo Wray [112] é no ponto de carga máxima, num gráfico tensão x deformação, que ocorre a primeira instabilidade plástica com o material.

Na Figura 2.5(a), na região de estricção, para os materiais superplásticos seria verificada a formação de vários pescoços concorrendo entre si e levando a uma deformação plástica homogênea do material com instabilidade ("Tipo I"), inicialmente uniforme com formação de vários pescoços (b-d), que concorrem entre si no crescimento.

Na Figura 2.5(b), em materiais que não apresentam comportamento superplástico, aparece uma região de estricção que leva o material à fratura prematuramente ("Tipo II").

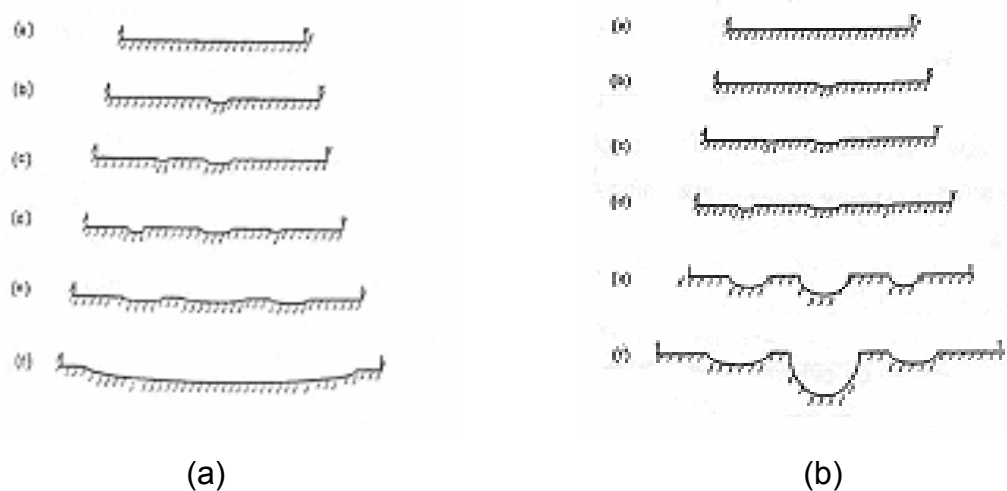


Figura 2.5 (a) Esquema ilustrativo da ocorrência de deformação plástica homogênea em materiais superplásticos, (b) Passos de formação de instabilidade que provocará ruptura do material e crescimento preferencial de um único pescoço [112].

Os parâmetros que caracterizam o escoamento superplástico são, além da temperatura, a taxa de deformação e a microestrutura.

Um material metálico, que apresenta grandes deformações a altas temperaturas, de um ponto de vista metalúrgico pode ter seus mecanismos de conformação representados por equações gerais, em princípio válidas para o

comportamento de fluência superplástica [113]. Neste comportamento de fluência tenta-se relacionar a tensão aplicada (σ) com a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$), temperatura (T) e a microestrutura:

$$\sigma = f(\dot{\epsilon}, T, \text{microestrutura})$$

Para os materiais superplásticos, quando a deformação é induzida por tração, a relação entre o fluxo de tensão (σ) e a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) tem a forma de uma curva sigmoideal (S), dividida em três regiões distintas, apresentadas de forma esquemática na curva superior da Figura 2.6. Nesta curva o comportamento superplástico do material pode ser verificado através do valor de m (expoente de sensibilidade à taxa de deformação) obtido pela inflexão instantânea, na Região II da curva superior esquematizada da Figura 2.6.

Cada uma das regiões é modelada normalmente por uma linha reta, e o comportamento do material, na região entre as retas, e a caracterização da região é representada pela equação 2.1 [102,114]:

$$\log \sigma = C + m \log \dot{\epsilon} \quad (2.1)$$

onde C é uma constante função da temperatura e microestrutura, e m o coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação.

O formalismo geral da equação constitutiva para plasticidade em temperaturas elevada, proposta por Mukherjee, Bird e Dorn (MBD) [115], descreve as propriedades superplásticas do material, e obedece a correlação dada pela Equação 2.2 [113].

Os fatores envolvidos no processo de deformação podem ser identificados através desta equação, fatores como: taxa de deformação, difusividade nos contornos de grão, tamanho de grão, temperatura, tensão aplicada e sensibilidade à taxa de deformação (m), entre outras.

A Equação 2.2 tem aplicação significativa ao estimar a taxa mínima estável de curvas universais obtidas de ensaios de fluência, onde os valores de

$n = 2$ e $p = 2-3$ na equação correspondem a valores geralmente iguais de energia de ativação e energia de difusão nos contornos de grão, e ocasionalmente igual àquela energia na difusão por volume.

Equação descritiva das propriedades superplásticas estruturais :

$$\dot{\epsilon} = C_1 \left(\frac{Gb}{kT} \right) \left(\frac{b}{d} \right)^p \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n D_o \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.2)$$

onde :

$\dot{\epsilon}$ – taxa estaconária de deformação,

C_1 – constante adimensional, incorpora todos os parâmetros estruturais menos o tamanho de grão,

G – módulo de cisalhamento, (MPa),

b – vetor de Burgers (μm),

k – constante de Boltzmann ($1,381 \times 10^{-23}$ J/K),

T – temperatura absoluta de teste (K),

d – tamanho de grão médio (μm),

p – expoente de tamanho de grão,

σ – tensão aplicada (N/mm^2); (MPa),

n – expoente de tensão, ($n = 1 / m$),

D_o – coeficiente independente de difusão (m^2/s)

Q – energia de ativação do processo de fluência (kJ/ mol),

R – constante dos gases ($8,314$ J/mol x K).

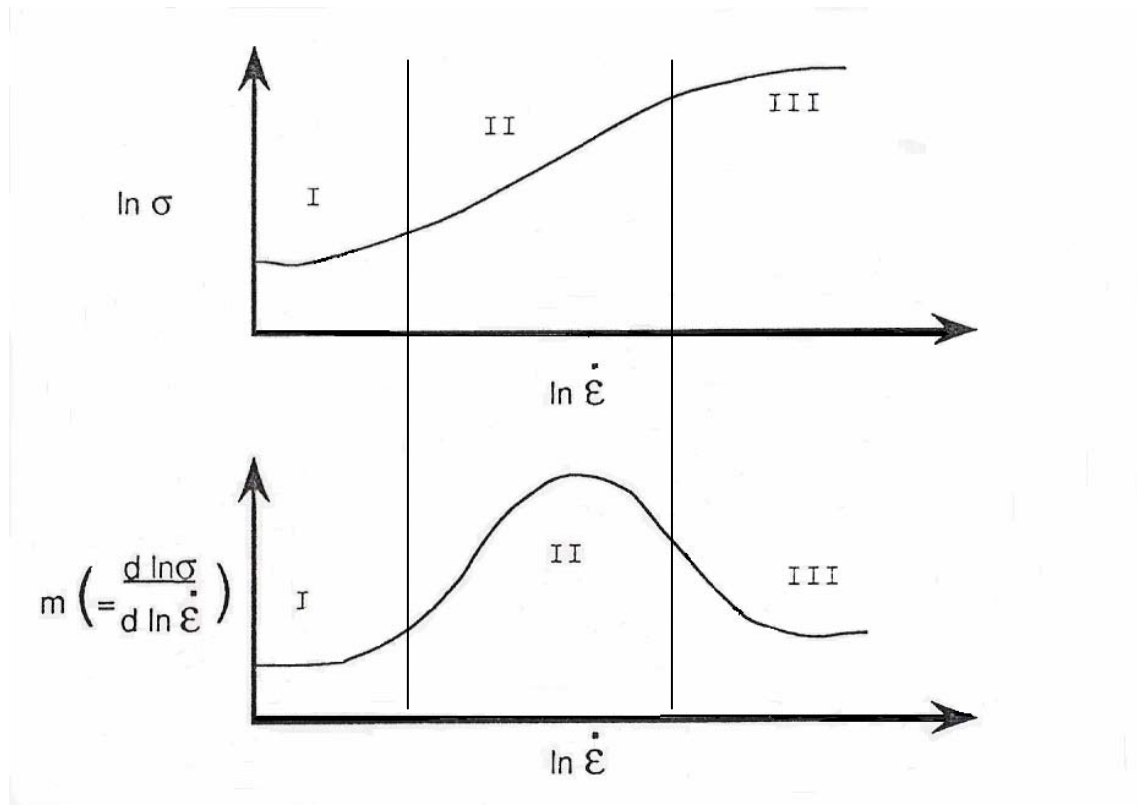


Figura 2.6 Representação da relação entre tensão de escoamento e taxa de deformação (curva superior). O valor de m corresponde à inflexão instantânea da curva superior. E m está relacionado nas ordenadas da curva inferior. Região II, ocorre o comportamento superplástico do material [102].

2.4.3.2 Fenômeno de Encruamento e de Sensibilidade à Taxa Deformação

Na região de plasticidade uniforme que vai até o ponto de carga máxima, nos ensaios de tração, podem ser visto diferentes comportamentos, onde valem as seguintes relações [116]:

- tensão e deformação verdadeiras : $\sigma = S (1 + \epsilon)$ (2.3)

- tensão e deformações : $\epsilon = \text{Ln} (1 + e)$ (2.4)

Em um sólido, ao ser tracionado a velocidade constante, podem ser observados 2 fenômenos importantes:

- **Encruamento (n')**: fenômeno correspondente ao endurecimento (por aumento de resistência) provocado pela deformação no corpo de prova, representado pela equação de Ludwik :

$$\sigma = K \varepsilon^{n'} \quad (2.5)$$

onde: K – coeficiente de resistência; n' – expoente de encruamento

$$0 < n' < 1$$

- **Sensibilidade da Tensão c / Taxa Deformação (m)**: aumento de resistência com deformação do material a velocidades maiores, relacionado na equação:

$$\sigma = C \dot{\varepsilon}^m \quad (2.6)$$

onde: C – coeficiente sensibilidade à taxa deformação; m – expoente de sensibilidade à taxa de deformação, $0 < m < 1$.

O material que apresenta esta sensibilidade se comporta como um polímero à temperatura ambiente, pois apresenta níveis mais altos de resistência quando solicitado a velocidade de tração maior. Os metais em temperaturas elevadas apresentam o mesmo fenômeno, podendo tal comportamento ser resumido em uma única equação (2.7) função das condições de ensaio, faixa de tensão e temperatura utilizadas [116].

$$\sigma = C \varepsilon^{n'} \dot{\varepsilon}^m \quad (2.7)$$

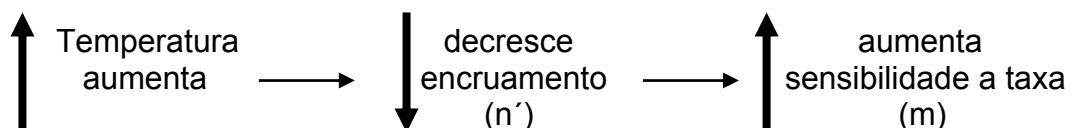
onde $m = 0$ há o fenômeno de encruamento; e $n' = 0$ sensibilidade à taxa de deformação.

Para valores de $0 \leq n' \leq 1$ os diferentes comportamentos de encruamento do material são : $n' = 0$ materiais dúcteis (Polímeros),

$n' = 1$ materiais frágeis (Cerâmicas),

$n' =$ valor intermediário (materiais metálicos).

Na temperatura ambiente domina o fenômeno de encruamento (n'), ao passo que em altas temperaturas o encruamento decresce e passa a dominar a sensibilidade à taxa de deformação (m), ambos agindo em sentidos opostos.



Em altas temperaturas os fenômenos devido à m se acentuam, com decréscimo em: módulo de elasticidade, tensão de escoamento, limite de resistência e aumento na ductilidade do material.

Com (m) sensibilidade de resistência do material a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) aparecem fenômenos função do aumento da taxa de difusão dos átomos com aumento de temperatura do material, Figura 2.7.

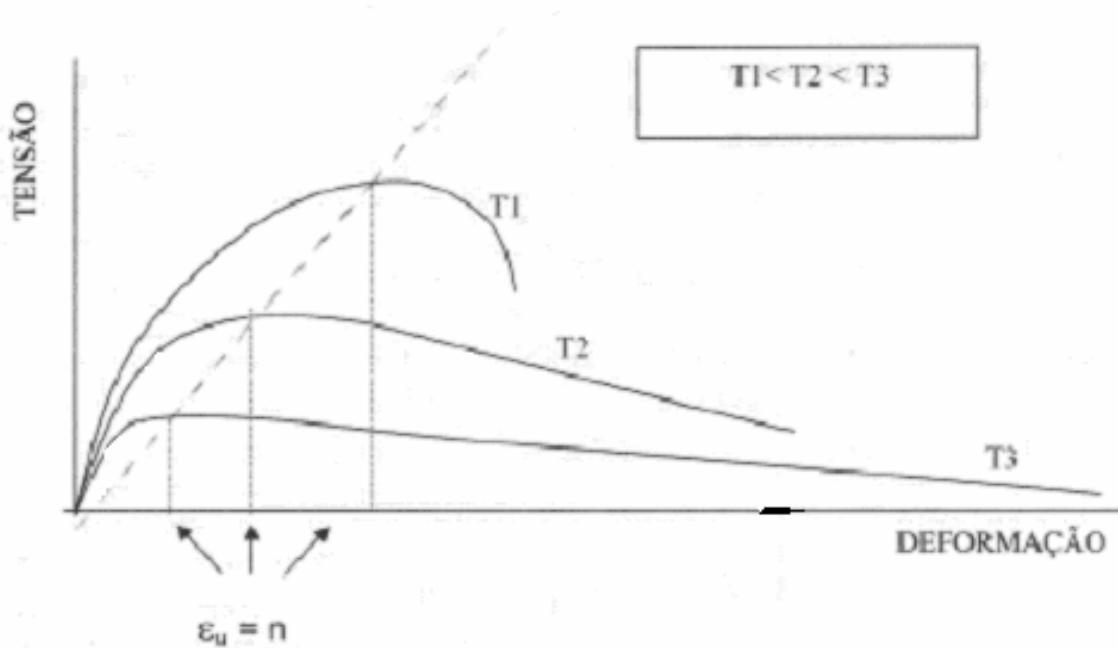


Figura 2.7 Comportamento da curva tensão x deformação e conseqüente diminuição de n' (expoente de encruamento) com o aumento da temperatura [117].

Os fenômenos indicados na Figura 2.8 (a) (relaxação de tensão) e Figura 2.8 (b) (fluência) passam a ter importância.

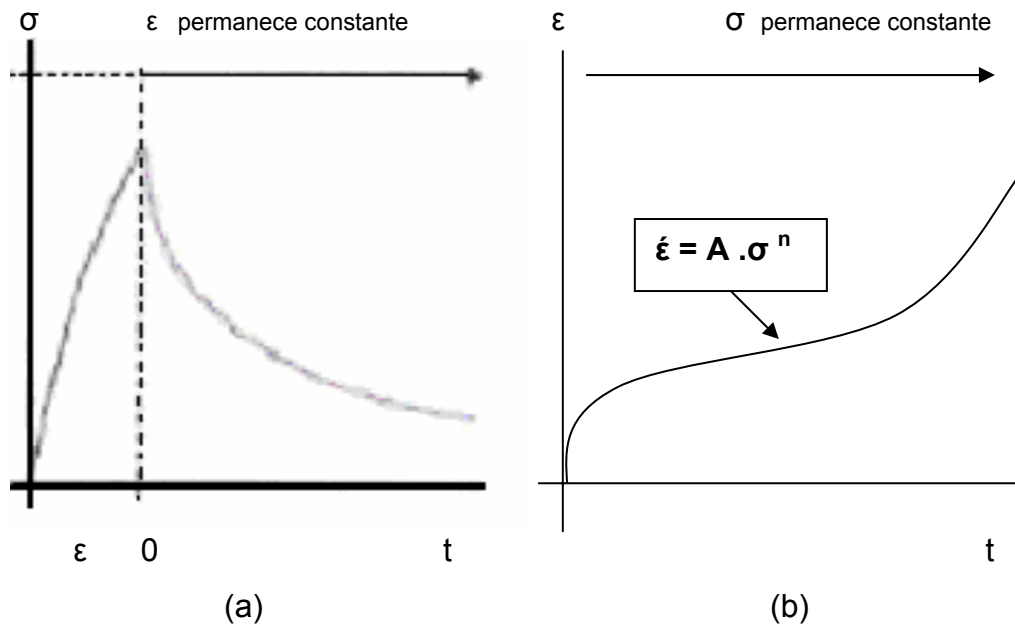


Figura 2.8 Curvas típicas de : a) Ensaio de Relaxação de Tensão; b) Ensaio de Fluência.

Em um ensaio de tração, no ponto de carga máxima, o material apresenta o coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação (m) conforme a relação :

$$\sigma = C \cdot \dot{\epsilon}^m \quad P/A = C \cdot \dot{\epsilon}^m \quad (2.8)$$

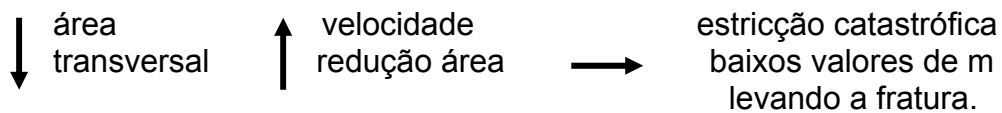
onde: P – carga de tração; A – área seção transversal $A = \left(\frac{P}{C}\right)^{1/m} \cdot 1 / \dot{\epsilon}^{1/m}$

$$V = L \cdot A \text{ (volume útil constante)} \quad \dot{\epsilon} = -\left(\frac{1}{A}\right)\left(\frac{dA}{dt}\right) \quad \text{e} \quad -\left(\frac{dA}{dt}\right) = A \dot{\epsilon}$$

$$-\frac{dA}{dt} = \left(\frac{P}{C}\right)^{1/m} \left(\frac{1}{A}\right)^{(1-m)/m} \quad (2.9)$$

o sinal de menos indica que a área sempre decresce com o tempo.

Na temperatura ambiente, o processo de deformação é dominado pelo encruamento, para $m = 1$ deformação newtoniana viscosa, não ocorre estricção catastrófica durante o alongamento, e para $m < 1$ temos a condição :



Aumentando a temperatura, por recuperação microestrutural, os efeitos do encruamento vão aliviando (queda de n') e o valor de m vai aumentando, com nítido efeito na curva de tração após a carga máxima.

A curva de tração, antes do ponto de carga máxima, tem comportamento determinado pelo fenômeno de encruamento (n'), após o qual o fenômeno dominante passa a ser a sensibilidade da tensão com taxa de deformação (m), conforme mostra a Figura 2.9.

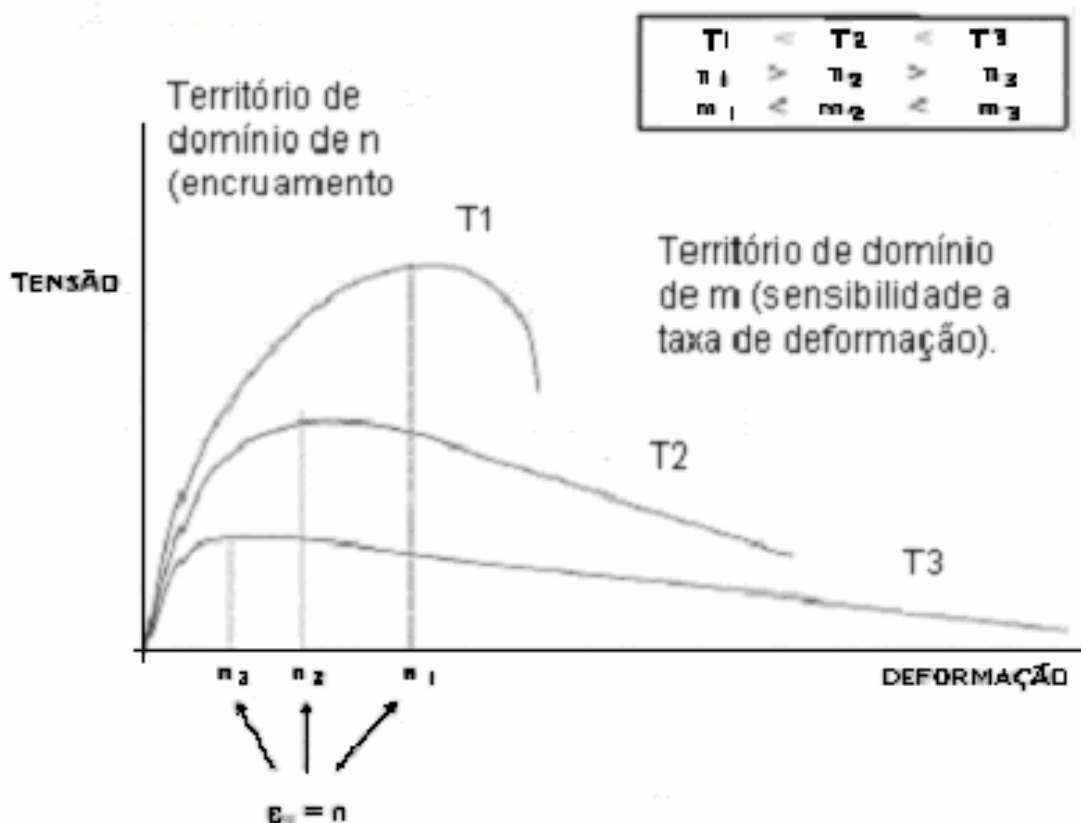


Figura 2.9 Variação típica da curva tensão x deformação mostrando as regiões de domínio dos parâmetros n' , m , função da temperatura de ensaio, [116, 117].

A superplasticidade está associada com o expoente m (sensibilidade à taxa de deformação) proposta por BACKOFEN [77], já apresentado, constituinte da Equação 2.6. O expoente m apresenta valores na faixa de 0 a 1, e em materiais superplásticos com valores na faixa de: $0,3 < m < 0,8$.

O valor $m = 1$ está associado ao fluxo viscoso Newtoniano (caso de vidros e materiais amorfos). Assim a correlação entre sensibilidade crescente à taxa de deformação, de um fluxo de tensão, foi estabelecida pela Equação 2.10 [77].

$$m = d\text{Log}\sigma / d\text{Log}\dot{\epsilon} \quad (2.10)$$

2.4.3.3 Fenômeno de Fluência

A fluência é um fenômeno de deformação acumulada com o tempo, sob o efeito de tensão e temperatura constante, apresentado por um sólido.

Pode ser descrito pela equação 2.11, onde as constantes do material : A' , n (expoente de tensão) e Q_f (energia de ativação) apresentam valores diferentes conforme o mecanismo de deformação.

Tais mecanismos variam conforme a faixa de temperatura e tensão de ensaio.

$$\dot{\epsilon}'_s = A' \cdot \sigma^n \cdot \exp\left(-\frac{Q_f}{RT}\right) \quad (2.11)$$

Assim para n (expoente de tensão), os mecanismos dominantes são:

- $n \sim 1$ transporte de átomos por difusões (granulação fina), baixas tensões e altas temperaturas.
- $n \sim 2$ deslizamento de contornos de grão.
- $n \sim 3$ deslizamento de discordâncias na rede cristalina (ligas com adição de solução sólida) controlado por atrito viscoso.
- $n \sim 5$ deslizamento de discordâncias controlado por escalagem (metais puros)
- $n > 5$ tensão interna função de fatores microestruturais, precipitação de fases e discordâncias.

Na Figura 2.10, os dados da curva de fluência, como σ , T , ϵ_0 , t_r , ϵ_r permitem a preparação de vários tipos de gráficos como: relação de Norton (Log taxa mínima x Log tensão), relação de Arrhenius (Log taxa mínima x Log inverso da temperatura), relação de Monkman-Grant (Log taxa mínima x Log tempo de ruptura) entre outros.

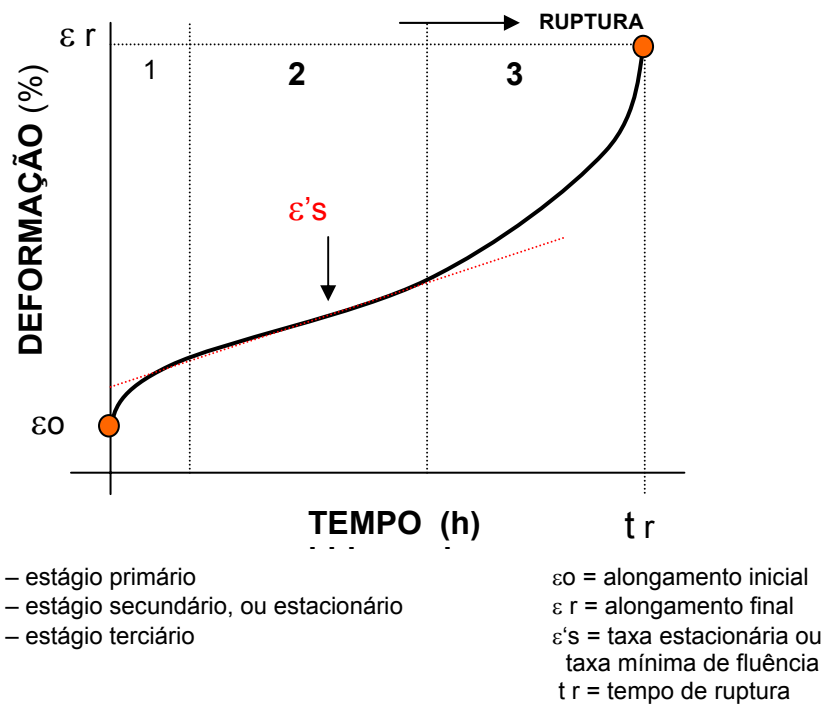


Figura 2.10 Gráfico deformação X tempo, material ensaiado por fluência com os 3 estágios característicos deste fenômeno.

2.4.3.4 Relação Entre Tensão e Taxa de Deformação

Todos os materiais superplásticos apresentam grandes deformações, quando tracionados por tração a altas temperaturas e taxas de deformação de aproximadamente 10^{-2} a 10^{-4} s^{-1} .

Existe uma redução no alongamento máximo e correspondente diminuição no efeito superplástico, quando a taxa de deformação cresce ou decresce significativamente, sendo esta última tendência de considerável significado industrial por causa da necessidade de utilizar alta taxa de conformação nos processos de produção [102].

A mais importante característica mecânica dos materiais superplásticos, provavelmente sejam os altos valores de m , geralmente relacionados com a tensão (σ) pela Equação 2.8 (2.12), para o caso de tração, onde o coeficiente C e o expoente m são parâmetros característicos do material. Esta relação reescrita, como um rearranjo da Equação 2.11, na forma $\dot{\varepsilon} = C' \cdot \sigma^n$, para o

caso de fluência, apresenta coeficientes e parâmetros relacionados com a Equação 2.8 por: $C' = 1/C$ e (expoente de tensão n) = $1/m$.

Se m e C forem constantes do material, obtém-se m com a inflexão dos valores plotados ($\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$) linear. Porém esta plotagem tem natureza sigmoïdal para a maioria das ligas superplásticas, como descrito no parágrafo seguinte, e neste caso o expoente de sensibilidade a taxa é dito M e definido pela Equação 2.10 (a diferença entre m e M não é muito discutida na literatura). O uso prático do fenômeno superplástico para fins industriais, exige o uso de modelos matemáticos dos processos de conformação em condições superplástica, com base em modelagem do escoamento superplástico, por elementos finitos. Os métodos de resolução destas equações constitutivas, do comportamento reológico destes materiais, apresentam grande dependência, no caso de um sólido deformável, de um limiar de tensão (σ_0) diferente de zero ($\sigma_0 \neq 0$). A introdução de σ_0 na Equação 2.8 foi sugerida por Karim [3] para explicar os baixos valores de m na região I da curva sigmoïdal, reescrevendo-a na forma $\sigma = \sigma_0 + C'' \cdot \dot{\epsilon}^{m'}$. A partir desta equação, Karim obteve a seguinte relação $m' = (\sigma / (\sigma - \sigma_0)) \cdot M$, a partir da qual Enikeev propõe um método para determinação de σ_0 (limiar de tensão, ou tensão limite) via dados de ensaios de tração. O valor de σ_0 também pode ser obtido via dados de ensaios de fluência visto os parâmetros serem relacionados, vide Equação MBD e suas variações.

Em ambos ensaios (tração / fluência) as curvas tendem a se distribuir ao longo de uma curva sigmoïdal (ou de 3 estágios) dividida em 3 regiões, denominadas de região I, região II e região III, cada uma apresentando mudanças em suas características microestruturais [113], descritas a seguir, vide Figura 2.6:

Região I – alongamento limitado de grãos individuais; associada a 3 fatores que compõem o mecanismo de deformação em estudo.

1º fator gerado por outro mecanismo vindo da difusão de lacunas sob tensão.

A deformação ocorre, neste caso, pelo movimento de átomos no interior (Nabarro-Herring) ou no contorno dos grãos (Coble) [102].

Rotas hipotéticas de difusão nesta região são vistas na Figura 2.11, de forma esquemática. Rotas hipotéticas de movimentação dos átomos durante a deformação [111].

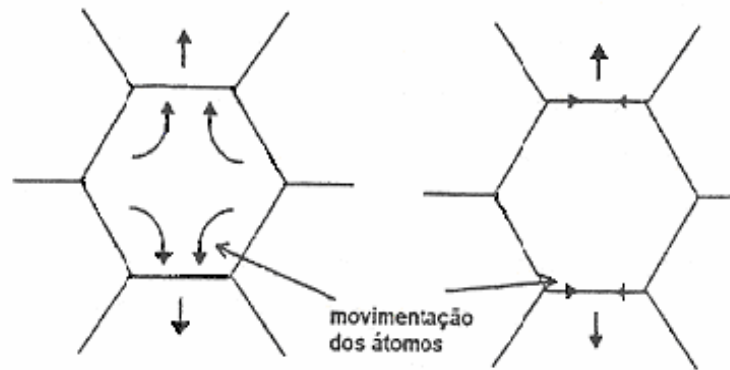


Figura 2.11 Rotas hipotéticas de movimentação dos átomos durante a deformação [111].

- 2º fator O comportamento na Região I explicado pelo fator crescimento de grãos: A estrutura fina, e instável, quando submetida a altas tensões e temperaturas pode passar por crescimento das fases ou crescimento de grãos [111]. Devido a isto ocorreria uma inclinação menor na Região I em relação à Região II, pois na deformação superplástica a tensão é proporcional ao tamanho do grão, ficando o valor da tensão superestimado com o aumento do tamanho de grão.
- 3º fator presença de impurezas: é outro fator usado para explicar a existência da Região I [25]. Devido ao efeito dos átomos de impureza e sua interação com as discordâncias existentes nos contornos, tal interação produziria uma tensão limite (σ_0) para o escoamento na Região II (superplástico). O valor efetivo de tensão deve vencer a interferência provocada pela tensão σ_0 para entrar no regime superplástico.

Região II - O mecanismo predominante de deformação, conforme observado por Langdon [111] parece ser o escorregamento dos contornos de grão. Mas existe outra corrente de pensamento, por exemplo Maehara [31] que explica a deformação superplástica como uma

combinação de mecanismos de escorregamentos de contornos de grão e restauração dinâmica da estrutura. Mecanismos estes já apresentados na seção 2.2.6.

A Região II é a região de deformação plástica homogênea valores máximos de m estão associados a [25,101,108]:

- quase nenhum alongamento de grão individual,
- grupos de grãos deslizam como um pacote,
- os grãos se movem ao longo de planos paralelos, ocorrendo poucas mudanças em grãos próximos.

Região III – grandes deformações em grãos individuais, devido a múltiplos deslizamentos.

Na Região III o coeficiente de sensibilidade m assume geralmente valores próximos a 0,2. O mecanismo predominante de deformação é a movimentação de discordâncias convencional, como o movimento de átomos e lacunas [25,101,108], sendo tal fato relacionado, conforme estudos de microscopia eletrônica [25] à formação de uma estrutura de subgrãos durante a deformação (onde há intensa movimentação de discordâncias envolvida nos processos de recuperação e recristalização).

Existem dois procedimentos diferentes, mas complementares para a realização de ensaios mecânicos em ligas superplásticas [102], por tração e por fluência.

1-Tracionamento:- ocorre quando se impõe uma taxa de deformação constante aproximada ou verdadeira a amostra. A máquina opera a taxa constante de deslocamento transversal, equivalente a um decréscimo contínuo da taxa de deformação efetiva. O fluxo estável de tensão (σ) é medido como função da taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) e os dados plotados de forma logarítmica $\sigma \times \dot{\epsilon}$. As variáveis são relacionadas pela Equação 2.12 (a mesma Equação 2.6).

$$\sigma = C \dot{\epsilon}^m \quad (2.12)$$

Os dados experimentais deste tipo geralmente tendem a se distribuir ao longo de uma curva senoidal (ou de 3 estágios), dividindo o comportamento nas 3 regiões distintas, descritas acima: Região I – baixas taxas de deformação, onde m é baixo; Região II – taxas de deformações intermediárias, m é alto. Região III – altas taxas de deformação, m baixo, caracterizada por mudanças de microestrutura.

A Região II apresenta uma diferença marcante em relação às outras 2 (Regiões I e III), pois é muito difícil o alongamento individual de grãos, onde grupos inteiros de grãos deslizam como um pacote, com algumas poucas mudanças locais, movendo-se ao longo de planos paralelos [113].

Na Região I a deformação é resultado principalmente do alongamento de grão individual. Na Região III a deformação dos grãos é provocada por múltiplos deslizamentos.

2- Fluência: ocorre sob condições de fluência com uma taxa de tensão constante ou verdadeira aproximada (se a máquina opera sob carga constante, é equivalente a um acréscimo contínuo de tensão efetiva) a taxa de deformação estável ($\dot{\epsilon}$) é medida como função da tensão (σ) adotada, com os dados plotados de forma logarítmica $\dot{\epsilon} \times \sigma$. Dados estes relacionados pela equação 2.13.

$$\dot{\epsilon} = C' \sigma^n \quad (2.13)$$

onde: C' - constante $[= (\frac{1}{C})^{1/m}]$; n – expoente de tensão $(= \frac{\partial \ln \epsilon}{\partial \ln \sigma} = \frac{1}{m})$

dado pela inflexão no gráfico logarítmico.

Os dados experimentais deste tipo geralmente se distribuem ao longo de uma curva sigmoideal com valores baixos de n na Região II (intermediária) e altos valores de n nas Regiões I e III.

Existem vários exemplos na literatura [102,118] de dados experimentais de trabalhos realizados tanto pelo método de tração como pelo método de fluência, cujos resultados apresentaram excelente concordância.

Tanto as curvas de tração como as curvas de fluência podem ser vistas de forma esquemática na Figura 2.12, conforme Langdon [102].

O autor em referência, utilizou outras notações no caso das equações nas curvas da Figura 2.12, tais como: a) Equação 2.12: - a letra B_1 no lugar de C (coeficiente função da temperatura); b) Equação 2.13: - a letra B_2 no lugar do coeficiente C' , a letra n' no lugar de n (expoente de tensão). Observa-se na Figura 2.12 a relação entre os coeficientes C (na tração) e C' (na fluência). A relação entre os expoentes m (sensibilidade a taxa de deformação, na tração) e n (expoente de tensão, na fluência).

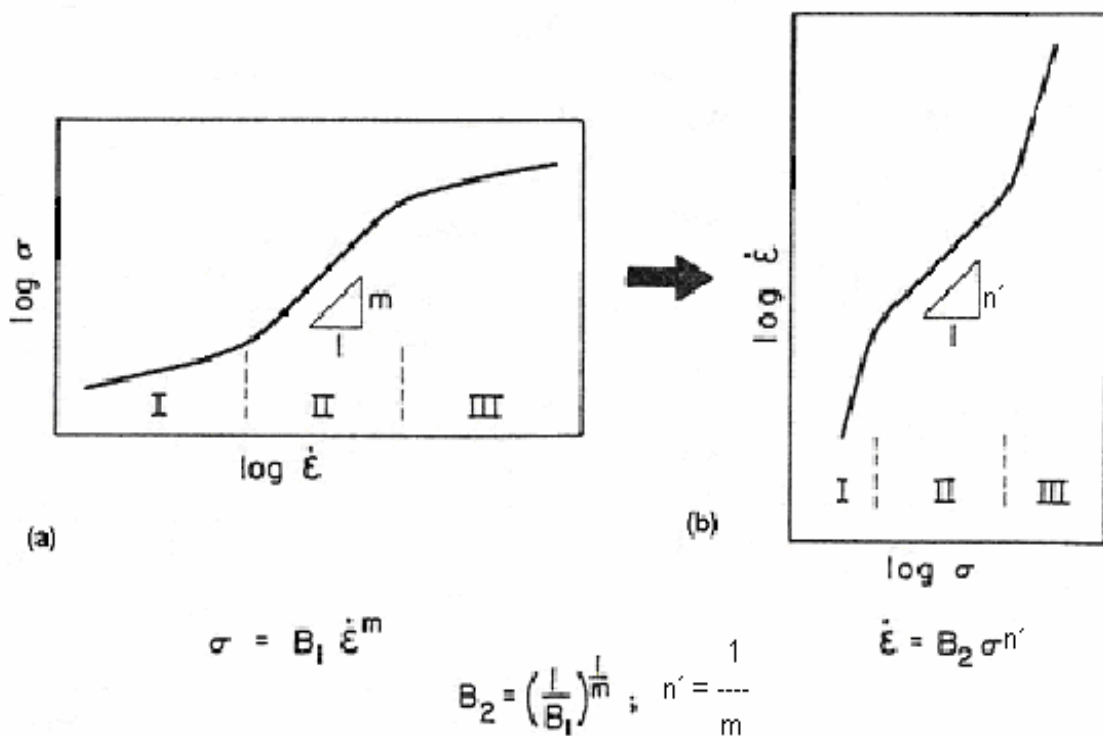


Figura 2.12 Representação esquemática dos dois procedimentos diferentes usados para a plotagem logarítmica dos dados mecânicos de materiais superplásticos : (a) tensão x taxa de deformação; (b) taxa de deformação x tensão, conforme Langdon [102].

2.4.4 Modelos para a deformação superplástica estrutural

Na deformação superplástica estrutural o mecanismo de deformação dominante é o deslizamento de contornos de grão (GBS em inglês), no qual um

grão se desloca em relação a um outro grão adjacente através do contorno comum entre ambos sem que haja mudança sensível da forma e do tamanho do grão [114]. A ocorrência deste fenômeno pode ser constatada experimentalmente [25].

Ainda não existe um modelo totalmente abrangente, apesar das indicações, de que o deslizamento dos contornos de grão é o mecanismo de deformação dominante, uma vez que os processos que levam à acomodação dos contornos de grão não estão bem definidos. A compatibilidade do grão durante o deslizamento dos contornos é mantida pelo processo de acomodação concorrente, que envolve:- migração dos contornos de grão; rotação de grão; movimento de difusão e movimento de deslocamento .

As maiorias dos modelos propostos na literatura para superplasticidade geralmente consideram um ou outro processo de acomodação, em conjunto com o deslizamento de contornos de grão [115].

Associado ao deslizamento dos contornos de grão existe o fenômeno da cavitação, que é a formação de cavidades durante a deformação dos materiais superplásticos [119].

A Tabela 2.1 apresenta os fatores que influem no deslizamento de contornos de grão.

Tabela 2.1 Fatores que influem no deslizamento de contornos de grão.

- **Temperatura equicoesiva (TEC):** depende da taxa de deformação, quanto maior a taxa maior a TEC e vice versa.

- **Influência do tamanho de grão na tensão de escoamento (σ):** acima da TEC a tensão de escoamento aumenta quando o tamanho de grão (d) aumenta [102] com um comportamento inverso ao da relação de Hall-Petch ($\sigma \propto d^{-1/2}$) [25], sendo descrito o comportamento, a partir daí como uma particularidade do deslizamento dos contornos de grão. Quanto menor o grão maior o efeito do contorno em relação ao núcleo durante a deformação.

- **Marcação de grãos:** através de marcas feitas no material antes do ensaio de tração pode-se provar a existência de movimentos relativos entre os grãos. Tais marcas perdem continuidade após deformação plástica de $\sim 10\%$, e o deslocamento de marcas aumenta conforme a taxa de deformação é reduzida para valores próximos daqueles superplásticos (menores taxas aumento do tempo de difusão), devido ao aumento da contribuição do escorregamento de grão para a deformação total do material [25].

- **Cavitação:** a cavitação tem sido relacionada com freqüência ao mecanismo de escorregamento de contornos de grão. A característica intergranular do defeito sugere tal mecanismo. Um indício de que o escorregamento de contornos de grão é o mecanismo predominante é o número de cavidades que aumenta em taxas de deformação adequadas no fenômeno superplástico [102]. A formação de cavidades indica uma não acomodação da deformação durante o deslizamento dos contornos de grão. Tal deslizamento provoca concentração de tensões em regiões de alta energia como pontos triplos e defeitos estruturais do material, podendo ocorrer a nucleação das cavidades caso este gradiente de tensão não seja aliviado. Cavidades maiores posteriormente produzidas por processo de crescimento e coalescimento podem levar o material à fratura prematura.

Os mecanismos de acomodação podem ser divididos em 3 grupos gerais [115]: acomodação difusional / acomodação por movimento de deslocamento / modelos combinados com elementos de acomodação e deslocamento difusional.

Foram propostos, assim, vários modelos para sua explicação. Dentre eles os mais discutidos são : difusão e movimentação de discordâncias.

Um dos modelos mais citados baseado em difusão é o de Ashby e Verrall [120]. Neste modelo para sustentarem a morfologia inicial os grãos sofrem mudança transitória, durante a deformação entre um estado inicial e final deformado, através de um processo de difusão bem definido, e grãos vizinhos permanecem próximos com suas formas praticamente inalteradas, mantendo o tamanho e a forma dos grãos, Figura 2.13 (a) e (b) esquemática.

Tal modelo exclue outros caminhos possíveis para difusão, ao não mencionar o aparecimento de movimento e aniquilação de discordâncias presentes durante a aplicação do carregamento externo (tensões aplicadas), caminho este mostrado na Figura 2.13 (c) Langdon [114 ,118].

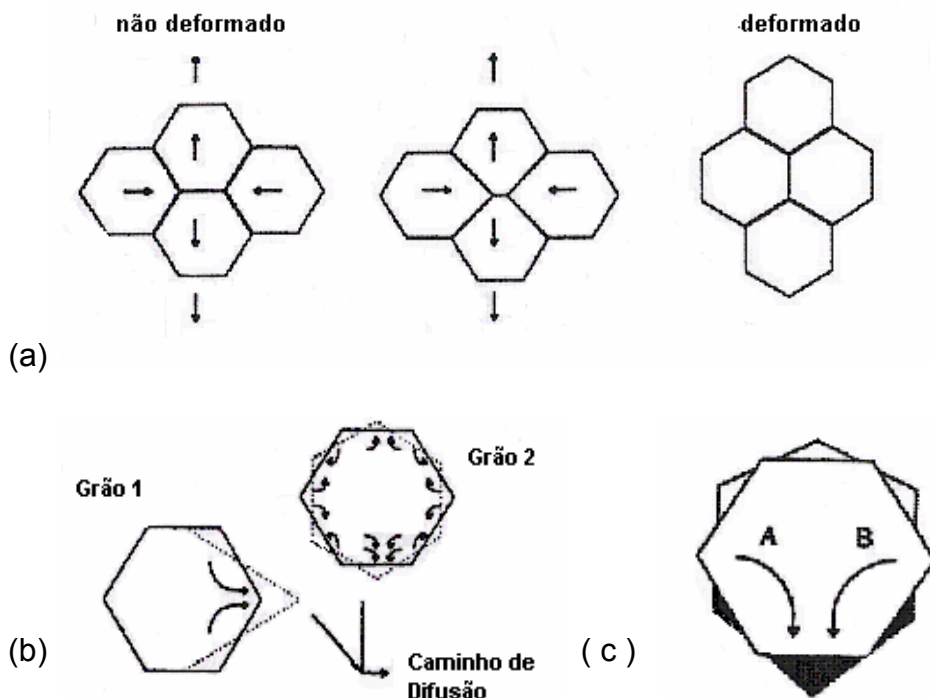


Figura 2.13 (a) Modelo de difusão, Ashby e Verrall [120]; (b) difusão durante os rearranjos; (c) difusão não contemplada no modelo original [114].

O mecanismo de fluência por difusão é caracterizado pelo movimento, de uma amostra sob tração, na direção tracionada onde o contorno de grão é submetido a uma tensão de tração (σ), com acúmulo de material para o contorno de grão e difusão volumétrica. Tal mecanismo requer uma energia que diminui com o aumento da relação $\sigma \cdot \Omega$, para a formação de vacâncias. Na relação Ω é volume atômico. Assim a região tracionada do grão vai fornecendo átomos e acumula vacâncias com o mesmo nível de energia que a região comprimida, gerando um fluxo de vacâncias na direção tracionada e outro fluxo de fornecimento de átomos na direção comprimida, com sentidos contrários no grão [113]. A Figura 2.14 ilustra este mecanismo.

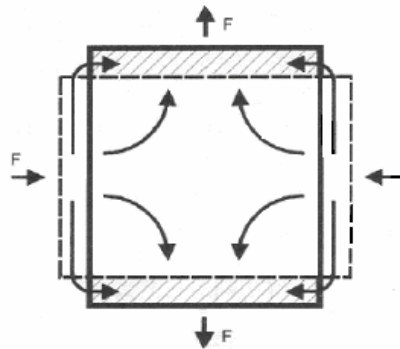


Figura 2.14 Mecanismo de fluência por difusão [113].

Dentre os modelos de movimentação de discordâncias, o de Gifkins [20] propõe que a acomodação da deformação resultante ocorra através da movimentação de discordâncias nos contornos de grão e regiões adjacentes. Tais discordâncias seriam acumuladas nos pontos triplos dos grãos adjacentes gerando concentração de tensões nestas regiões, aliviadas pelo movimento de discordâncias (escorregamento e escalada) nos contornos vizinhos. Estas movimentações fariam uma aniquilação/cominação com outras discordâncias.

A ocorrência simultânea de todos estes eventos promoveria a rotação dos grãos.

Ball e Hutchison [121] sugeriram um modelo semelhante onde o controle de deformação é feito através da movimentação de discordâncias no interior dos grãos. No entanto esses modelos baseados na acumulação de discordâncias contradizem resultados experimentais [122].

A natureza física do fenômeno superplástico é muito complexa, e quando parecia que a deformação superplástica poderia ser explicada pela operação dos mecanismos usuais de deformação, como o deslizamento dos contornos de grão, deslizamento dos deslocamentos intergranulares e fluência por difusão [25], experimentos demonstraram que tal fenômeno está condicionado a um mecanismo específico de deformação, o chamado *deslizamento cooperativo de contornos de grão* (em inglês CGBS) [25]. Os modelos geométricos propostos adotaram então certas combinações do deslizamento dos contornos de grão e sua acomodação.

Mecanismos de deformação por Deslizamento Cooperativo de Contornos de Grão (CGBS), envolvem a migração do contorno de grão, fluxo difusional, deformação por deslocamento, deslizamento dos contornos de grão acomodacional, emergência de grãos das camadas vizinhas e combinação destes processos.

A Figura 2.15 apresenta de forma esquemática o mecanismo de deslizamento cooperativo de contornos de grão.



Figura 2.15 Deslizamento Cooperativo de Contornos de Grão [113].

Dentre os modelos de mecanismo de acomodação, àqueles propostos por Lee, Ashby e Verrall e Gifkins [101, 120] serviram como base para muitos outros.

Os dois últimos modelos (Ashby e Verrall e Gifkins [101,120]) foram confirmados por observações diretas e experimentos de escoamento superplástico.

Durante a deformação superplástica em um dado material, acontecem simultaneamente os mecanismos de: - amaciamento da estrutura (recuperação e / ou recristalização dinâmica); - deslizamento de contornos de grão [25,115].

Tal proposta destaca que a recristalização seria o fenômeno responsável pela aniquilação de discordâncias, promovendo a formação de novos grãos pequenos e equiaxiais adequados ao deslizamento posterior [25]. Os vários trabalhos relacionados [25,115] têm como o principal mecanismo em comum o princípio da recristalização seguido de deslizamento de grãos, atuando no fenômeno da superplasticidade, apesar de diferenças apresentadas.

Entre as características que podem ser destacadas como prováveis evidências da ocorrência de tal mecanismo de recristalização e deslizamento de grãos estão: (a) Textura e Morfologia dos grãos; (b) Observação da estrutura de discordâncias.

2.4.5 Cavitação

O termo cavitação está associado à formação de cavidades durante a deformação superplástica no material, o que degrada as propriedades mecânicas podendo levar o material prematuramente à fratura. Envolve a nucleação, crescimento e possível coalescimento das cavidades [25]. Este efeito ocorre somente em ensaios de tração, não em ensaios de compressão durante o processo superplástico. É observado freqüentemente em locais que concentram tensões dentro do material como: pontos triplos, interface entre fases ou em partículas de segunda fase. Uma vez nucleada, a cavidade crescerá por deformação plástica localizada do material ao redor da mesma ou por difusão de lacunas em direção a outras cavidades [25].

Sua ocorrência em materiais metálicos e cerâmicos que desenvolvem superplasticidade foi estudada por Langdon et al. [124]. Apresentam comportamento distinto em metais e cerâmicas, e no crescimento de cavidades no material, em termos de influência do fator taxa de deformação. Taxas menores de deformação apresentaram cavidades maiores em materiais metálicos. Nos materiais cerâmicos a menor taxa de deformação resultou em

tamanho de cavidade menor, indicando que nos materiais metálicos a difusão tem um papel importante não sendo tão relevante nas cerâmicas.

O coalescimento é a parte final do processo de formação de cavidades, ocorrendo com a difusão de várias cavidades através da difusão pelos contornos de grão, podendo ocasionar a fratura do material [25].

O crescimento de cavidades (coalescimento) depende diretamente das condições de processamento, conforme Wang et al.[55]. Estes pesquisadores formularam as seguintes relações para condições ótimas de escoamento superplástico:

- altas temperaturas e baixas taxas de deformação (baixa tensão):alongamento maior com cavidades esféricas ou alongadas (sentido de laminação), próximo da região de fratura cavidades ligadas e na transversal em relação ao sentido de tracionamento.
- baixas temperaturas e altas taxas de deformação (alta tensão): alongamento baixo do material relacionado a cavidades transversais e sua subsequente fratura.
- temperaturas e taxas de deformação intermediárias: cavidades alongadas na direção de tração com coalescimento nas imediações da região de fratura na direção transversal ao ensaio.

O número de cavidades (taxa de nucleação) pode ser reduzido aumentando-se a temperatura de deformação, com maior efeito dos mecanismos de deslizamento de contornos de grãos e melhor acomodação de deformação, sem prejuízo das propriedades superplásticas Edington et al [111]. As cavidades que se formarem, entretanto terão o seu crescimento favorecido pelas altas taxas de difusão a temperaturas superiores.

2.4.6 A Conformação superplástica

O processo superplástico convencional é uma tecnologia de conformação de formato final, realizado normalmente a taxa de deformação de 10^{-3} a 10^{-4} s^{-1} . Para que um componente estrutural típico seja conformado de

forma completa, é necessário cerca de 1 hora, a uma taxa teórica de deformação mais desejável de 10^{-2} a 10^0 s^{-1} [125].

Em meados da década de 1960 começou a ser seriamente considerada a possibilidade de conformar uma vasta gama de peças e componentes de formatos complexos por processo superplástico no Ocidente, aplicando-se calor à pressão de 100 psi ou menos com um único equipamento e ferramental. Este processo veio preencher, desde o início da década de 1970, certas necessidades da indústria automobilística e aeronáutica principalmente [126], que sempre enfrentaram o desafio competitivo de obter produtos complexos, manufaturados com qualidade, baixo peso e custo aceitável.

Assim esta conformação passou a ser útil na manufatura de estruturas aeroespaciais, mas não na produção comercial economicamente viável em larga escala (por exemplo, peças automotivas).

Por esta razão grande esforço de pesquisa tem sido feito nas últimas décadas para melhorar a taxa de conformação superplástica (por exemplo, a superplasticidade com alta taxa de deformação $> 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ("HSRS" em inglês), permitindo a conformação em menos de um minuto). Estas taxas de conformação $> 10^1 \text{ s}^{-1}$, apesar de observadas em algumas ligas superplásticas, tornaram-se impraticáveis na produção devido à dificuldade de controle [125].

Assim apesar do sucesso e aceitação do processo de conformação superplástico, existem fatores que limitam sua aplicação de forma ampla como: disponibilidade de matéria-prima, custo e desempenho, questões técnicas, econômicas e iniciativas de pesquisa e desenvolvimento (P&D) [126].

2.4.6.1 Fundamentos de manufatura

A qualidade superplástica exige que o material apresente homogeneidade, isotropia e uma estrutura de grão extremamente fina, o que não é conseguido normalmente na produção de chapas metálicas padrão. As falhas ocorrem devido à quebra na estrutura de grãos e não devido a estrição localizada como nos ensaios de tração.

As exigências metalúrgicas para que os materiais sejam conformados superplasticamente são: grãos muito finos: $2 < d < 10$ (20) μm , alta resistência ao crescimento de grão, forte efeito da taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) na tensão de escoamento ($k_f = \sigma$) e alta resistência à formação de poros.

As exigências básicas de processo para a conformação superplástica, são praticamente as mesmas exigidas para se caracterizar um escoamento em regime superplástico, estando resumidas em :- temperatura de conformação constante: $T_U \geq 0,5T_s$ (T_U —temperatura de conformação, T_s —temperatura de fusão); -baixa taxa de deformação: $10^{-2} > \dot{\phi} > 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ (onde $\dot{\phi} = \dot{\epsilon}$). Associado ao processo, onde a taxa de deformação é extremamente baixa, o aspecto econômico faz com que o tempo de produção se estenda desde 5 minutos até várias horas.

A lei geral do material para a conformação plástica, conforme a Equação 2.15 de Ludwik (Equação 2.7), fornece a tensão de escoamento ($k_f = \sigma$) como função dos valores logaritmos da deformação (ou deformação real ($\phi = \epsilon$)), expoente de encruamento ($n = n'$), logaritmo da taxa de deformação ($\dot{\phi} = \dot{\epsilon}$) e coeficiente de sensibilidade a taxa (m).

$$k_f = C \phi^n \dot{\phi}^m \quad (2.15)$$

Como praticamente não ocorre encruamento (n') durante a conformação a quente, k_f não é afetado pela intensidade de deformação plástica durante a conformação superplástica, ficando a equação 2.15 reduzida para a forma da equação 2.16 (Equação 2.6), tornando-se evidente a importância do expoente de sensibilidade à taxa de deformação (m) no comportamento do material durante este tipo de conformação.

$$K_f = C \dot{\phi}^m \quad (2.16)$$

A Figura 2.16 mostra um momento de uma amostra tracionada sob taxa de deformação constante. Quando a estricção tem início tornam-se válidas condições de taxa diferentes. Na região II a taxa instantânea de deformação logarítmica local é maior do que na região I (sem estricção), como a taxa de

deformação logarítmica é o diferencial da deformação logarítmica em relação ao tempo, esta taxa de deformação é maior na região II do que na região I. Tal fato leva a um aumento de k_f , com escoando do material para fora da região de estrição (k_f depende de $\dot{\varphi}$) [1]. Assim o efeito de encruamento contrabalança a tendência de estrição.

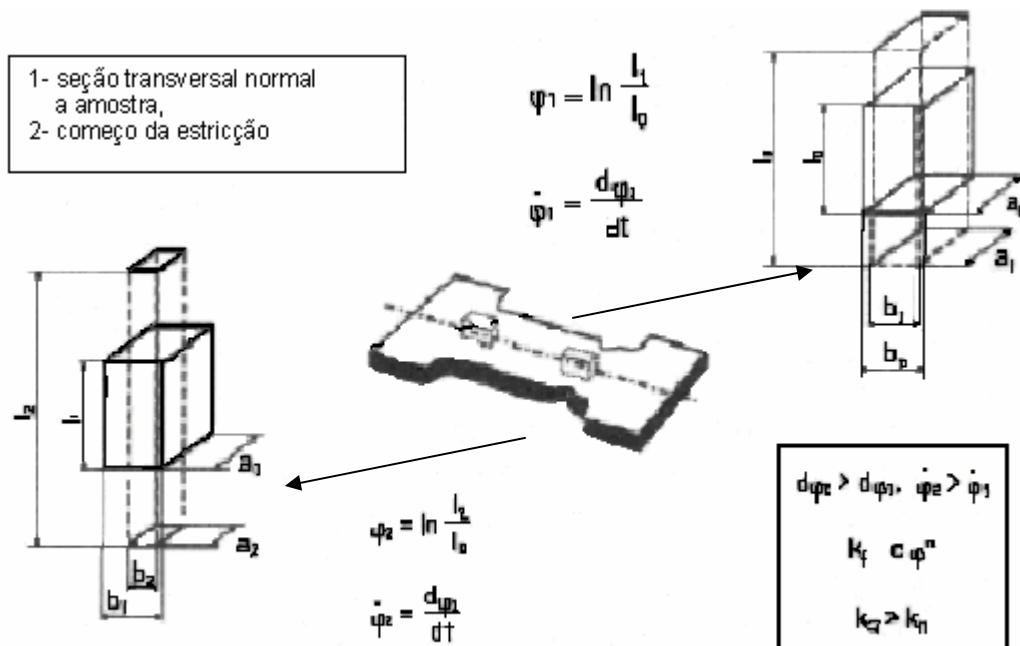


Figura 2.16 Influência do início de estrição na tensão de escoamento em tração, [1].

A sensibilidade à taxa de deformação na equação de Ludwick é o segundo valor a influir em k_f e para cada liga haverá um comportamento característico onde vão influir vários fatores, Figura 2.17 [1].

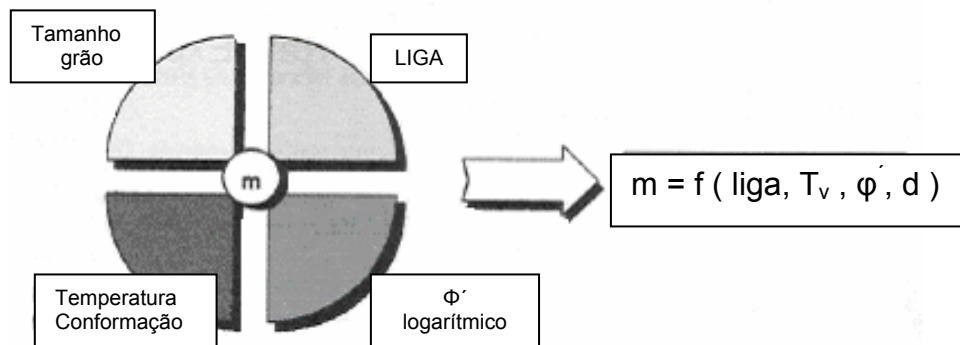


Figura 2.17 Fatores que influenciam no valor de m [1].

Métodos completos de cálculo para a determinação de m foram desenvolvidos para compensar possíveis imprecisões do método de interpolação de BACKOFEN, mostrado graficamente na Figura 2.18 com o efeito da taxa de tração crescente em relação à força de tração (para a seção de conformação) .

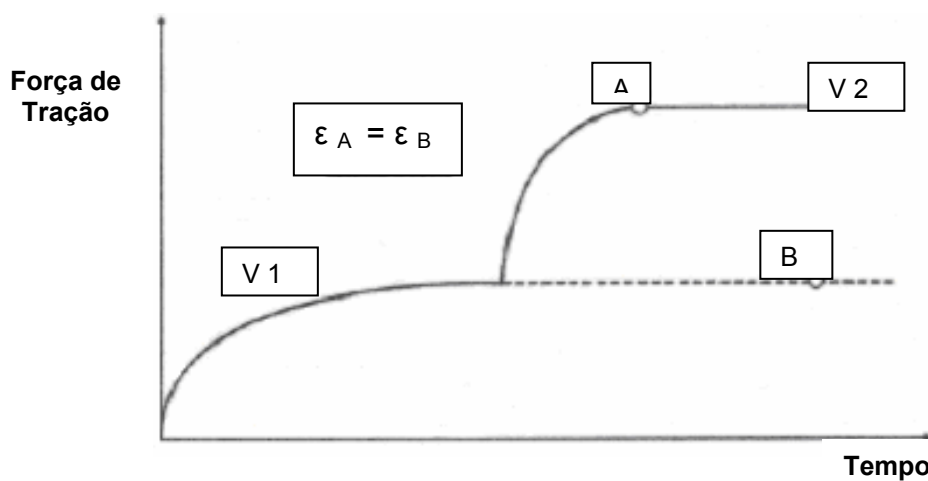


Figura 2.18 Efeito da variação de velocidade de tração na força durante a conformação [98].

Na Figura 2.19 é apresentado um método de determinação da sensibilidade à taxa de deformação. Existem diferentes métodos para o cálculo da sensibilidade à taxa como MORRISON, HEDWORTH e STOWELL, CUTLER [1].

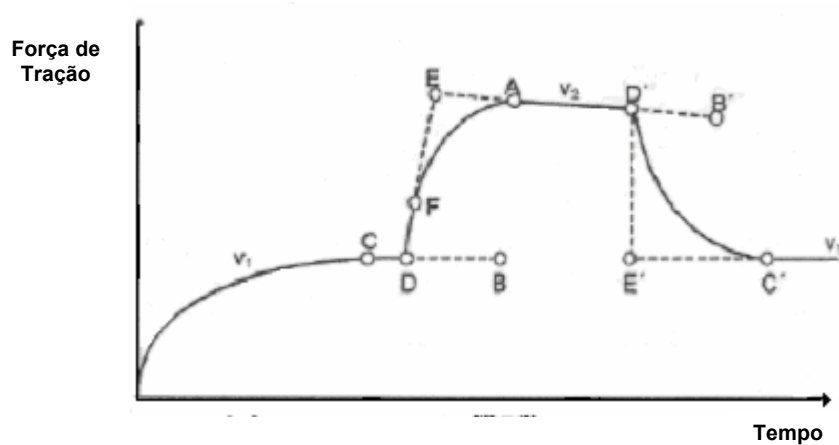


Figura 2.19 Procedimento para determinação do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação, [98].

No gráfico da Figura 2.20 são apresentados de maneira qualitativa como os vários fatores vão influir no comportamento de m (expoente de sensibilidade à taxa de deformação).

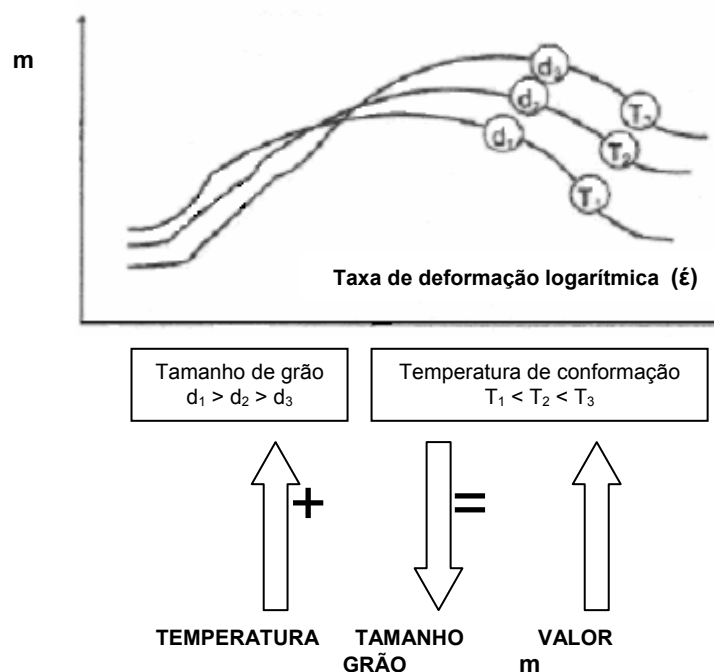


Figura 2.20 Variação de m em função da taxa de deformação $\dot{\epsilon}$, tamanho de grão e temperatura [1].

Na Figura 2.21 o gráfico (taxa de mudança de área seção transversal) $-\frac{dA}{dt}$ em função da área A (seção transversal), mostra para alguns valores de m, os efeitos no decréscimo da taxa $\frac{dA}{dt}$.

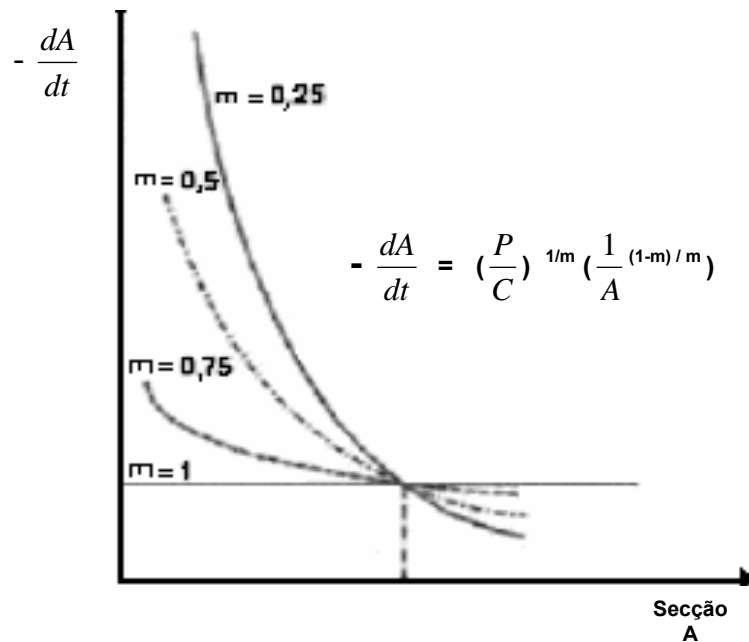


Figura 2.21 Efeito da variação da área da seção transversal do corpo de prova no decréscimo da taxa $\frac{dA}{dt}$ conforme DIETER [116].

A Figura 2.22 correlaciona a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) com os valores de m, a tensão de escoamento (σ) e o alongamento até ruptura (ϵ_r) nas 3 regiões da curva sigmoidal da relação tensão de escoamento e taxa de deformação logarítmica, mostrando o comportamento destes fatores em cada região considerada.

Da literatura podem ser obtidos valores de m para diferentes faixas de temperatura de conformação. A tensão de escoamento é quase independente da taxa de deformação à temperatura ambiente, e esta taxa aumenta com o aumento de temperatura.

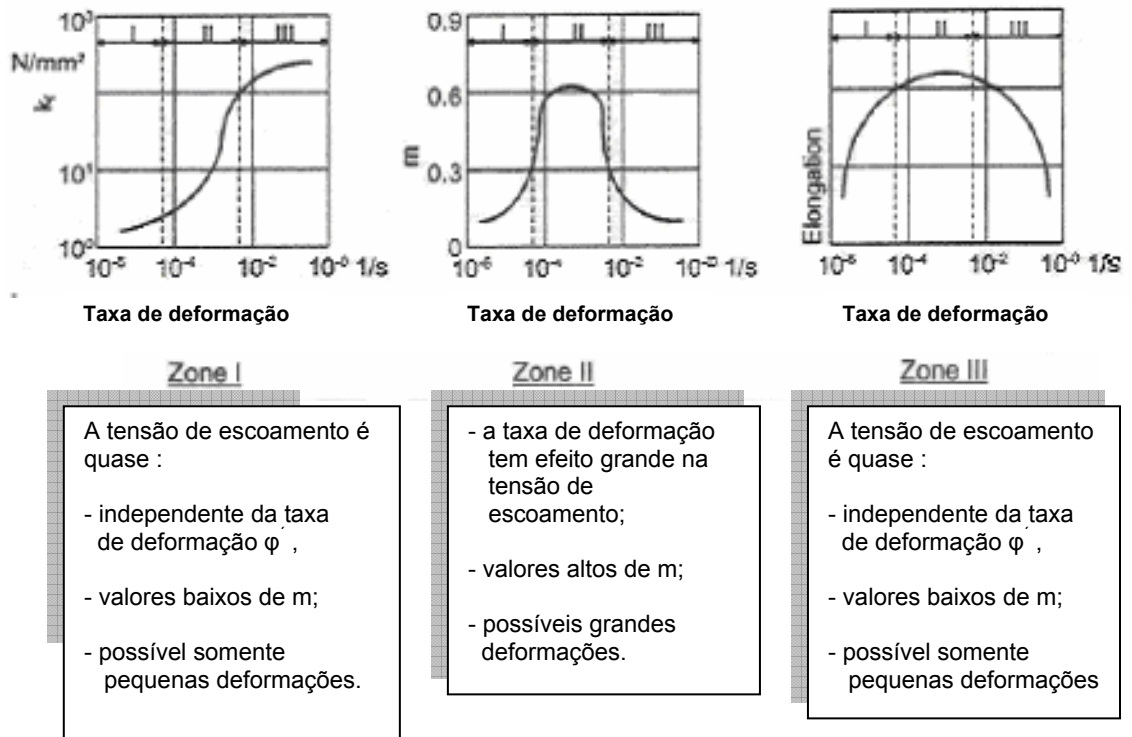


Figura 2.22 Variação da : a) Tensão de Escoamento; b) Expoente m e c) Alongamento Final – em função da Taxa de Deformação, nas 3 regiões da curva sigmoidal [1] .

Os maiores valores de m são obtidos na faixa de temperatura de conformação superplástica, conforme indica a Figura 2.23.

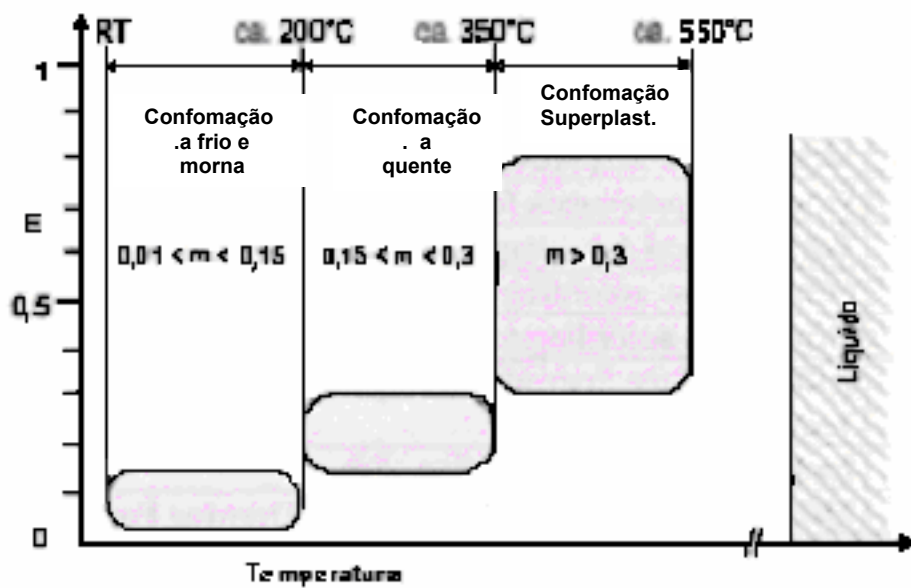


Figura 2.23 Sensibilidade à Taxa de Deformação x Temperatura para diferentes processos de conformação, em ligas de Al [1,113,126].

Os principais processos/ materiais alternativos existentes e emergentes com que a tecnologia superplástica deve competir para alcançar benefícios de engenharia, econômicos e projeto estão listados na Tabela 2.2 a seguir [118]:

Tabela 2.2 Processos e materiais alternativos a conformação superplástica.

PROCESSOS P/ METAIS :

- Fundição: - fundição sob pressão,
- fundição por cera perdida,
- fundição em areia.
- Conformação de Chapa:
 - estampagem,
 - conformação de chapa esticada,
 - hidrodeformação,
 - prensagem por alisamento,
 - forjamento,
 - fabricação (dobra, laminação, dobramento),
 - soldagem.

PROCESSOS P/ POLÍMEROS:

- Não Reforçado: - moldagem injeção,
- termoformagem,
- injeção de resina (RIM).
- Reforçado: - autoclave,
- SMC, - RTM, - HL, - GRP.

Cada um destes processos e materiais alternativos apresentam situações de aplicação específica em termos de viabilidade técnica e econômica. Fatores complexos e inter-relacionados vão influir na seleção dos processos como: quantidade, tamanho, peso, desempenho mecânico, propriedades físicas, necessidade funcional, restrições ambientais, além de fatores econômicos diretos como: disponibilidade de material, custo geral, custo de bens de capital e de processamento, custo de ferramental e expectativa de vida e produtividade. Estes fatores estão relacionados na Tabela 2.3 [118]:

Tabela 2.3 Fatores para escolha de um processo superplástico.

- . **Limitação de tamanho no equipamento de processo disponível:**
 - fundição sob pressão,
 - fundição por cera perdida,
 - molde de injeção,
 - hidrodeformação.
- . **Ferramental mais custoso e quantidade insuficiente para justificar alto custo da ferramenta:**
 - fundição sob pressão,
 - estampagem,
 - molde de injeção,
 - SMT, - RTM.
- . **Grande dependência de conhecimento e intensivo em mão-de-obra:**
 - fundição em areia,
 - forjamento,
 - soldagens,
 - HL-GRP.
- . **Não habilitado devido à complexidade:**
 - conformação de chapa estirada,
 - hidrodeformação,
 - prensagem por alisamento.
- . **Menor precisão e variabilidade do processo:**
 - fundição em areia,
 - conformação de chapa estirada,
 - forjamento,
 - HL-GRP.
- . **Adversidade ambiental:**
 - fundição em areia,
 - forjamento,
 - HL-GRP.
- . **Não tem os atributos necessários para o material:**
 - todos os materiais e processos plásticos.

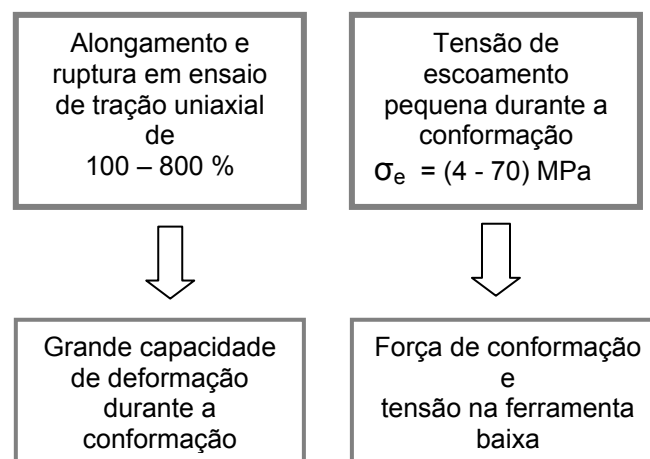
Entre as vantagens tecnológicas do processo superplástico, estão as baixas tensões de escoamento, pequenas forças de conformação exercendo pequenas tensões nas ferramentas, e potencial de grandes deformações uniformes que permitem um ótimo desempenho sob condições críticas de conformação.

Em termos gerais a aplicação de conformação superplástica de chapas metálicas pode ser definida como:

Manufatura de componentes de forma complexa em séries pequenas e médias usando ferramentas simples com ligas que apresentem microestrutura de granulação fina. ”

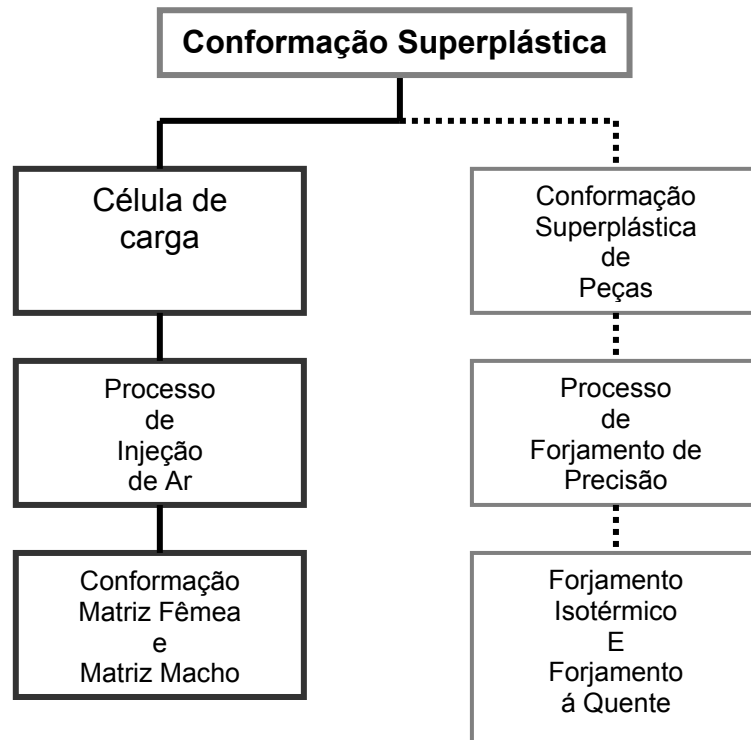
Na Tabela 2.4 são apresentadas as vantagens tecnológicas de um material durante a conformação superplástica [1].

Tabela 2.4 Vantagens tecnológicas de um material superplástico durante a conformação [1].



Em princípio a conformação de um material superplástico pode ser subdividida em conformação superplástica: - de chapas; e de peças, conforme apresentado na Tabela 2.5. São exemplos desta última subdivisão (conformação de peças) o forjamento a quente, o forjamento de precisão e o forjamento isotérmico.

Tabela 2.5 Processos de conformação superplástica do material [126].



Durante o processo de conformação superplástica (SPF em inglês), o material é aquecido até a temperatura de conformação dentro de um molde selado. Sendo então aplicado gás inerte sob pressão, a uma taxa controlada forçando o material a tomar a forma do molde. O fluxo de tensão do material durante a deformação aumenta rapidamente com o aumento da taxa de deformação.

A conformação de chapas metálicas pode ser subdividida em 3 processos pneumáticos principais: por matriz; diafragma, contrapressão e dobra, conforme apresentado na Tabela 2.6.

Tabela 2.6 Processos de conformação superplástica de chapas [126].



A Figura 2.24 mostra os campos de aplicação para diferentes processos de manufatura, onde se observa que a conformação superplástica tem melhor aplicação para a produção de lotes de fabricação médios e de peças de formato complexo.

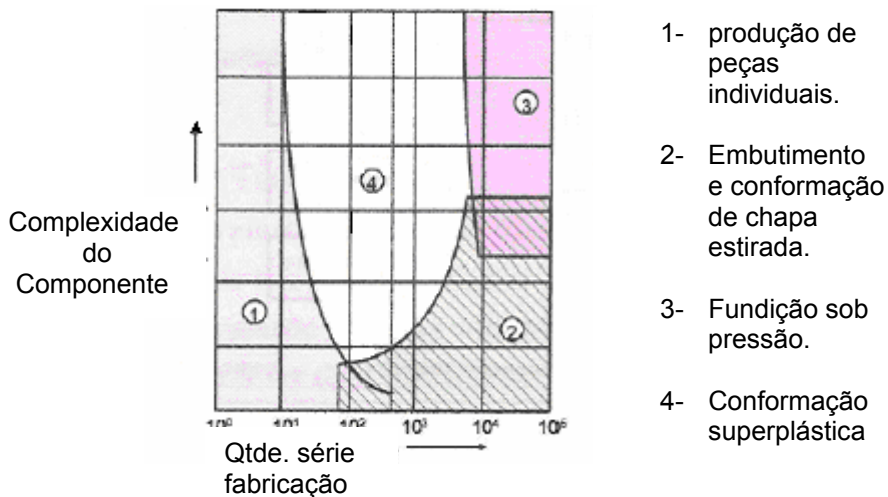


Figura 2.24 Campos de aplicação de diferentes processos de manufatura [126].

2.5 Técnicas Experimentais para o Estudo da Superplasticidade

- **Ensaio de tração à quente até a fratura:** é uma das técnicas mais simples para este tipo de estudo. Consiste em tracionar o material até a fratura com

temperatura e velocidade de deformação (tração) constantes e bem definidas para que ocorra o fenômeno superplástico. Os resultados são plotados em curvas de carga em função do deslocamento. A partir do ensaio de tração a quente é possível obter *curvas de alongamento* até a fratura tanto em função da taxa de deformação (temperatura constante) como da temperatura de deformação (taxa de deformação constante), sendo possível determinar os picos de ductilidade bem como definir as temperaturas e taxas de deformação características do comportamento superplástico. Permite também estimar o valor do expoente de sensibilidade à taxa de deformação (m) [102], definido como

$$m = \frac{d \log \sigma}{d \log \dot{\epsilon}} \quad (2.17)$$

m pode ser determinado através de curvas de tensão x taxa de deformação em escalas logarítmicas, selecionando as tensões referentes a uma mesma deformação ou tensões nominais máximas de cada ensaio, lançados num gráfico tensão x taxa de deformação inicial. O valor de m corresponde à inclinação da reta resultante.

- **Ensaio de tração à quente variando a velocidade de deformação** : é a técnica principal usada neste tipo de estudo. Consiste em tracionar o material a uma velocidade de tração V_{T1} até o valor de deformação superior que corresponde a carga máxima, a partir do qual muda-se a velocidade de deformação para um valor $V_{T2} > V_{T1}$, geralmente alterada por um fator que varia de 2 a 2,5. Vários autores [111,127-129] estabelecem porcentagens de pré-deformação, para determinadas ligas, que consideram suficiente para ultrapassar a carga máxima e servir de ponto de partida para continuação do ensaio com novo valor de V_T . Não existe, no entanto, consenso relativo à quantidade de deformação ideal entre um valor de velocidade de tração e outro. Este método também permite determinar o valor de m , existindo basicamente sete métodos [111,128] propostos para analisar os dados experimentais, diferindo porém no ponto onde são consideradas as cargas ou as tensões, baseados todos eles em aproximações para a equação 2.18.

$$m = \frac{d \log \sigma}{d \log \varepsilon} = \frac{\Delta \log \sigma}{\Delta \log \varepsilon} = \frac{\log \frac{\sigma_1}{\sigma_2}}{\log \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_2}} \quad (2.18)$$

A maioria destas técnicas de análise permite, em cada mudança de V_T , que a estrutura de defeito da amostra se estabilize com as novas condições de $\dot{\varepsilon}$ e nível de σ alcançado [128], e verificar também que o valor de m não é constante para as várias taxas de deformação utilizadas, mas valor médio.

- **Ensaio de fluência:** é uma das primeiras técnicas empregadas neste tipo de estudo. Consiste no carregamento de um corpo de prova a carga constante, verificada por dinamômetro. Neste ensaio onde a taxa de deformação ($\dot{\varepsilon}$), no estado estacionário ocorre sob tensão verdadeira (σ) ou aproximadamente constante. A aproximação resulta da operação do equipamento sob carga constante, equivalente a um acréscimo contínuo de tensão efetiva [102]. O desejável, para a superplasticidade, é o ensaio de amostras relativamente pequenas, com grandes alongamentos e tensões baixas se comparado aos ensaios de fluência convencionais [130], permite a medida de $\dot{\varepsilon}$ como função de uma tensão σ imposta e os dados assim obtidos são plotados de forma logarítmica como $\dot{\varepsilon} \times \sigma$, do qual é permitido estimar o valor do expoente de tensão (n) definido como

$$n = \frac{1}{m} = \frac{d \log \varepsilon}{d \log \sigma} \quad (2.19)$$

e por meio do expoente de tensão (n), assim obtido da relação de Norton, estima-se o valor do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação (m), conforme mostra a equação 2.19 e já apresentado na Figura 2.12. O valor da energia de ativação Q_f depende se ocorre através da rede cristalina ou do contorno de grão. A difusão quando se dá pelo contorno de grão, os valores obtidos de Q_f são cerca de metade daqueles obtidos por difusão através da rede cristalina.

Os dados de curvas da Figura 2.11 como: σ , T , ε_0 , t_r , ε_r , permitem a preparação de vários tipos de gráficos: Relação de Norton; Arrhenius; Relação de Monkman-Grant; Queda de Resistência, etc.

Na Figura 2.25, são apresentados alguns destes gráficos, como o de: (a) Relação de Norton; (b) Relação de Monkman-Grant; e (c) de Arrhenius, que irão permitir a compreensão do comportamento de fluência do matéria.

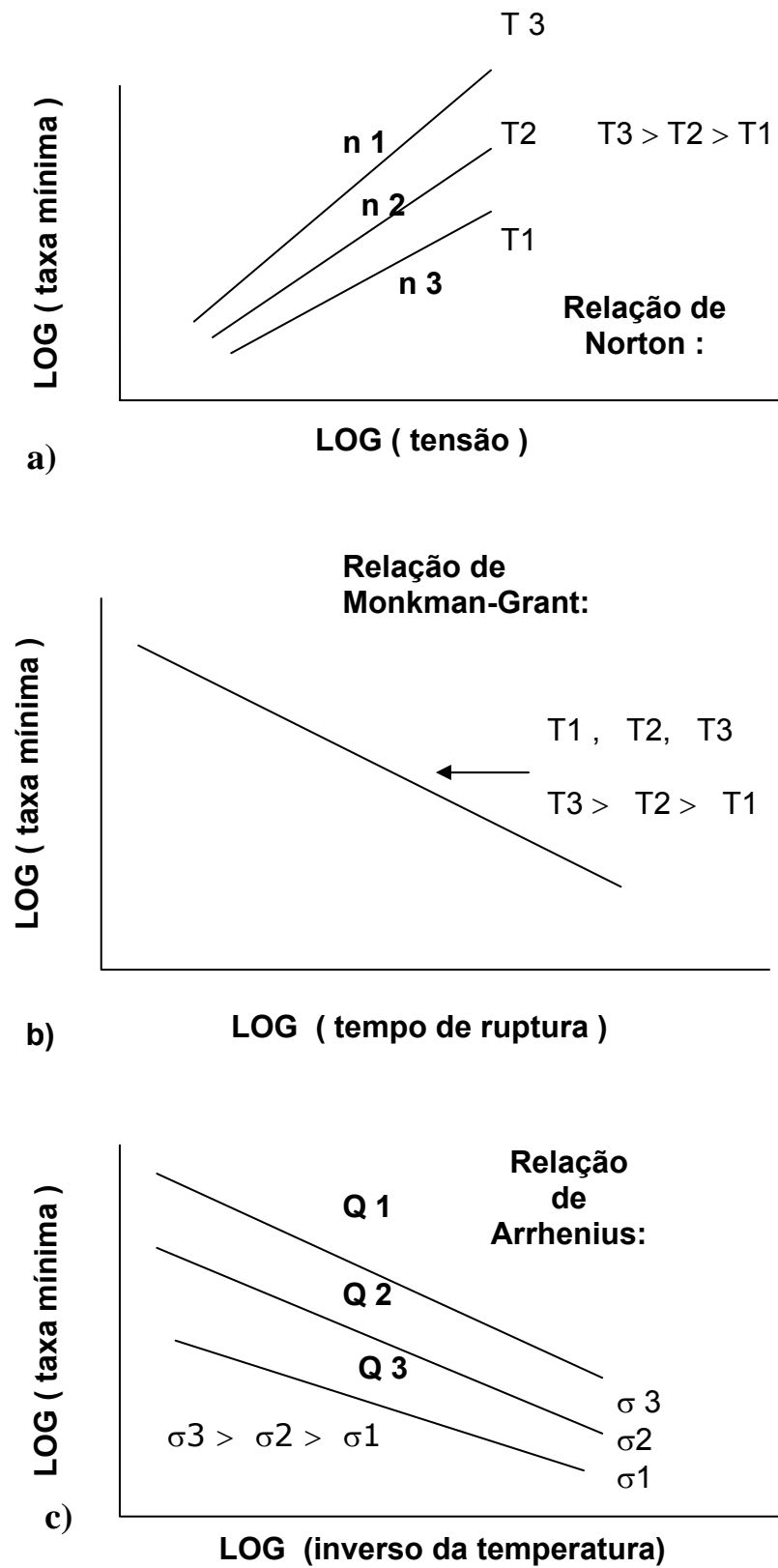


Figura 2.25 Gráficos da: a) Relação de Norton ; b) Relação de Monkman-Grant ; c) gráfico de Arrhenius.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

O aço Fe-Mn-Al utilizado foi fornecido na forma de lingotes com peso aproximado de 3,5 Kg e dimensão 50 X 50 X 220 mm cada, fundido ao ar em forno de indução, com cadinho revestido de refratário básico, sendo a carga vertida diretamente em moldes de areia. Trata-se de um material bruto de fusão, com microestrutura mista austenita e ferrita, empregado como liga mãe no estudo de Casteletti [42] de propriedades mecânicas e físicas.

Assim numa primeira abordagem, considerou-se os dados do trabalho de TOSCANO [8], no qual é feita referência ao potencial superplástico de um aço austenítico, com composição relativamente próxima a da liga em estudo.

Desenvolvimento do Trabalho

Para a caracterização na condição superplástica, o trabalho foi dividido em etapas, tendo início com:

- Rota de Processamento a partir dos lingotes da Liga Fe-Mn-Al na condição SL (homogeneizada e laminada) para obtenção de chapas finas, seguido de;
- Primeira Etapa: Ensaio de Tração a Quente com material na condição S L;
- Segunda etapa: Estudo das características de recristalização e crescimento de grão do material na condição S L ;
- Terceira Etapa : Ensaio de tração a quente e fluência do material tratado nas SLT 1, SLT 2 e SLT 3 para determinar a melhor condição;
- Quarta Etapa: Ensaio de tração e fluência do material na condição SLT2.

A rota de processamento inicial, para obtenção de chapas finas, foi baseada no trabalho de Toscano [8], a partir de lingotes brutos de fusão de liga Fe-Mn-Al. As etapas deste processamento podem ser visualizadas de forma esquemática na Figura 3.1, onde o lingote bruto de fusão é homogeneizado a 1050°C / 24 horas e resfriado em óleo, sendo em seguida cortado na longitudinal e aplainado. Nestas condições o material é laminado a frio, conforme a norma ASTM E2448 para chapas de espessura $e < 3$ mm em condições superplásticas, com 3 passes de redução intercalados 1050°C / hora de recozimento, e reduções / passe de 25%, 50% e 70% respectivamente.

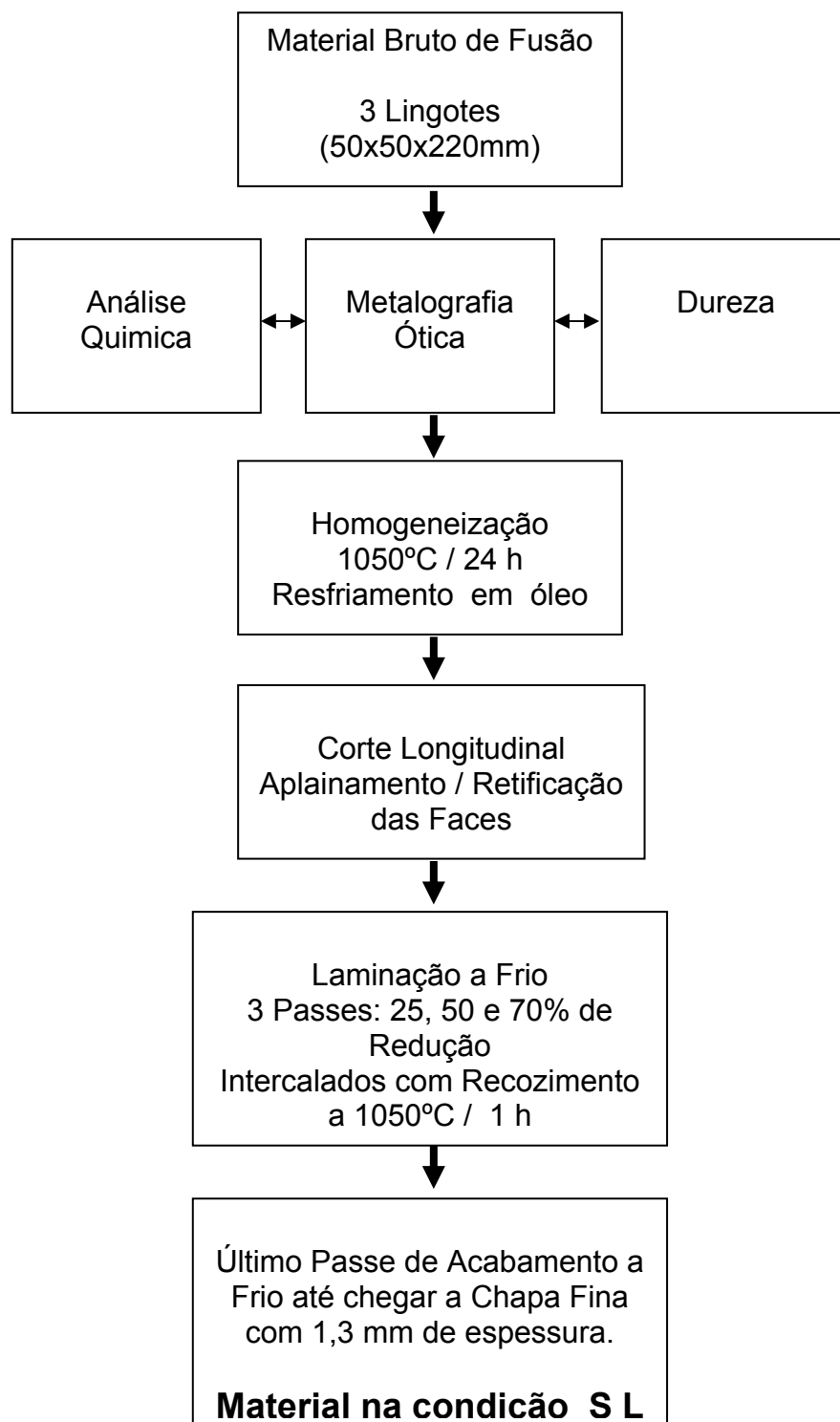


Figura 3.1 Rota de Processamento para obtenção de Chapas Finas a partir dos Lingotes da Liga Fe-Mn-Al.

A partir das chapas finas, obtidas com esta rota de processamento (material na condição SL, Figura 3.1), foi realizada a primeira etapa do trabalho com ensaios de tração a quente de corpos-de-prova individuais até a ruptura (sem variação de V_T) e ensaios de corpos-de-prova com variação de V_T . Os passos desta primeira etapa do trabalho estão representados de forma esquemática na Figura 3.2.

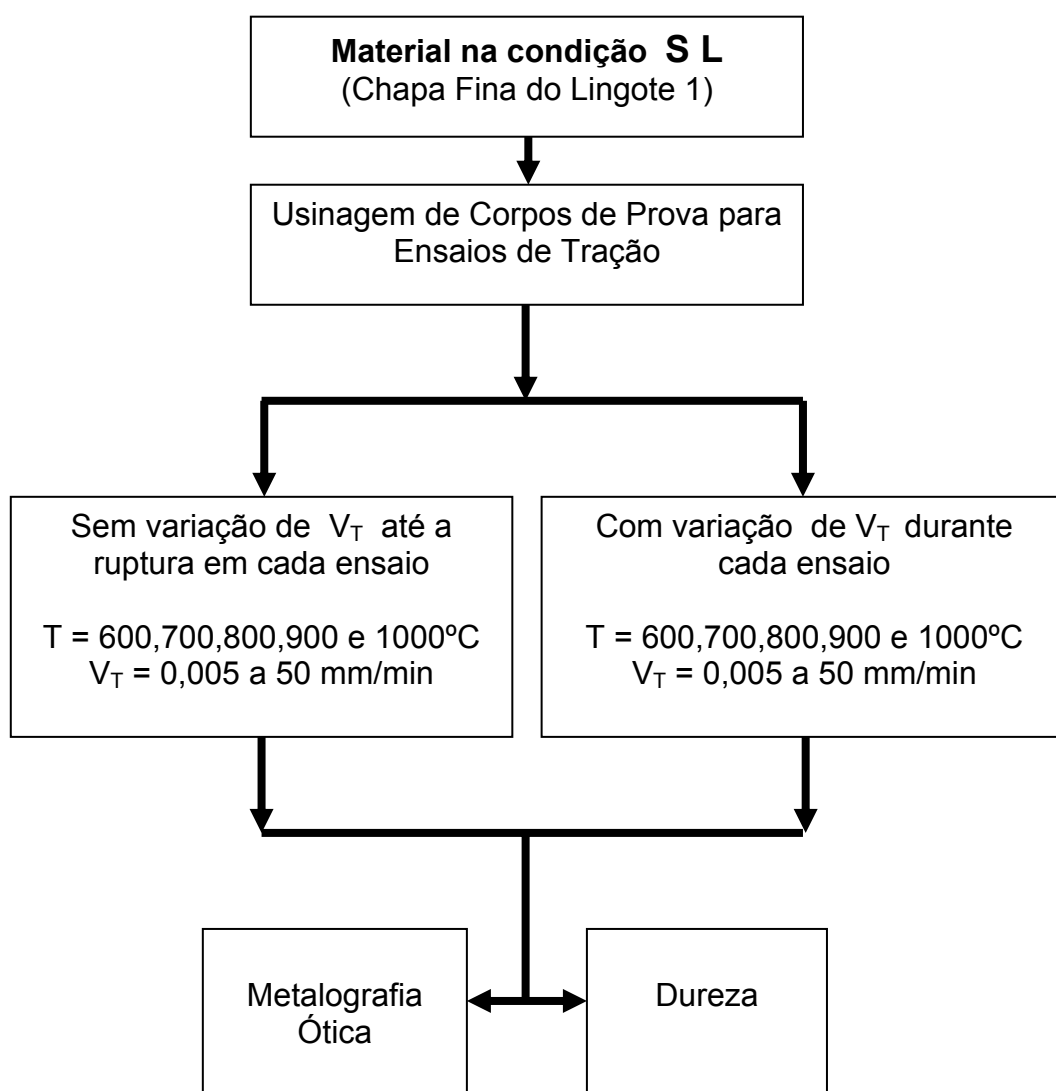


Figura 3.2 Primeira Etapa de Ensaios de Tração a Quente com o material na condição S L .

Após análise dos dados obtidos nesta primeira etapa do trabalho seguiram-se estudos das características de recristalização e crescimento de grão do material na condição SL. Cujas etapas são apresentadas, de forma esquemática, na Figura 3.3.

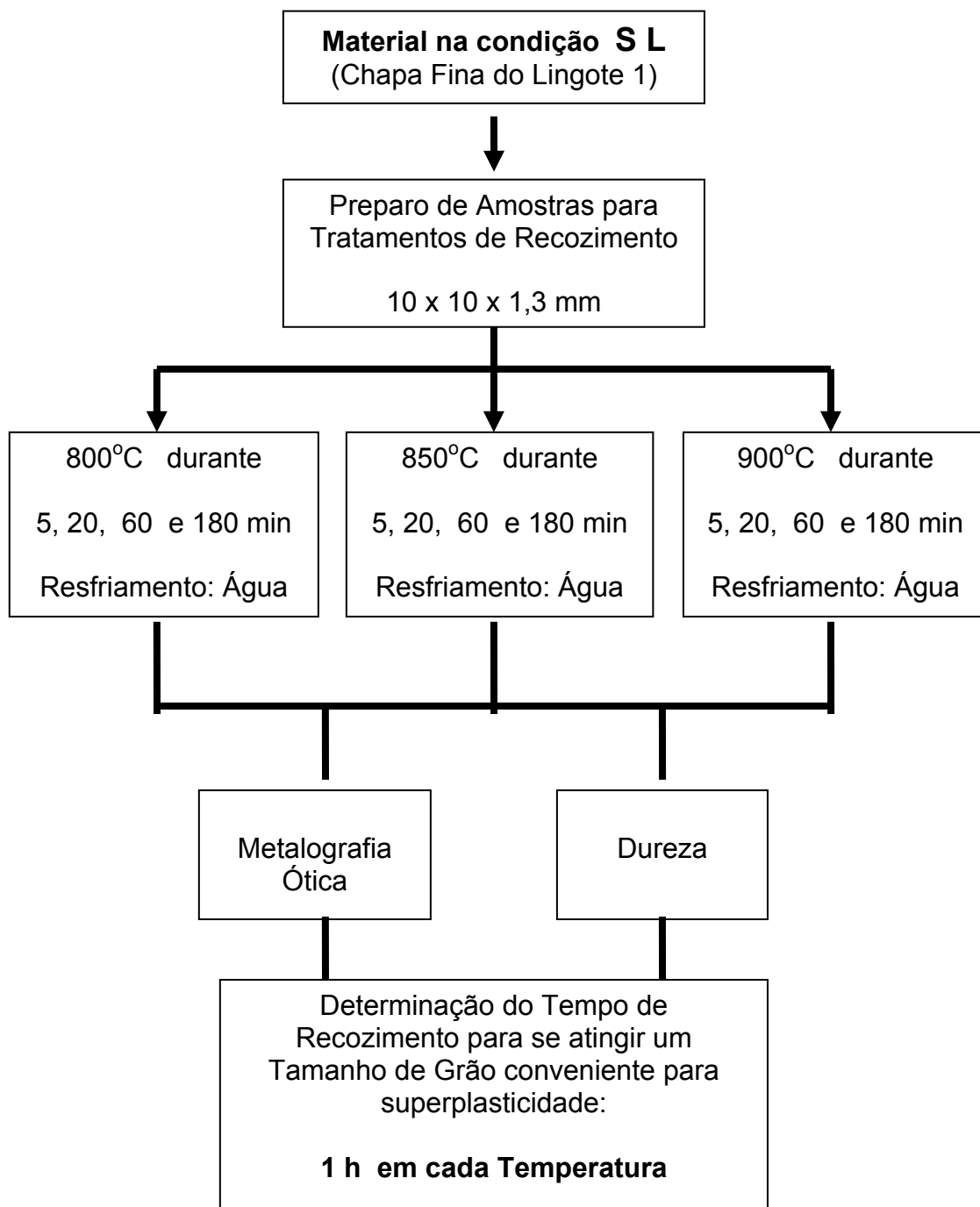


Figura 3.3 Segunda etapa, estudo das características de Recristalização e Crescimento de Grão do material na condição S L .

A terceira etapa do trabalho teve início depois de selecionadas as condições mais favoráveis obtidas do estudo das características de recristalização e de crescimento de grão. Através de tratamentos de recozimento realizados em amostras do material na condição SL. As condições de tratamento, conforme as temperaturas de ensaio utilizado, foram denominadas SLT1, SLT2 e SLT3.

Depois de tratados nas condições SLT1, SLT2 e SLT3, foram confeccionados corpos-de-prova destes materiais. Os quais foram ensaiados a tração (com salto de V_T) e a fluência, para determinação da melhor condição de superplasticidade. Baseado nos resultados obtidos, selecionou-se a rota mais favorável para os ensaios subseqüentes, que foi a condição SLT 2. A seqüência desta terceira etapa do trabalho é apresentada de forma esquemática na Figura 3.4.

A quarta etapa cuja seqüência é apresentada na Figura 3.5, mostra os ensaios subseqüentes, com amostras do material na condição SLT2, em ensaios realizados por tração a quente e por fluência, para determinação da melhor condição de caracterização superplástica.

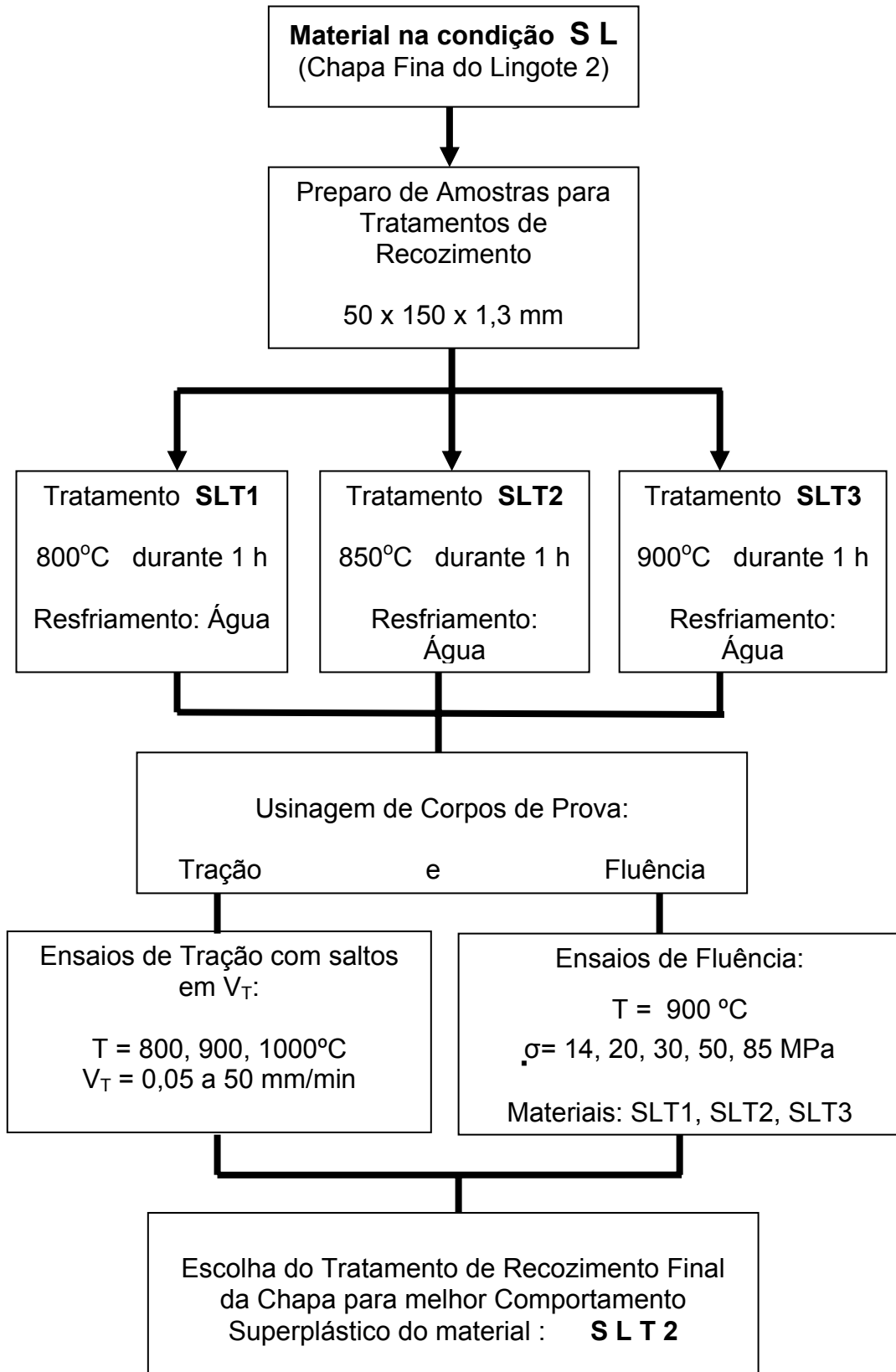


Figura 3.4 Terceira Etapa de Ensaio de Tração a Quente e Fluência para determinação da melhor condição de superplasticidade entre os Tratamentos SLT 1, SLT 2 e SLT 3.

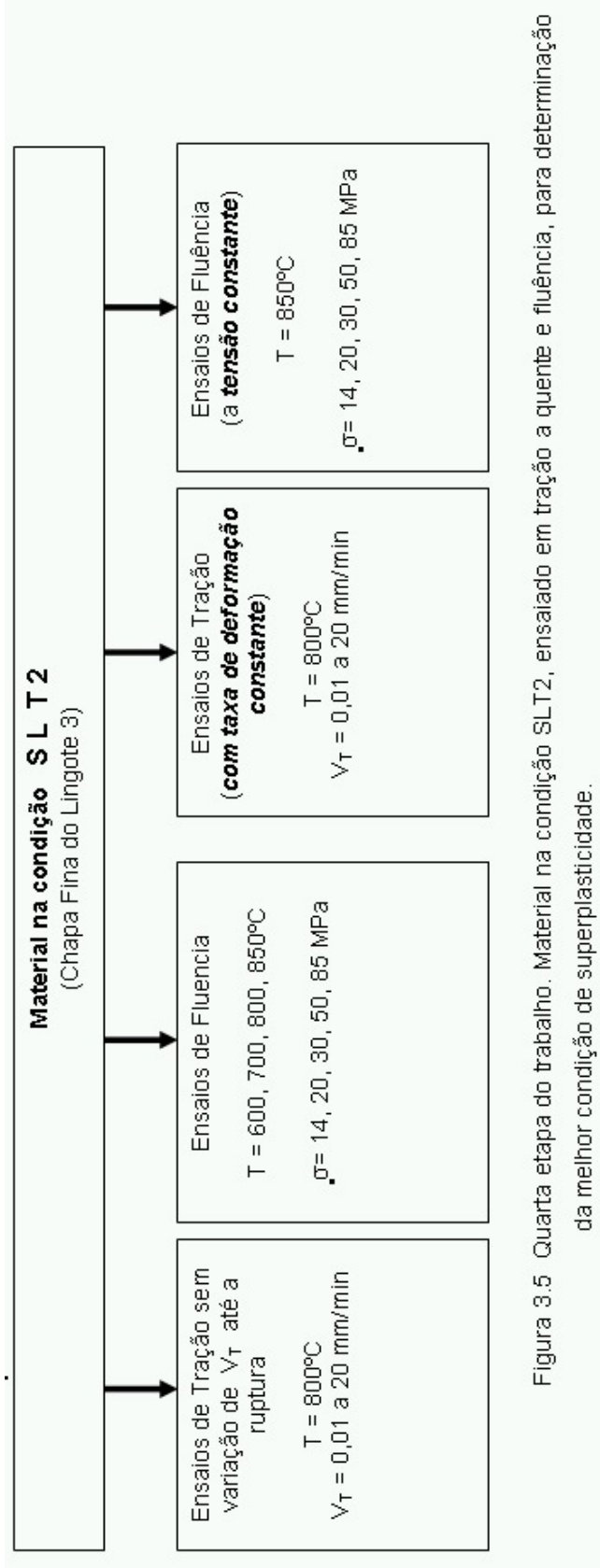


Figura 3.5 Quarta etapa do trabalho. Material na condição SLT2, ensaiado em tração a quente e fluência, para determinação da melhor condição de superplasticidade.

3.1.1 Composição Química

Para a análise química do material como recebido, a amostra foi solubilizada em meio ácido, sendo Al, Mn e P determinados em espectrômetro de emissão ótica com plasma induzido (ICP-OES) modelo VISTA da marca VARIAN. O Si foi obtido utilizando espectrofotômetro de absorção atômica com chama da marca VARIAN, modelo Spectra A640. Carbono e Enxofre foram determinados em equipamento LECO CS-444 por combustão direta. Apresentou o material após análise a seguinte composição química:

Fe– 24.5Mn– 6.5Al– 1.5Si– 1.1C– 0.009P– 0.016S (% pêsos).

3.1.2 Caracterização microestrutural

O material recebido na forma de lingotes bruto de fusão, com peso de 3,5 Kg; dimensões: 50 x 50 x 220 mm (cada), homogeneizado e laminado para a observação da microestrutura. A chapa assim obtida foi inicialmente recortada e embutida a quente em baquelite. Em seguida foi lixada até a grana 1200 (lixa de SiC) e posteriormente polida com pasta de diamante de até 1 μm . A superfície polida foi atacada com solução aquosa 2% Nital, conforme a Figura 3.6.

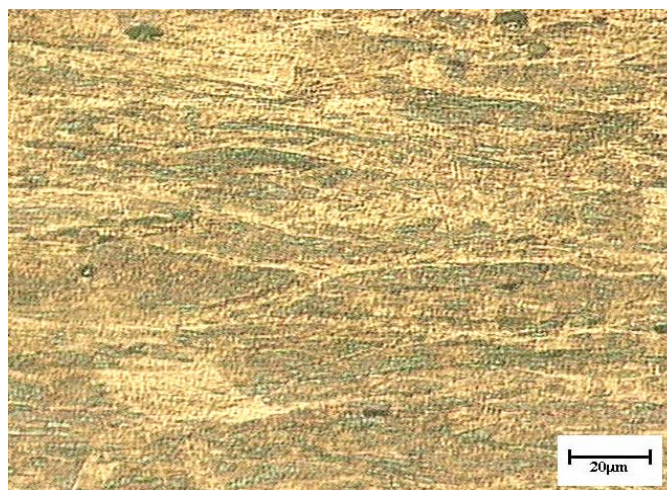


Figura 3.6 Microestrutura de amostra a partir de lingote bruto de fusão da liga Fe-Mn-Al utilizado neste trabalho, na condição SL. Ataque Nital 2%.

3.2 Metodologia

Dados dos tratamentos feitos por Cintho et al [131], descritos a seguir, de recozimento prévio em amostras de chapa laminado a frio, foram usados como um critério inicial para selecionar a condição microestrutural do material estudado neste trabalho.

Há alguns anos Cintho et al [131], produziram chapas finas de aço Fe-Mn-Al, usando uma seqüência similar de laminação a frio / tratamento térmico a 1050°C para processamento do material. O aço utilizado apresentava a seguinte composição química: 21.4Mn-7.9Al-0.64Si-0.44C e as chapas tinham 0.5 mm de espessura. Este material foi manufacturado com um passe final de laminação a frio, de cerca de 80% de redução na espessura. E tratado termicamente a 925°C por 30min apresentando uma estrutura completamente austenítica com tamanho de grão médio de 30 μm e 170 HV₁₅ de dureza.

As amostras das chapas finas foram usinadas na direção de laminação, com Lo = 10 mm x 3 mm de largura nominal, similares às amostras utilizadas por Toscano [8], seguido por tratamentos prévios de recozimento, em várias temperaturas e tempos, para acompanhar a variação dos tamanhos de grão com o tempo e selecionar uma melhor condição microestrutural do material.

A Figura 3.7 apresenta a variação dos tamanhos de grão com o tempo de recozimento a 800°C, 925°C e 1050°C, do material utilizado no trabalho de Cintho et al [131], com baixo carbono, selecionado intencionalmente com o objetivo de observar o desempenho em estampagem profunda a temperatura ambiente.

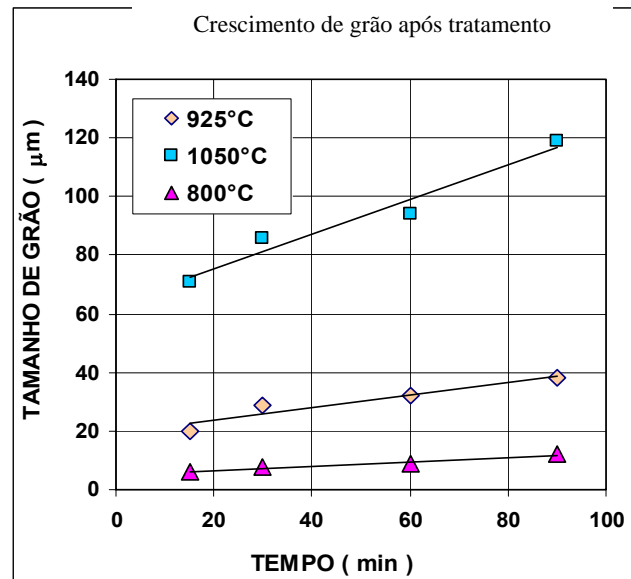


Figura 3.7 Variação do tamanho de grão (tempo e temperatura), conforme Cintho [131].

O trabalho foi desenvolvido a partir dos lingotes processados inicialmente na forma de chapas finas laminadas a frio, confeccionando-se a partir destas chapas do material na condição SL (homogeneizado e laminado) os corpos de prova.

A primeira etapa dos ensaios (material na condição SL), foi realizada com corpos-de-prova individuais ensaiados por tração a quente até a ruptura (sem variação de V_T) e corpos-de-prova ensaiados com variação de V_T . Verificando o alongamento final ϵ_f , e a partir dos dados plotados em gráficos tensão x taxa de deformação, obtendo $\sigma_{\text{máximo}}$, e valores de m .

A segunda etapa foi realizada com análise das características de recristalização e crescimento de grão do material na condição SL, baseada nos dados obtidos dos ensaios de tração da primeira etapa (material SL). Através dos resultados de recristalização e crescimento de grão, foram confeccionados corpos-de-prova a partir de material SL (homogeneizado e laminado), recozidos nas condições **SLT1**, **SLT2** e **SLT3**.

A terceira etapa de ensaios de corpos de prova do material nestas condições, por tração a quente e fluência, buscando obter uma rota de processamento, na determinação de melhor condição de superplasticidade, dado, que por ser um estudo pioneiro na caracterização superplástica deste tipo de aço da liga Fe-Mn-Al, a abordagem adotada foi o procedimento básico já consagrado de investigação de um material para validar a caracterização superplástica pretendida.

Na etapa seguinte (quarta) a melhor condição obtida e escolhida, de material tratado na condição SLT2 (homogeneizados, laminados a frio e recozidos a 850°C / hora), de cujo material corpos-de-prova foram ensaiados por tração a quente e fluência. Acrescentando-se aos métodos empregados nos ensaios de tração e/ou fluência, variações de abordagens conforme as investigações foram evoluindo, tendo em conta que os dados obtidos por ambos os métodos apresentaram grande concordância de resultados, em conformidade com dados reportados na literatura [102].

A superplasticidade de um material pode ser avaliada com a utilização de vários métodos. O mais indicado deles, e dos mais utilizados vem a ser o cálculo de m , por descartar os valores geométricos (como o alongamento dependente da geometria) e dar uma idéia, ou previsão da quantidade de deformação homogênea que o material vai suportar durante o processo.

Outro método é a medida de alongamento até a fratura ϵ_r , pela própria definição de que o material deve sofrer grandes alongamentos ao sofrer deformação plástica homogênea [2]. Este método no entanto, não é o melhor nem o mais reprodutível parâmetro para a caracterização do comportamento superplástico, porque o alongamento depende de muitos fatores externos ao material, como por exemplo: variações de temperatura ao longo do corpo-de-prova, mudanças estruturais daí decorrentes e geometria da amostra [116,132,133].

Normalmente são utilizados dois procedimentos básicos diferentes para a plotagem logarítmica dos dados mecânicos de materiais superplásticos conforme já comentado anteriormente (vide Figura 2.12):

(a) tensão x taxa de deformação (ensaio de tração);

(b) taxa de deformação x tensão (ensaio de fluência) [102].

3.2.1 Processamento do Material na Forma de Chapa Fina

Os lingotes foram primeiramente submetidos a tratamentos térmicos de homogeneização a 1050°C por 24 horas, sendo em seguida resfriados em óleo. Todas as faces dos lingotes foram esquadrejadas em fresa, antes de separados os lingotes em duas partes:- dimensão 25 x 50 x 200 mm (cada), com dureza de:286 HV₃₀. As partes esquadrejadas foram submetidas a 3 séries de passos de laminação a frio com baixa deformação, em laminador marca FENN da AMTEL. Inc. Modelo 051, seguidas por tratamentos térmicos a 1050°C durante 1 hora, em forno marca SIGMA, do Tipo 15/25115. Os níveis de deformação acumulados após cada estágio de laminação a frio corresponderam a cerca de 25, 50 e 75% de redução em espessura do lingote laminado. Após o último tratamento de solubilização a chapa foi laminada a frio continuamente até o formato final de ~ 1,3 mm de espessura. A Figura 3.8 ilustra a seqüência de mudança de forma em cada estágio na preparação do material.

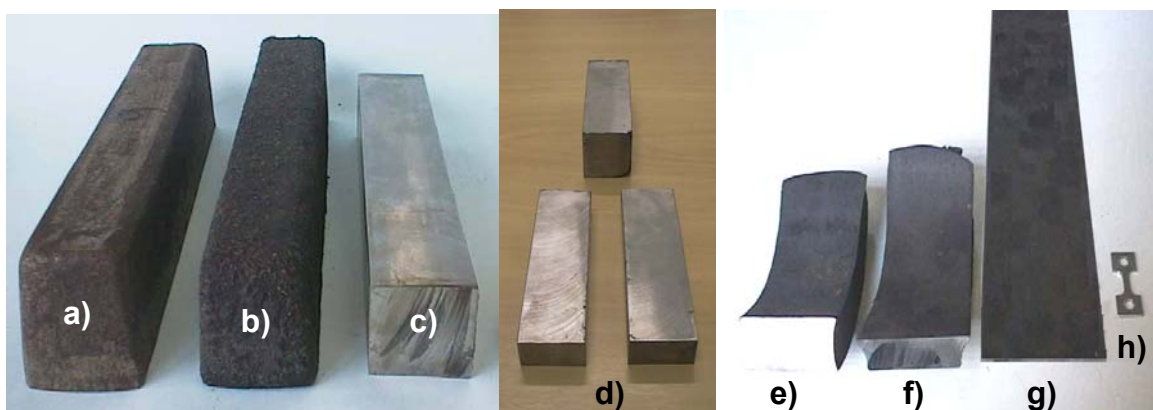


Figura 3.8 a) Lingote bruto de fusão; b) após tratamento de homogeneização; c) após operação de fresamento; d) seccionamento em 2 partes; e)-f) após diferentes estágios de laminação; g) formato final como chapa fina; h) amostras para os ensaios de tração e fluência com ~ 1 mm de espessura.

3.2.2 Caracterização pelo alongamento

Em termos de alongamento a caracterização do comportamento superplástico do material foi feita inicialmente através da avaliação dos ensaios de tração a quente em diferentes corpos-de-prova, analisando as curvas experimentais de carga em função do deslocamento. O alongamento do material em condição superplástica é muito maior do que o alongamento convencional dos materiais, onde possíveis diferenças de orientação poderiam ser vista apenas no início da deformação devido à disposição da microestrutura, provavelmente com diferentes orientações em relação ao eixo de tração.

À proporção que é realizado o ensaio de tração a microestrutura tende a assumir uma configuração equiaxial [134], de modo que a orientação prévia do material (início do ensaio) deixa de ser relevante durante a deformação no transcorrer do ensaio. O volume do corpo-de-prova, assumindo que fique constante na seção de comprimento útil durante o ensaio, é relacionado por [135]

$$L_0.A_0 = L_i.A_i \quad \text{ou} \quad \frac{L_i}{L_0} = \frac{A_0}{A_i} \quad (3.1)$$

onde: L_0 – comprimento útil inicial, A_0 – área inicial da seção, L_i – comprimento instantâneo, A_i - área da seção.

Observou-se de início que existe uma tendência de aumento do alongamento com a diminuição da taxa de deformação nominal, e considerando que a deformação total medida se relaciona quase que exclusivamente com a região do pescoço, cujo alongamento é maior do que a média [136], então o ideal seria um corpo-de-prova com comprimento útil pequeno o suficiente para conter somente a região do pescoço, onde o alongamento total medido equivaleria aquele do pescoço.

Após análise dos resultados dos ensaios realizados na primeira etapa do trabalho, verificou-se que o comprimento útil do corpo-de-prova poderia ser melhorado, assim providenciou-se corpos-de-prova não mais com comprimento útil de 10 mm mas com comprimento útil de 5 mm para os ensaios das etapas subsequentes do trabalho, conforme indicado na Figura 3.9.

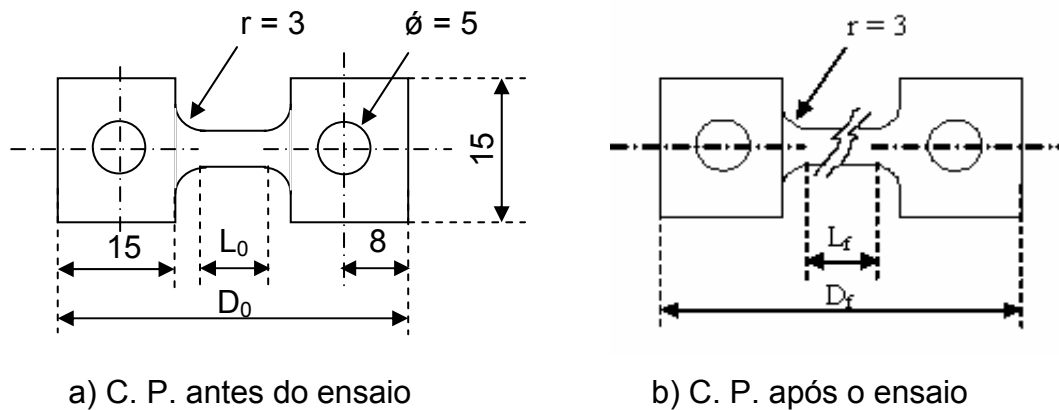


Figura 3.9 Corpos-de-prova para ensaios de tração e fluência com espessura de ~ 1 mm, desenhos esquemáticos.

O alongamento determina o grau de superplasticidade que o material pode apresentar, embora um grande alongamento durante o ensaio de tração (alongamento > 100%), não quer dizer que o material esteja no regime de escoamento superplástico (Região II), mas pode estar num regime de fluência por difusão (Região I) ou fluência por deslocamento (Região III), por exemplo.

Um alongamento de 400% do material, conforme PILLING e RIDLEY [98] no entanto, já estaria caracterizado como comportamento de escoamento superplástico (Região II).

Portanto deve-se ressaltar que nem sempre o alongamento até a ruptura é o melhor parâmetro para confirmar se um material apresenta ou não comportamento superplástico [116,132,133]. Daí o uso de outros critérios para confirmar este comportamento como o expoente m (sensibilidade à taxa de deformação) derivado diretamente dos ensaios de tração, e n (expoente de tensão) derivado dos ensaios de fluência, e relacionado inversamente com m .

3.2.2.1 Curvas de tensão real por deformação

A conversão da forma convencional das curvas experimentais de carga x deslocamento para curvas de tensão real x deformação é feita através das expressões $\sigma = S (1 + e)$ e $\epsilon = \ln (1 + e)$, considerando o volume como constante. Nos materiais superplásticos a deformação acontece de forma homogênea [102], constituindo o expoente m um fator importante para caracterizar a superplasticidade [136], com valores de m na faixa de 0,3 a 0,8. Há grande resistência do material a estricção localizada [153], podendo a estricção ocorrer apenas num estado avançado da deformação [154].

A determinação em cada instante da carga P , da tensão nominal S e da deformação nominal é dada por :

$$S = \frac{P}{A_0} \quad e \quad e = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (3.2)$$

onde L_0 é o comprimento útil do corpo-de-prova, ΔL o deslocamento e A_0 a área da seção transversal inicial.

Com os valores assim obtidos e considerando-se o volume constante, válido dentro do campo de deformação uniforme (região de carga máxima), calcula-se a tensão verdadeira σ e a deformação logarítmica ϵ , pelas Equações [102]:

$$\sigma = S (1 + e) \quad (3.3)$$

$$\epsilon = \ln (1 + e) \quad (3.4)$$

onde para cada deslocamento ΔL e carga P existe uma deformação logarítmica ϵ e uma tensão correspondente σ verdadeira. Permitindo o levantamento de curvas $\sigma \times \epsilon$.

As técnicas empregadas na primeira, terceira e quarta etapas deste trabalho são praticamente as mesmas tanto para ensaios de tração como de fluência, e serão tratadas respectivamente nos itens 3.2.4 e 3.2.5 desta seção.

3.2.3 Estudos de recristalização e crescimento de grão

Os tratamentos térmicos no material na condição SL utilizado nos ensaios de tração, foram realizados visando produzir estrutura de grão fino. Experimentos estes baseados em estudos de envelhecimento realizados por Nassour [139] e Cintho et al [131], cujos resultados dos tratamentos de recristalização, como tempo, temperatura, dureza, crescimento e tamanho de grão foram usados como base inicial para selecionar um material com condição microestrutural mais conveniente. Nassour pesquisou o comportamento de envelhecimento de uma liga de Fe- 32Mn- 8Al- 1,5Si- 1C nas temperaturas 500°C, 600°C, 700°C e 800°C com variação de tempo de 0,25 h até 1000 h, submetendo o material a um passe final de 45% de redução de espessura de laminação a frio, antes do tratamento de envelhecimento, realizado a 925°C por 1 hora para apresentar estrutura de fase simples austenítica com tamanho de grão médio de 47 µm e dureza de HV5 = 303, e detectou a presença Fe₃AlC e ferrita durante o processo de encruamento do material nas temperaturas de 500°C, 600°C e 700°C, e a presença de FeMn₄ durante os estágios iniciais de encruamento (500°C e 600°C), desaparecendo com o decorrer do tempo de envelhecimento. A 800°C foi detectada somente a presença de austenita e ferrita. O trabalho de Nassour apresentou seqüência de microestruturas muito similar àquelas observadas neste trabalho.

A terceira etapa, vide fluxograma da Figura 3.4, foi então realizada depois de analisados os resultados dos tratamentos de recristalização e crescimento de grão, tempo, temperatura e dureza. As amostras homogeneizadas e laminadas foram agrupadas em 3 lotes denominados SLT1, SLT2 e SLT3 (homogenizados, laminados e recozidas por 1 hora a temperaturas de 800°C, 850°C e 900°C respectivamente).

3.2.4 Ensaios de Tração

Os ensaios de tração foram realizados conforme dois procedimentos diferentes, mas complementares para a realização de ensaios mecânicos em ligas superplásticas [102]. Tais procedimentos já apresentados na seção 2.5 (relação entre tensão (σ) e taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$)) e (o coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação (m)), foram realizados basicamente por dois métodos:

- Ensaio de tração em amostras simples com velocidade de tração constante.
- Ensaio de tração com saltos de velocidade de tração numa mesma amostra.

O ensaio de tração com salto de V_T , a velocidade de tracionamento é pré-determinada, mantendo-se fixa a temperatura, ocorre uma deformação inicial até atingir o patamar de tensão de escoamento, ponto de tensão máxima. Neste ponto altera-se a velocidade de tracionamento. O procedimento se repete sucessivamente até completar a seqüência pré-determinada de velocidades de tração. A cada taxa de deformação corresponde uma tensão relativa à deformação do final do incremento. As correções, para os níveis mais altos de velocidade de tração (V_T), são realizadas de acordo com Backofen et al [77]. Este método permite, com um único corpo-de-prova, a avaliação de uma ampla faixa de velocidades de tração (V_T) em uma determinada temperatura [24, 77, 98, 140].

Os ensaios de tração foram realizados em várias temperaturas: ambiente (25°C), 600°C, 700°C, 800°C, 900°C e 1000°C em pelo menos 4 níveis de V_T com valores de: 0.05 mm / min, 0.5 mm / min, 5 mm / min e 50 mm / min correspondentes respectivamente a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) inicial de $8.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e $8.3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, inicialmente em diferentes amostras do material (SL), sem o uso de extensômetro devido às dimensões dos corpos-de-prova.

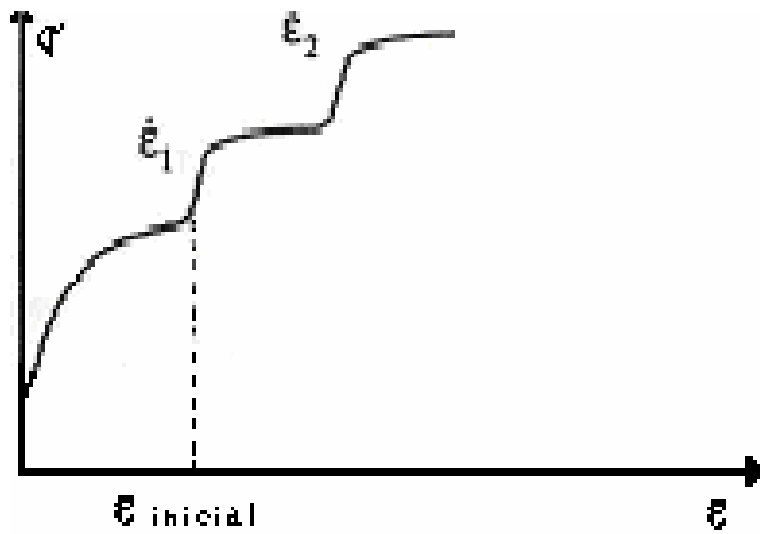


Figura 3.10 Curva esquemática de um ensaio de tração a quente (Tensão x Deformação Nominal) com mudanças na velocidade de tração (V_T) após alcançar o pico de tensão.

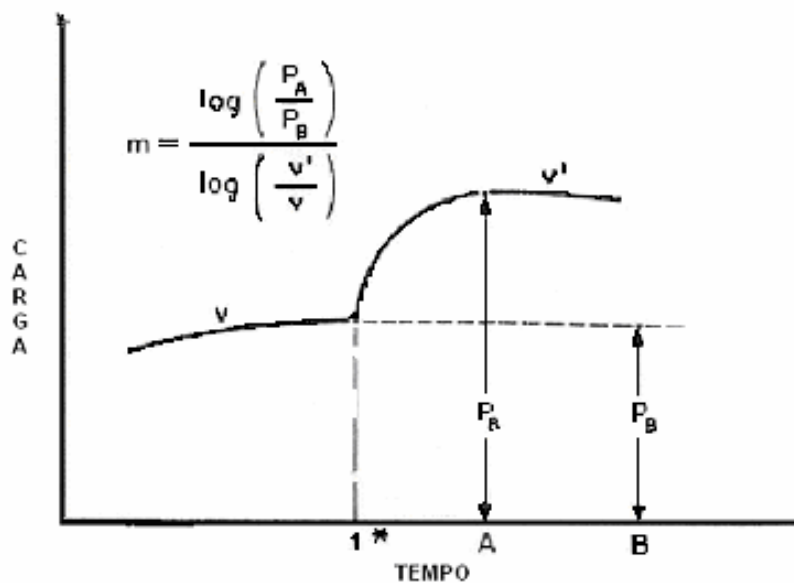


Figura 3.11 Curva esquemática de Carga x Tempo representando mudança de velocidade de tração (V) para (V') no tempo. Os tempos A e B representam a mesma deformação com cargas P_A e P_B em V_T diferentes, respectivamente [77].

Alguns ensaios de tração foram realizados também em diferentes temperaturas e velocidades de tração como :

- $V_T = 0.005$ mm / min e 0.01 mm / min nas temperaturas 850°C e 1000°C ,
- $V_T = 0.05$ mm/min nas temperaturas 750°C , 825°C , 850°C , 875°C e 1050°C ,
- $V_T = 0.5$ mm/min nas temperaturas de 220°C , 420°C , 560°C e 580°C .

A primeira etapa (vide diagrama da Figura 3.2) de ensaios do aço da liga austenítica Fe-Mn-Al para conformação com grandes alongamentos a altas temperaturas não foi plenamente satisfatória em viabilizar seu comportamento superplástico, necessitando ser complementada por uma nova série de ensaios.

Na segunda etapa do trabalho (vide diagrama da Figura 3.3) com o material na condição SL, foi necessário definir uma melhor combinação de temperatura e condição de taxa de deformação com tratamentos térmicos, visando obter melhor comportamento nas condições pesquisadas. Uma série de ensaios de tração foi então realizada a mesma temperatura com saltos de V_T , seguido da realização de outra série de ensaios, depois de analisados os dados obtidos, nas melhores condições encontrada.

A terceira etapa do trabalho(vide diagrama da Figura 3.4) foram analisados os dados com os mesmos procedimentos empregados na primeira etapa, e os corpos-de-prova assim processados, ensaios tanto em tração a quente como em fluência, utilizando para observar a variação de m , os métodos:

- *diferentes amostras* para cada combinação de velocidade de tração com a temperatura,
- *única amostra* submetida a várias mudanças na velocidade de tração durante um dado nível de temperatura.

3.2.5 Ensaios de Fluência

Os ensaios de fluência, foram realizados na modalidade carga constante. Seguindo o procedimento normal para a realização de experimentos a carga constante conforme norma ASTM. E-139 (1990) e verificando, com

dinamômetro marca VEB, capacidade 400 kgf, a carga correspondente a cada tensão escolhida. Adotou-se como critério associar os picos de tensão dos ensaios de tração à quente com as taxas de deformação.

Os corpos de prova foram usinados no sentido de laminação da chapa, em formato retangular com furo de fixação nas extremidades, similares aos utilizados nos ensaios de tração. Os ensaios foram realizados em CP, de materiais em diferentes classes de tratamento de recozimento, onde as tensões aplicadas, obtidas por associação com as respectivas velocidades de tração conforme aumento da carga de ensaio, num amplo intervalo de tempos de ruptura, de ensaios realizados na INSTRON às mesmas temperaturas.

As medidas de temperatura foram tomadas com termopares Tipo K, Chromel–Alumel, monitorando tanto a temperatura no interior do forno, como a temperatura do corpo de prova fixada no centro da parte útil. E as medidas da variação do alongamento em função do tempo, coletadas por LVDT e armazenadas com intervalos em média de 10 segundos (conforme a tensão e o tempo fixados) ao longo dos ensaios através da leitora e armazenadora de dados (Datalogger), com tempos de ensaio variando desde alguns minutos a mais de 10 dias.

O estudo por fluência foi efetuado para tensões de ensaio aplicadas na faixa de 14 a 85 MPa, para a plotagem logarítmica dos dados mecânicos de taxa de deformação x tempo. Seguindo o procedimento normal de ensaio de fluência a carga constante, obtido normalmente em equipamentos de fluência do tipo Andrade [148], no qual um sistema de alavanca-de-came decresce a carga aplicada ao corpo-de-prova de modo que a tensão verdadeira permaneça constante à proporção que a amostra vai se alongando.

Os ensaios de fluência do material objeto deste trabalho (terceira e quarta etapas do trabalho, vide Figuras 3.4 e 3.5) foram efetuados como uma complementação necessária para referendar a caracterização superplástica verificando e correlacionando a concordância de tendências e comportamento do material.

No estudo dos mecanismos de deformação superplástica, em relação a $\dot{\epsilon}$ (taxa de deformação), 3 aspectos são considerados importantes [141]:

- σ função de n (expoente de tensão);
 - T em termos de Q (energia de ativação);
 - d (tamanho de grão) função de p (expoente de tamanho de grão);
- as outras variáveis normalmente não são parâmetros considerados na deformação.

A partir da Equação constitutiva para plasticidade de Mukherjee, Bird e Dorn (MBD) que obedece a correlação (Equação 2.2 da teoria) na forma :

$$\dot{\epsilon} = A \cdot \left(\frac{D_0 E_b}{kT} \right) \left(\frac{b}{d} \right)^p \left(\frac{\sigma - \sigma_0}{E} \right)^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (3.5)$$

onde: $\dot{\epsilon}$ – taxa de deformação; A – constante; D_0 – coeficiente de difusão;
 E - constante elástica; b - vetor de Burgers; d – tamanho de grão da matriz;
 σ – tensão; σ_0 – limiar de tensão (abaixo da qual não se observa deformação por fluência); n – expoente de tensão e Q – energia de ativação verdadeira para a deformação.

A Equação 3.5 pode ser simplificada, fixado o tamanho de grão, numa dada faixa de temperatura e com um limiar de tensão σ_0 pequeno, esta equação assume a forma:

$$\dot{\epsilon} = A' \sigma^{n_a} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (3.6)$$

onde: n_a – expoente de tensão aparente; Q – energia de ativação aparente.

A energia de ativação aparente pode ser calculada usando dados da taxa de deformação $\dot{\epsilon}$, num dado nível de tensão σ fixado (geralmente são dados obtidos de níveis de $\dot{\epsilon}$ experimentais). Neste caso, os dados de σ e $\dot{\epsilon}$ são referentes a diferentes níveis de deformação, durante o carregamento superplástico. A energia de ativação (Q) resultante irá refletir o mecanismo de deformação operacional verdadeiro [141].

Os dados obtido em diferentes temperaturas, para cada tensão anteriormente indicada, importantes na análise das características de superplasticidade do material, resultaram em gráficos do tipo:

- deformação x tempo (característicos do comportamento de fluência);
- Norton (Log taxa x Log tensão), importante para se determinar o valor n;
- Arrhenius Ln (taxa mínima nominal x inverso da temperatura) o valor Q_f ;
- Monkman-Grant (Log taxa x Log tempo ruptura);
- queda da resistência à fluência x tempo;

Assim numa primeira abordagem, foram realizados ensaios de fluência nos 3 lotes tratados em SLT1, SLT2 e SLT3 primeiramente a 900°C, condição considerada mais crítica (baseado nas micrografias dos ensaios de tração realizados até esta etapa, na qual os grãos já estão maiores e em termos de alongamento apresentam-se praticamente fora da região II). Visando associar as tensões utilizadas aos picos de tensão dos ensaios de tração à quente.

3.2.5.1 Observações quanto aos resultados dos ensaios de tração e fluência

Procedimento de correção da deformação nominal

A fim de determinar o grau de deformação, as dimensões finais dos corpos-de-prova foram medidas, nos ensaios tanto de tração como de fluência com correções dos valores de deformação nominal obtido, visando considerar somente o alongamento da parte útil do corpo de prova ensaiado. Seguindo o procedimento abaixo.

Considerando a relação

$$\Delta l = \Delta l' \cdot F \quad (3.5)$$

onde : Δl – alongamento somente na parte útil (L_0), $\Delta l'$ - alongamento lido pelo DL + LVDT, F – fator de correção (razão entre alongamento medido e último ponto da matriz).

$$F = \frac{\Delta l_f}{\Delta l_f'} \quad (3.6)$$

onde : $\Delta l_f = L_f - L_0$ - alongamento medido no corpo de prova, $\Delta l_f'$ - último ponto da matriz, L_f – alongamento final medido na parte útil do corpo de prova, L_0 – comprimento útil do corpo de prova.

3.2.5.2 Considerações sobre os valores do Exponente de Tensão (n) e a Energia de Ativação (Q_f) para Fluência

Os ensaios de fluência são realizados com o uso de taxas mínimas, as quais devido as tensões utilizadas e as pequenas deformações apresentadas nos ensaios, não necessitam ser corrigidas. No entanto se comparadas estas tensões com aquelas utilizadas nos ensaios de fluência em condições superplásticas, de valores de tensão muito menores e grandes deformações, verifica-se que ocorre justamente o contrário.

O cunho tecnológico do trabalho, vale ressaltar, faz com que se de atenção não só a porcentagem de deformação, tempo de ensaio, temperatura, como a outros fatores envolvidos no processo de deformação: taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$), difusividade nos contornos de grãos (D), tamanho de grão (d), temperatura (T), tensão aplicada (σ), sensibilidade a taxa (m), entre outras.

A Equação 2.2 [113], para plasticidade em temperaturas elevadas, proposta por Mukherjee, Bird e Dorn (MDB) [115], dá uma previsão do mecanismo de ligação entre a taxa de fluência estável e o tempo de duração para ruptura por fluência no contexto da lei de Monkman-Grant. Esta equação correlaciona a constituição das propriedades superplásticas do material, sendo repetida a seguir

$$\dot{\epsilon} = C_1 \left(\frac{Gb}{kT} \right) \left(\frac{b}{d} \right)^p \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n D_0 \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right) \quad (2.2)$$

nesta equação, a energia de ativação aparente (Q), para a fluência de metais em altas temperaturas e soluções sólidas diluídas, é independente da deformação por fluência e insensível à tensão aplicada, porém apresenta

estreita concordância com a energia de ativação de auto-difusão. A mudança na taxa de fluência com o tempo, em condições estáveis das variáveis independentes tensão e temperatura, é reflexo de mudanças subestruturais (subgrãos). Nos metais estas mudanças subestruturais (subgrãos) são insensíveis a temperatura e dependem quase que exclusivamente do tempo (t) e da relação σ/E (tensão/módulo de elasticidade). Assim a taxa de fluência estável não depende somente da tensão, mas também da subestrutura estável produzida por esta tensão. Os vários mecanismos de controle de difusão portanto diferem uns dos outros com relação a: D – coeficiente de difusão envolvido; e o valor do coeficiente C_1 e dos fatores estruturais a ele relacionados como n (expoente de tensão).

No caso de fluência em condições superplásticas, tal equação (2.2) tem aplicação significativa ao estimar a taxa estável na construção de curvas universais de fluência, assumindo valores de $n = 2$ (expoente de tensão), $p = 2-3$ (inverso do tamanho de grão) com Q_f = geralmente a energia de difusão nos contornos de grãos (Q_{GBS}), e ocasionalmente igual àquela energia na difusão por volume (Q_V). O coeficiente de difusão (D), relacionado por

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.20)$$

onde : D_0 – fator de freqüência, T – temperatura e R – constante dos gases, permite que a Equação 2.2 possa ser reescrita na forma

$$\dot{\epsilon} = A. D. \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{E}\right)^n \quad (2.21)$$

onde : A – coeficiente do material, E – módulo de elasticidade, considerando que $\left(\frac{\sigma}{E}\right) \approx$ constante, chega-se a equação $\dot{\epsilon} = A. \sigma^n$ da fluência, onde

$A = C'$, daí a importância dos valores de n e Q_f .

Com os dados dos ensaios de fluência do aço Fe-Mn-Al, na condição SLT2, nas diferentes tensões, foi plotado o gráfico de \ln (taxa inicial) x $1/T$, obedecendo à relação de Arrhenius dado pela Equação 2.22

$$\dot{\epsilon} = B. e^{-\frac{Q_f}{RT}} \quad (2.22)$$

onde: $\dot{\epsilon}$ – taxa mínima; B – coeficiente que engloba a componente A', σ^n da Equação 2.11; Q_f – energia de ativação; R – constante dos gases e T – temperatura em graus Kelvin. Da Equação 2.22 vem

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln B - \frac{Q_f}{RT} \quad (2.23)$$

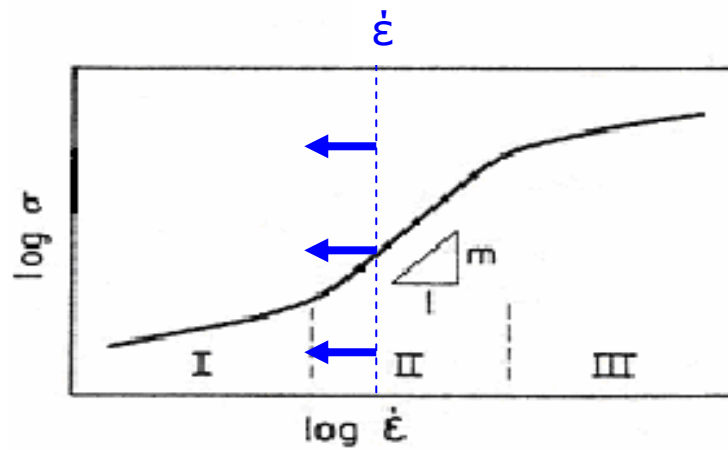
O parâmetro n é tanto ou mais importante, nos ensaios de fluência, que os demais parâmetros, para a caracterização do comportamento superplástico, pois através dele podemos confrontar e confirmar os valores obtidos de m, nas mesmas condições que os ensaios de tração, haja vista a relação $n = 1/m$.

3.2.5.3 Ensaios de tração com taxa de deformação constante e fluência a tensão constante

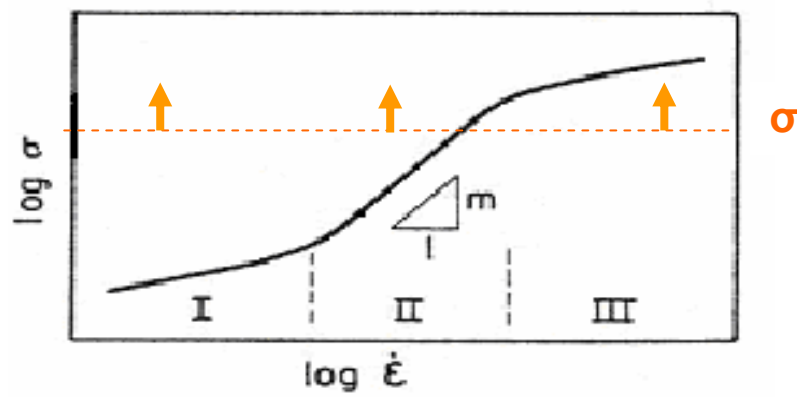
A tendência de variação de $\dot{\epsilon}$ e σ , é representada de forma esquemática na Figura 3.12.

A Figura 3.12(a) apresenta a tendência de diminuição da taxa de deformação no decorrer do ensaio de tração. Tal tendência é observada em todas as temperaturas de ensaio. A variação na tensão é maior conforme a temperatura decresce, sendo necessário correções ao longo do ensaio para que se mantenha constante, assim são realizados cálculos de correção da taxa de deformação, para manter $\dot{\epsilon}$ constante, nos ensaios de tração em determinada temperatura e V_T constante até o limite de tensão.

A Figura 3.12(b) apresenta a tendência de aumento da tensão no transcorrer dos ensaios de fluência, daí a necessidade de realizar ensaios de fluência a tensão constante. Assim na quarta etapa do trabalho, foram realizados ensaios com carga frontal (carregamento direto) nos quais se eliminou o componente alavanca-de-came do sistema, passando a carga a agir diretamente no corpo-de-prova ensaiado. Para compensar a tendência de aumento de tensão, no transcorrer dos ensaios de fluência, foram realizados ensaios de fluência a tensão constante, nos quais foram utilizadas correções de carga durante os experimentos, baseadas em simulações de ensaios projetados para cada tensão utilizada.



(a)



(b)

Figura 3.12 Desenho esquemático das tendências de $\dot{\epsilon}$ e σ durante os ensaios de: (a) tração com V_T constante ; (b) fluência a carga constante.

3.2.5.3.1 Fluência a Tensão constante

Infelizmente nas configurações para os testes de fluência convencionais, conforme HOPKIN [157] todo o peso da alavanca-de-came age diretamente no corpo-de-prova, resultando numa carga mínima relativamente grande. Dois pesos e não um é aplicado no corpo-de-prova. O que não é nada desprezível para tensões baixas e corpos-de-prova pequenos, que é o caso dos ensaios superplásticos. Assim a máquina convencional, apresentou limitação de came e de curso de alongamento (por não ser específico para ensaios superplásticos).

As alternativas para realizar os ensaios, nas condições desejadas e comparação os dados obtidos, são ensaios de fluência do tipo:

- *com carga frontal*; no qual elimina-se o componente alavanca-de-came do sistema, passando a carga a agir diretamente no corpo-de-prova ensaiado;
- *à tensão constante* : como não se encontra disponível, pelo menos no mercado interno, equipamento de fluência específico que corrija a tensão no decorrer do experimento, alternativamente este tipo de ensaio pode ser realizado, compensando as alterações de tensão, com retiradas programadas de peso durante a execução. A porcentagem de deformação projetada, valor dos pesos, tempo de retirada, todos estes parâmetros devem ser calculados para cada tensão nominal a ser utilizada; a Figura 3.13 apresenta detalhe de uma montagem para ensaio a tensão constante em máquina STM.
- *alavanca-de-came específica* : equipamento de alavanca-de-came, com arranjo de came de projeto específico para superplasticidade, tipo sistema de came proposto por DUDDERAR [146]. A Figura 3.14 a seguir mostra um desenho esquemático do perfil de came proposto por DUDDERAR.

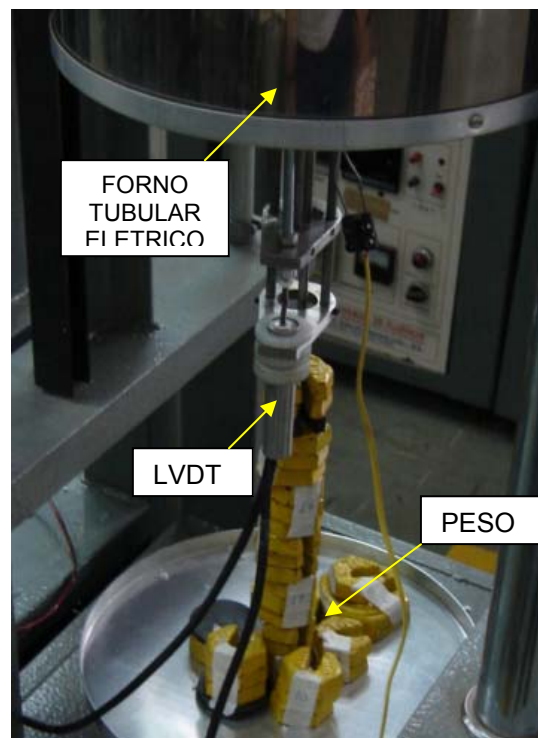


Figura 3.13 Detalhe (antes do início) de ensaio de fluência a tensão constante, com retiradas programadas de peso durante a execução, conforme montagem em uma máquina STM.

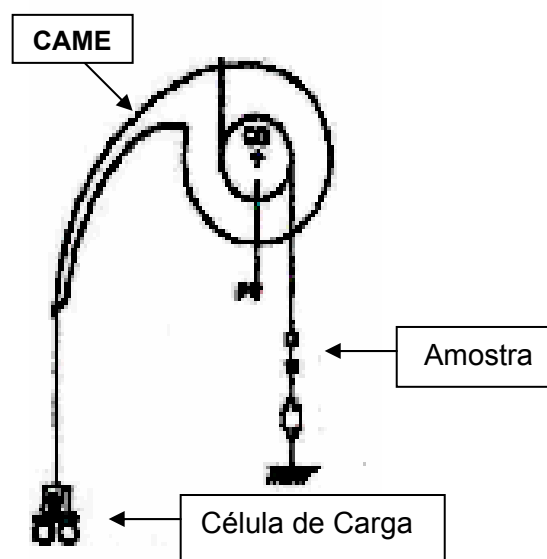


Figura 3.14 Desenho esquemático do perfil de came para ensaio superplástico proposto por DUDDERAR [146].

3.2.5.4 Considerações sobre o Limiar de Tensão (Threshold Stress, σ_0) no comportamento superplástico do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2

O limiar de tensão (tensão limite) (σ_0), como já comentado no capítulo 2, durante o escoamento superplástico, é capaz de explicar de maneira pelo menos qualitativa, a transição nas características mecânicas do material, quando passa da região II para a região I da curva sigmoidal, uma vez que deve ser diferente de zero para deformações de materiais sólidos.

Uma vez determinado, pode ser utilizado para correção da tensão de escoamento (σ), de forma a se obter os dados reais, para plotar as curvas partir dos ensaios realizados. O valor da tensão limite pode ser obtido via dados de ensaio de tensão como via dados de fluência, vide considerações sobre a Equação MBD, assim neste trabalho optou-se por determinar o valor de σ_0 via dados de fluência, conforme o seguinte procedimento.

Considerando a Equação 2.21 da qual deriva a relação de fluência $\dot{\epsilon} = A \cdot \sigma^n$ repetida aqui

$$\dot{\epsilon} = A \cdot D \cdot \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{E}\right)^n \quad (2.21)$$

onde A – constante do material, d – tamanho de grão do material, σ – tensão, E – módulo elástico à temperatura, b- vetor de Burgers, p – expoente inverso do tamanho de grão, que em condições superplástica assume valores 1 – 2, e N – expoente de tensão, que assume valor n=2 para difusão (D) por contornos de grãos por troca de vacâncias, e D – coeficiente de difusão = $D_0 \exp(-Q/RT)$.

Para determinar o valor de σ_0 para o escoamento superplástico no aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, considerado inicialmente nos cálculos analíticos a relação $\dot{\epsilon} = A \cdot \sigma^n$, da qual obteve-se via gráfico de Norton ($\text{Log } \dot{\epsilon} \times \text{Log } \sigma$), a relação

$$\dot{\epsilon}^{1/2} = A^{1/2} \cdot \sigma \quad (2.22)$$

parametrizando o valor de σ_0 do escoamento superplástico, em dado nível de temperatura, utilizando um gráfico do tipo $\dot{\epsilon}^{1/2} \times \sigma$, pela inteseccção com o eixo

σ , foi obtido uma estimativa analítica do valor do limiar de tensão (σ_0). Reescrevendo a Equação $\dot{\epsilon} = A \cdot \sigma^n$ de fluência como

$$\dot{\epsilon} = A \cdot (\sigma - \sigma_0)^2 \quad (2.23)$$

onde $n = 2$, obteve-se uma racionalização do gráfico de Norton, considerando os valores de σ_0 calculados analiticamente.

3.2.6 Caracterização microestrutural

A microestrutura das amostras foi analisada, na primeira e segunda etapa, por microscopia ótica (MO), em microscópio marca Carl Zeiss, com câmera SONY acoplado a um analisador de imagens com 'software "Image Pro-Plus. Na etapa a análise por MO, foi realizada em um microscópio marca OLYMPUS BX-41M, com câmera digital Evolution LC + software de análise de imagens SIS-RULER".

As amostras ensaiadas foram lixadas com lixas 240, 320, 400, 600, 1200 e 2000 mesh, em seguida sofreram polimento mecânico utilizando-se óxido de Cr e pasta de diamante de 9 μm , 6 μm , 3 μm . Utilizando para ataque químico solução de Nital 2%, com a técnica de imersão para execução do ataque.

Utilizado equipamento de microscopia eletrônica de varredura (MEV) da modalidade FEG com EDS marca Philips XL30 e detector de microanálise INCAX-SIGHT, para determinação das fases, composição química e verificação do tamanho de grão. Estas amostras, preparadas para serem analisadas por MEV com metalização em prata, para garantir a condutividade elétrica da superfície, interligadas à porta-amostra.

Além destes ensaios foram realizados testes para caracterização da dureza e análise química. Usando método de dureza Vickers e carga de 50 kgf, considerando a espessura mínima exigida para a amostra de chapa ensaiada, para confiabilidade dos valores de dureza.

Na determinação do tamanho de grão do material, nas microestruturas das amostras analisadas, os tamanhos de grãos ou seus diâmetros podem ser

determinados por vários métodos, como os grãos encontrados em ligas, são normalmente com formas irregulares, sendo a definição de diâmetro geralmente arbitrária. Assim foi utilizado um parâmetro quantitativo, que fosse independente de valores de espaçamentos ou granulação na microestrutura, ou mesmo independente de posição, formato ou tamanho de grão. Parâmetro este encontrado no método de medida por círculos de Hilliard [150], cujos resultados fornecem valores compatíveis com número de tamanho de grão equivalente (G), da especificação E112 da ASTM.

Tal método permite um desvio padrão de $\pm 0,3$ em G (número de tamanho de grão equivalente), valor obtido pela Equação 2.24

$$G = - 10,00 - 6,64 \text{ Log } L_3 \text{ (cm)} \quad (2.24)$$

com
$$L_3 = L_T / P.M \quad (2.25)$$

onde : P – número total de intersecções de contornos de grão, L_T – comprimento total (cm), feito por várias aplicações de medida do círculo de Hilliard até completar o valor total correspondente ao campo de visão da ampliação utilizada (M), M – ampliação utilizada. Os valores medidos, calculados de G, foram equivalentes aos obtidos pelo nomograma para obtenção de número de tamanho de grão da norma ASTM, especificação E112.

3.3 Dispositivos e equipamentos

3.3.1 Dispositivo de fixação e corpo-de-prova

Como ainda não há normalização da geometria dos corpos-de-prova para ensaios superplásticos, nem das garras de fixação, salvo norma recente da ASTM (2006) (ASTM E 2448 – 06) porém restrita às ligas de Ti e Al, optou-se pela confecção de garras consideradas adequadas a esta geometria [142]. A partir de um bloco de liga adequada a trabalhos em altas temperaturas,

conhecida comercialmente como Inconel 718, a garra foi usinada, não sofrendo porém nenhum tratamento térmico posterior. Um desenho esquemático do sistema de fixação mostrando a montagem do conjunto da garra e a posição do corpo-de-prova é apresentada na Figura 3.15.

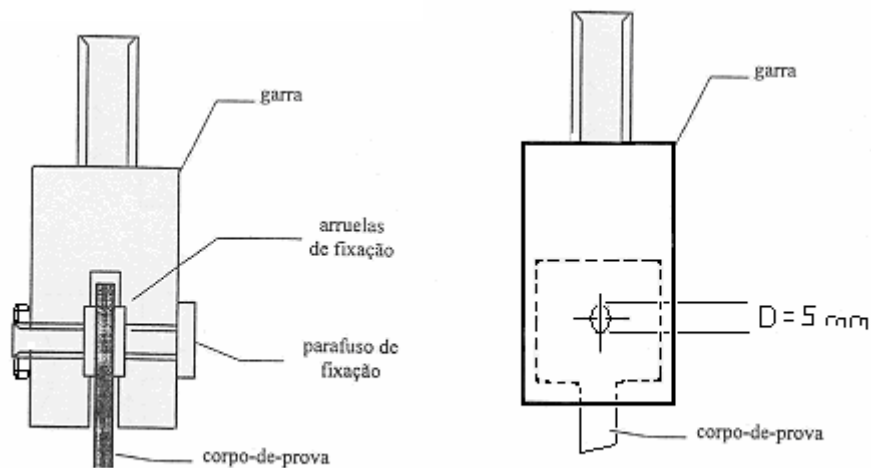


Figura 3.15 Esquema de montagem utilizada para as garras.

As amostras foram obtidas a partir de chapas laminadas dos lingotes do material bruto de fusão homogeneizado, cortadas na direção de laminação, usinadas com comprimento nominal $L_0 = 5$ mm, largura 3 mm, com geometria similar àquelas utilizadas por Toscano [8].

A Figura 3.16 ilustra as dimensões do corpo-de-provas utilizado nos ensaios de tração e fluência de forma esquemática.

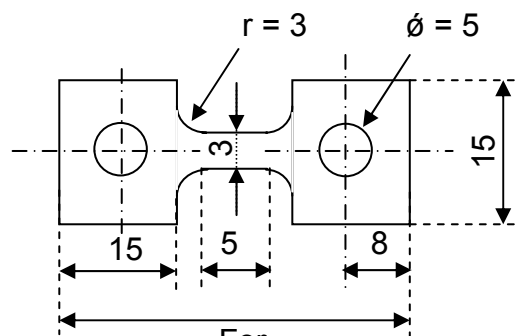


Figura 3.16 Desenho esquemático e dimensões dos corpos-de-prova utilizados nos ensaios de tração e fluência.

3.3.2 Tratamentos Térmicos

Os tratamentos térmicos de homogeneização e de recozimento foram realizados em forno marca SIGMA, do Tipo 15/25115.

Para os tratamentos de recozimento e para os ensaios de tração e de fluência a altas temperaturas foram utilizados fornos tubulares com resistência elétrica, adaptados aos equipamentos. As temperaturas foram medidas e controladas por termopares tipo K (Chromel-Alumel), conectados diretamente na região central do forno, mantidas por controlador P.I.D. estabilizado com variação de $\pm 1^{\circ}\text{C}$.

Depois de escolhido o tratamento de recozimento o material foi tratado em forno ECIL do tipo AT FR 4801/07.

3.3.3 Laminação

Para a laminação dos lingotes, após homogeneização, foi utilizado laminador marca FENN da AMTEL. Inc. Modelo 051 série 55019.

3.3.4 Dureza

Os ensaios de dureza foram realizados segundo a Norma ASTM E-92 com um durômetro marca HECKERT – VEB / JENA, modelo HP0250 na modalidade VICKERS, em medições com carga de 50 kgf e tempo de aplicação de 30 segundos, na primeira etapa, e carga de 10 kgf e tempo de 30 segundos na segunda etapa.

3.3.5 Ensaio de Tração

Os ensaios de tração a quente foram realizados em máquina de tração universal INSTRON modelo 5500R com forno tubular de resistência elétrica adaptado à máquina. Durante todos os ensaios a temperatura estabilizou com uma variação $\pm 1^{\circ}\text{C}$, mantida por controlador P.I.D, utilizando 2 termopares tipo K (Chromel-Alumel), para medição e controle da temperatura, o primeiro

conectado diretamente na região central do forno, e o segundo conectado ao corpo de prova, ambos interligados ao sistema de controle.

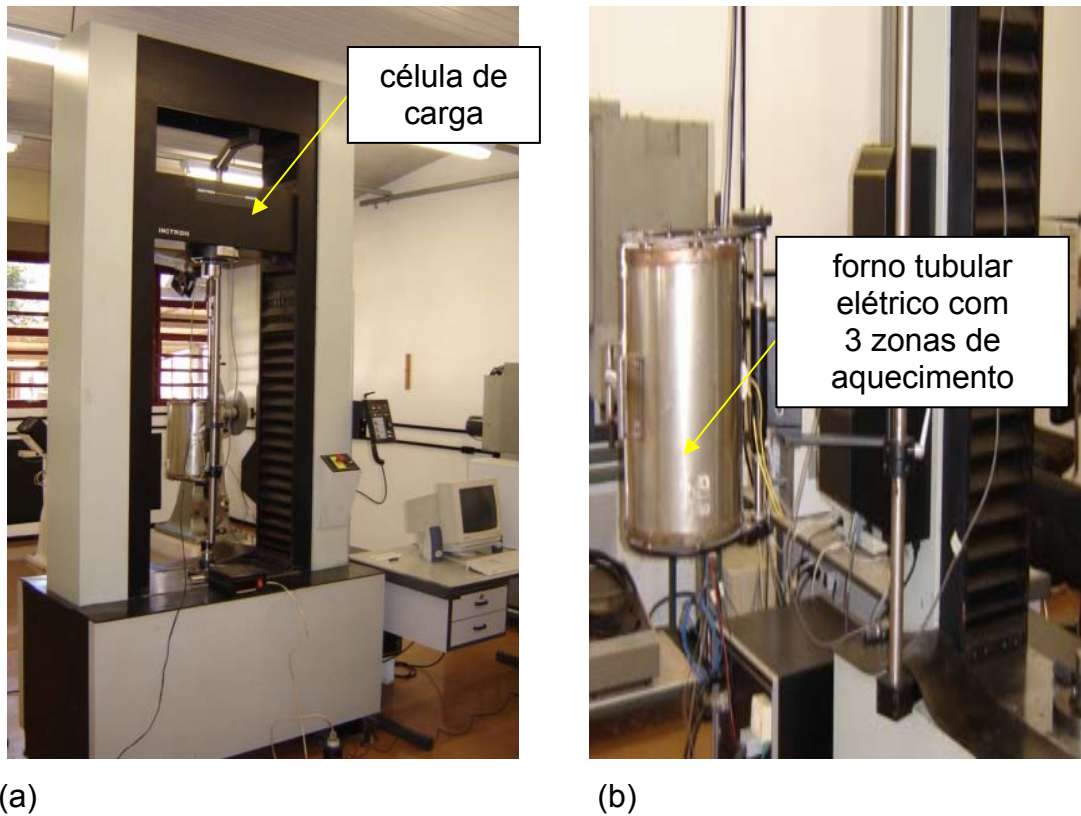


Figura 3.17 Máquina de tração (a) INSTRON 5500R com (b) forno elétrico tubular de 3 zonas de aquecimento.

3.3.6 Ensaios de Fluência

As amostras foram ensaiadas em fluência na modalidade com carga constante, em equipamentos modelo MF-1000 da marca STM, cujos valores de carga utilizados em cada ensaio foram aferidos com um dinamômetro marca VEB, modelo KMB-M com capacidade de 50 Kgf. Empregaram-se termopares do tipo K (Chromel- Alumel) fixados um na região central do forno e outro no corpo-de-prova, ambos interligados a um sistema de controle microprocessado de temperatura. Para as medidas de deformação, utilizaram-se sensores do Tipo LVDT da marca Transtec, modelo DC/DC 0243.0000 associado a uma

leitora e armazenadora de dados (Data Logger) da marca Fluke, modelo Hydra 2635A- Série II e a um microcomputador em ambiente Windows.

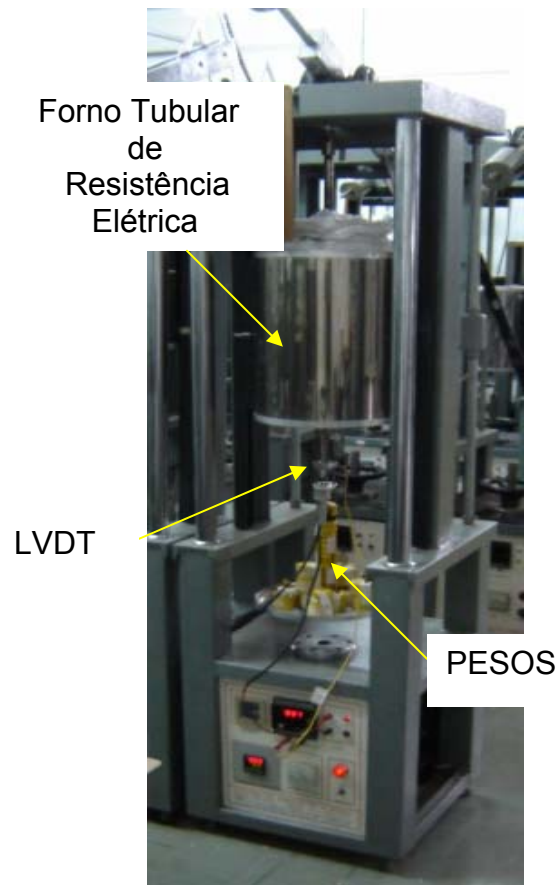


Figura 3.18 Máquina de ensaios de fluência a carga constante , modelo MF-100 da STM, com forno tubular de resistência elétrica.

3.3.7 Caracterização Microestrutural

As observações por microscopia ótica (MO) foram realizadas na fase inicial em um microscópio marca CARL ZEISS acoplado a um ‘software’ analisador de imagens Image Pro-Plus, e nas fases posteriores dos ensaios as observações por MO foram realizadas em microscópio com analisador de imagens da marca OLYMPUS.

Para as observações da microestrutura das amostras ensaiadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizou-se um equipamento

PHILIPS XL30 na modalidade FEG com EDS e detector de microanálise INCAX-SIGHT, para determinação das fases, composição química e verificação do tamanho de grão, conforme Figura 3.19.

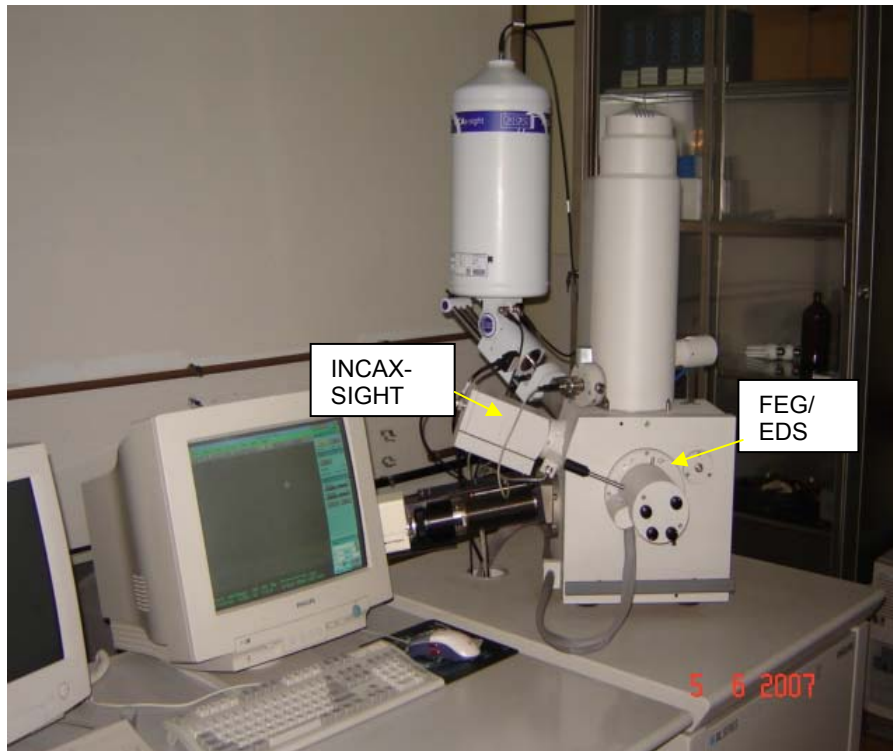


Figura 3.19 Equipamento de microscopia eletrônica de varredura Philips X 30 FEG / EDS com detector para microanálise de composição do material do tipo INCAX-SIGHT.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

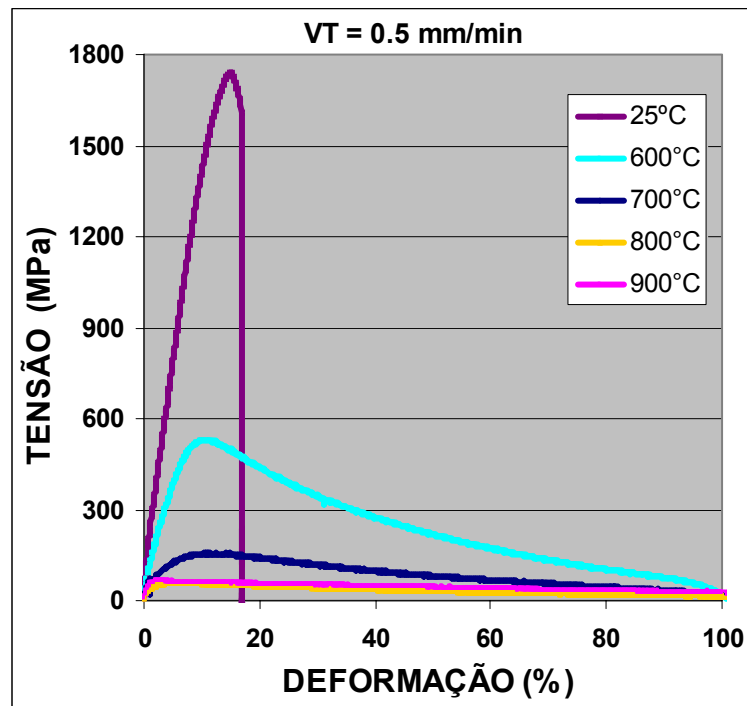
4.1 Primeira Etapa do trabalho : Estudo do material na condição SL

4.1.1 Ensaios de Tração a Quente até a ruptura com V_T constante

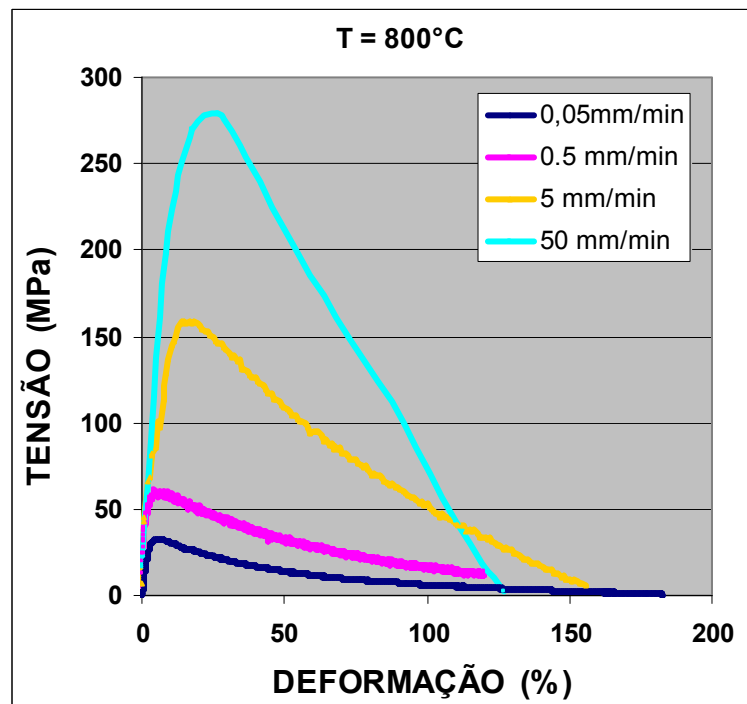
A Figura 4.1 apresenta curvas típicas de ensaios de tração a quente, obtidas nesta primeira etapa, conforme mostram as Figura 4.1(a) estas curvas em diferentes temperaturas e uma mesma velocidade de tração V_T ; e Figura 4.1(b) em diferentes V_T e mesma temperatura (800°C) observa-se que à temperatura ambiente o material laminado a frio, condição SL, apresenta uma tensão de escoamento muito alta se comparado às tensões de escoamento do mesmo material ensaio a tração em altas temperaturas, conforme Ghosh e Hamilton [15].

As Figuras 4.1(a) e (b) permitem observar claramente também a tendência de deslocamento das curvas para a esquerda, à medida que a temperatura aumenta a uma mesma V_T (Figura 4.1(a)) e a velocidade de tração V_T diminui para uma mesma temperatura com a tendência de diminuição da tensão de escoamento (σ) e aumento de alongamento ϵ_r . Tal comportamento é compatível com o apresentado pelas curvas nos gráficos das Figuras 2.7 e 2.9, na parte teórica, quando da explicação do comportamento de n' (expoente de encruamento), confirmando com esta tendência de deslocamento das curvas para a esquerda, a queda de influência de n' nos ensaios a altas temperaturas e a crescente influência de m , o expoente de sensibilidade à taxa de deformação.

Nos ensaios a altas temperaturas, a tensão máxima aumenta à medida que aumenta V_T , a temperatura constante, Figura 4.1(b). Conforme a temperatura vai aumentando, a resistência do material vai ficando cada vez mais sensível à taxa de deformação $\dot{\epsilon}$, ou seja a m , Figura 4.1(a).



(a)



(b)

Figura 4.1 Curvas típicas de Tensão x Deformação Nominal do aço Fe-Mn-Al obtidas na primeira etapa deste trabalho: a) mesma V_T e diferentes temperaturas; b) mesma temperatura e diferentes V_T .

A Figura 4.2 apresenta a variação da tensão de escoamento σ (MPa) em escala logarítmica x temperatura T ($^{\circ}\text{C}$), de diferentes V_T ensaiadas à tração em diferentes velocidades. O padrão das linhas foi ajustado através dos pontos nesta figura.

Na mesma figura pode ser visto que à medida que as diferentes velocidades de tração aumentam, para uma mesma temperatura, as tensões de escoamento também aumentam. Assim temos por exemplo para a curva de $V_T = 0,05$ mm/min um $\log \sigma = 2,5$, enquanto para a curva de $V_T = 5$ mm/min o $\log \sigma$ sobe para $\log \sigma = 3,2$ na mesma temperatura de 600°C .

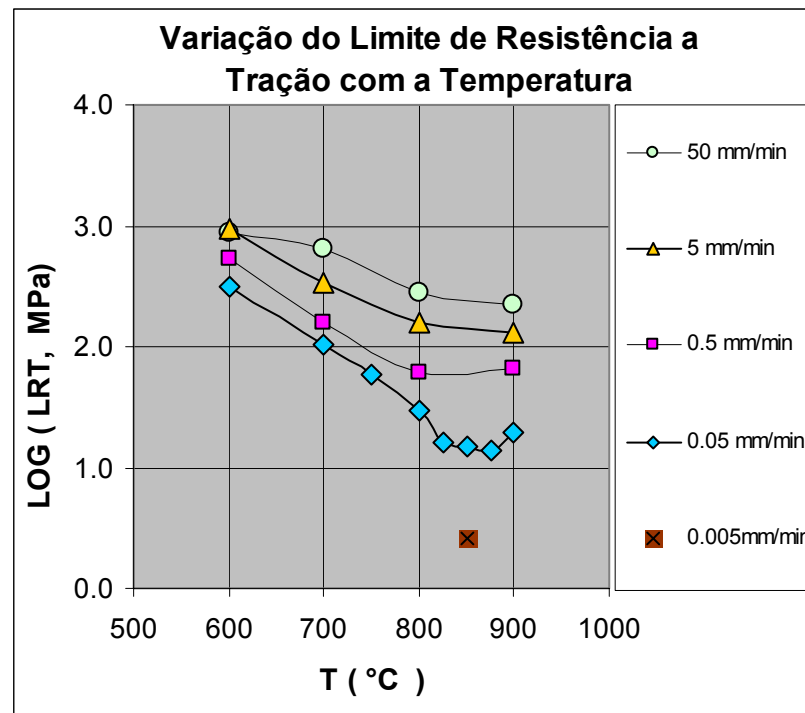


Figura 4.2 Variação da tensão de escoamento X temperatura, para diferentes velocidades de tração (V_T).

A Figura 4.3 apresenta curvas de Arrhenius (variação da tensão de escoamento com o inverso da temperatura K^{-1}) para diferentes velocidades de

tração (V_T), onde se observa a tendência de queda no valor das tensões, para cada velocidade de tração V_T à medida que aumenta a temperatura.

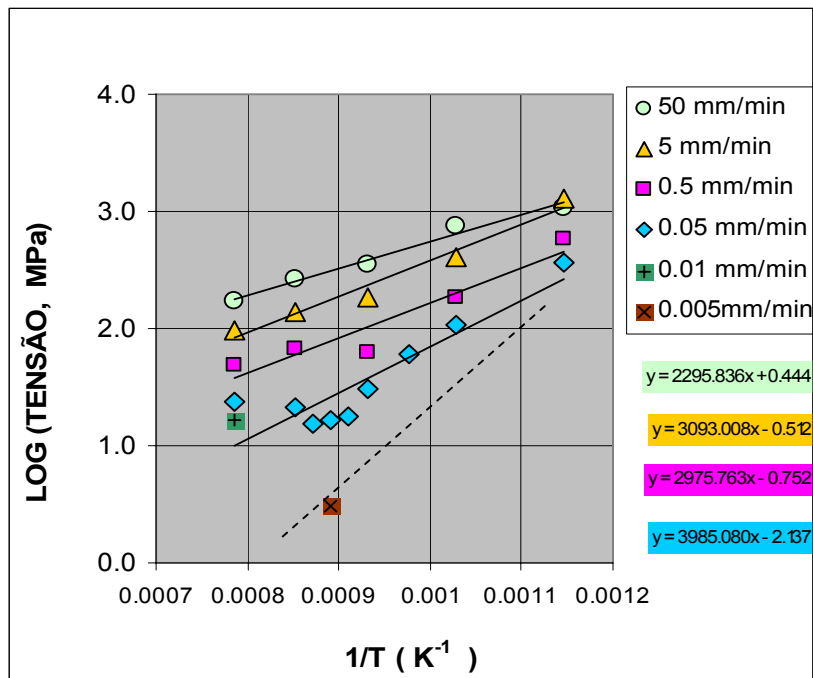


Figura 4.3 Variação da tensão máxima verdadeiro com o inverso da temperatura (curvas de Arrhenius).

A sensibilidade de tensão com a taxa de deformação nominal em dada tensão máxima foram analisadas utilizando amostras diferentes para cada velocidade de tração em diferentes temperaturas. Embora somente quatro valores diferentes de taxas de deformação tenham sido explorados, na maioria dos casos, os dados apresentaram uma tendência sigmoideal típica para materiais superplásticos conforme mencionado na literatura [102, 140]. Em cada caso os valores máximos de m também foram estimados. A 800°C e 900°C a sensibilidade à taxa de deformação (m) alcançou valor máximo de $m = 0,49$, decrescendo para $m = 0,31$ ao alcançar a temperatura de 1000°C.

A Figura 4.4 compara os resultados deste trabalho com os de Toscano [8], para velocidade de tração $V_T = 0,5$ mm / min, indicando boa concordância dos dados.

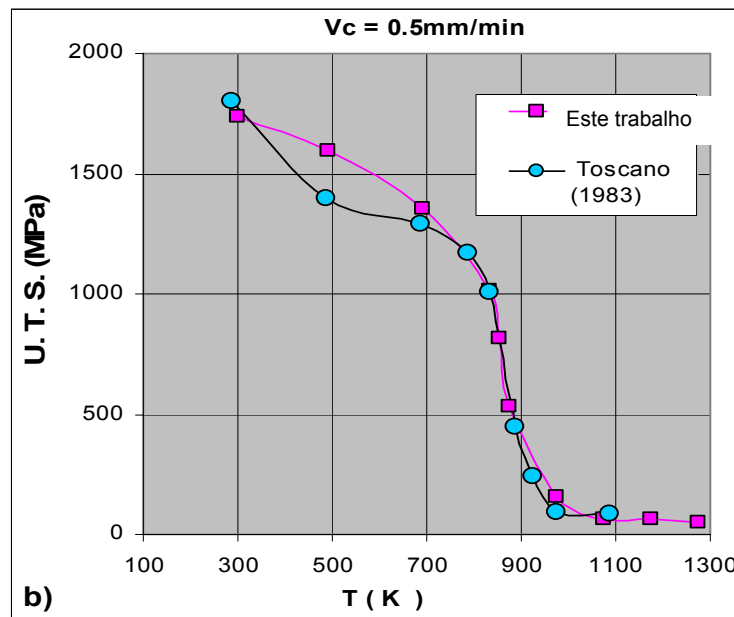


Figura 4.4 Comparação entre este trabalho e os dados de Toscano (1983). com velocidade de tração $V_T = 0,5 \text{ mm / min}$.

A Figura 4.5 apresenta as curvas de tensão máxima pela taxa de deformação, de ensaios de tração do material SL na faixa de temperatura de 600°C a 1000°C , com os respectivos valores de m (expoente de sensibilidade da tensão com a taxa de deformação), curvas obtidas usando diferentes amostras para cada velocidade de tração, nas seguintes temperaturas: a) 600°C ; b) 700°C ; c) 800°C ; d) 900°C e e) 1000°C . Na Figura 4.5 observa-se que os valores de m mais compatíveis com a condição de escoamento superplástico (faixa de 0,3 a 0,8), região II da curva sigmoideal, verificam-se nas curvas de ensaios realizados a partir de 700°C , como indicado nas Figuras 4.5 c) 800°C e 4.5d) 900°C . Os ensaios a 700°C (Figura 4.5 b)) não apresentaram resultados expressivos apesar do valor de m , o mesmo ocorrendo com os ensaios realizados a 1000°C (Figura 4.5e)), neste caso com acentuado crescimento de grãos ($d \gg 10 \mu\text{m}$), não atendendo a condição desejada.

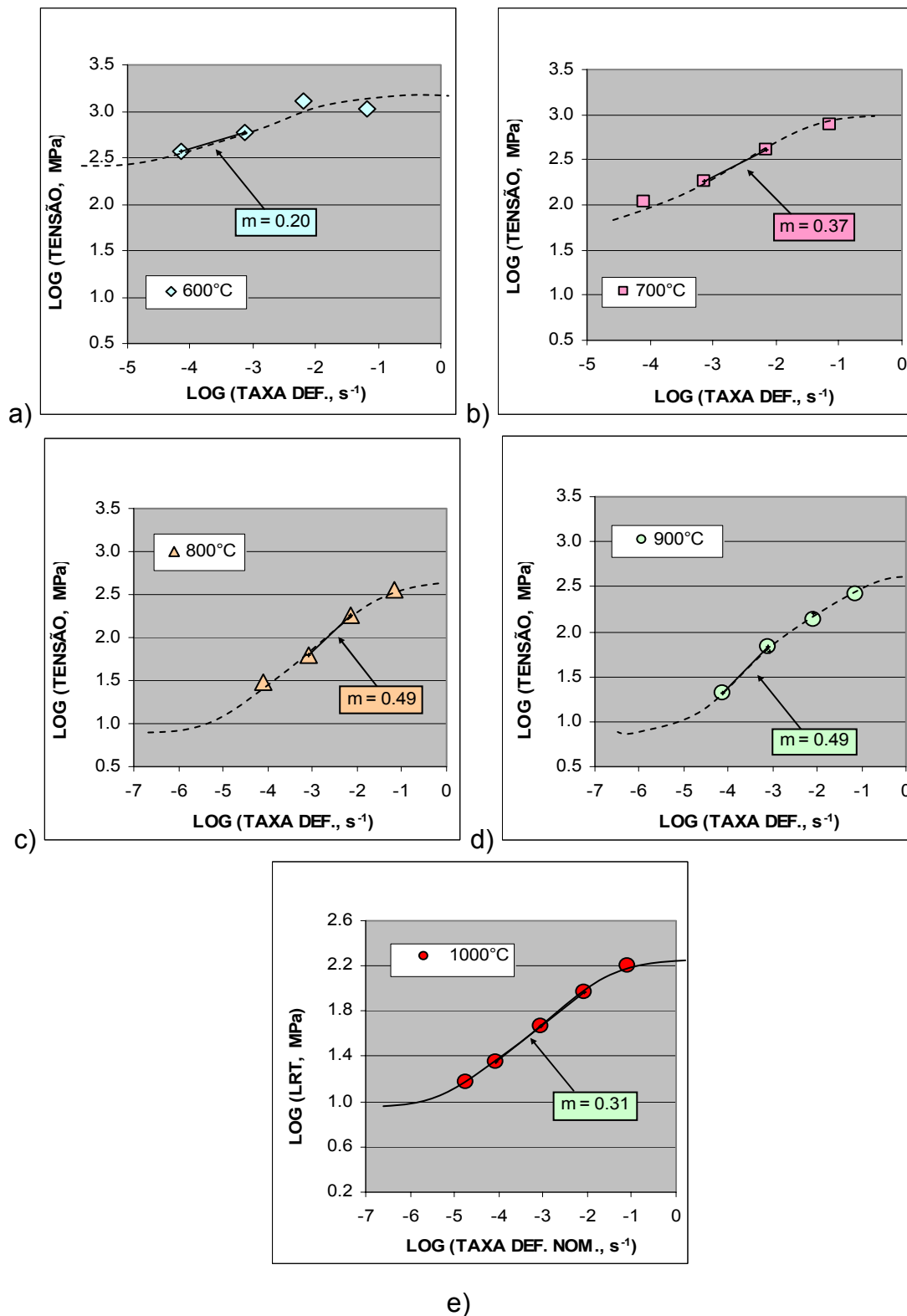


Figura 4.5 Sensibilidade da tensão X taxa de deformação nominal em picos de tensão, com amostras diferentes / V_T na temperatura de: a) 600°C; b) 700°C; c) 800°C; d) 900°C; e) 1000°C ($\dot{\epsilon}$ nominal).

A Figura 4.6 mostra uma comparação de valores de m (sensibilidade a taxa) para amostras diferentes, em cinco níveis de temperatura. As amostras foram ensaiadas nas temperaturas: a) 600°C; b) 700°C; c) 800°C; d) 900°C e 1000°C. A tendência de queda é nítida no valor das tensões à medida que a temperatura aumenta. Nota-se ainda uma ligeira tendência de inclinação para a vertical destas curvas, a partir de 800°C, e novamente a inversão desta tendência nas isotermas de 900°C para 1000°C, com retorno a posição original. A medida que a temperatura aumenta há um deslocamento para a direita das curvas com inclinação para a vertical, ocorrendo inversão desta tendência a partir de uma determinada temperatura.

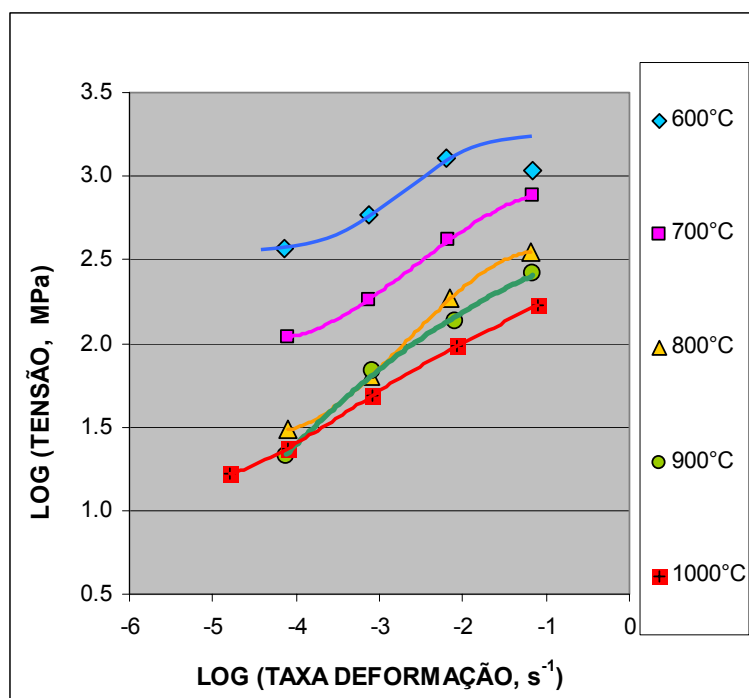


Figura 4.6 Comparação entre a sensibilidade de tensão com a taxa de deformação usando amostras diferentes em temperaturas e taxas de deformação diferentes.

A Figura 4.7 ilustra a aparência de alguns corpos-de-prova tracionados com diferentes alongamentos, após a ruptura em várias temperaturas e na

velocidade de tração $V_T = 0,05 \text{ mm / min.}$, onde o efeito superplástico foi mais pronunciado.

Nota-se nesta primeira etapa de ensaios que apesar dos resultados de alongamento ultrapassarem 100%, e o valor máximo de alongamento ter sido de $\epsilon_r = 320\%$ no corpo-de-prova ensaiado a temperatura de 850°C , estes valores ainda não estão satisfatórios para a caracterização superplástica do material estudado.

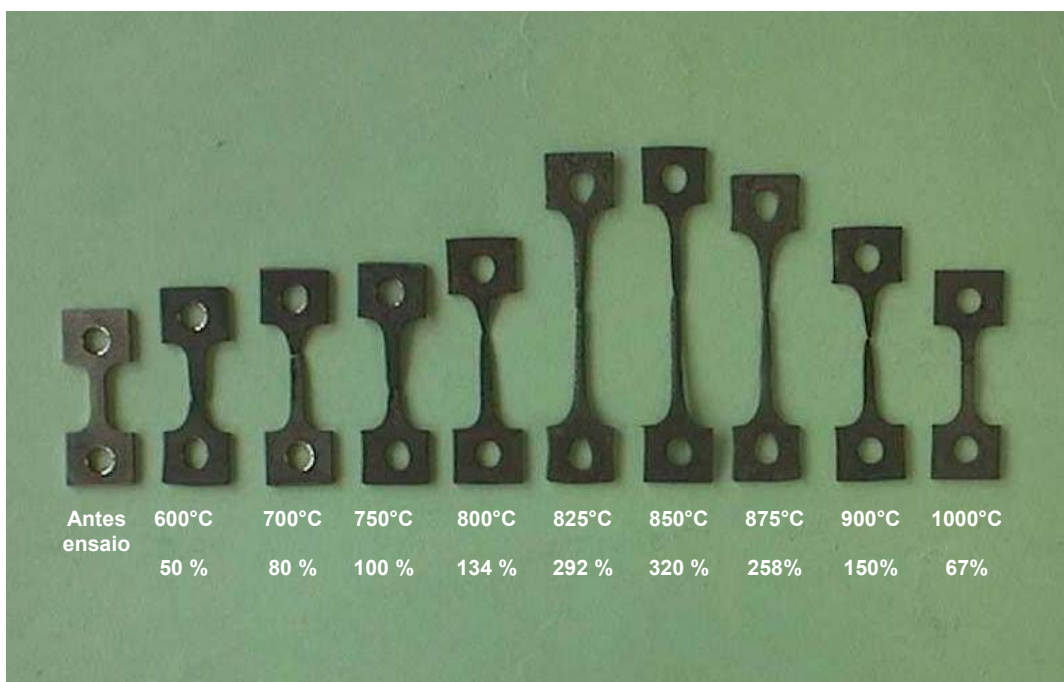


Figura 4.7 Amostras tracionadas até a ruptura com diferentes alongamentos em diferentes temperaturas e velocidade $V_T = 0,05 \text{ mm/min}$, onde pode ser visto o CP ensaiado a 850°C cujo $\epsilon_r = 320\%$.

4.1.2 Ensaios de Dureza e Microestruturas do material ensaiado em tração com V_T constante ate a ruptura.

A Figura 4.8 mostra a variação da dureza de uma liga Fe-Mn-Al, observadas na região de estrição das amostras após ensaio de tração em

várias temperaturas, a um tempo de 25 minutos de ensaio em cada temperatura a $V_T = 0,5 \text{ mm / min}$. Acima de 400°C verifica-se um notável crescimento da dureza atingindo um máximo entre 600°C e 700°C . A partir de onde se verifica um contínuo decréscimo na dureza até se alcançar 1000°C (máxima temperatura nos ensaios de tração realizados a $V_T = 0,5 \text{ mm/min}$).

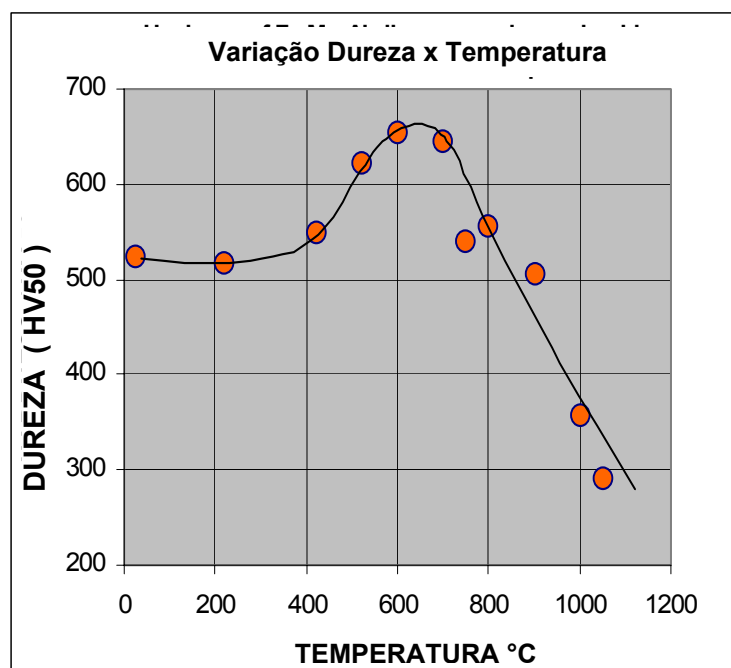


Figura 4.8 Variação de dureza de liga Fe-Mn-Al observada na estrição em amostras ensaiadas a tração em diferentes temperaturas.

Estes dados mostram concordância razoável com valores similares obtidos por Toscano 1983 [8]. Para este autor, no entanto, o aumento na dureza é notável somente a partir de 500°C com decréscimo muito mais lento a partir de 900°C . Os resultados de Toscano, no entanto, foram obtidos usando o método de dureza Rockwell C que não parece apropriado para a espessura de amostra usada nesta pesquisa (1,0 mm).

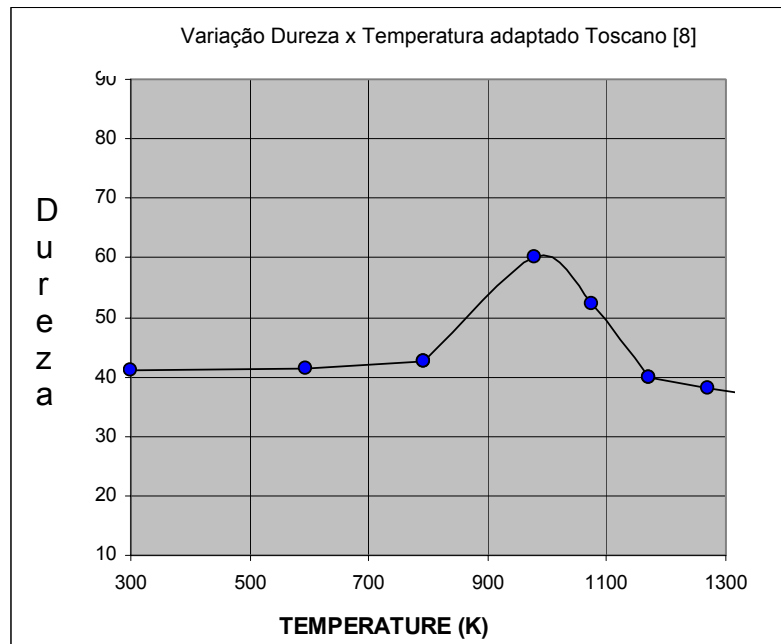


Figura 4.9 Variação de dureza em Rc de liga Fe-Mn-Al recozidas por 1 hora e resfriadas a vácuo, em amostras ensaiadas a tração em diferentes temperaturas, adaptado de Toscano (1983).

A Figura 4.10 apresenta as mudanças microestruturais verificadas no material desde sua condição original depois de laminado a frio e subsequente ensaio de tração à quente com $V_T = 0,5 \text{ mm / min}$, através de microscopia ótica, na região de ruptura em cada amostra ensaiada.

A Figura 4.10(a) a temperatura de 600°C mostra mudanças significativas na microestrutura do material com a presença de austenita e provavelmente carbeto do tipo $(\text{Fe,Mn}) \text{AlC}_x$ [Kayak, Krivonogov et al, Hale] finamente dispersa. Durante o primeiro estágio de precipitação deste carbeto é identificado como fase k (tendo uma estrutura CFC).

Na Figura 4.10(b) a temperatura de 700°C mostra a estrutura austenítica altamente deformada parece ter sido parcialmente recristalizada.

Nassour pesquisou o comportamento de envelhecimento de uma liga de Fe- 32Mn- 8Al- 1,5Si- 1C nas temperaturas de 500°C , 600°C , 700°C e 800°C com uma variação de tempo de 0,25 h até 1000 h. Nas temperaturas de 500°C , 600°C , verificou durante os estágios iniciais de encruamento a presença de FeMn_4 , que desapareceu com o decorrer do tempo de envelhecimento e a

700°C foi detectado a presença Fe_3AlC e ferrita. A 800°C Nassour detectou somente a presença de austenita e ferrita. A seqüência de microestruturas observadas por ele foi muito similar àquelas mostradas na Figura 4.10(a) e (b) deste trabalho. Toscano atribuiu o aparente comportamento de superplasticidade no aço Fe-Mn-Al ao movimento de partículas rígidas da fase β (a mesma indicada por Schmatz [40]) no “fluido não-newtoniano” (matriz γ).

A Figura 4.10(c) aos 800°C apresenta uma completa recristalização do material, mudando para uma microestrutura mista de grãos finos austenita / ferrita. As Figuras 4.10(d) e 4.10(e) mostram um crescimento de grão austenítico progressivo, com a fase ferrita permanecendo ao longo do contorno de grão.

A estimativa de tamanho de grão da estrutura austenítica destas amostras nas respectivas temperaturas apresentaram valores de: a) 2 – 3 μm a 800°C; b) 10 – 15 μm a 900°C e c) 100 – 150 μm a 1000°C.

De acordo com as Figuras 4.10(c) correspondente a amostra ensaiada a 800°C e Figura 4.10(d) (850°C), a estas temperaturas somente ferrita e austenita parecem constituir a microestrutura. Portanto o comportamento com alta deformação verificada no material, parecem estar relacionado à estrutura mista de granulação fina com provável ferrita / austenita. Na Figura 4.10(d) o maior tamanho de grão provoca uma diminuição no desempenho superplástico do material, onde m decresce para o valor de $m = 0,42$.

Na Figura 4.10 (f) a ocorrência de um crescimento de grão substancial com o aumento da temperatura, como pode ser observado a 1000°C, o material apresentou uma dureza de $\text{HV}_{50}=358$, com estimativa de tamanho de grão destas estruturas de 80 a 150 $\mu\text{m} \pm 0,3 \mu\text{m}$.

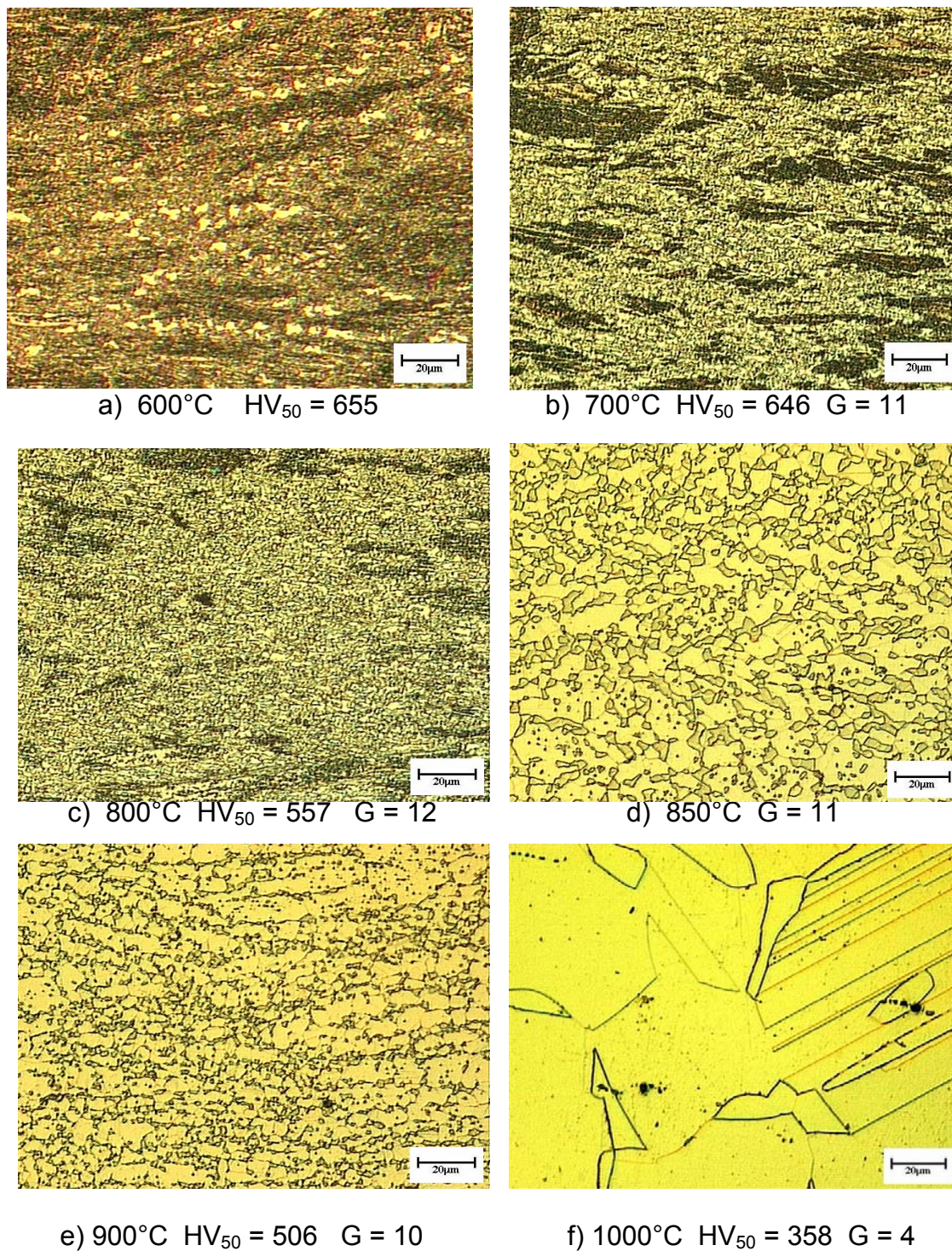


Figura 4.10 Variação de dureza e microestrutura de liga Fe-Mn-Al, na área de estrição, de amostras após ensaios de tração, nas temperaturas: (a) 600°C; (b) 700°C, $d \approx 7,94 \mu\text{m}$; (c) 800°C, $d \approx 5,61 \mu\text{m}$; (d) 850°C, $d \approx 9,44 \mu\text{m}$; (e) 900°C, $d \approx 11,23 \mu\text{m}$; (f) 1000°C e $d \approx 89,4 \mu\text{m}$.

Nenhuma evidência de fase β -Mn porém, foi verificada nesta primeira fase de trabalho, em vista das micrografias óticas analisadas.

Foi detectado por meio de micrografias porém, a presença de precipitados provavelmente ferríticos nos contornos de grão, e de uma fase β , obtidas por MEV (microscopia eletrônica de varredura), na segunda etapa do trabalho (estudos de recristalização e crescimento de grão).

A melhor condição superplástica ocorreu entre 800°C e 900°C, nesta primeira etapa do trabalho, com m variando respectivamente de 0,57 a 0,66.

O padrão de distribuição dos pontos em cada nível de temperatura está bem conectado com o formato de curva S apresentada nas Figuras 4.5 e 4.6, as quais foram utilizadas para se determinar os valores máximos de m no material.

As curvas S (tanto nas Figuras 4.6 como na Figura 4.14), no entanto, são definidas pelos valores de tensão verdadeira nos pontos de LRT em cada ensaio.

Tais figuras concordam notavelmente bem, o que também é mais uma evidência das maiores sensibilidades à taxa de deformação (m) estarem situadas na faixa de temperatura entre 800°C e 900°C.

A Figura 4.11 a seguir, traz um quadro conjunto do que foi apresentado nas Figuras 4.8 e 4.10, agrupando as micrografias nas temperaturas ensaiadas com as respectivas durezas em torno da curva de dureza x temperatura (da Figura 4.8), para uma melhor visualização.

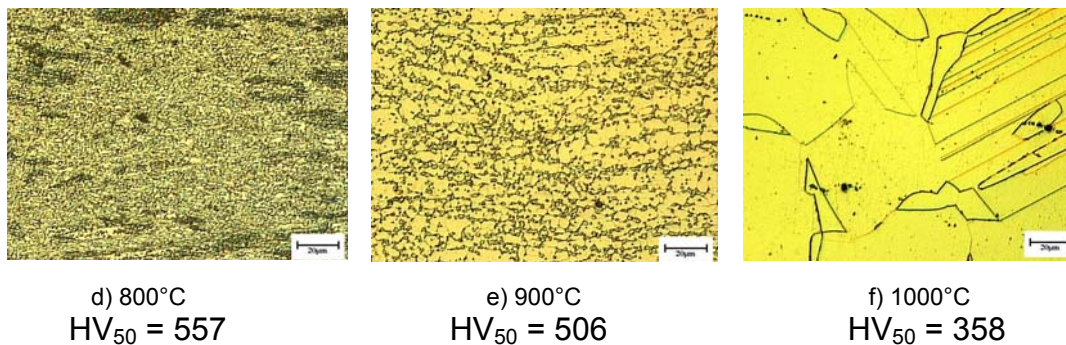
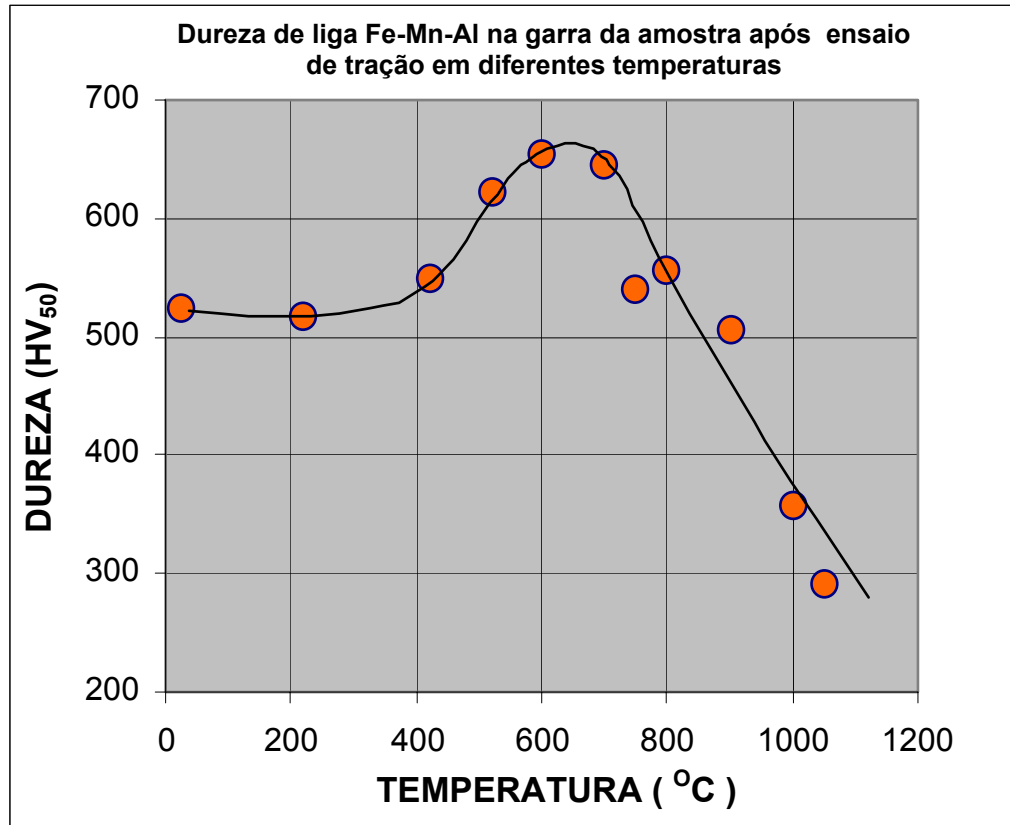
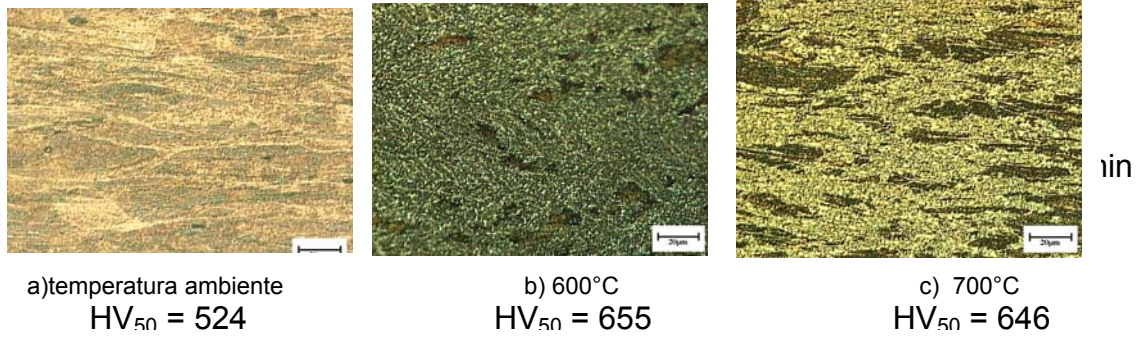


Figura 4.11 Variação de dureza e microestrutura da liga Fe-Mn-Al na condição SL, após ensaios de tração de CP, com $V_T = 0.5\text{mm/min}$

4.1.3 Ensaio de Tração a Quente com variação em V_T

A Figura 4.12 apresenta uma curva típica Tensão x Deformação Nominal com mudanças na velocidade de tração (V_T) após alcançar o pico de tensão, em uma única amostra ensaiada a temperatura $T = 800^\circ\text{C}$. Tal curva, vale lembrar, permite com um único corpo-de-prova e em uma determinada temperatura a avaliação de uma ampla faixa de velocidades de tração (V_T).

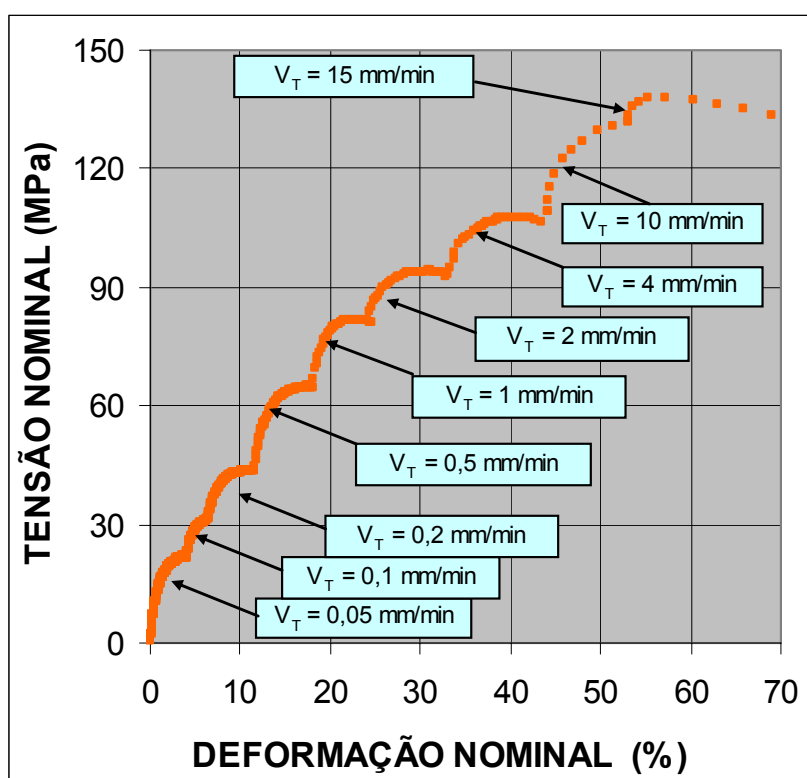


Figura 4.12 Curva típica Tensão x Deformação Nominal de ensaio à temperatura $T = 800^\circ\text{C}$, com mudanças na velocidade de tração (V_T), após alcançar o pico de tensão.

A Figura 4.13 mostra a sensibilidade de tensão com a taxa de deformação verdadeiras ($\dot{\epsilon}$), também em 5 níveis de temperatura na faixa de 600°C a 1000°C , utilizando em cada caso amostras individuais. As curvas também apresentaram tendência sigmoidal similar àquelas da Figura 4.6. Os

valores máximos de m , foram mais bem estimados devido ao maior número de pontos obtidos neste tipo de ensaio. Pode ser observado um crescimento do valor de m de 0,28 para 0,66 a proporção que a temperatura aumentou de 600°C para 900°C respectivamente, decrescendo para 0,42 porém ao chegar a 1000°C.

Os valores do expoente de sensibilidade à taxa de deformação na faixa de 800 a 900°C foram relativamente altos ($m = 0.57$ a 0.66), indicando a possibilidade de comportamento superplástico. Embora os valores de alongamento final tenham ficado um pouco abaixo do esperado, comparando-se com os valores estimados de 500% a 800°C com $\dot{\epsilon} = 8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ do trabalho de Toscano[8].

O valor mais alto obtido nesta primeira etapa do trabalho foi cerca de 320% de alongamento para uma amostra testada a 850°C em $8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ a uma velocidade ($V_T = 0.05 \text{ mm / min}$), cujo aspecto do corpo-de-prova pode ser visto na Figura 4.7 comparativo dos vários corpos-de-prova.

Estudos de outros materiais apresentaram alongamentos maiores como o aço inoxidável duplex Ni-Cr comercial, laminado a frio, que atingiu 700%, obtidos em temperaturas acima de 950°C, conforme Zhang et al [6], ou mesmo alongamentos acima de 1500%, dependendo da composição do aço e processamento termomecânico, conforme Maehara [4], e Sagradi et al [7].

Pilling e Ridley [98] consideram que em termos de alongamento do material após ensaio até a ruptura, uma medida inequívoca característica de comportamento superplástico é o material atingir 400 % de deformação, apesar do que diz a teoria sobre as condições para o material apresentar características superplásticas, como alongamento $> 100 \%$; tamanho de grão normalmente $< 10 \mu\text{m}$, estável e equiaxial, microestrutura com duas fases; processo de auto difusão pelos contornos de grãos e processo de deslizamento dos contornos de grãos.

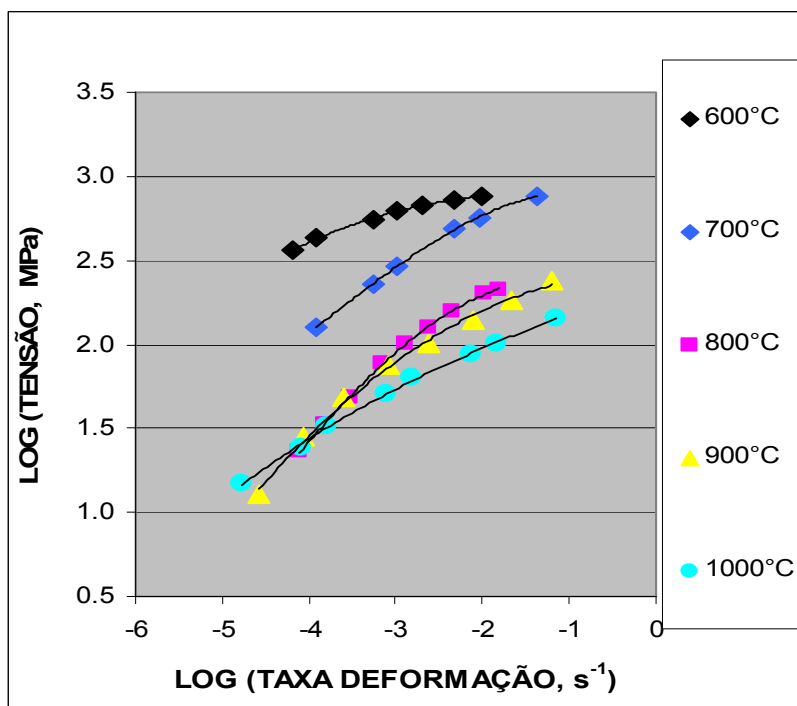


Figura 4.13 Comparação entre a sensibilidade do pico de tensão com a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) usando os mesmos corpos-de-prova em diferentes temperaturas.

A Figura 4.14 faz uma comparação entre a sensibilidade de tensão com a taxa de deformação verdadeiras, para os dados obtidos com um mesmo corpo de prova (salto de V_T) e os dados obtidos com corpos de prova individuais (V_T constante), para a temperatura de 800°C, tal comparação permite verificar a boa concordância entre os resultados obtidos nos dois tipos de técnicas de ensaio. Confirmando que, a despeito dos alongamentos, tanto os ensaios de tração a quente realizados a V_T constante até a ruptura, como os ensaios de tração a quente de uma mesma amostra com saltos de V_T , obtêm-se os mesmos valores de sensibilidade de tensão com a taxa de deformação verdadeira como indica a literatura, para a caracterização superplástica.

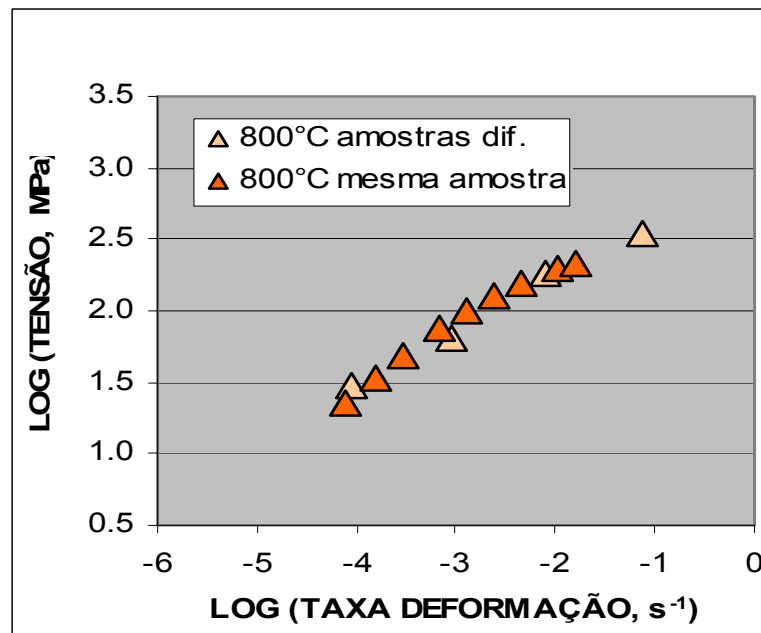


Figura 4.14 Comparação da sensibilidade à taxa usando uma única amostra e amostras diferentes na temperatura de 800°C .

A Figura 4.15 apresenta para a temperatura de 900°C, a comparação entre a sensibilidade de tensão x taxa de deformação verdadeiras, com os dados obtidos com salto de V_T para ensaio com mesmo corpo de prova, e aqueles obtidos de ensaios de corpos de prova individuais a V_T constante. Observa-se também neste caso as mesmas característica de concordância dos resultados que foram encontradas nos ensaios realizados a 800°C apresentados na figura anterior, confirmando novamente o que é reportado na literatura.

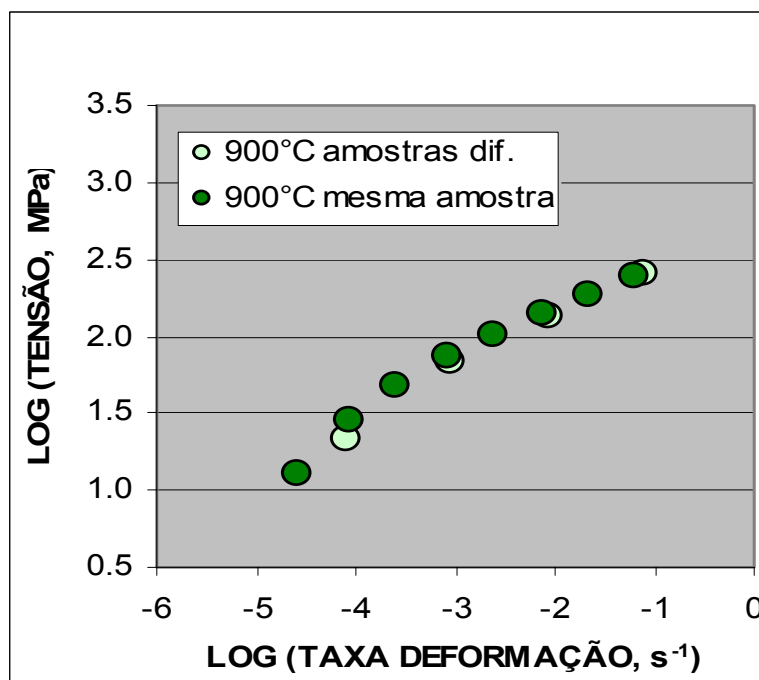


Figura 4.15 Comparação da sensibilidade à taxa usando uma única amostra e amostras diferentes na temperatura de 900°C.

Nas Figuras 4.14 e 4.15 o padrão de distribuição dos pontos em cada nível de temperatura é surpreendentemente bem conectado com o formato de curva S, os quais foram utilizadas para determinar os valores de m máximo do material. As curvas S no entanto, nestas Figuras 4.14 e 4.15 são definidas em cada ensaio pelos valores de tensão verdadeira nos pontos de LRT (limite de resistência a tração). Tais figuras concordam notavelmente bem. O que é mais uma evidência de maiores valores de m (expoentes de sensibilidade à taxa de deformação) situados na faixa de temperaturas entre 800°C e 900°C.

A Figura 4.16 apresenta uma comparação entre as curvas de variação de m x log taxa de deformação nas temperaturas de 800°C e 900°C, para o caso de única amostra. Na curva a temperatura de 900°C, conforme esperado observa-se um valor máximo de m maior do que nas mesmas condições a temperatura de 800°C. A curva a 900°C, no entanto, está claramente situada do lado esquerdo daquela a 800°C, contrariando a tendência normal esperada para os efeitos de temperatura com tais dados.

Normalmente os valores de $m_{\text{máximo}}$ aumentam com o aumento da temperatura de ensaio e diminuem com o aumento no tamanho de grão. Durante a deformação superplástica, como observa-se um crescimento de grão dinâmico maior do que o crescimento de grão estático, tal taxa de crescimento dinâmico aumenta com o aumento da taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) (associada ao valor de $m_{\text{máximo}}$), e assim o aumento no tamanho de grão desloca para a esquerda a curva $m \times \log$ taxa deformação [16].

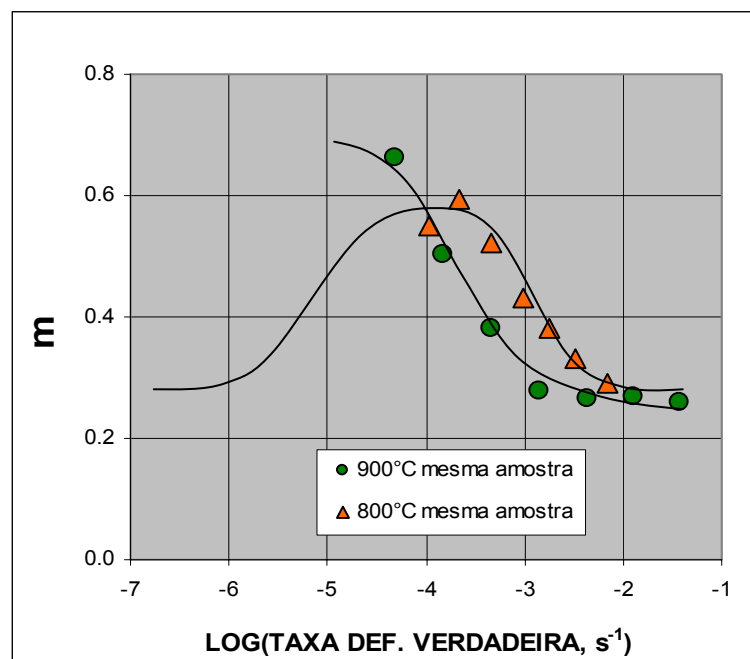


Figura 4.16 Comparação dos resultados de m pela taxa de deformação verdadeira para o caso de única amostra a 800°C e 900°C

A Figura 4.17 apresenta a variação de $m_{\text{máximo}}$ (expoente de sensibilidade à taxa de deformação) com relação à temperatura.

Nas Figuras 4.16 e 4.17 observa-se que apesar do valor maior de m obtido nos ensaios a 900°C ($m > 0,6$), a tendência para a esquerda da curva, visualizado na Figura 4.16 (devido ao aumento do tamanho de grão) e os alongamentos obtidos nos resultados dos ensaios de tração, demonstram que a temperatura mais favorável está mais próximo de 800°C do que de 900°C.

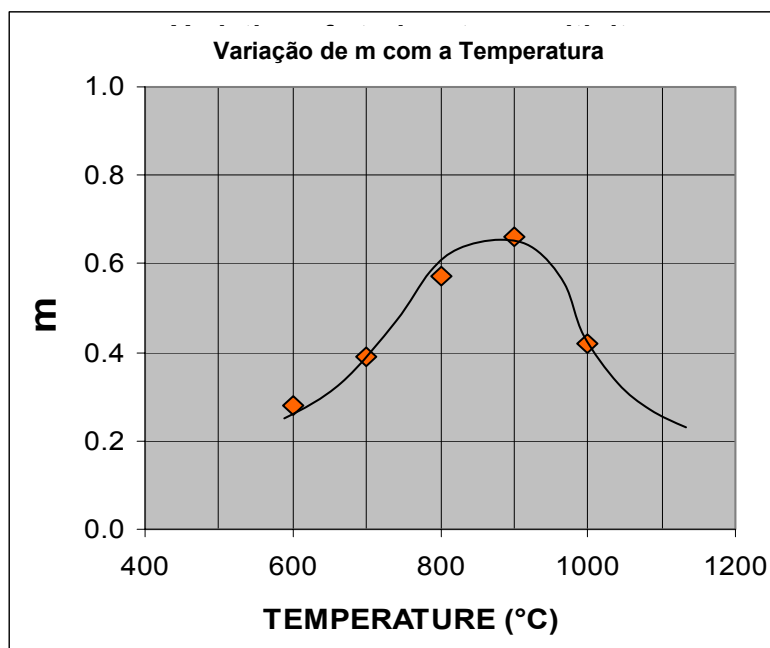


Figura 4.17 Comparação da variação de $m_{\text{máximo}}$ (sensibilidade à taxa) usando uma única amostra com relação a temperatura.

Os resultados obtidos nesta primeira etapa do trabalho, apresentaram parâmetros de m (sensibilidade à taxa de deformação) e alongamento até a ruptura que já demonstram as características de um escoamento em regime superplástico. Ao se comparar no entanto, com os dados obtidos por Toscano [8] cujos alongamentos ficaram em torno de 500%, e os critérios de 400% sugeridos por Pilling e Ridley [98], verifica-se que o material ensaiado tem potencial para resultados bem melhores, não se mostrando portanto tais resultados obtidos nesta primeira etapa, apesar de satisfatórios, os desejados.

4.2 Segunda Etapa do trabalho: Estudo de recristalização e crescimento de grão do material

Como os resultados obtidos na primeira etapa do trabalho, vide por exemplo as deformações, ainda não se mostraram o desejado para uma caracterização superplástica, foi dada seqüência a uma segunda etapa de

estudos em várias temperaturas e tempos de tratamento de recristalização e crescimento de grão do material. O modelo de recristalização explica a formação de uma estrutura equiaxial mais refinada com o aumento da taxa de deformação permitindo refinar a rota de processamento, para uma melhor caracterização do material na condição desejada, auxiliando na compreensão porém não explicando completamente o comportamento superplástico.

4.2.1 Tratamentos térmicos realizados e medidas de Dureza

A Tabela 4.1 ilustra as temperaturas e tempos utilizados no tratamento térmico, deste estudo de recristalização e crescimento de grãos, em amostras com dimensão: 7 x 10 x 1 mm, nas quais foram tiradas 5 medidas/amostra de dureza na face de 7 x 10 mm.

Tabela 4.1 Temperaturas e tempos utilizados nos tratamentos térmicos, com as respectivas durezas médias HV₁₀.

T (°C)	TEMPOS DE ENVELHECIMENTO (min)			
	5	20	60	180
25	514	514	514	514
600	576	588	689	798
700	598	624	653	694
800	667	486	459	399
900	336	365	325	333
1000	346	319	320	370

O escorregamento de grão é considerado o mecanismo principal de deformação superplástica, onde ocorre inicialmente a formação de uma estrutura de grão equiaxial, como o proposto por MAEHARA [138], e não a recristalização dinâmica [25,142]. Uma vez formada no início da deformação essa estrutura de grão equiaxial recristalizada, tal condição se manteve pelo mecanismo de escorregamento de grão, não se observando estrutura

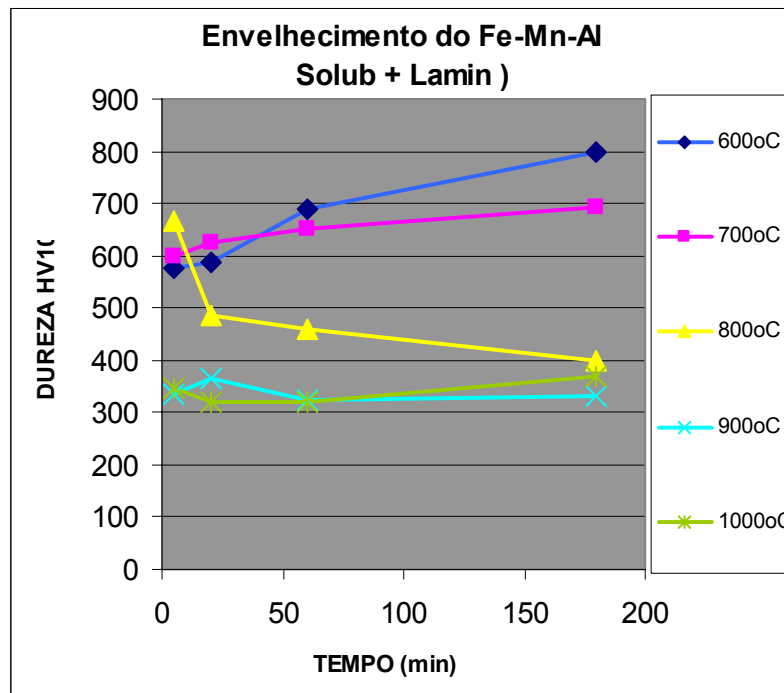
suficientemente encruada para uma nova ocorrência de recristalização, durante toda a deformação. Tal estrutura inicial porém, foi verificada através de microscopia eletrônica de varredura durante os estudos confirmando a existência de provável fase ferrítica nos contornos de grãos.

As transformações de fase, durante os processos de resfriamento, tem sido bastante estudadas recentemente em aços da liga Fe-Mn-Al, com bastante atenção ao processo de formação da fase austenítica [56], sendo bem conhecido em aços desta liga que o Mn e Al atuam como elementos formadores respectivamente de austenita e ferrita. As maiores proporções de Mn provocam o aparecimento de maiores proporções de fase austenítica a baixas temperaturas. As ligas deste aço na temperatura de 900°C, numa faixa proporcional de componentes 20 a 30%Mn(% peso) e 5 a 20%Al (% peso), nas quais se enquadra o aço de liga Fe-Mn-Al estudado neste trabalho, são compostos de fases ferrita e austenita. Algumas são de uma única fase ferrita ou austenita, outras são de duas fases. As ligas Fe-Mn-Al que contenham baixa concentração de Al (na liga estudada neste trabalho 6,5% Al) e alta concentração de Mn (neste trabalho com 24,5%Mn) pode ser observado mesmo a temperatura ambiente uma fase completamente austenítica [56].

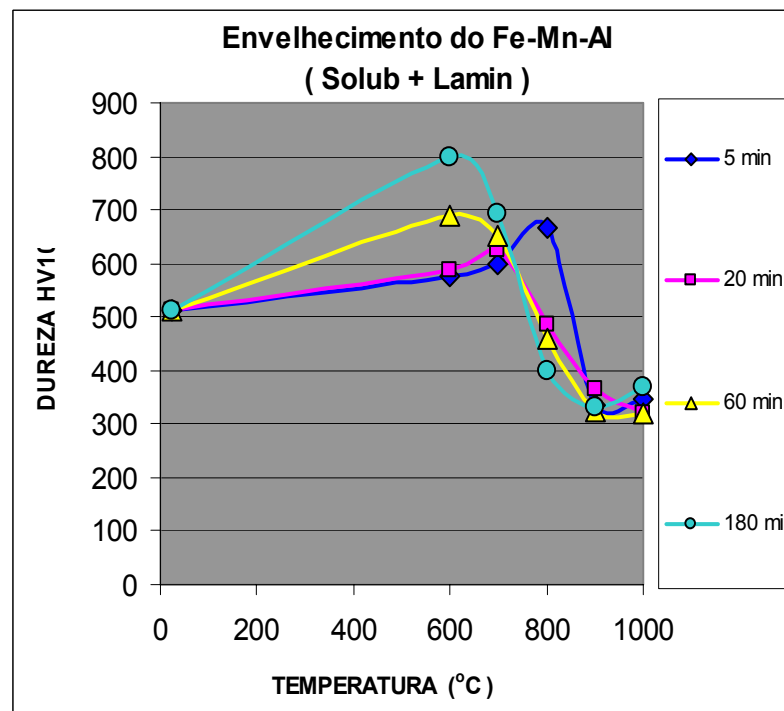
A Figura 4.18 mostra os resultado dos estudos de recristalização e crescimento de grão indicados nos gráfico de dureza em função do tempo de tratamento, e gráfico de dureza em função da temperatura de tratamento.

A Figura 4.18(a) apresenta as curvas de dureza x tempo de tratamento para os vários níveis de temperatura, e na Figura 4.18(b) os mesmos resultados dos tratamentos, são apresentados através da relação dureza x temperatura, para os vários níveis de tempo, do aço Fe-Mn-Al na condição SL, mostram que a dureza HV10 vai decrescendo com o passar do tempo de tratamento e com o aumento da temperatura, entre 600 e 1000°C.

Após análise dos dados obtidos neste estudo, considerou-se a melhor condição a faixa de 800°C a 900°C, cujos níveis de temperatura apresentaram os menores valores de dureza, portanto uma boa condição de tratamento.



(a)



(b)

Figura 4.18 Variação da dureza HV10 do aço Fe-Mn-Al na condição SL em função: a) do tempo de tratamento em várias temperaturas; (b) da temperatura de tratamento em tempos diferentes.

A Figura 4.19 concentra numa mesma figura os gráficos da Figura 4.18(a) e (b), para melhor visualização da faixa de temperaturas de ensaio, que apresentou uma boa condição de tratamento, faixa de temperatura na qual foram observados os menores valores de dureza.

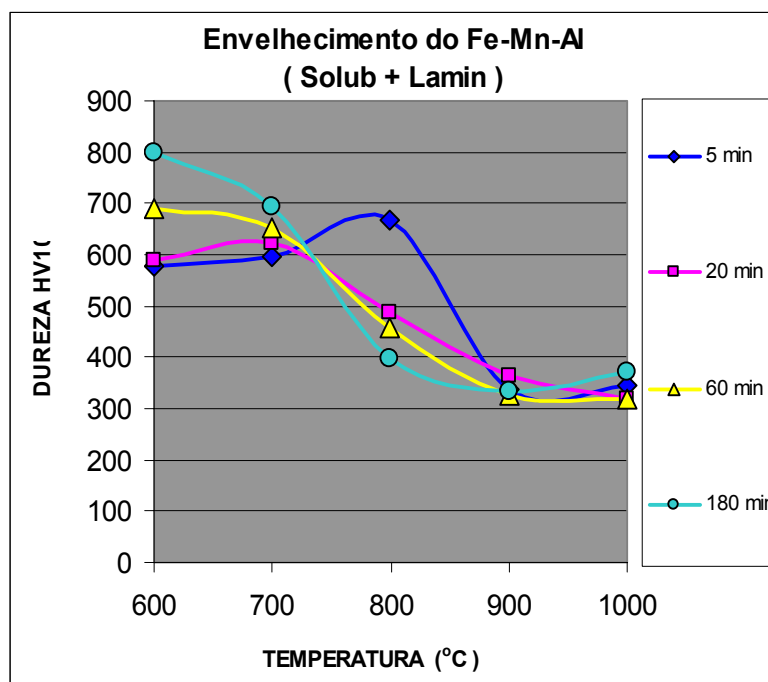


Figura 4.19 Variação da dureza HV10 do aço Fe-Mn-Al na condição SL em detalhe da figura 4.18(b), entre 600 e 1000°C.

Após análise dos dados, em cuja faixa de temperatura apresentaram os menores valores de dureza, portanto uma boa condição de tratamento, foram escolhidas as temperaturas e tempos para os tratamentos subsequentes.

Foram assim realizados 3 tratamentos térmicos de recozimento diferentes, nas temperaturas de: 800°C, 850°C e 900°C, por um tempo de 60 minutos para cada grupo de amostras. Estas condições de tratamento do material solubilizado, laminado e tratado nas condições indicadas acima, foram denominadas respectivamente de SLT1, SLT2 e SLT3. O estudo do material tratado nestas condições foi estudado na terceira etapa do trabalho.

4.2.2 Microestruturas do material tratado

Nesta segunda etapa do trabalho, para cada grupo de amostras dos 3 tratamentos térmicos escolhidos (SLT1, SLT2 e SLT3) são apresentadas, nas figuras seguintes, as microestruturas por tempo de tratamento nas várias temperaturas, e microestruturas por temperatura nos vários tempos de tratamento.

Nas Figuras 4.20 a 4.24 observam-se as microestruturas do material inicialmente a temperatura ambiente e em seguida tratado por 5 minutos, na faixa de temperatura que vai de 600°C a 1000°C.

A Figura 4.20 apresenta a microestrutura do material a temperatura ambiente onde a estrutura original de fases apresenta-se em boa parte alongada devido ao processamento prévio.

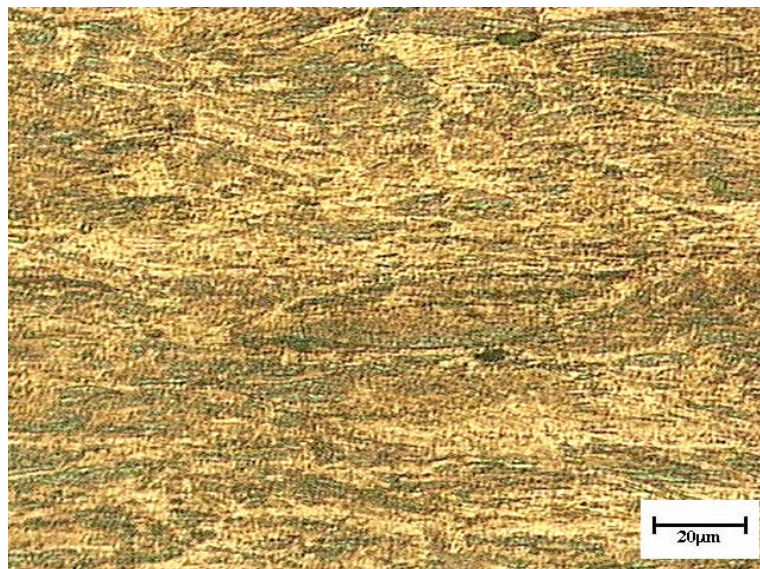
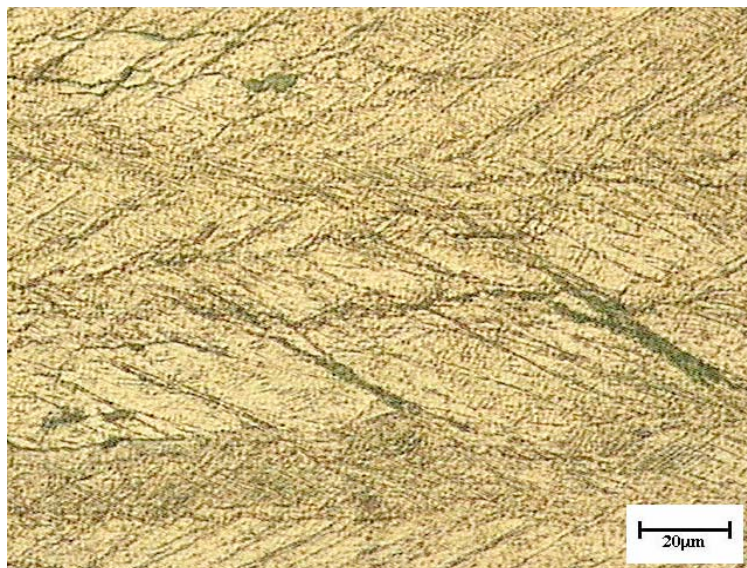
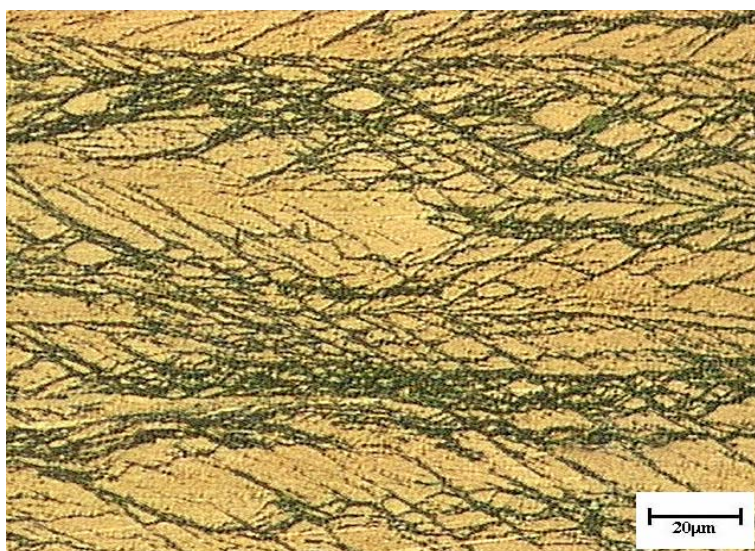


Figura 4.20 Microscopia ótica de microestrutura (500x) de amostra do material a temperatura ambiente onde a estrutura original de fases apresenta-se em boa parte alongada.

A Figura 4.21(a) e (b) mostra, a despeito do pouco tempo de tratamento das amostras (5 min.), que as estruturas de fases continuam alongadas mesmo em temperaturas mais elevadas (600°C e 700°C respectivamente).



a) 600°C



b) 700°C

Figura 4.21 Microscopias óticas de amostras tratadas por 5 minutos nas temperaturas : a) 600°C; b) 700°C.

A mudança na estrutura cristalina no estado sólido conhecida como ("massive transformation"), transformação de fase que ocorre geralmente dentro de uma fase simples, apresenta a mesma composição que a matriz (austenita), com as características usuais de nucleação e crescimento, onde não são observadas nenhuma mudança na composição geral nem na relação de orientação cristalográfica entre a matriz e os grãos produzidos nesta nova fase [143]. Estudos de ligas Fe-Mn-Al mostraram que as precipitações de fase que ocorrem a partir do contornos de grãos sempre apresentam as características deste tipo de transformação de fase ("massive transformation") [144].

Na Figura 4.22 a microestrutura (500X) do material, tratado por 5 min. a 800°C, apresenta na nova fase a partir dos contornos de grãos uma estrutura mais refinada.

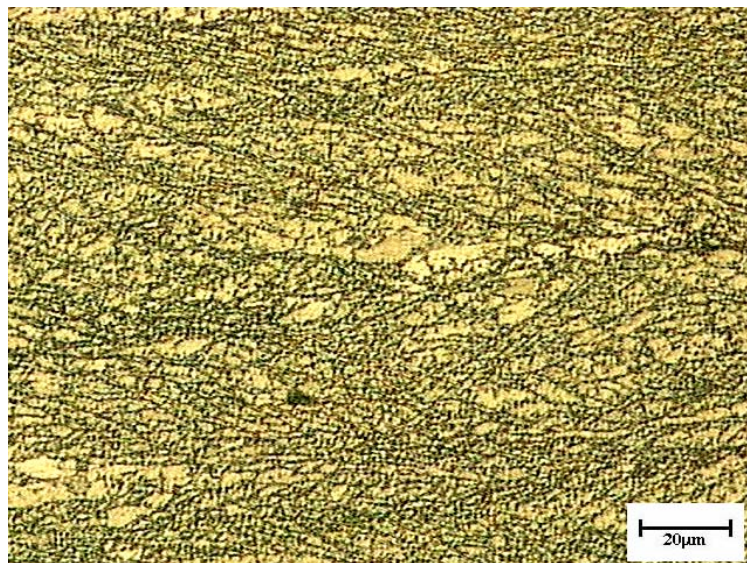


Figura 4.22 Microscopia ótica (500 X) de amostra tratada por 5 minutos na temperatura de 800°C, na qual se observa uma estrutura de grãos mais refinada.

A nucleação de maclas durante o crescimento de grãos, conforme modelo aceito [145], pode ocorrer, principalmente em ligas metálicas

trabalhadas (laminadas) e recozidas, durante o processo de crescimento de grão. Neste modelo um grão A entra em contato com outro grão B , e se este grão B tem orientação próxima da orientação de macla do grão A, haverá uma diminuição na energia total do contorno entre eles, e conseqüente nucleação da chamada macla de recozimento nos contornos de grãos.

A Figura 4.23 apresenta microestrutura de amostra recozida por 5 minutos a temperatura de 900°C na qual é visível o crescimento de grãos.

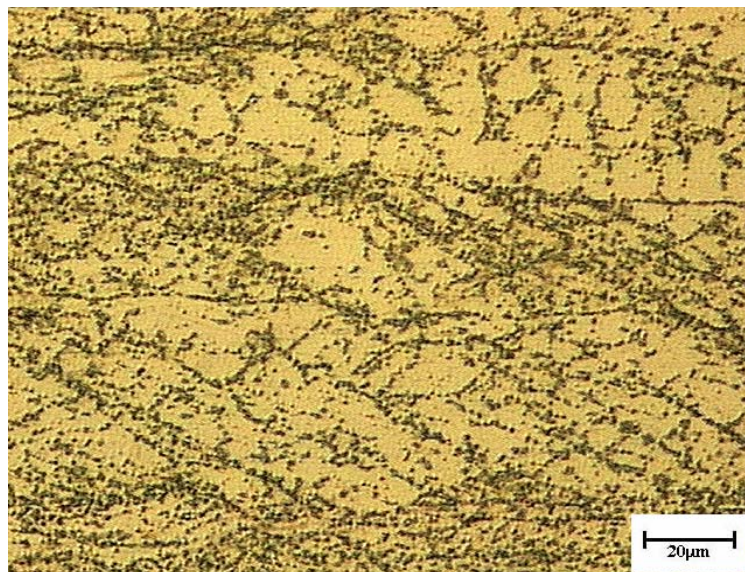


Figura 4.23 Microscopia ótica de amostra tratada por 5 minutos na temperatura de 900°C, ampliação 500X.

A Figura 4.24 apresenta microestrutura de amostra recozida por 5 minutos a temperatura de 1000°C na qual, além do crescimento de grãos, já são visíveis as maclas de recozimento.

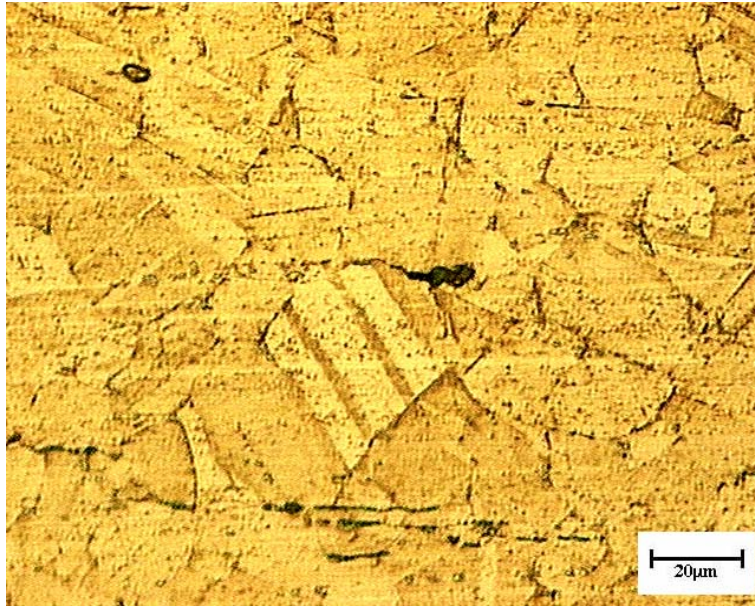


Figura 4.24 Microscopia ótica de amostra tratada por 5 minutos a 1000°C, ampliação 500X, escala 20 μm , na qual são visíveis as maclas de recozimento.

As Figuras 4.25 a 4.29, apresentam micrografias de amostras tratadas termicamente por 20 minutos na faixa de temperatura de 600°C a 1000°C.

Na Figura 4.25 a microscopia ótica de amostra tratada na temperatura de 600°C por 20 minutos com aumento de 500 x, onde se observa na microestrutura que as estruturas de fases continuam alongadas, sem precipitação de novas fases.

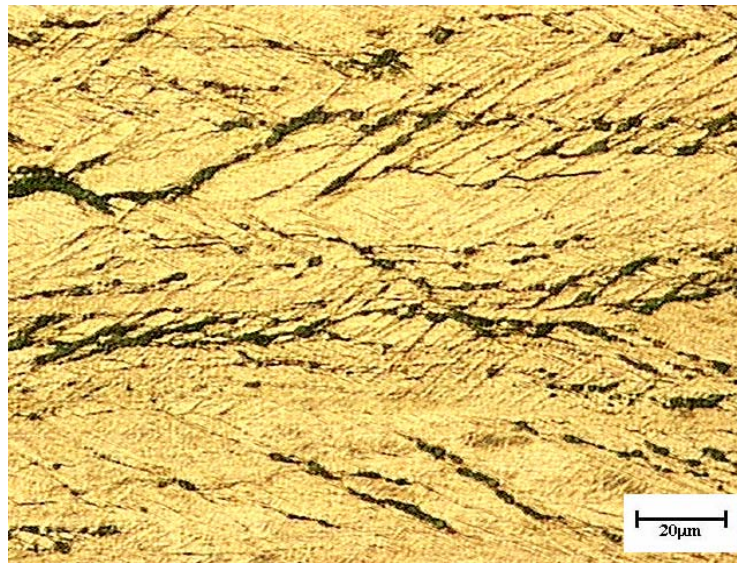


Figura 4.25 Microscopias óticas de amostra tratada na temperatura de 600°C por 20 minutos, e aumento de 500 x.

A Figura 4.26 apresenta microestrutura com aumento de 500x (microscopia ótica) de amostras tratadas por 20 minutos na temperatura de 700°C. As estruturas de fases continuam alongadas mesmo em temperatura mais elevada, porém são visíveis o início de nova fase a partir dos contornos de grãos, uma estrutura mais refinada.



Figura 4.26 Microscopias óticas (500 x) de amostras tratadas por 20 minutos, na temperaturas de 700°C.

A Figura 4.27 apresenta microscopia ótica (com aumento de 500x) de amostra tratadas por 20 minutos na temperatura de 800°C, com microestrutura apresentando uma nova fase a partir dos contornos de grãos com estrutura de grãos mais refinada.

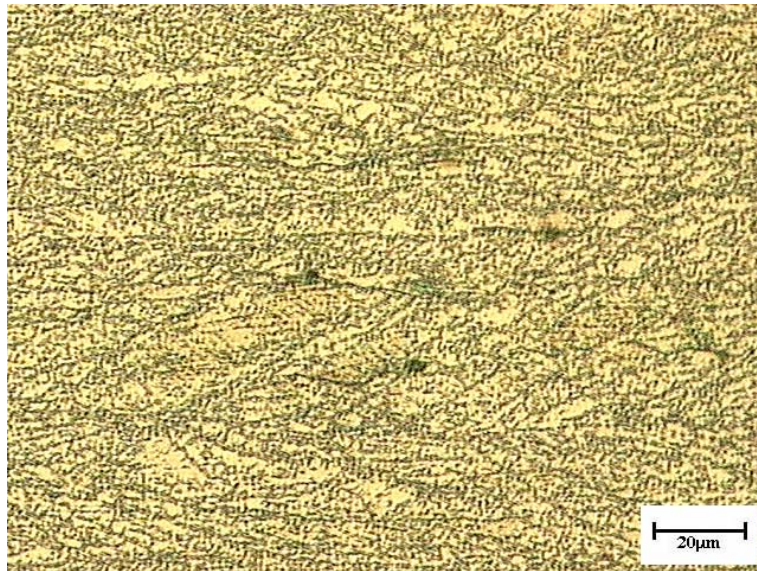


Figura 4.27 Microscopia ótica (500 X) de amostra tratada por 20 minutos na temperatura de 800°C, na qual se observa a estrutura de grãos mais refinada..

A Figura 4.28 apresenta uma micrografia de amostra recozida por 20 minutos, neste caso porém na temperatura de 900°C. A esta temperatura com o mesmo tempo de tratamento observa-se na micrografia ótica, que com a mesma ampliação da figura anterior, a microestrutura apresenta visível crescimento de grãos.

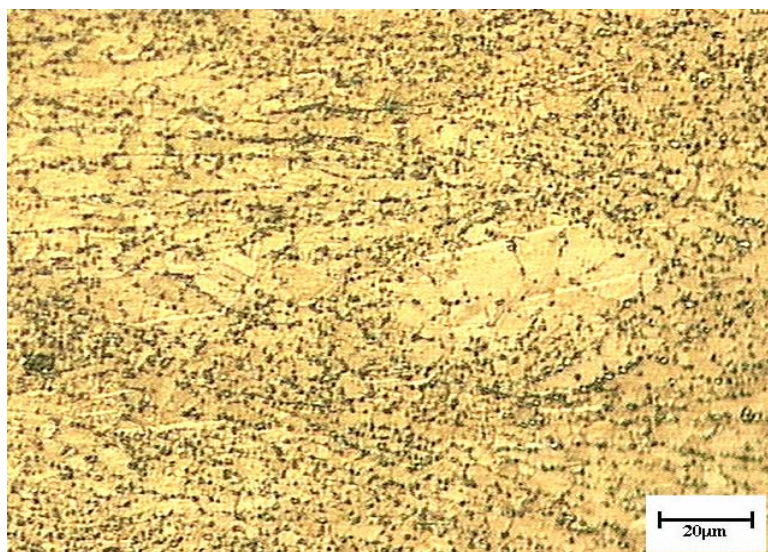


Figura 4.28 Microscopia ótica de amostra tratada por 20 minutos na temperatura de 900°C, ampliação 500X.

A Figura 4.29 apresenta microestrutura de amostra recozida por 20 minutos a temperatura de 1000°C na qual, além do crescimento de grãos bem mais pronunciado, são visíveis as maclas de recozimento.

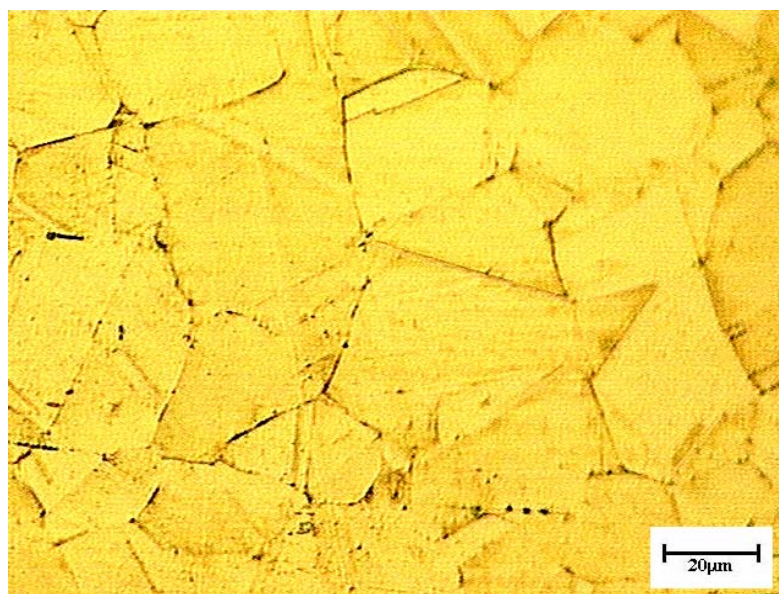


Figura 4.29 Microscopias óticas de amostras tratadas por 20 minutos, e aumento de 500 x na temperatura de 1000°C.

O material da liga Fe-Mn-Al homogeneizado a 1050°C / 24h, com composição muito próxima da composição do aço utilizado neste trabalho, apresenta uma pequena quantidade de austenita distribuída de forma descontínua ao longo dos contornos de grãos da fase ferrítica [58]. Este material quando sofre tratamento a alta temperatura (tipo envelhecimento ou recozimento) promove a precipitação de fase austenítica (CFC) a partir da matriz ferrítica (CCC). Um aço de liga Fe-Mn-Al com maior conteúdo de Mn (formador de estrutura CFC) e menor conteúdo de Al (formador de estrutura CCC), como já comentado no início deste item, a despeito da existência de outras fases em menor proporção, promove a expansão da fase CFC, que ocorre mesmo em temperaturas mais baixas como a temperatura ambiente. Aquelas transformações de fase austenítica que ocorrem em altas temperaturas permanecem estáveis em temperaturas mais baixas, permitindo a formação de fase completamente austenítica.

A Figura 4.30 apresenta microestrutura, obtida por micrografia de microscopia eletrônica de varredura (MEV), em equipamento FEG-EDS, em condição SE, do aço Fe-Mn-Al como material homogeneizado e laminado (condição SL) sem tratamento térmico.

Com base na Figura 4.30 pode-se dizer que a estrutura original é provavelmente constituída em sua maior parte de fases alongadas de ferrita e austenita. Uma estrutura final (mais refinada) do material é normalmente influenciada pelas condições de deformação ou seja, a microestrutura será mais fina com a diminuição da temperatura ou com o aumento da taxa de deformação, conforme CHOKSHI A.H.; MUKHERJEE, A.K.; LANGDON, T.G. [114].

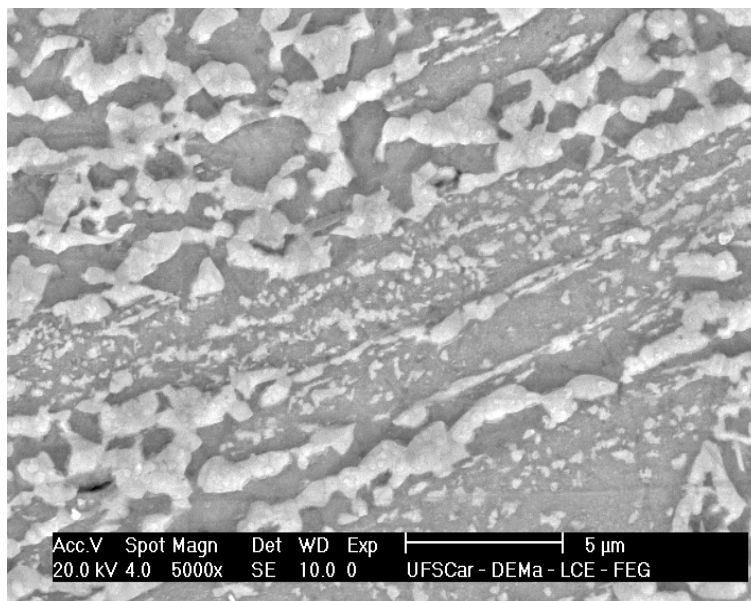


Figura 4.30 Microestrutura do aço austenítico Fe-Mn-Al (condição SL) antes de efetuar o tratamento térmico de micrografia MEV, nas condições indicadas na legenda da figura.

A Figura 4.31 mostra micrografias óticas do material estudado, onde as microestruturas são de amostras do aço austenítico Fe-Mn-Al na condição SL, após os experimentos de tratamento de recozimento na temperatura de 800°C, nos tempos de tratamento respectivamente de: a) 5min., b) 20 min., c) 60 min. e d)180 min. Na Figura 4.31 (a) da amostra ensaiada por 5 minutos a 800°C observa-se valor médio de tamanho de grão $d \approx 7,94 \pm 0,3 \mu\text{m}$ (G11). Estas micrografias evidenciam que a estrutura sofre realmente um processo de recristalização em alguma etapa do tratamento, com a precipitação da nova fase a partir dos contornos de grãos, com estrutura mais refinada. A proporção que aumenta o tempo de tratamento observa-se que a estrutura permanece estável com crescimento de grãos não muito acentuado de G11 para G9, como pode ser observado nas Figuras 4.31 b) a 4.31 d).

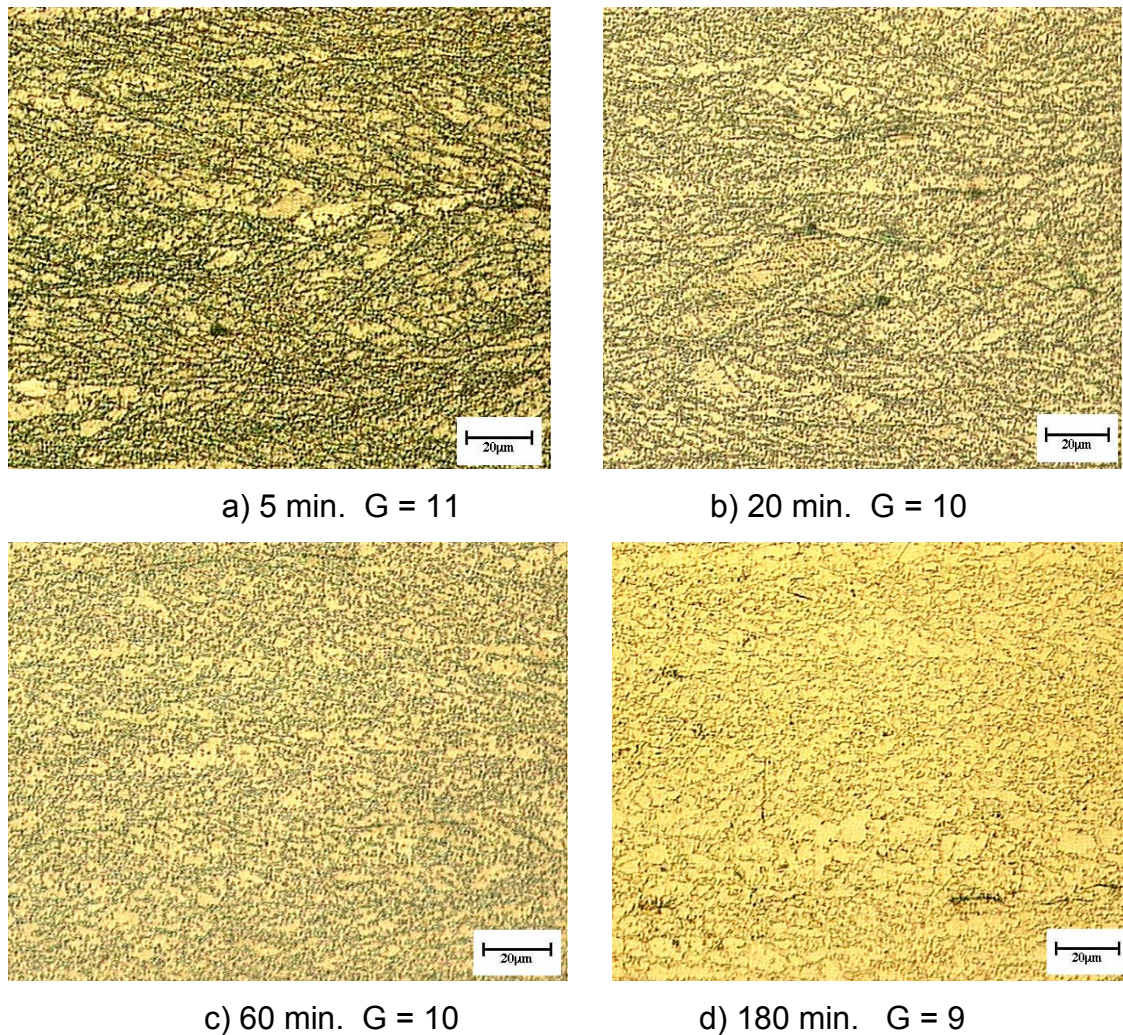


Figura 4.31 Micrografias do aço austenítico Fe-Mn-Al (SL) após tratamento térmico de amostras na temperatura de 800°C, em tempos de tratamento de: a) 5 min.; b) 20 min.; c) 60 min. e d) 180 minutos.

A Figura 4.32 mostra microestruturas de amostras do aço austenítico Fe-Mn-Al na condição SL, após os experimentos de tratamento de recozimento na temperatura de 900°C, nos tempos de tratamento de 5 min. a 180 min. Estas micrografias evidenciam que o processo de recristalização da estrutura com o tratamento de recozimento, com a precipitação da nova fase a partir dos contornos de grãos, apresenta uma estrutura refinada porém com grãos maiores evidenciando o crescimento de grãos durante o tratamento. O tamanho de grão médio na faixa de 15 a 35 µm.

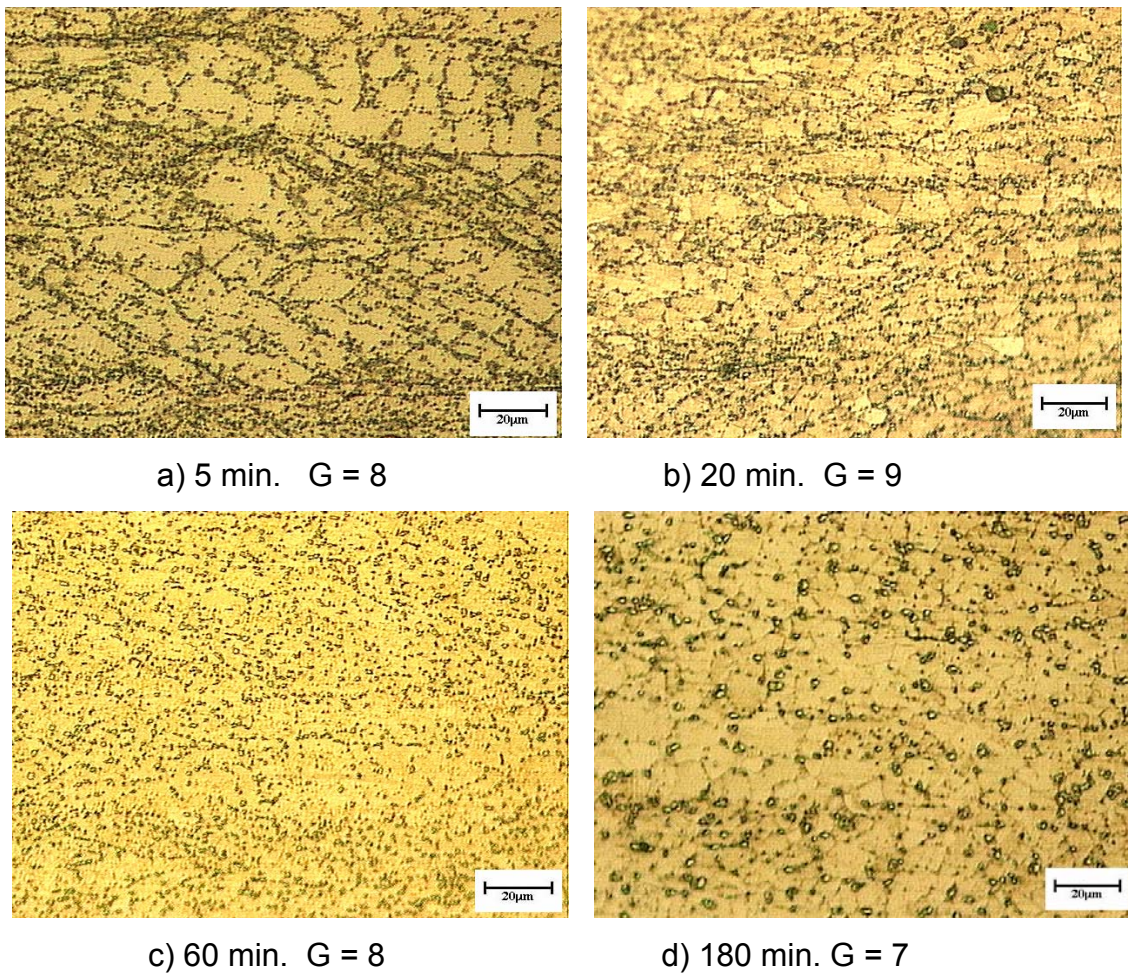


Figura 4.32 Amostras do aço austenítico Fe-Mn-Al (SL) tratadas a temperatura de 900°C nos tempos de: a) 5 min.; b) 20; c) 60 e d) 180 minutos.

A Figura 4.33 apresenta micrografias óticas (500X) de amostras tratadas a temperatura de 1000°C, de amostras após tratamento de recozimento realizado nos tempos de: a) 60 min. e b) 180 min.. As microestruturas do material, nestas condições de temperatura e tempo de ensaio, apresentam um acentuado crescimento de grãos, indicando que o material já se encontra fora da condição de comportamento superplástico. Nestas mesmas micrografias são visíveis na microestrutura, as maclas de recozimento.

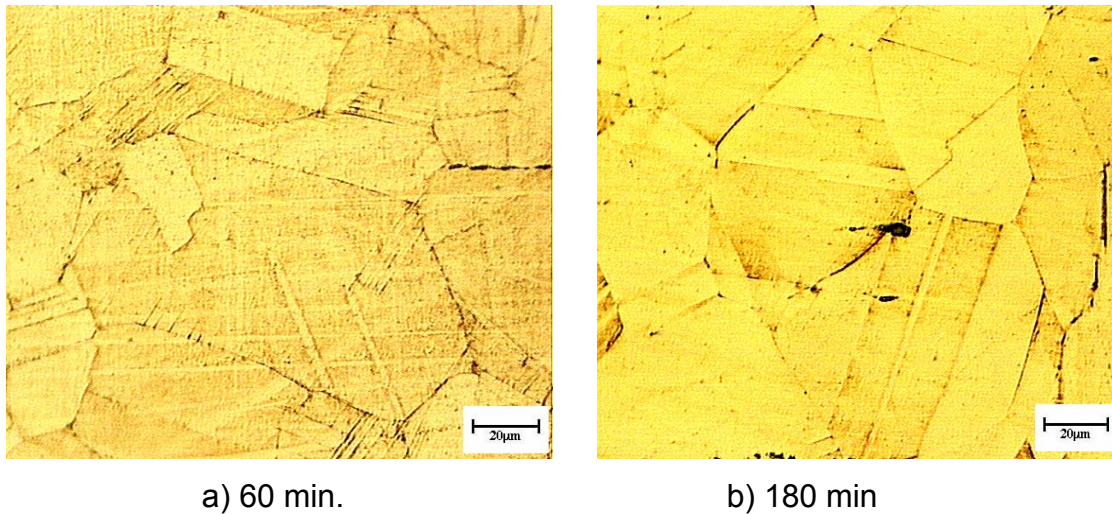
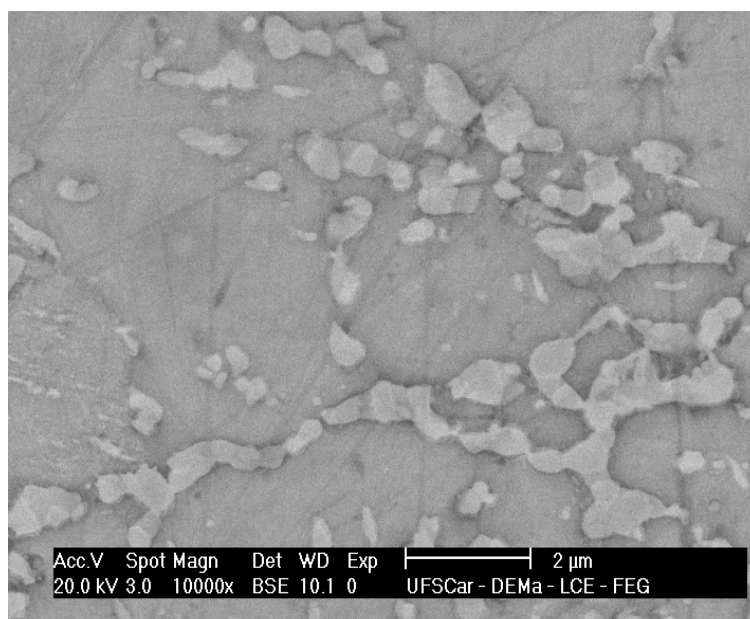


Figura 4.33 Micrografias óticas (500X) de amostras tratadas a 1000°C por :
a) 60 min. e b) 180 min.

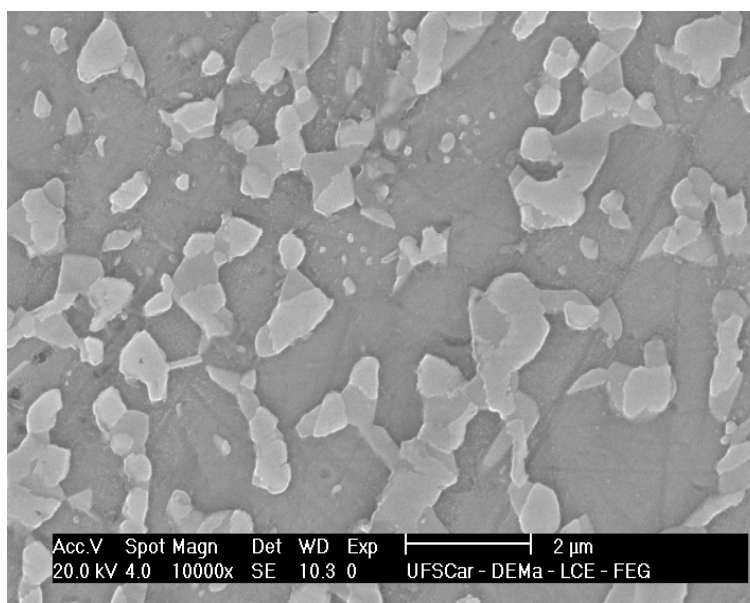
Em seguida são apresentadas micrografias (MEV– FEG / EDS) de corpos-de-prova do aço Fe-Mn-Al, de materiais nas condições SLT1, SLT2 e SLT3, as mesmas condições da Figura 4.32, onde se podem observar que são precipitações de fases aquelas observadas na microestrutura, das micrografias FEG / SE, nas várias temperaturas e tempos de ensaio.

A Figura 4.34 apresenta micrografias de amostras do aço austenítico Fe-Mn-Al (SL), do material na condição SLT1, tratadas a temperatura de 900°C nos tempos de: 4.34 a) 5 min. e 4.34 b) 20 min, as mesmas condições da Figura 4.32. Em ambas micrografias da Figura 4.34, são visíveis na cor mais clara, a precipitação de fase CFC (provável austenita) distribuída de forma descontínua ao longo dos contornos de grãos da fase ferrítica (de cor mais escura nas micrografias), conforme indicado no estudo de Cheng e Lin [58], tipo de microestrutura este já comentado no início da seção.

A Figura 4.35 (a) e (b) apresenta micrografias de amostras do material ensaiado nas mesmas condições, nos tempos de tratamento respectivamente de 60 min. e 180 minutos.



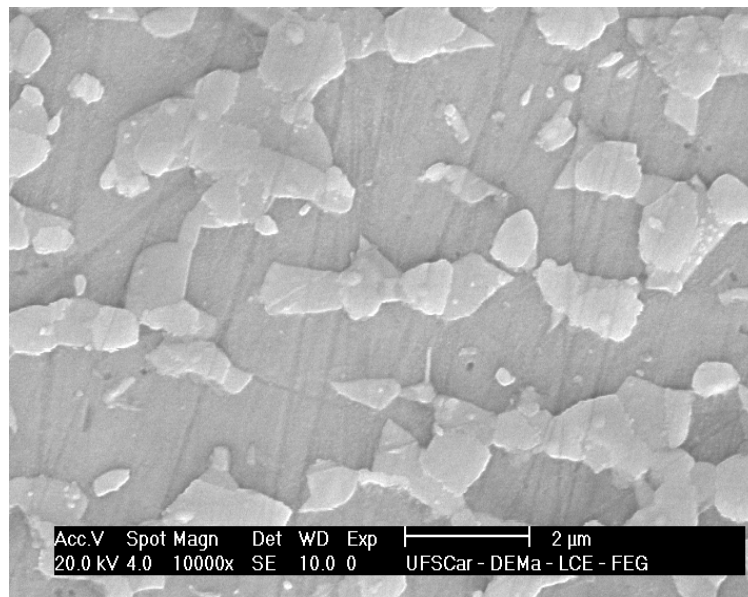
a) 5 min



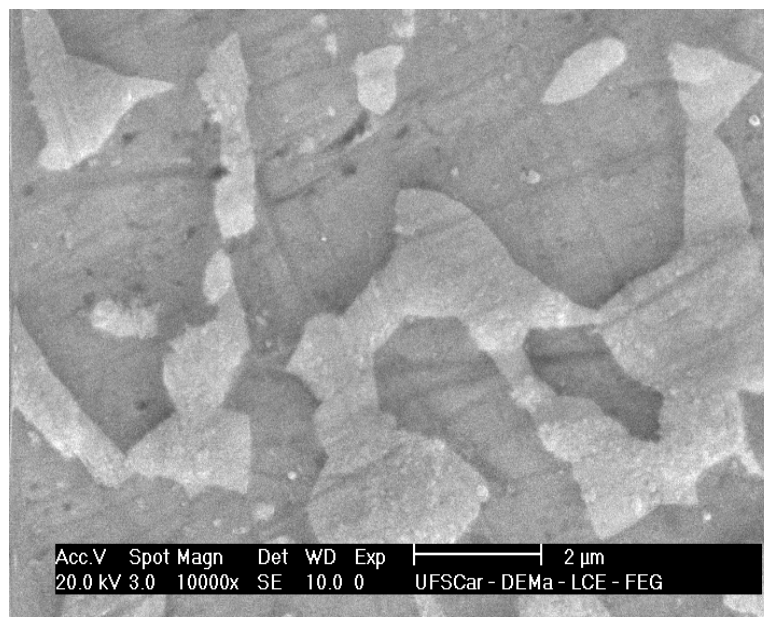
b) 20 min

Figura 4.34 Microestruturas de amostras tratadas a temperatura de 900°C por:
a) 5 minutos, micrografia FEG / BSE; b) 20 minutos, micrografia FEG / SE.

A Figura 4.35 apresenta micrografias de amostras do aço austenítico Fe-Mn-Al (SL), material na condição SLT1, tratadas a temperatura de 900°C nos tempos de: 4.35 a) 60 min. e 4.35 b) 180 minutos.



a) 60 min.



b) 180 min

Figura 4.35 Microestruturas de amostras tratadas a temperatura de 900°C por:

a) 60 minutos, micrografia FEG / SE; b) 180 minutos, micrografia FEG/ SE.

4.3 Terceira Etapa do trabalho: Estudo do material nas condições SLT1, SLT2 e SLT3

4.3.1 Ensaios de Tração a Quente com variação de V_T na faixa de temperatura de 600 a 1000°C

Após analisados os resultados do material, homogeneizado e laminado, com base nos tempos e temperaturas do tratamento térmico, dureza e tamanhos de grãos, tais dados foram usados como condição para selecionar a microestrutura e a rota de processamento mais conveniente para dar continuidade ao trabalho. Assim as amostras homogeneizadas e laminadas foram agrupadas em 3 lotes denominados de SLT1, SLT2 e SLT3, cujos lotes de amostras foram recozidos por 1 hora nas temperaturas de 800°C, amostras do lote SLT1, de 850°C amostras do lote SLT2 e 900°C para amostras do lote SLT3.. As amostras assim obtidas foram ensaiadas à tração. Os dados obtidos dos ensaios de tração a quente x taxa de deformação real, com variação na velocidade de tração (V_T) nas amostras de materiais na condição SLT1, encontram-se nas curvas de tensão real x taxa de deformação real das Figuras 4.36 a 4.41. Estas curvas correspondem respectivamente às temperaturas de ensaio de 600°C; 700°C; 800°C; 850°C; 900°C e 1000°C.

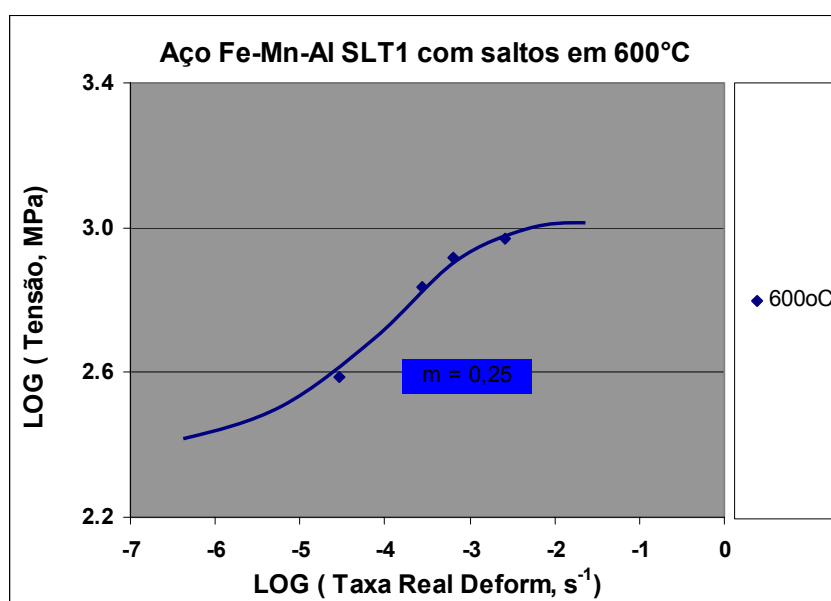


Figura 4.36 Gráfico de σ real x $\dot{\epsilon}$ real, de amostra a 600°C com variação V_T .

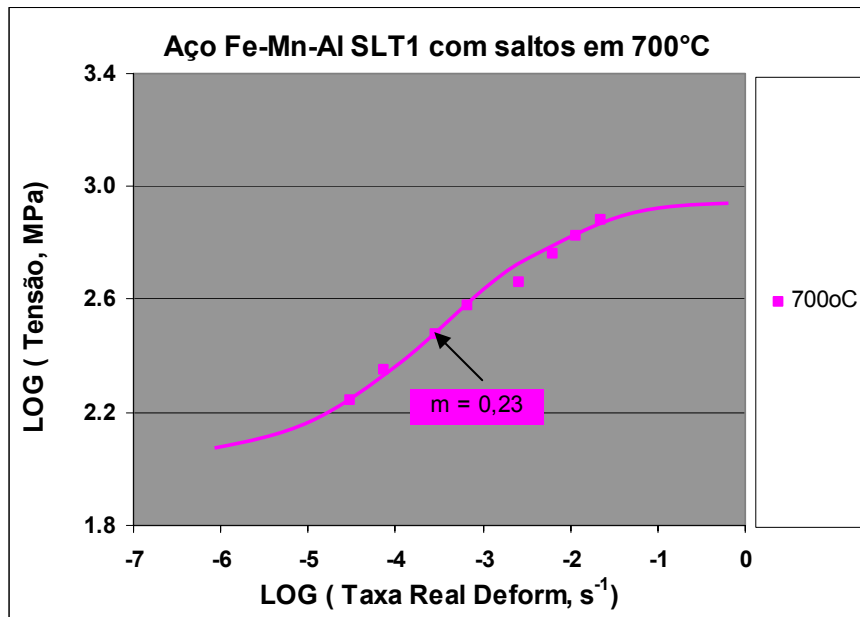


Figura 4.37 Gráfico da tensão real x taxa de deformação real, da amostra ensaiada a 700°C com variação na velocidade de tração.

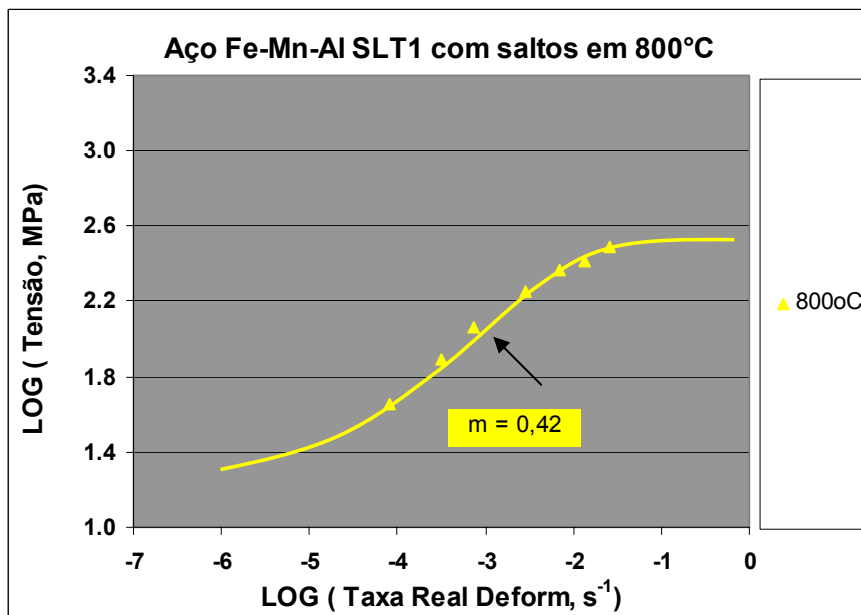


Figura 4.38 Gráfico da tensão real x taxa de deformação real, da amostra ensaiada a 800°C com variação na velocidade de tração.

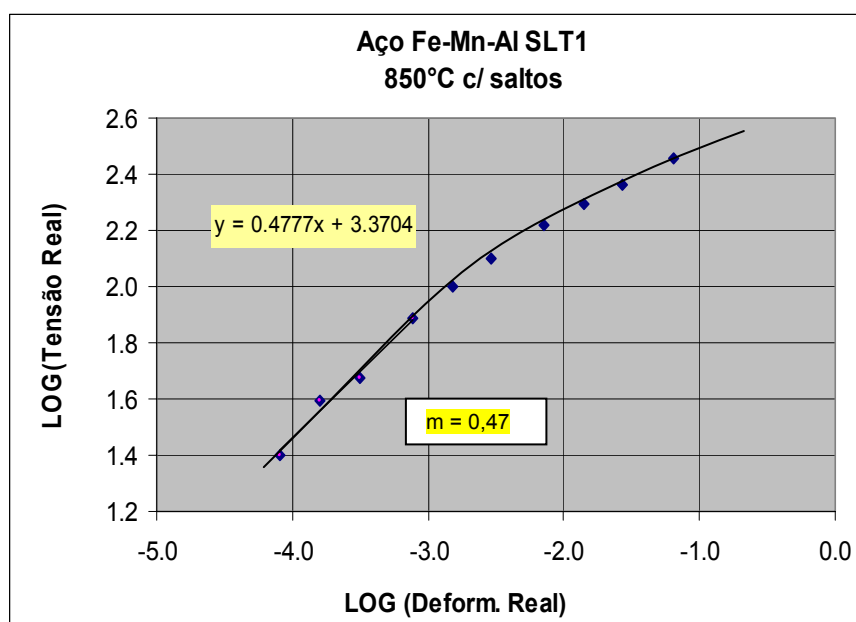


Figura 4.39 Gráfico da tensão real x taxa de deformação real, da amostra ensaiada a 850°C com variação na velocidade de tração.

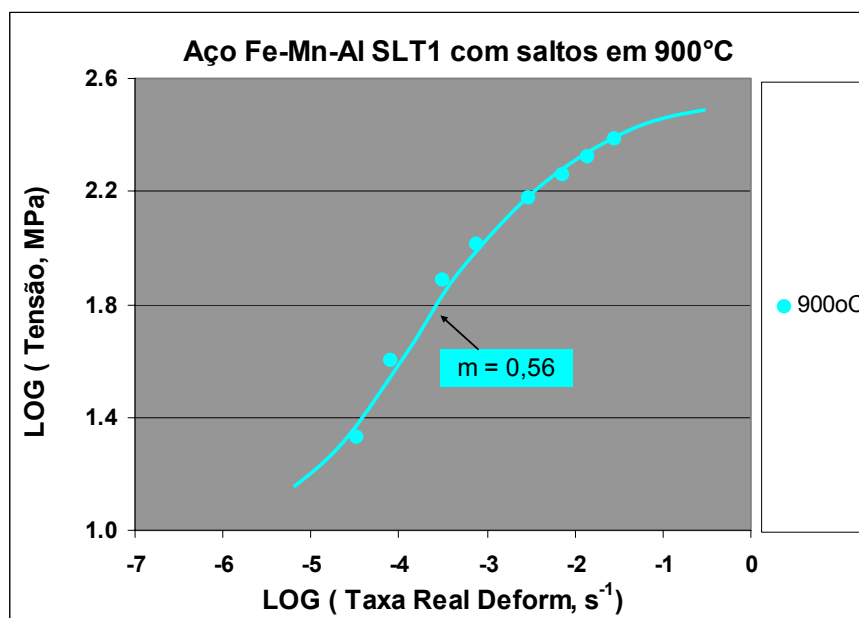


Figura 4.40 Gráfico da tensão real x taxa de deformação real, da amostra ensaiada a 900°C com variação na velocidade de tração.

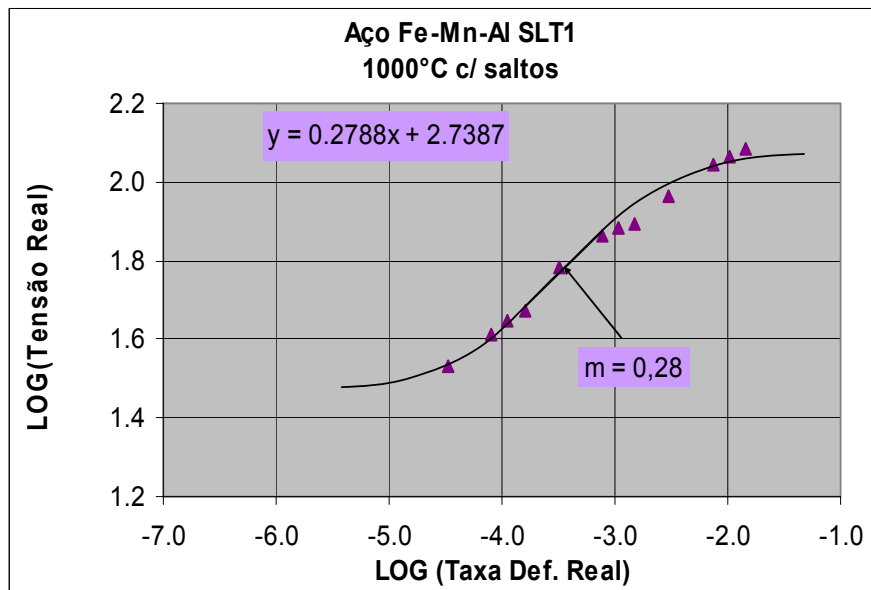


Figura 4.41 Gráfico da tensão real x taxa de deformação real, da amostra ensaiada a 1000°C com variação na velocidade de tração.

Os dados dos ensaios de tração a quente, em amostras de materiais SLT2, com variação V_T encontram-se nas curvas das Figuras 4.42 a 4.44.

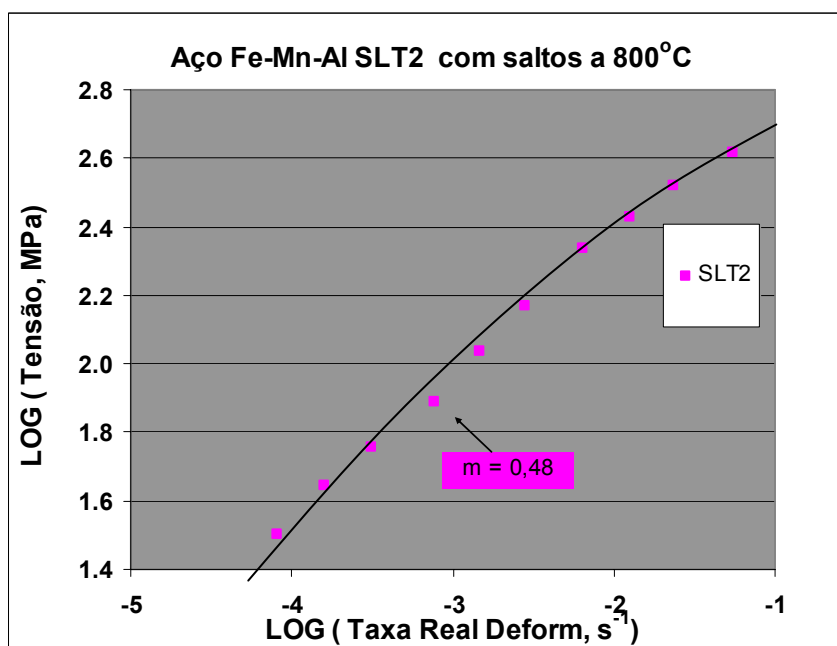


Figura 4.42 Gráfico da tensão x taxa de deformação real, de amostra ensaiada com variação na velocidade de tração a 800°C.

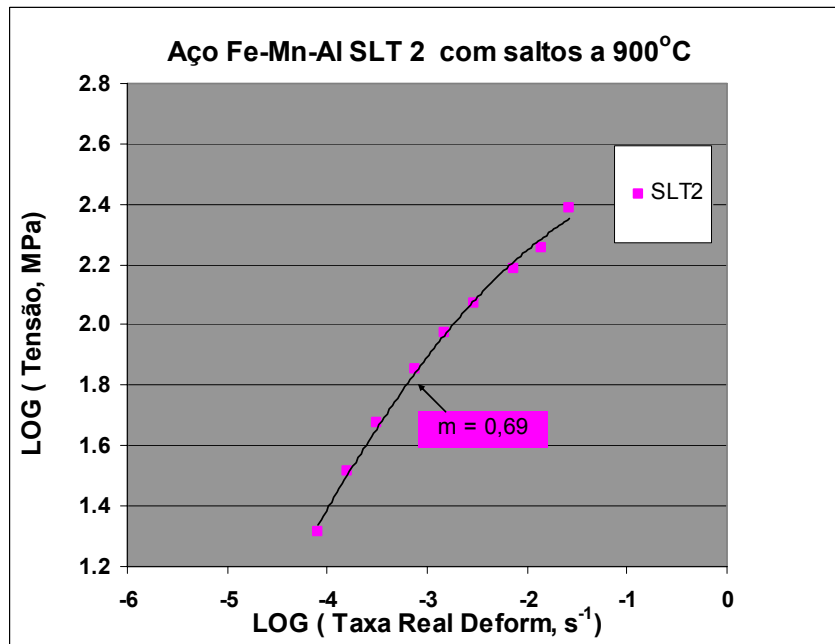


Figura 4.43 Gráfico da tensão x taxa de deformação real, de amostra ensaiada com variação na velocidade de tração a 900°C.

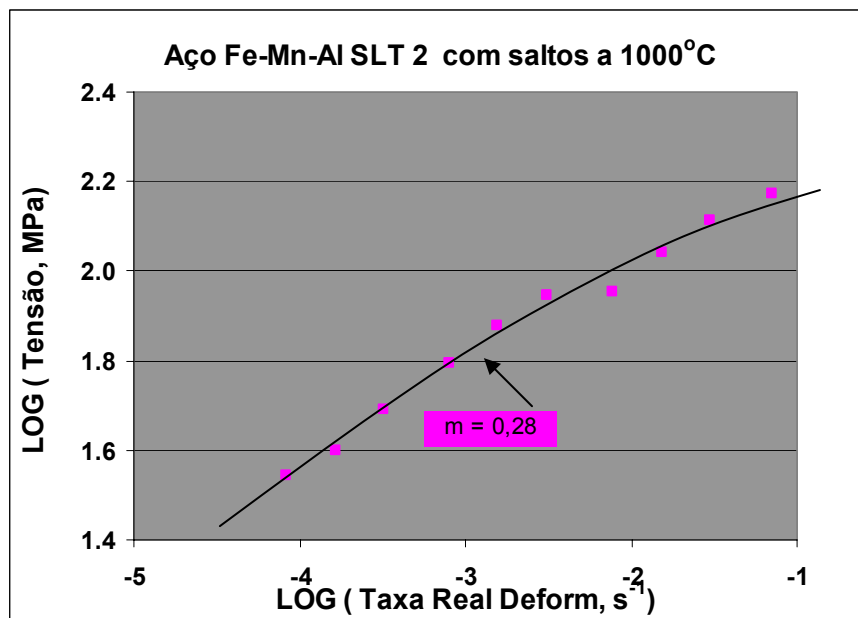


Figura 4.44 Gráfico da tensão x taxa de deformação real, de amostra SLT2, ensaiada com variação na velocidade de tração a 1000°C.

A seguir resultados de ensaios de tração com salto V_T , de amostras de material na condição SLT3, em 800°C, 900°C e 1000°C.

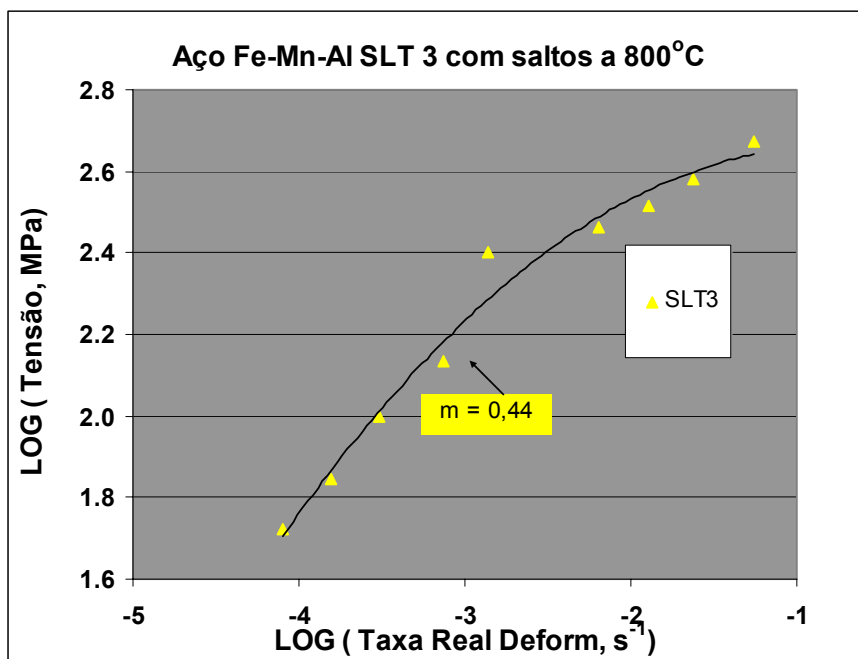


Figura 4.45 Gráfico tensão X taxa de deformação real, de amostra SLT3, a 800°C ensaiada a tração com salto de V_T .

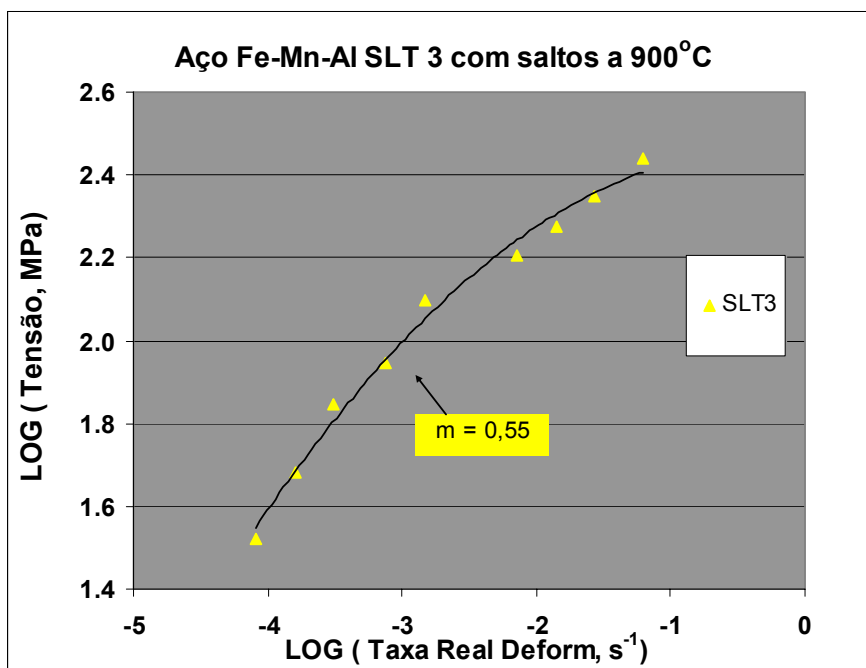


Figura 4.46 Gráfico tensão X taxa de deformação real, de amostra SLT3, a 900°C ensaiada a tração com salto de V_T .

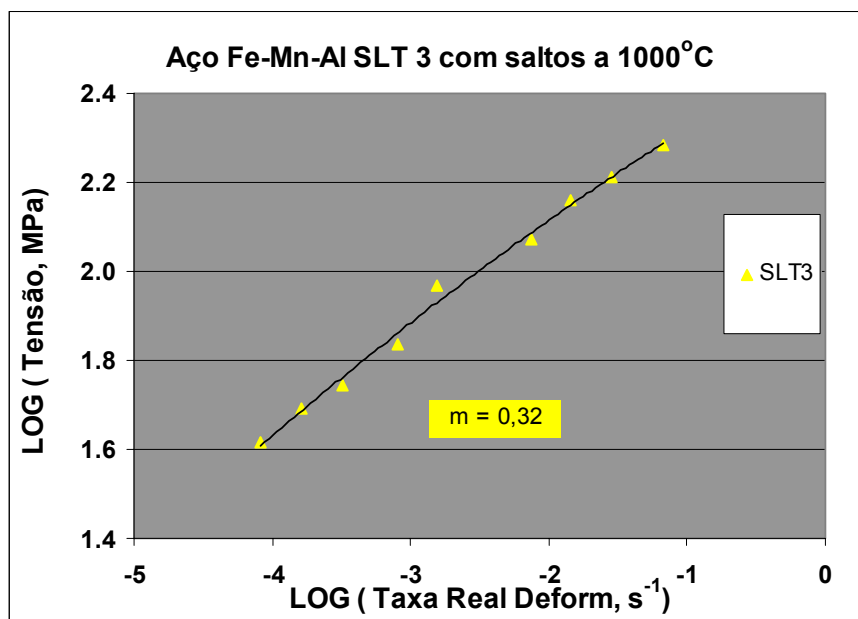
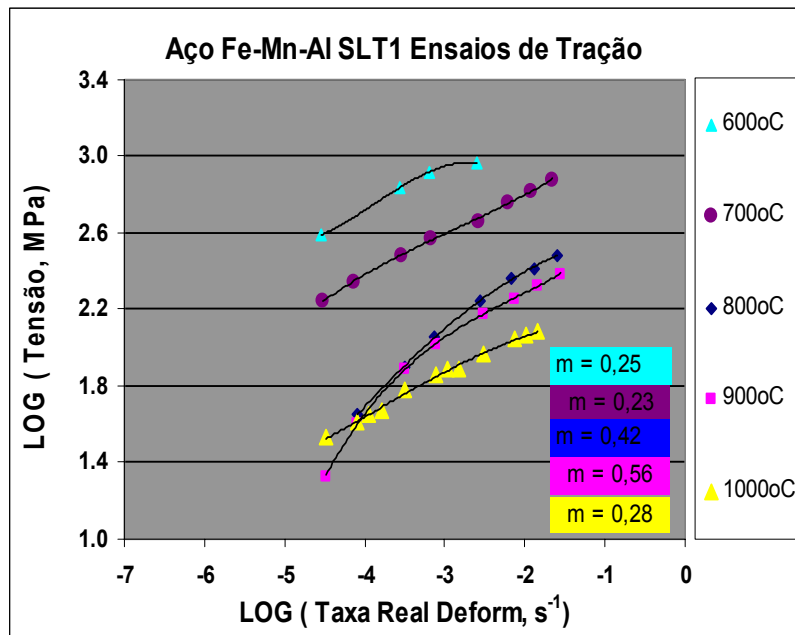


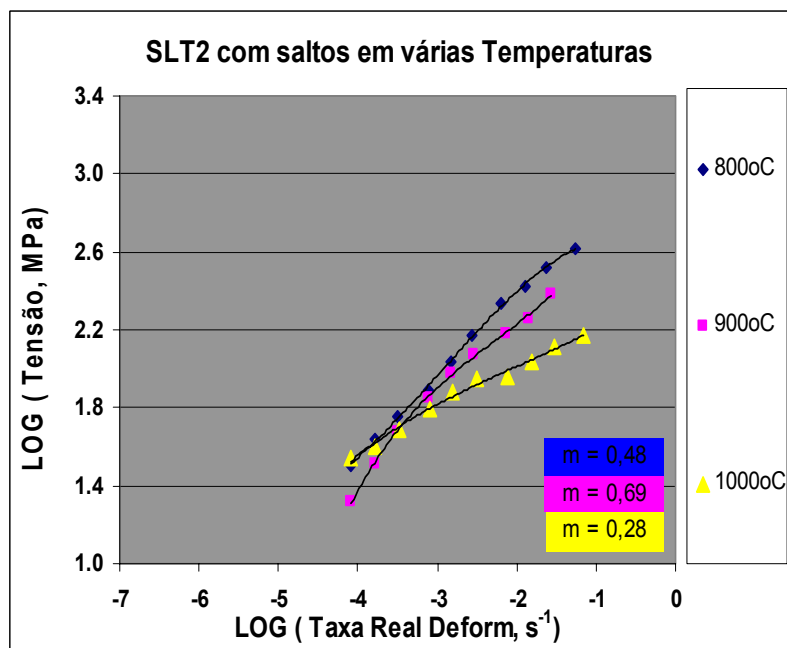
Figura 4.47 Gráfico tensão X taxa de deformação real, de amostra SLT3, a 1000°C ensaiada a tração com salto de V_T .

Os gráficos dos dados plotados, das amostras ensaiadas a tração em diferentes temperaturas e velocidades, permitem visualizar uma mesma tendência que ocorre tanto nas curvas como nos valores de m (coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação), que se verifica nas amostras ensaiadas do material processado nas 3 condições SL's, na faixa de temperaturas de 600°C a 1000°C. A proporção que aumenta a temperatura de ensaio, há um aumento dos valores de m até um dado patamar a partir do qual os valores tendem a diminuir.

Na Figura 4.48 podem ser vistas, com os respectivos valores de m , as curvas das amostras do aço Fe-Mn-Al ensaiadas a tração com saltos de V_T , em temperaturas na faixa de 800°C a 1000°C e diferentes velocidades, para os lotes deste material nas condições: (a) SLT1; (b) SLT2 e na Figura 4.49 do material na condição SLT3.

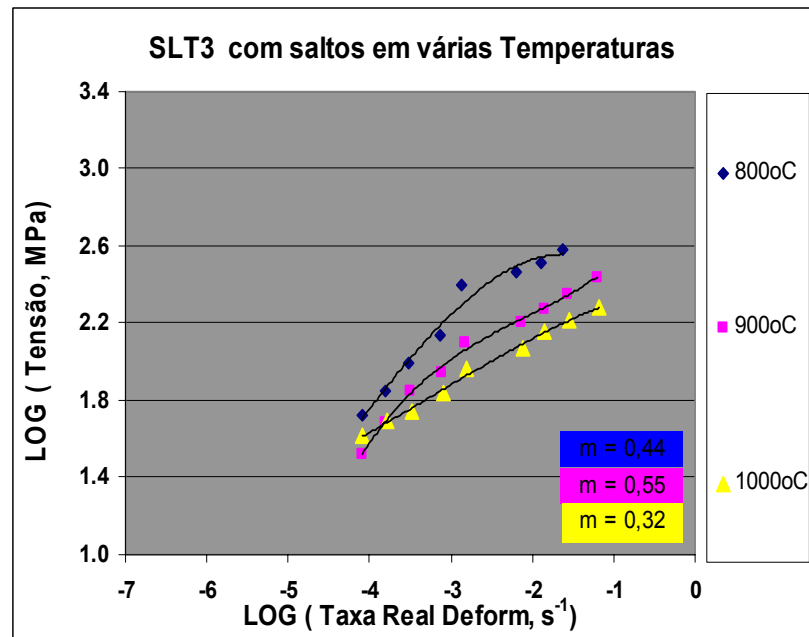


(a)



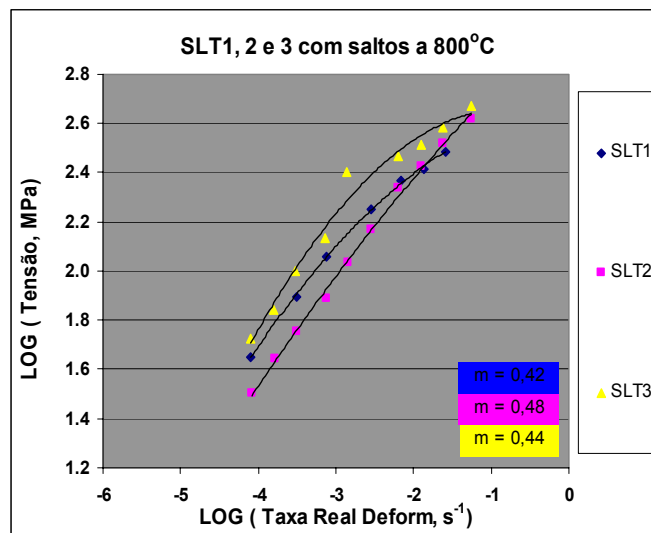
(b)

Figuras 4.48 Curvas Log Tensão x Log Taxa Deformação verdadeiras, de amostras ensaiadas a tração com salto V_T , de aços Fe-Mn-Al com respectivos valores de m , em diferentes temperaturas: (a) (SLT1); (b) (SLT2).

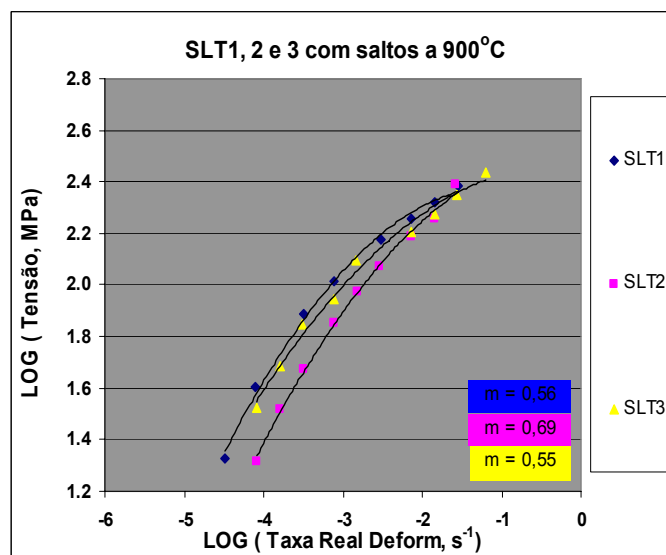


Figuras 4.49 Curvas Log Tensão x Log Taxa Deformação verdadeiras, de amostras ensaiadas a tração com salto V_T , de aços Fe-Mn-Al com respectivos valores de m , em diferentes temperaturas do material na condição (SLT3).

A Figura 4.50 a seguir, mostra as curvas de tensão x taxa deformação verdadeira com respectivos valores de m máximo, de amostras ensaiadas a tração com saltos de V_T dos 3 lotes de material SLT1, SLT2 e SLT3 nas temperaturas de: (a) 800°C; (b) 900°C e na Figura 4.51 a 1000°C. Nestas Figuras as curvas de variação de m com o Log (Taxa de deformação real, s⁻¹) para os lotes SLT1, SLT2 e SLT3, como as curvas da figura anterior, apresentaram o mesmo tipo de dispersão dos dados. Em ambas foram utilizados linhas de tendência por média móvel, permitindo ainda assim a observação da mesma tendência de deslocamento das curvas.

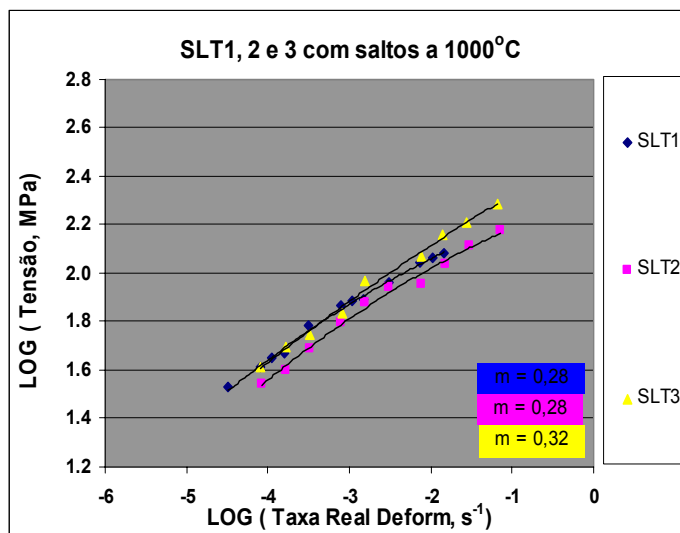


(a)



(b)

Figuras 4.50 Curvas de tensão x taxa deformação real com respectivos valores de m máximo, de amostras de material SLT1, SLT2 e SLT3 ensaiadas a temperatura: (a) 800°C; (b) 900°C .

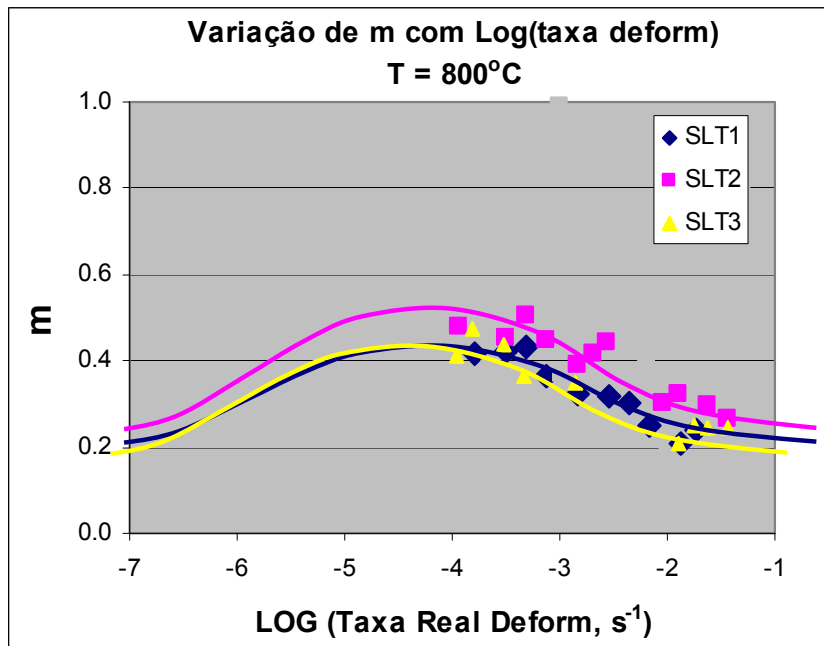


Figuras 4.51 Curvas de tensão x taxa deformação real com respectivos valores de m máximo, de amostras de material SLT1, SLT2 e SLT3 ensaiadas a temperatura de : (c) 1000°C.

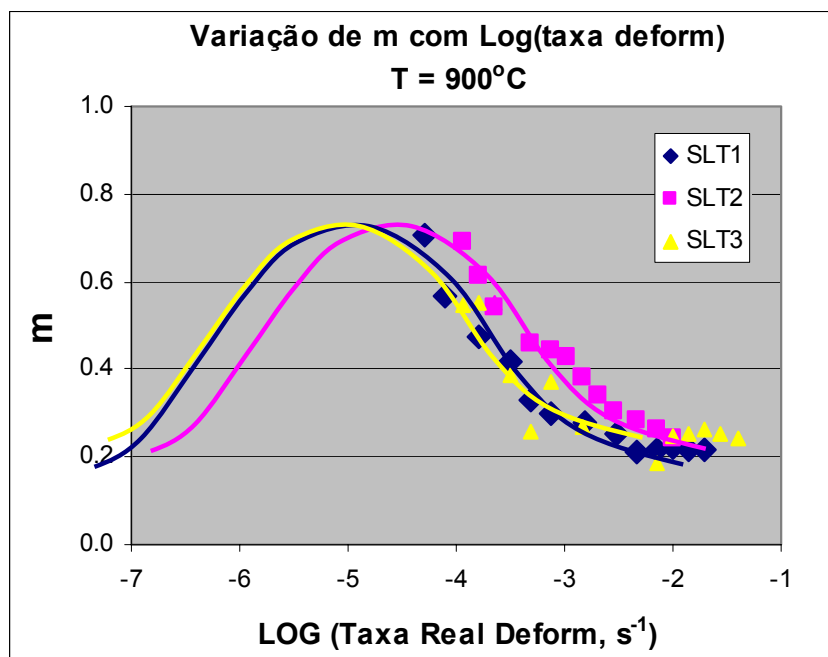
Na Figura 4.52 são apresentadas as curvas de variação de m x Log (taxa de deformação real, s⁻¹) de amostras de materiais SLT1, SLT2 e SLT3, onde se observa nitidamente a tendência de deslocamento à direita das curvas com o crescimento de m . Na Figura 4.52(a) de amostras ensaiadas na temperatura de 800°C, e na Figura 4.52(b) de amostras ensaiadas a temperatura de 900°C.

A Figura 4.53 a seguir apresenta as curvas de variação de m x Log (taxa real de deformação), do aço Fe-Mn-Al nas condições SLT1, SLT2 e SLT3 na temperatura de 1000°C.

Quanto mais à direita estiver a curva, mais estará na condição de superplasticidade desejada.. Assim observa-se a tendência de deslocamento a direita mais acentuada, da curva de resultados plotados de amostras do material na condição SLT2, em todas as comparações apresentadas nas Figuras desde Figura 4.52 até a Figura 4.54.

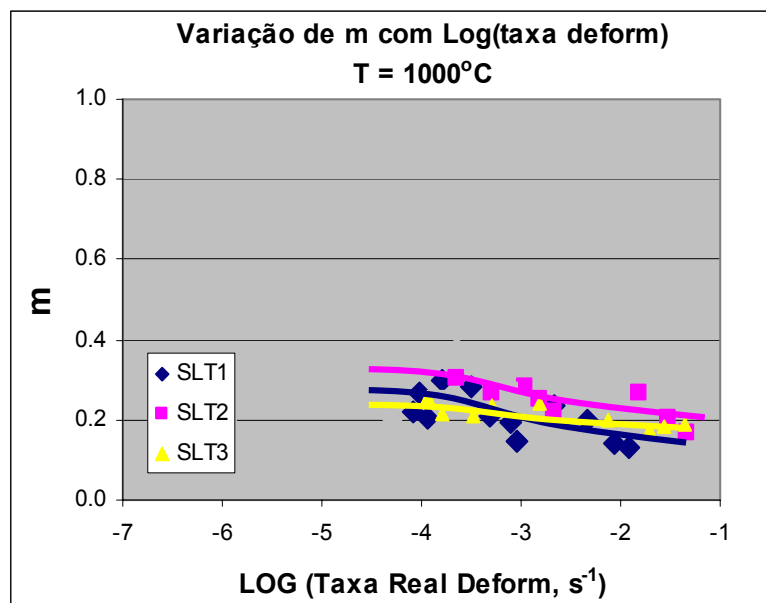


(a)



(b)

Figuras 4.52 Curvas de variação de m x Log (taxa real de deformação),do aço Fe-Mn-Al nas condicoes SLT1, SLT2 e SLT3 nas temperaturas de: a) 800°C; b)900°C.



Figuras 4.53 Curvas de variação de m x Log (taxa real de deformação), do aço Fe-Mn-Al condições SLT1, SLT2 e SLT3 e temperatura 1000°C.

A figura 4.54 apresenta a variação de m x Log $\dot{\epsilon}$ do aço Fe-Mn-Al para o material na condição SLT2, em três temperaturas de ensaio onde se visualiza a consistência do comportamento da curva m na temperatura de 800°C.

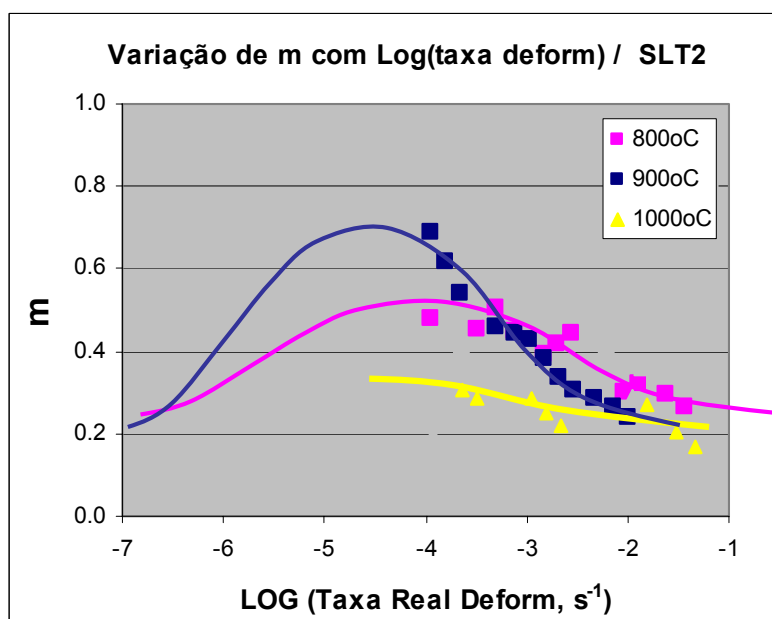
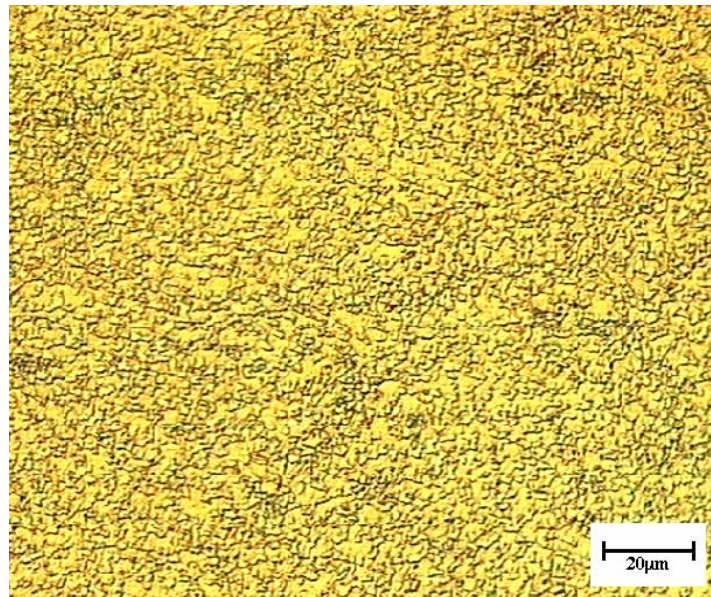


Figura 4.54 Curvas de variação de m x Log $\dot{\epsilon}$, para o material na condição SLT2 em três temperaturas de ensaio.

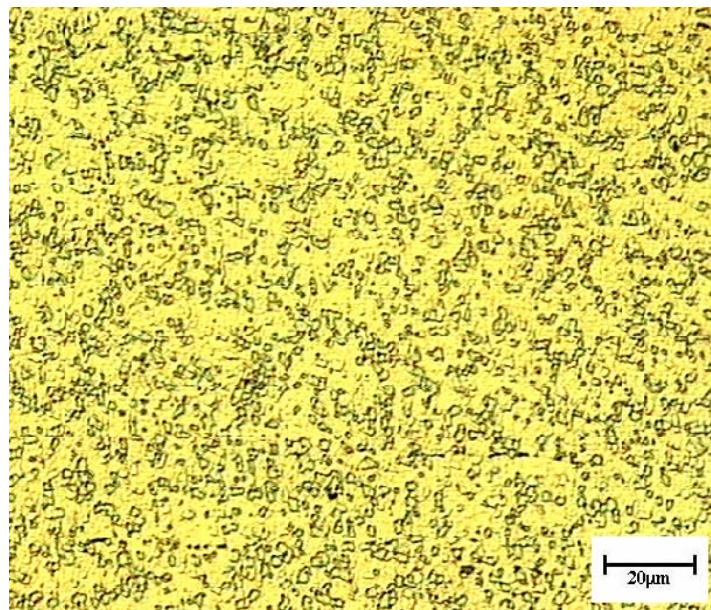
4.3.2 Microestruturas do material nas condições SLT1, SLT2 e SLT3 após os ensaios de Tração a Quente

As micrografias óticas a seguir (500X) foram obtidas de amostras do material nas condições SLT1, SLT2 e SLT3, ensaiados em tração a quente com variação de V_T , evidenciam uma estrutura homogênea de granulação mais fina na faixa de temperatura entre 800°C e 900°C, e a partir desta temperatura de 900°C, nas amostras ensaiadas do material nas 3 condições de tratamento, observa-se uma estrutura homogênea de granulação mais grosseira, evidenciando crescimento dinâmico de grãos. As microestruturas das amostras ensaiadas a 1000°C mostram um crescimento de grãos bem pronunciado, sendo nítido as maclas de recozimento.

A Figura 4.55 apresenta microestruturas de amostras do material na condição SLT1 ensaiadas nas temperaturas de (a) 800°C e (b) 850°C, evidenciando em ambas, uma estrutura homogênea, refinada e de granulação mais fina. Nesta condição, ou seja material homogeneizado, laminado e tratado na temperatura de 800°C por 1 hora (condição SLT1). A micrografia deste material ensaiado por tração a 800°C (Figura 4.55 (a)), observa-se pela microestrutura, que o material apresentou tamanho de grão médio em torno de $d \approx 11 \mu\text{m}$. Na Figura 4.55 (b) a microestrutura continua com aspecto homogêneo, mas apresenta um tamanho de grão médio em torno $d \approx 15 \mu\text{m}$ já evidenciando, mesmo que não de modo muito acentuado, um crescimento de grãos.



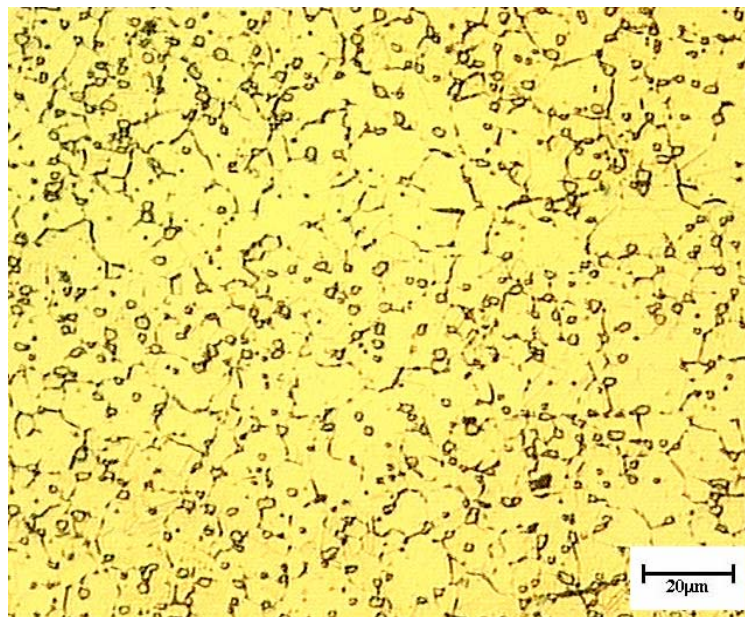
a) 800°C; G = 10



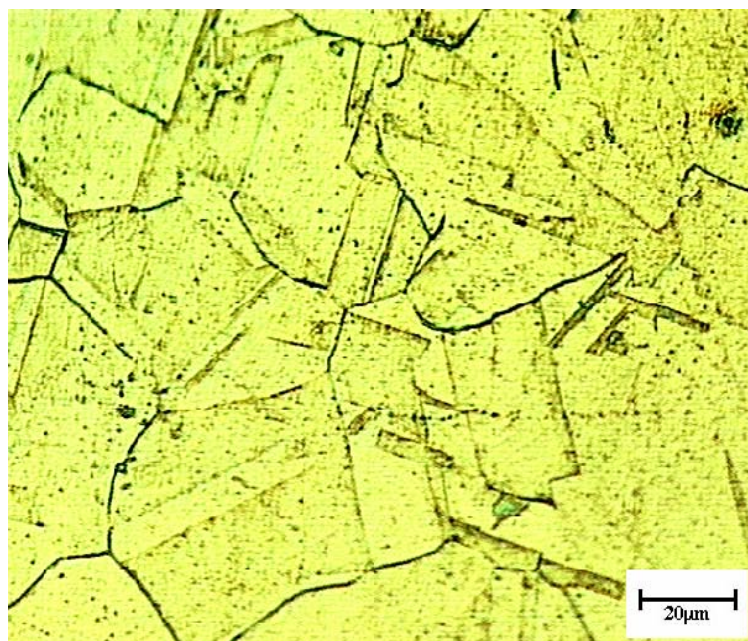
b) 850°C; G = 9

Figura 4.55 Microestruturas material (condição SLT1) a:(a) 800°C e (b) 850°C.

A Figura 4.56 apresenta microestruturas do material na condição SLT1 onde: 4.56(a) na temperatura de 900°C, uma microestrutura que apresenta estrutura homogênea de granulação mais grosseira, evidenciando crescimento dinâmico de grãos; em 4.56(b) na temperatura de 1000°C uma estrutura de grãos bem maiores com os sinais de maclas de recozimento.



a) 900°C



b) 1000°C

Figuras 4.56 Micrografias de materiais na condição SLT1, ensaiados em tração a quente com saltos de velocidade de tração (V_T).

A Figura 4.57 apresenta micrografias de amostras (material condição SLT2), ensaiado nas temperaturas de 800°C a 1000°C, onde as microestruturas apresentam as mesmas características daquelas do material (condição SLT1).

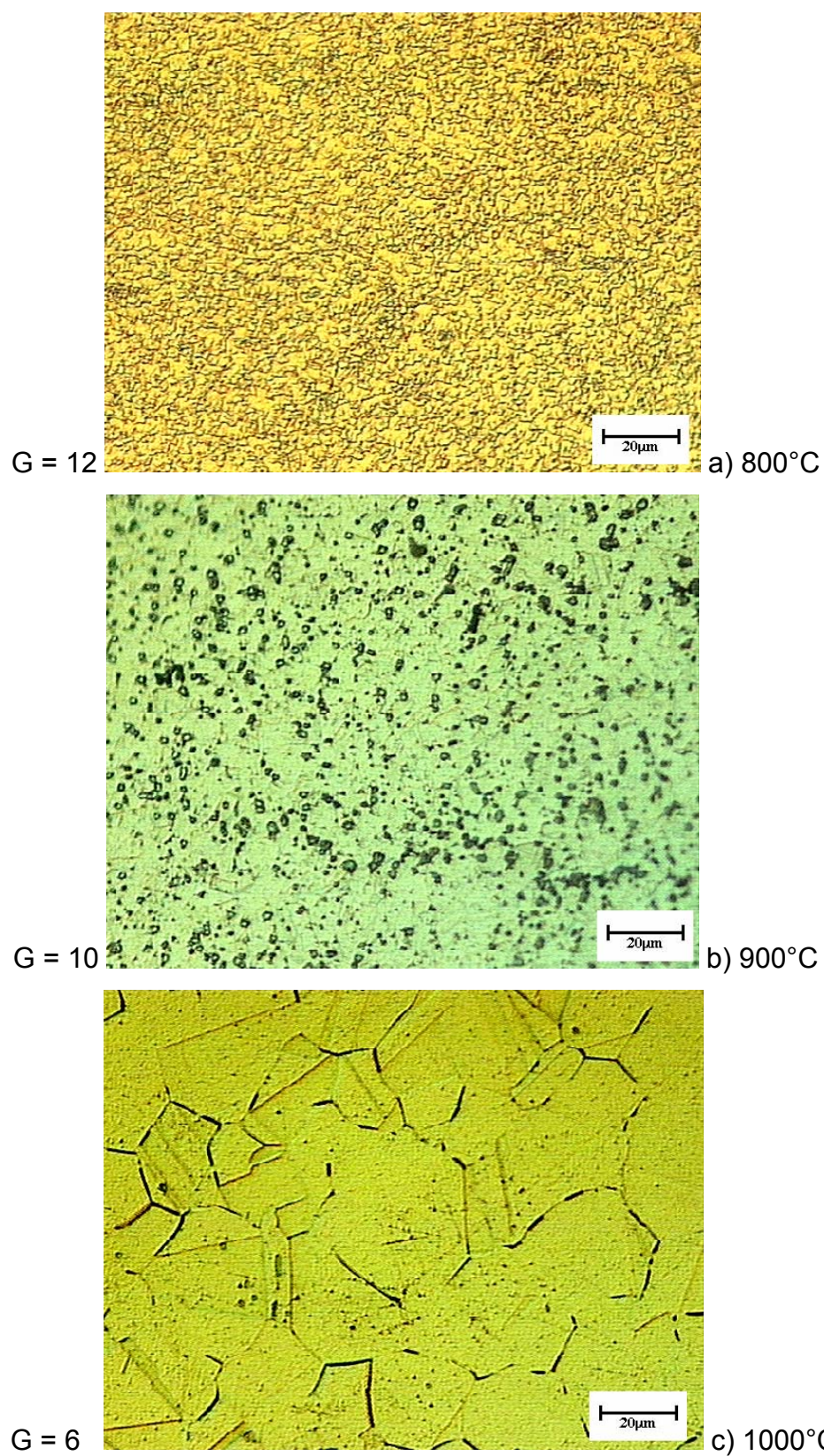


Figura 4.57 Microestruturas do material na condição SLT2, ensaiados por tração a quente com saltos na velocidade de tração V_T .

A Figura 4.58 apresenta micrografias de amostras (material condição SLT3), ensaiadas a 800°C, 900°C e 1000°C, com as microestruturas apresentando as mesmas características daquelas dos materiais anteriores.

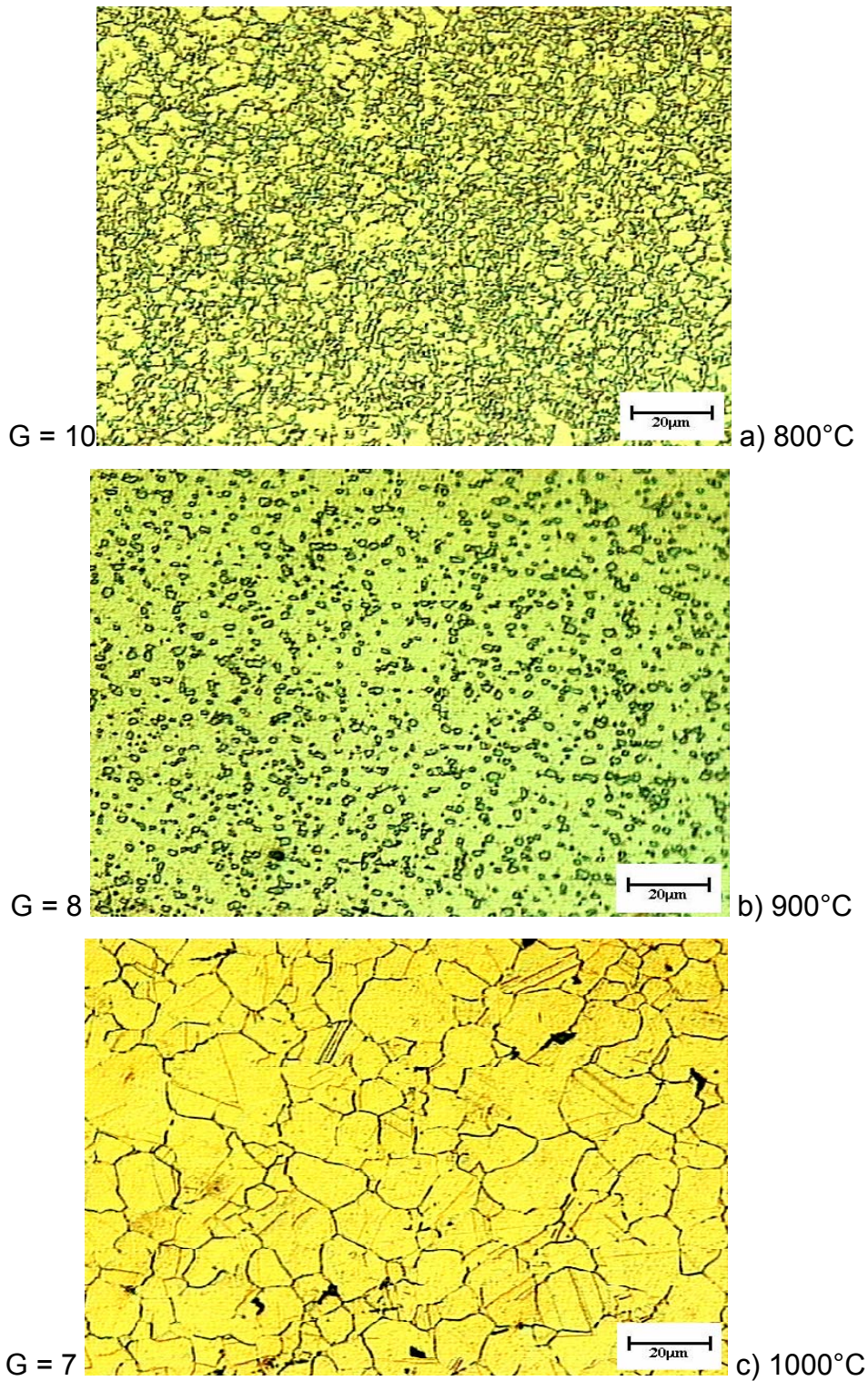


Figura 4.58 Micrografias de material SLT3, ensaiado por tração c/ saltos V_T .

Em seguida são apresentadas algumas micrografias MEV–FEG /EDS de corpos-de-prova de materiais SLT1, SLT2 e SLT3, nas mesmas condições, onde se observam as precipitações de fases.

A Figura 4.59 mostra micrografia (MEV) FEG / BSE, de material na condição SLT2, ensaiado em tração com saltos de V_T a 850°C nas condições indicadas na legenda da figura.

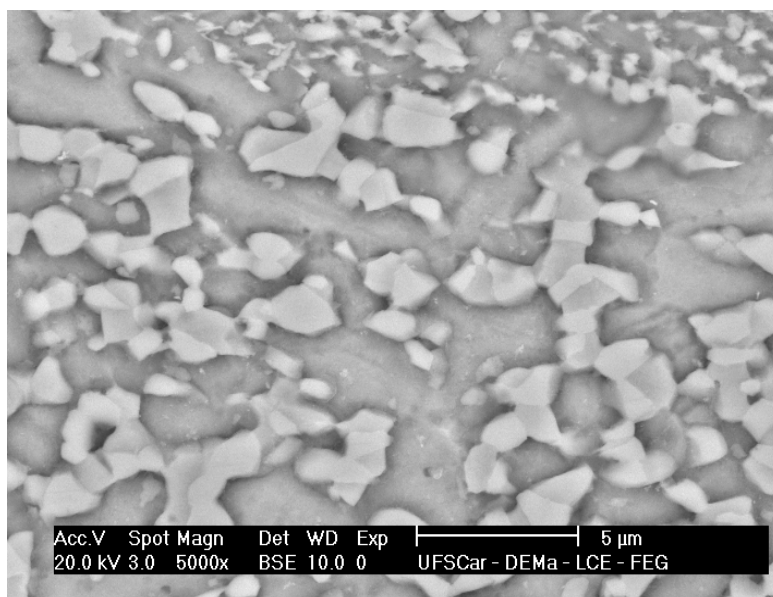


Figura 4.59 Micrografia MEV (FEG /EDS) do material na condição SLT2, após de ensaio de tração a quente com saltos de V_T , a 850°C.

Na Figura 4.60 a micrografia MEV (FEG / BSE), nas condições indicadas na legenda, de material na condição SLT2, de amostra ensaiada com salto de V_T na temperatura de 900°C, se observa que os grãos são maiores, se comparado à figura anterior 4.58, mantendo ainda uma estrutura homogênea e refinada. Observa-se também traços nos grãos, provável início de maclas.

Nas micrografias de ambas as Figuras 4.59 e 4.60 são visíveis as precipitações de segunda fase nos contornos de grãos.

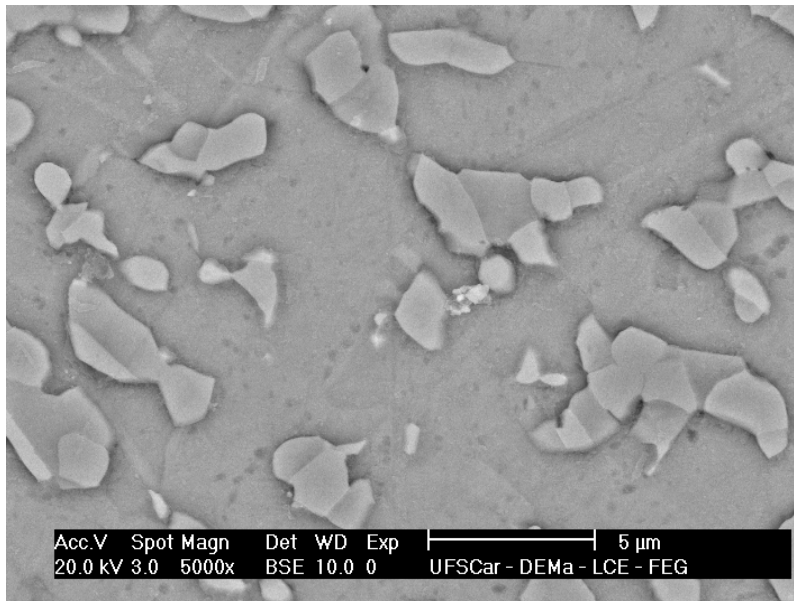


Figura 4.60 Micrografia MEV (FEG /BSE) do material na condição SLT2, após ensaio de tração a quente com saltos de V_T , a temperatura 900°C.

Na Figura 4.61 a micrografia (FEG / BSE), de material SLT2 ensaiado a tração com salto V_T a 1000°C, observa-se o precipitado na tripla junção dos contornos de grão, onde se verificam os ângulos de contorno.

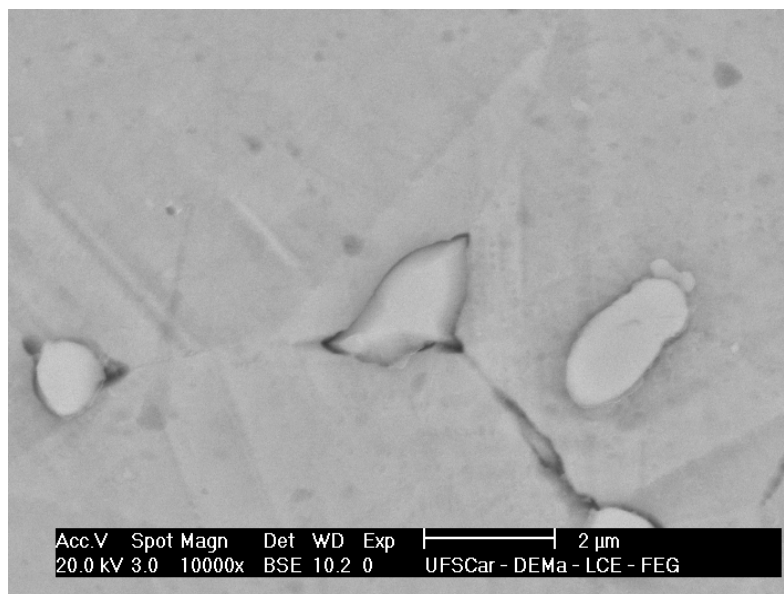


Figura 4.61 Micrografia MEV (FEG /BSE) material SLT2, após ensaio tração com saltos V_T , a 1000°C, com as maclas de recozimento.

A Figura 4.62 apresenta micrografia de corpo-de-prova de material na condição SLT3, obtida na condição FEG / SE para evidenciar as fases na microestrutura. A amostra foi ensaiada em tração a quente com salto de V_T a 800°C (nas mesmas condições da Figura 4.55(a)), micrografia tomada na região de ruptura, onde ficam evidentes os precipitados de segunda fase nos contornos de grão.

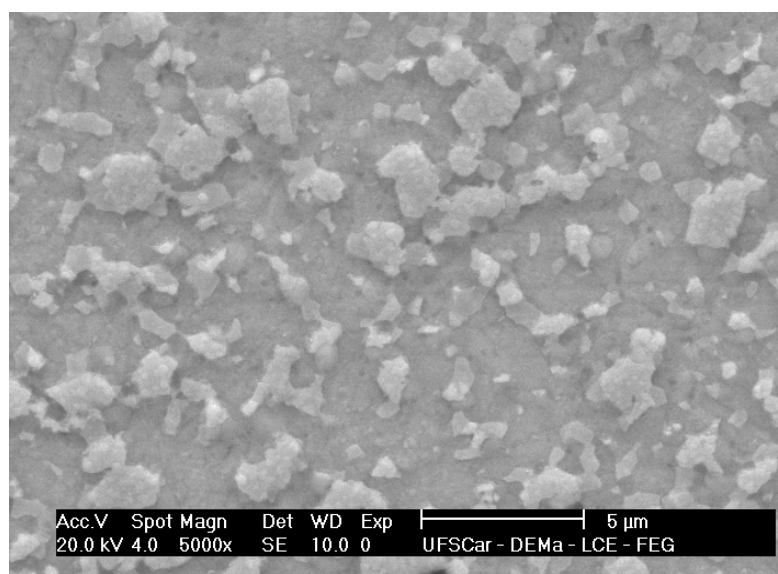


Figura 4.62 Micrografias (FEG /SE) de corpo-de-prova de material SLT3, ensaiados em tração com saltos V_T , na temperatura de 800°C.

A imagem de MEV da Figura 4.63, tomada em FEG / SE para evidenciar as fases na microestrutura, de corpo-de-prova do material na condição SLT3, mostra a microestrutura após ensaio de tração a quente com saltos V_T , na temperatura de 900°C. Tal micrografia apresenta, além do crescimento dinâmico dos grãos, a fase (mais escuros) dos grãos, e a fase (mais claros) dos precipitados nos contornos de grãos.

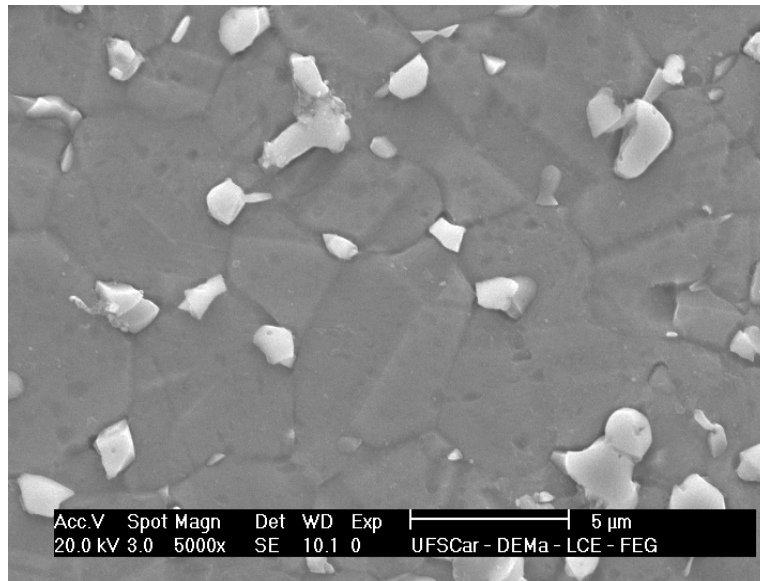


Figura 4.63 Micrografia MEV (FEG /SE) de corpo-de-prova de material SLT3, ensaiado em tração a quente com saltos em V_T na temperatura de 900°C.

Na Figura 4.64 de amostra ensaiada a 1000°C, micrografia FEG / SE onde é visível a cavitação na região dos contornos de grão, com crescimento de grãos bem acentuado nesta temperatura, e microestrutura praticamente de uma só fase.

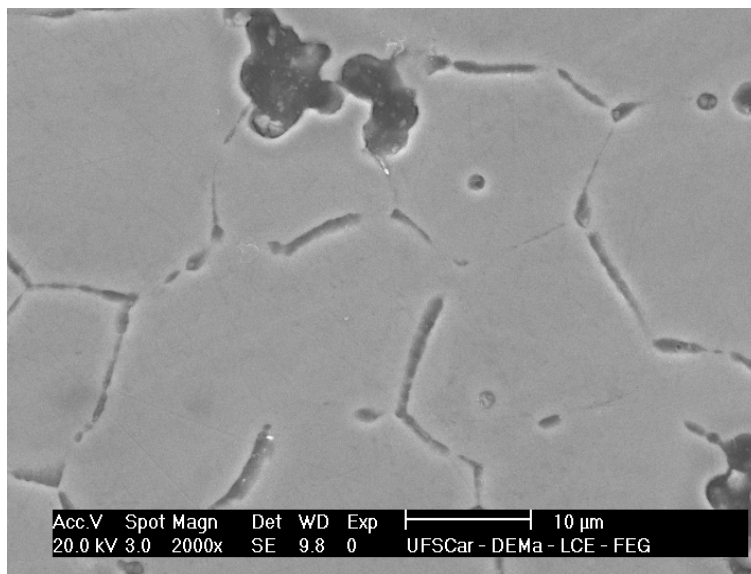


Figura 4.64 Micrografias MEV (FEG /SE) de material SLT3, ensaiado em tração a quente com saltos em V_T na temperatura de 1000°C.

Na Figura 4.65 exemplo de microanálise efetuada c/ detector INCAX-SIGHT, acoplado ao equipamento FEG / EDS, em amostra do material SLT2, ensaiado a tração a 800°C com salto de V_T , onde pode ser observado a ocorrência de fase β nos 1° e 3° picos com Mn do diagrama.. A figura apresenta também valor médio de tamanho de grão.

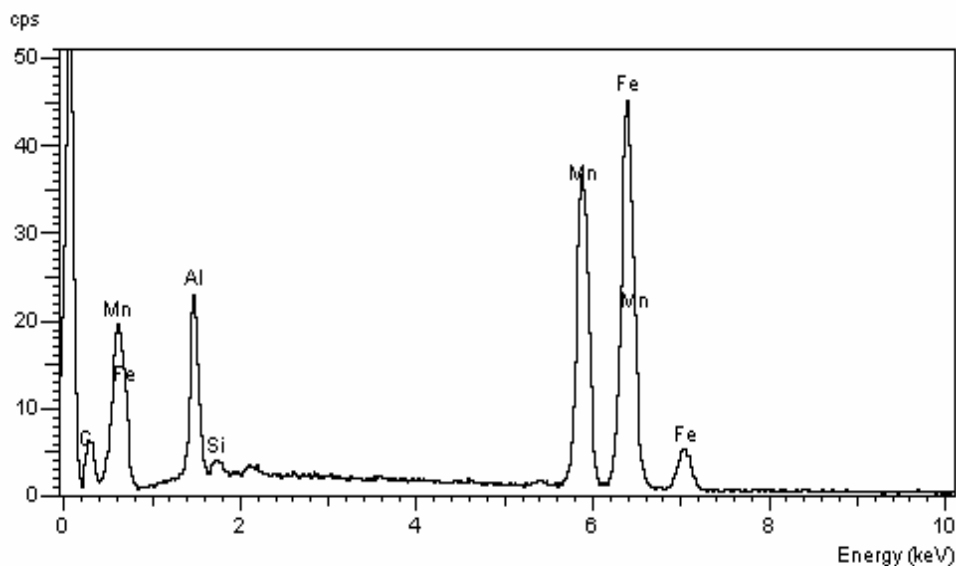


Figura 4.65 Microanálise realizada por INCAX-SIGHT do precipitado ferrítico nos contornos de grão austeníticos de amostra SLT2 de aço liga Fe-Mn-Al ensaiada a tração na temperatura de 800°C com salto em V_T , e tamanho de grão médio com aproximadamente $5,7 \mu\text{m} \pm 0,3 \mu\text{m}$.

Apresentando a composição seguinte:

- 1° pico em 0,6 keV tem : ($L\alpha$ e $L\beta$) Mn ; ($L\alpha$ e $L\beta$) Fe
- 2° pico em 5,8 keV tem : ($K\alpha_1$ e $K\alpha_2$) Mn
- 3° pico em 6,4 keV tem : ($K\beta_1$) Mn e ($K\alpha_1$ e $K\alpha_2$) Fe
- 4° pico em 7,05 keV tem : ($K\beta$) Fe
- 5° pico em 1,5 keV tem : ($K\alpha$ e $K\beta$) Al
- 6° pico em 1,8 keV tem : ($K\alpha$ e $K\beta$) Si

4.3.3 Ensaios de Fluência a carga constante, até a ruptura, nas condições SLT1, SLT2 e SLT3 a 900°C

A superplasticidade é considerada como um fenômeno de fluência porque tem sido observado a temperaturas metade ou acima da temperatura de fusão do material ensaiado, assim, conforme os estudos do comportamento mecânico de ligas superplásticas [2-5], são essenciais para se estabelecer as características básicas de deformação, associadas ao processo de fluência, as seguintes relações: 1º) relação entre tensão e taxa de deformação; 2º) relação entre taxa de deformação ou tensão e temperatura; 3º) relação entre taxa de deformação ou tensão e tamanho de grão; e 4º) relação entre a contribuição da deformação para o deslizamento de contornos de grãos e a deformação total.

Em geral, como já comentado em materiais e métodos, a relação entre tensão x taxa de deformação é determinada pelos dois tipos de apresentação: a) $\sigma \times \log \dot{\epsilon}$ cuja inflexão dos pontos permite obter m ; e b) plotagem logarítmica de $\dot{\epsilon} \times \sigma$, cuja inflexão dos pontos permite obter n (expoente de tensão), que sob condições estáveis, é igual a $n=1/m$. Paralelamente a aplicação dos ensaios de tração, que fornecem informações úteis da variação de m com $(\dot{\epsilon})$ durante a deformação superplástica, existem uma série de problemas que exigem atenção quando este tipo de procedimento é utilizado. Questões como conseguir uma condição estável verdadeira no ensaio de tração com V_T constante; erros produzidos na plotagem logarítmica de $\sigma \times \dot{\epsilon}$ quando da determinação das características estáveis do escoamento superplástico; a energia de ativação para a deformação ou a sensibilidade ao tamanho de grão; dificuldade na obtenção de dados em ensaios com V_T constante ou $\dot{\epsilon}$ constante quando realizados com taxas de deformação $(\dot{\epsilon})$ muito baixas.

Devido a estas dificuldades, não é possível se estabelecer as características do escoamento superplástico apenas com o procedimento de ensaios de tração, principalmente no caso deste trabalho, de caracterização superplástica do material.

Assim os ensaios de fluência foram realizados para complementação do estudo e verificar a concordância, pelos dois métodos de ensaio, de tendências

do comportamento superplástico do material [102]. Foram escolhidos para os ensaios corpos-de-prova de cada lote do material nas condições SLT1, SLT2 e SLT3 e tensões de: 14 MPa; 20 MPa; 28 MPa; 50 MPa e 85 MPa, obtidas a partir dos ensaios de tração.

Os três lotes de corpos-de-prova foram ensaiados primeiramente na temperatura de 900°C, considerada uma condição mais crítica dos estudos de recristalização e crescimento de grão do material.

Devido à grande variação na duração dos ensaios não é possível visualizar bem todas as curvas de fluência em um mesmo diagrama, apresentadas assim as curvas na forma logarítmica Deformação x Log tempo.

Para a liga Fe-Mn-Al na condição SLT1, a partir de dados dos ensaios nas várias tensões a temperatura de 900°C, foram plotados, entre outros, gráficos logarítmicos da taxa de deformação x tempo.

A Figura 4.66 apresenta curvas típicas de fluência do tipo Deformação x Tempo de material SLT1 a 900°C, nos 5 níveis de tensão empregados.

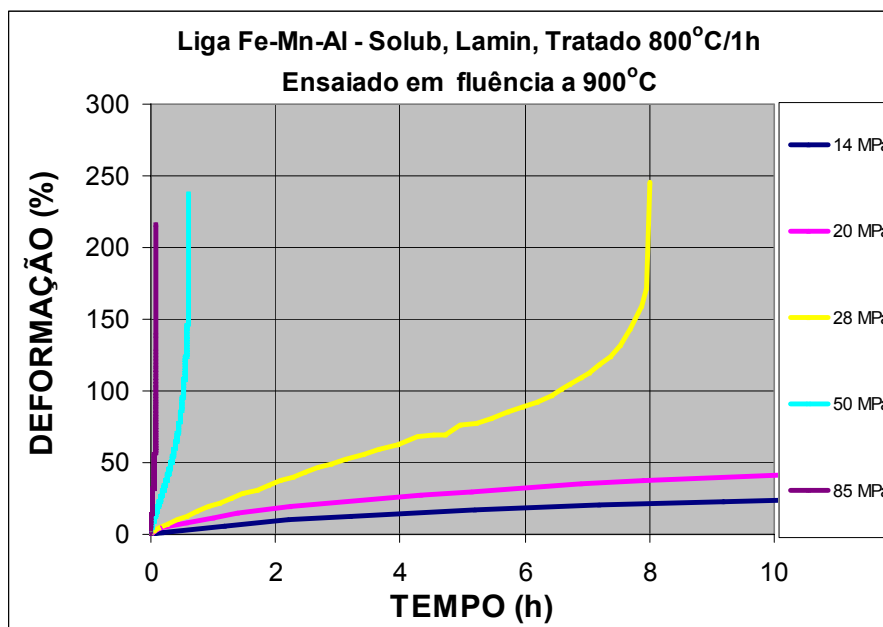


Figura 4.66 Curvas típicas de fluência da liga Fe-Mn-Al, de material na condição SLT1, ensaiado a 900°C em 5 níveis de tensão.

Para a liga Fe-Mn-Al nas condições estudadas SLT1, SLT2 e SLT3 as Figuras a seguir apresentam, a partir de dados dos ensaios nos 5 níveis de tensões e nas várias temperatura, os resultados obtidos de amostras deste material nas condição SLT1, SLT2 e SLT3, ensaiadas a fluência, plotados e apresentados nos gráficos logarítmicos de taxa de deformação x tempo, como por exemplo os da Figura 4.66; gráficos de queda de resistência x tempo de ruptura; gráficos de Norton, com os respectivos valores de n (expoente de tensão) e A, dados pela relação $\dot{\epsilon}_{min} = A \cdot \sigma^n$; e gráficos de Monkman-Grant.

A Figura 4.67 apresenta a partir dos dados dos ensaios de fluência nos 5 níveis de tensão, para o lote do material na condição SLT1, à temperatura de 900°C o gráfico de deformação x tempo.

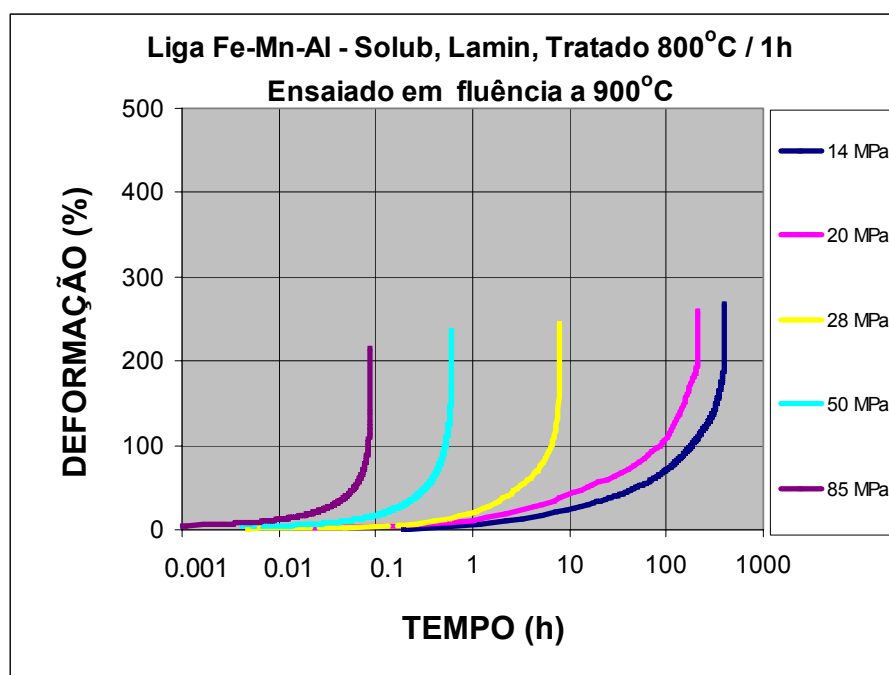


Figura 4.67 Curvas de deformação x tempo de amostras do lote do material na condição SLT1, ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão.

A Figura 4.68 apresenta a partir dos dados dos ensaios de fluência nos 5 níveis de tensão, para o lote de material SLT1, à temperatura de 900°C o gráfico de queda de resistência a fluência com o tempo de ruptura.

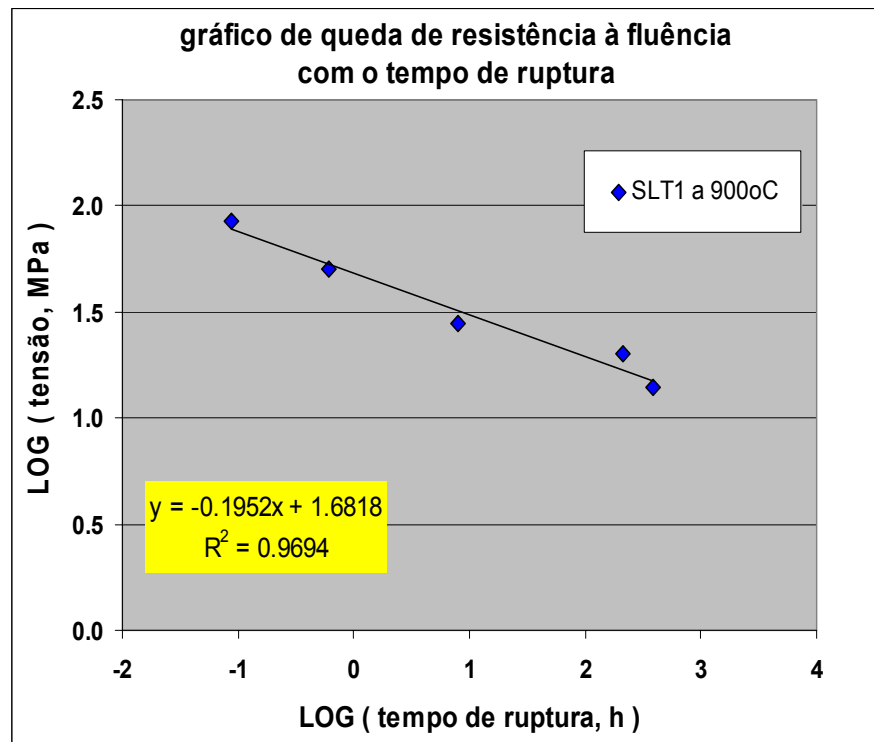


Figura 4.68 Gráfico de queda de resistência x tempo de ruptura de amostras do lote do material, na condição SLT1, ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão.

A Figura 4.69 apresenta gráfico de Norton de amostras do lote do material, na condição SLT1, de amostras em que foram realizados ensaios de fluência a temperatura de 900°C em 5 níveis de tensão, cujos valores de n (expoente de tensão) e A , dados pela relação $\dot{\epsilon}_{\min} = A \cdot \sigma^n$, com valores obtidos de $n = 4,51$ e $A = 1,89627 \text{ E-}08$.

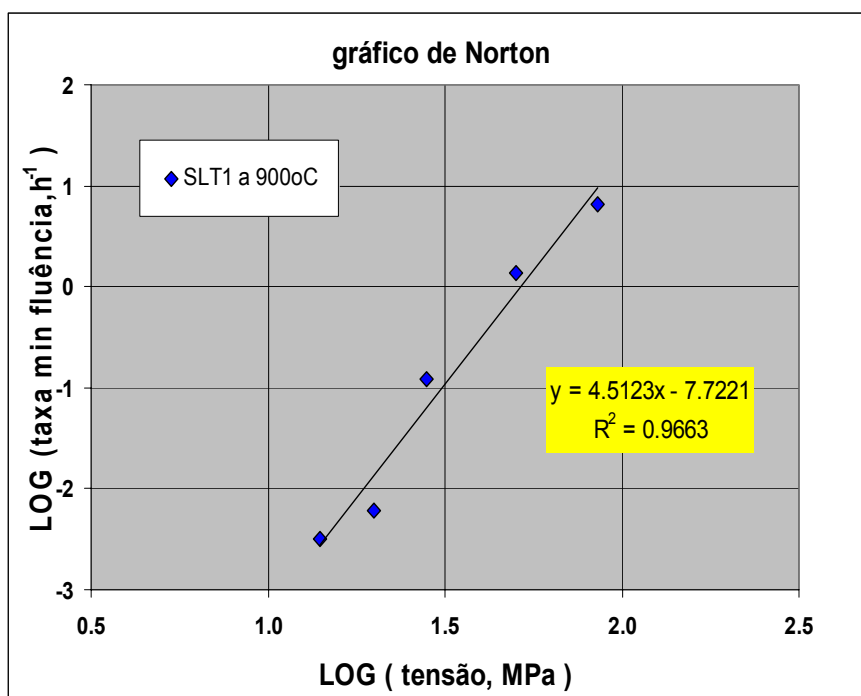


Figura 4.69 Gráfico de Norton de amostras do lote do material, na condição SLT1, ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão.

A Figura 4.70 apresenta gráfico de Monkman-Grant de amostras do lote do material, na condição SLT1, ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão.

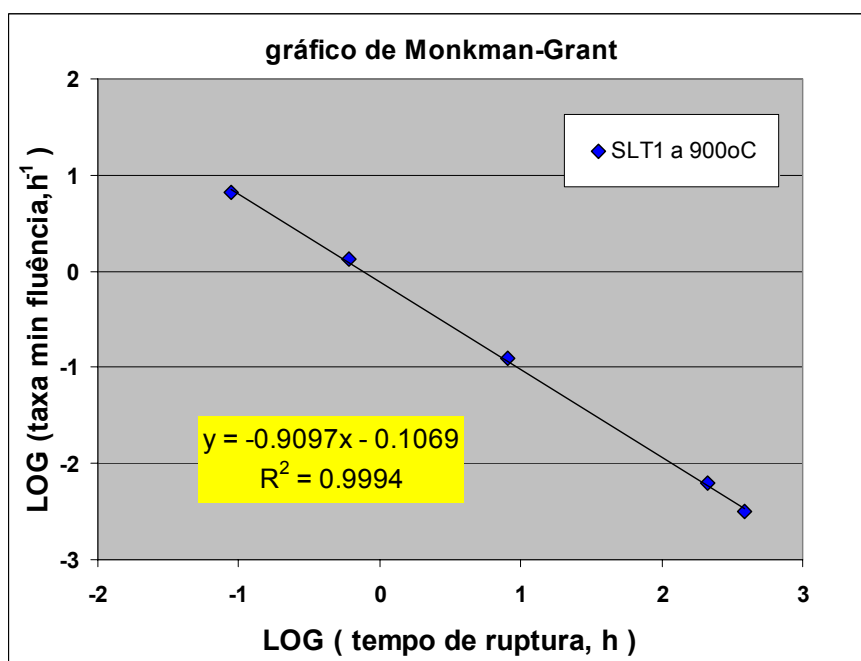
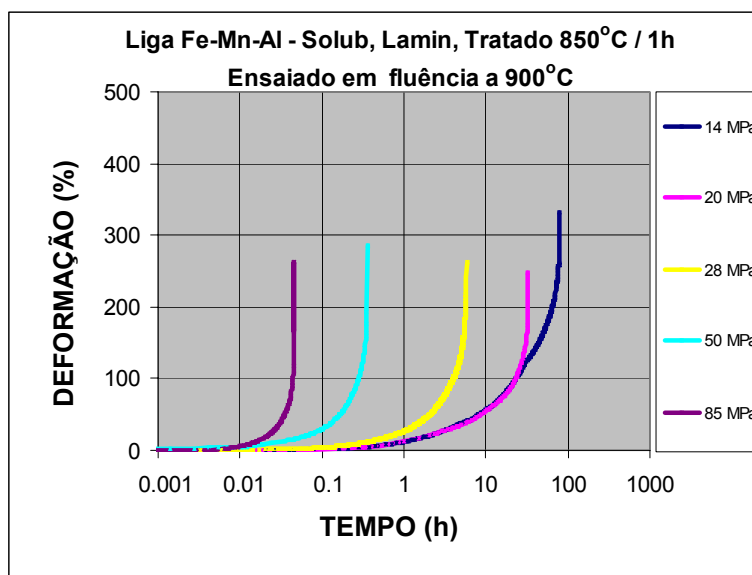
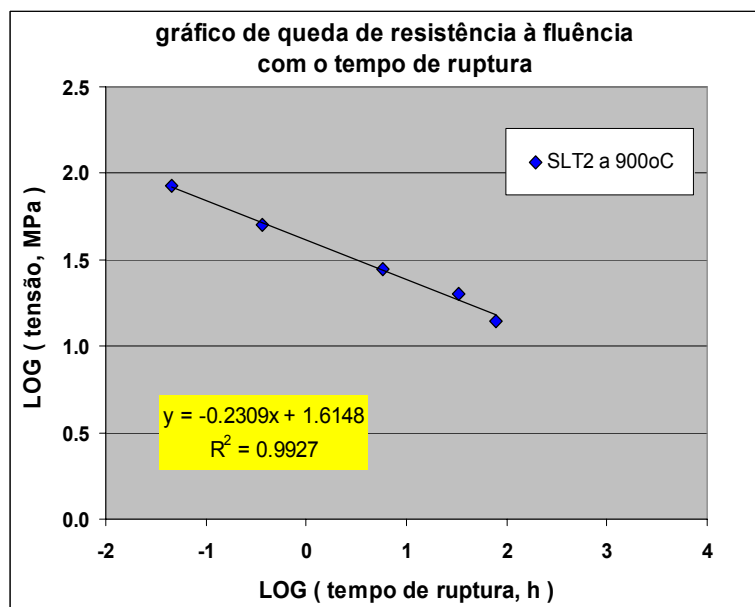


Figura 4.70 Gráfico de Monkman-Grant, 900°C, 5 níveis tensão, mat.SLT1.

A Figura 4.71 apresenta, para material na condição SLT2 (liga de aço Fe-Mn-Al homogeneizado, laminado e tratado a 850°C) ensaiado por fluência a 900°C, nas várias tensões, gráficos do tipo: (a) da taxa de deformação x tempo de ensaio; (b) queda de resistência a fluência com o tempo de ruptura;



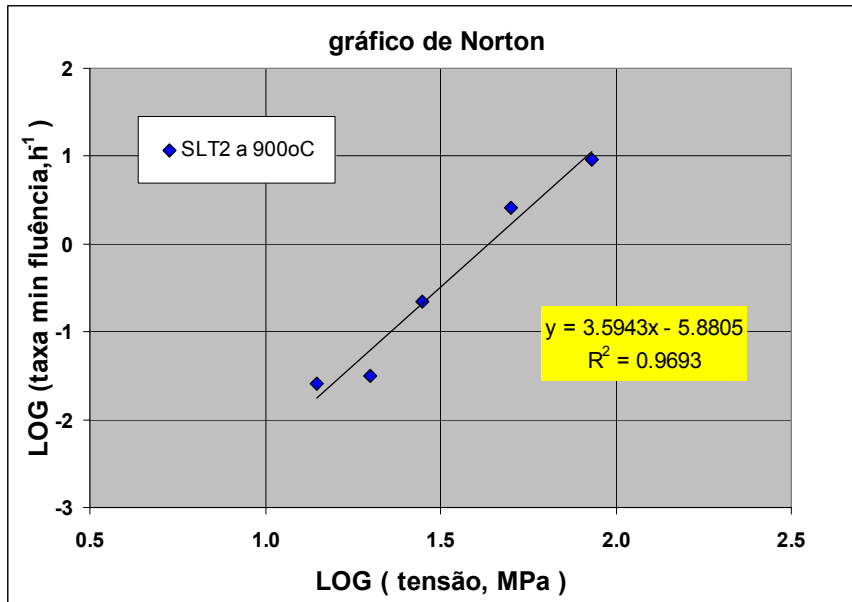
(a)



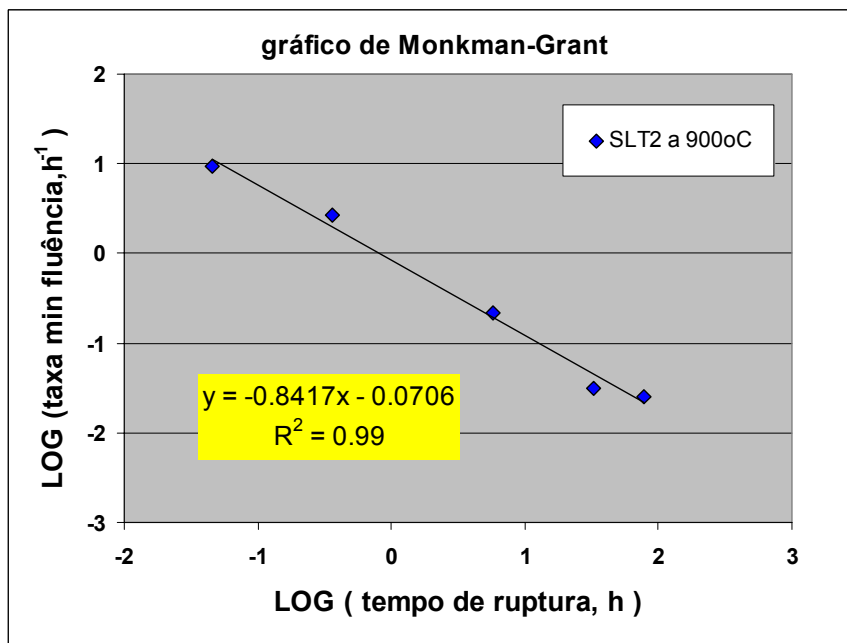
(b)

Figura 4.71 Gráficos, do material SLT2, ensaiado a 900°C, 5 níveis de tensão: (a) deformação x tempo; (b) queda de resistência x tempo ruptura.

A Figura 4.72 apresenta material SLT2, ensaiado por fluência nas 5 tensões a temperatura de 900°C, gráficos de: (a) Norton, e (d) Monkman-Grant.



(a)



(b)

Figura 4.72 Amostras lote SLT2 ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão:
(a) gráfico de Norton; (b) gráfico de Monkman-Grant.

Na Figura 4.72 (a) o gráfico de Norton com os valores plotados de ensaios por fluência nos 5 níveis de tensão a temperatura de 900°C o valor obtido para o expoente de tensão foi de $n = 3,59$, portanto menor do que aquele obtido dos ensaios de fluência nos mesmos níveis de tensão a mesma temperatura de 900°C realizados no material na condição SLT1, conforme indicado na Figura 4.69.

As Figuras a seguir apresentam os gráficos de taxa de deformação x tempo; queda de resistência x tempo de ruptura; gráfico de Norton e gráfico de Monkman-Grant, para o aço Fe-Mn-Al amostras ensaiadas a fluência nos mesmos 5 níveis de tensão considerados, na temperatura de 900°C. Ensaios estes realizados no aço Fe-Mn-Al na condição SLT3, homogeneizado, laminado e sofrendo tratamento térmico de recozimento a 900°C por 1 hora.

A Figura 4.73 apresenta, para as amostras do material na condição SLT3, ensaiadas a 900 °C o gráfico da taxa de deformação x tempo nos 5 níveis de tensão.

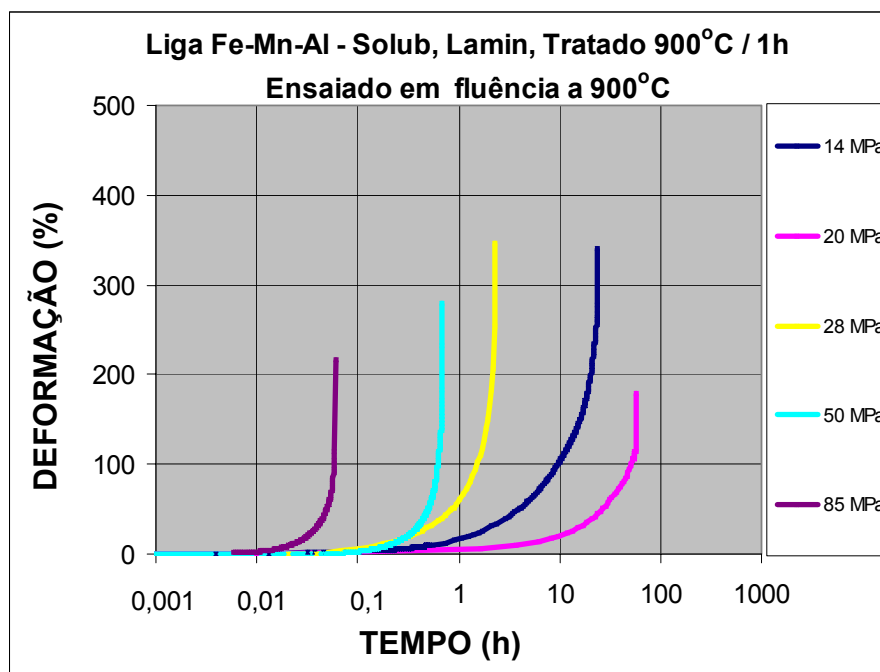


Figura 4.73 Amostras do lote do material na condição SLT3, ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão, em curvas de : deformação x tempo.

A Figura 4.74 apresenta gráfico de queda de resistência a fluência x tempo de ruptura de amostras do lote do material, na condição SLT3, ensaiadas na temperatura de 900°C, em 5 níveis de tensão.

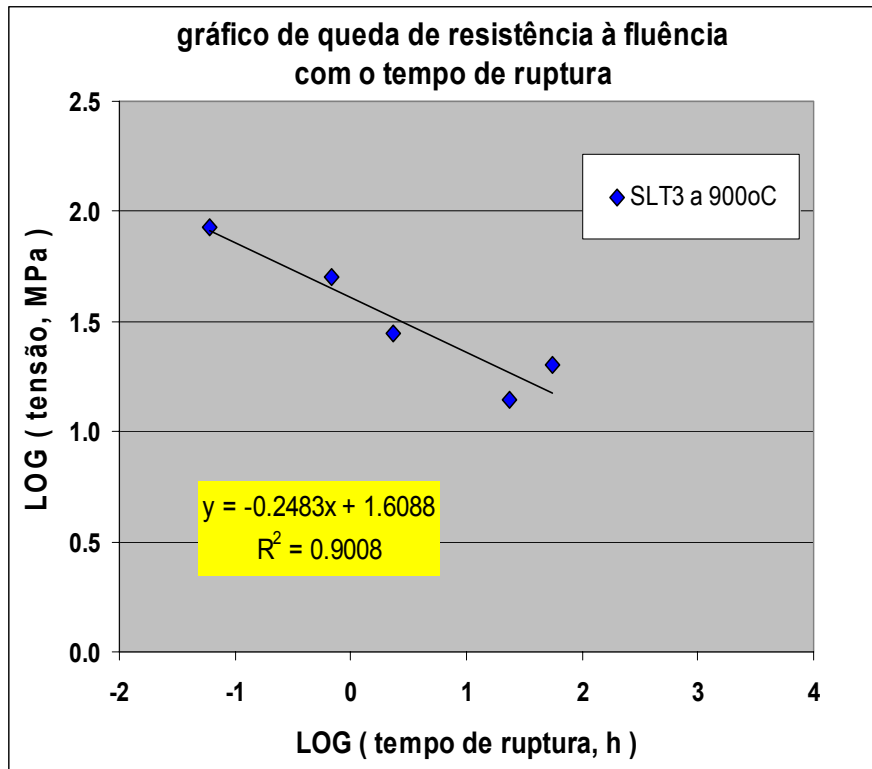
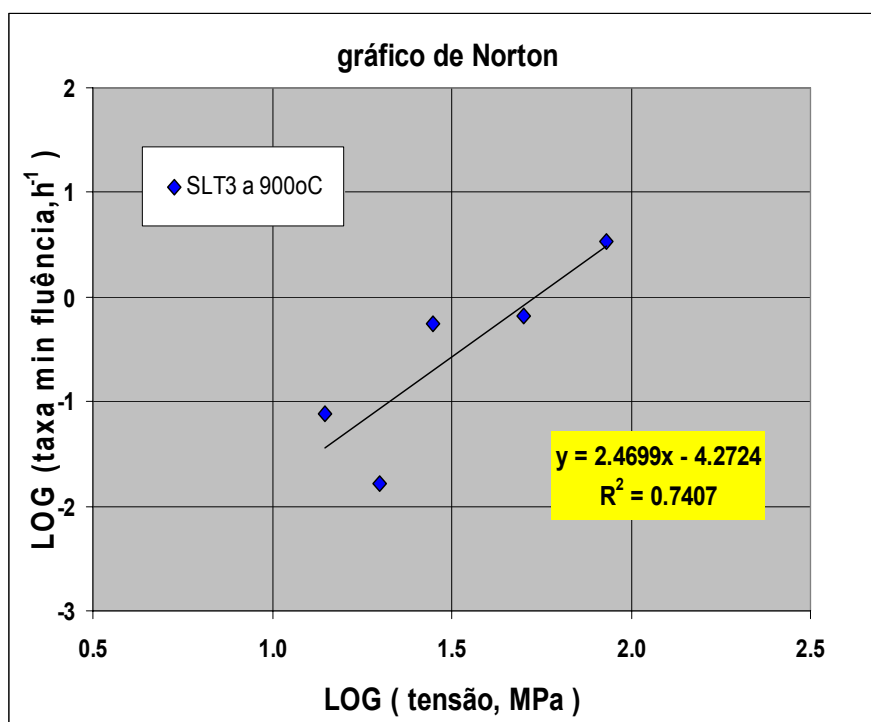
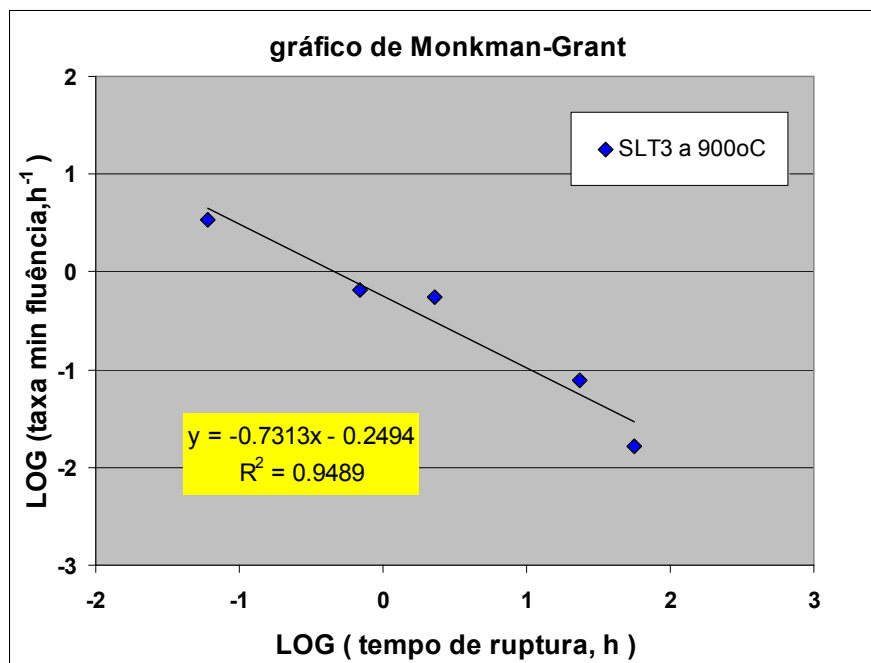


Figura 4.74 Gráfico de queda de resistência x tempo de ruptura, de amostras do lote do material, na condição SLT3, ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão.

A Figura 4.75 apresenta em: 4.75(a) Gráfico de Norton, cujo valor obtido de $n \approx 2,47$ e na Figura 4.75(b) o Gráfico de Monkman-Grant; de amostras do lote do material, na condição SLT3, ensaiadas na temperatura de 900°C, em 5 níveis de tensão.



(a)



(b)

Figura 4.75 Amostras do lote SLT3 ensaiadas a 900°C em 5 níveis de tensão:
 (a) gráfico de Norton; (b) gráfico de Monkman-Grant.

Na Figura 4.76 são apresentados diagramas comparativos entre os comportamentos de fluência do aço da liga Fe-Mn-Al nas condições SLT1, SLT2 e SLT3, nas tensões utilizadas de: 14 MPa; 20 MPa; 28 MPa; 50 MPa e 85 MPa, de amostras ensaiadas por fluência a temperatura de 900°C, do gráfico de queda de resistência a fluência com o tempo de ruptura.

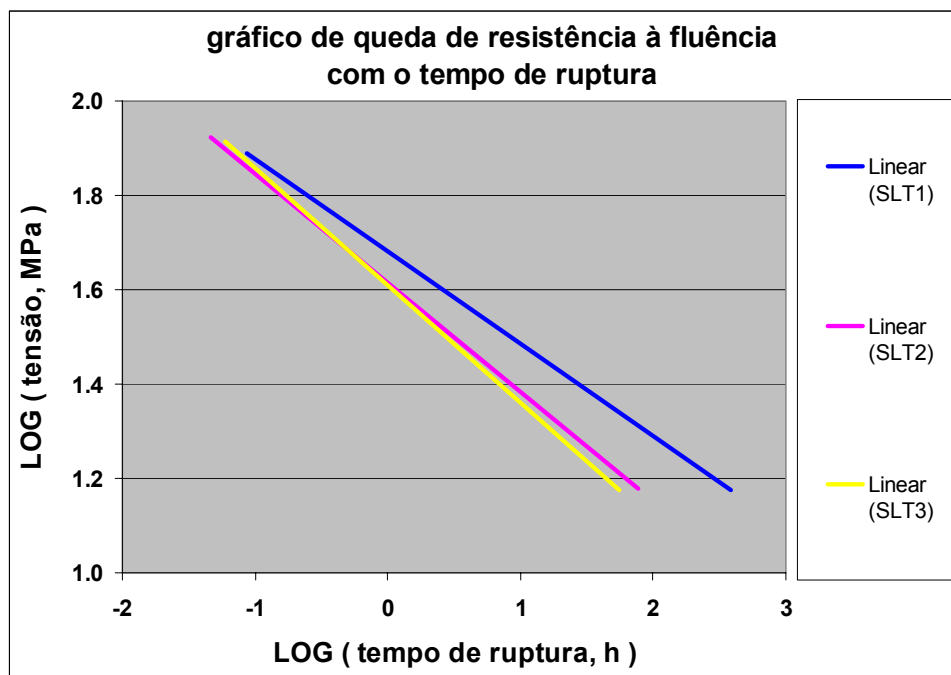
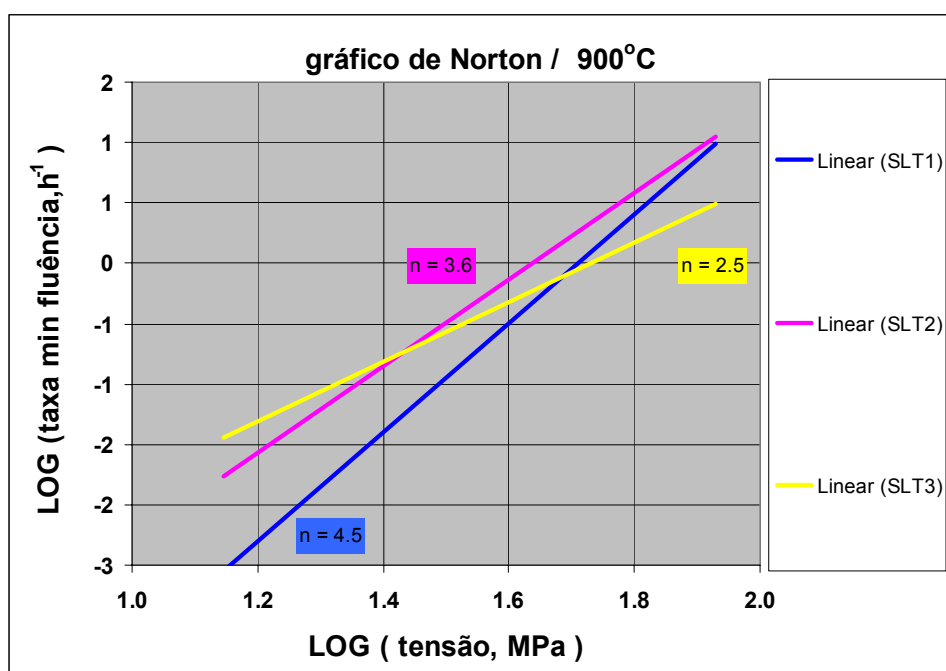
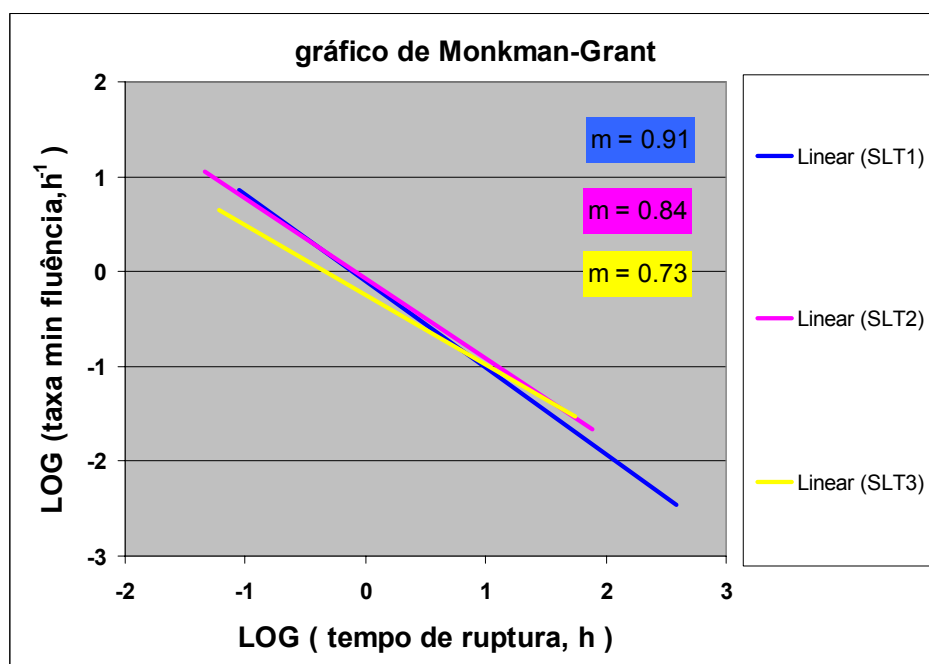


Figura 4.76 Diagramas comparativos entre os comportamentos de fluência da liga Fe-Mn-Al nas condições SLT1, SLT2 e SLT3 gráfico de queda de resistência com o tempo de ruptura.

A Figura 4.77 apresenta diagramas comparativos entre os comportamentos de fluência do aço da liga Fe-Mn-Al, nas condições SLT1, SLT2 e SLT3, nas tensões utilizadas de: 14 MPa; 20 MPa; 28 MPa; 50 MPa e 85 MPa, de ensaios a temperatura de 900°C, através de gráficos de: (a) Norton, evidenciando os valores de n (expoente de tensão); e (b) Monkman-Grant, onde os valores apresentados são de m (expoente do tempo de ruptura t_r), da relação de Monkman-Grant $\dot{\epsilon}_s \cdot t_r^m = K$.



(a)



(b)

Figura 4.77 Diagramas comparativos entre os comportamentos de fluência da liga Fe-Mn-Al nas condições SLT1, SLT2 e SLT3: a) gráfico de Norton; b) gráfico de Monkman-Grant.

4.4 Quarta Etapa do trabalho: complementação do estudo do material na condição SLT2 (que exibiu o melhor comportamento superplástico)

Nesta etapa do trabalho, os ensaios realizados em corpos-de-prova, de aço da liga Fe-Mn-Al, se concentraram no material processado na condição SLT2, por apresentar melhores condições gerais. As amostras foram obtidas a partir de lingote bruto de fusão homogeneizado, laminado e tratado por recozimento, condição SLT2. A partir do qual foram usinados os corpos-de-prova.

4.4.1 Caracterização em tração à temperatura ambiente

A Figura 4.78, por exemplo, mostra o comportamento de um corpo-de-prova do material na condição SLT2, ensaiado a tração na temperatura ambiente (25°C) com $V_T = 0,5 \text{ mm / min}$. Os ensaios nesta nova fase, mostraram um limite de resistência $\sim 400 \text{ MPa}$ mais baixo do que o obtida nos ensaios de tração à temperatura ambiente, da primeira fase do trabalho, como mostrado na Figura 4.1(a).

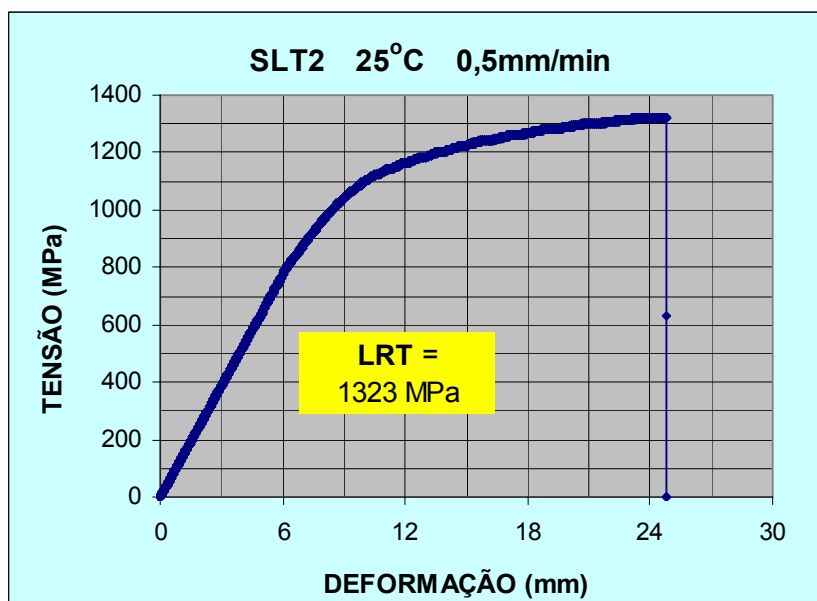


Figura 4.78 Gráfico tensão x deformação com $V_T = 0,5 \text{ mm / min}$ no material SLT2: Limite de Resistência a Tração na temperatura ambiente.

A Figura 4.79 apresenta Gráfico tensão x deformação, na temperatura ambiente, com $V_T = 0,5 \text{ mm / min}$. do material na condição SLT2, onde a Tensão de Escoamento 0,2%.

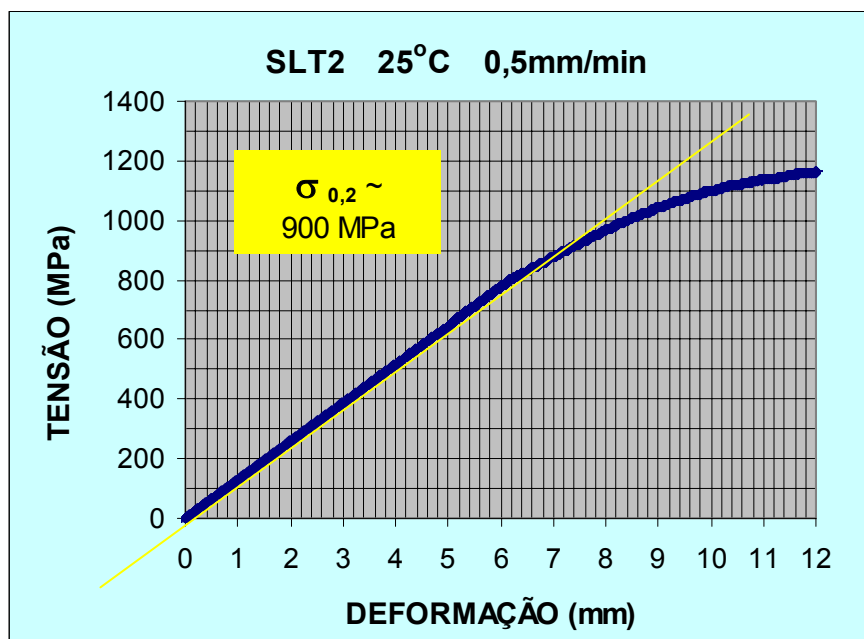


Figura 4.79 Gráfico tensão x deformação com $V_T = 0,5 \text{ mm / min}$ do material na condição SLT2, onde a Tensão de Escoamento 0,2% na temperatura ambiente.

A Figura 4.80 apresenta para o material na condição SLT2, com velocidade de tração constante $V_T = 0,5 \text{ mm / min}$. na temperatura ambiente (25°C), os Parâmetros de encruamento.

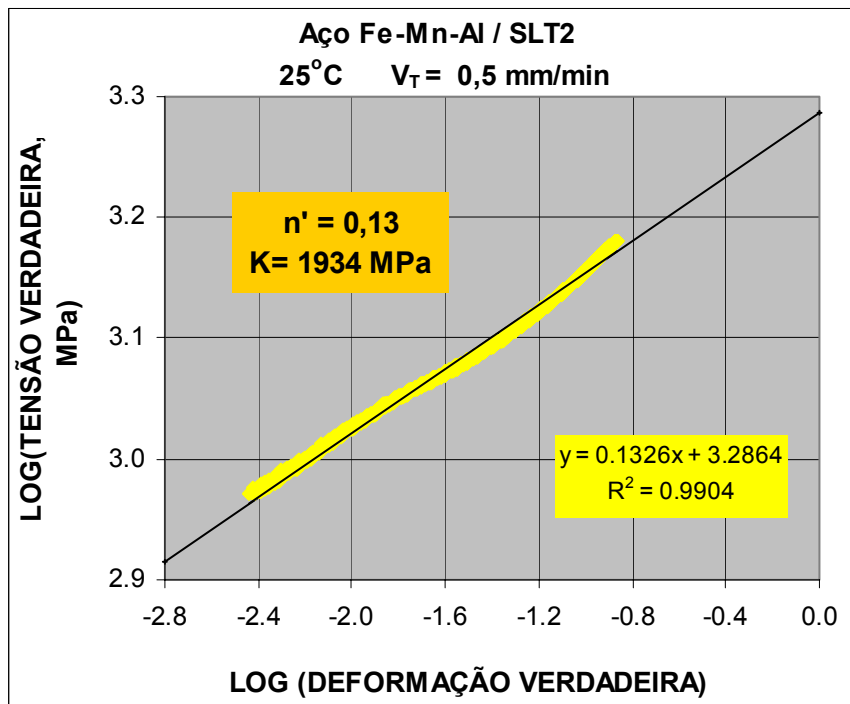


Figura 4.80 Gráfico tensão x deformação com $V_T = 0,5$ mm / min do material na condição SLT2, a temperatura ambiente (25°C) com os parâmetros de encruamento.

A Figura 4.81 apresenta micrografia do aço Fe-Mn-Al, material na condição SLT2, original antes dos ensaios, como as demais micrografias, medido o tamanho de grão por meio de teste circular de Hilliard [150], apresentando tamanho médio de grão $G = 13$, com desvio padrão 0,3, conforme número de tamanho de grão equivalente ASTM (especificação E112).

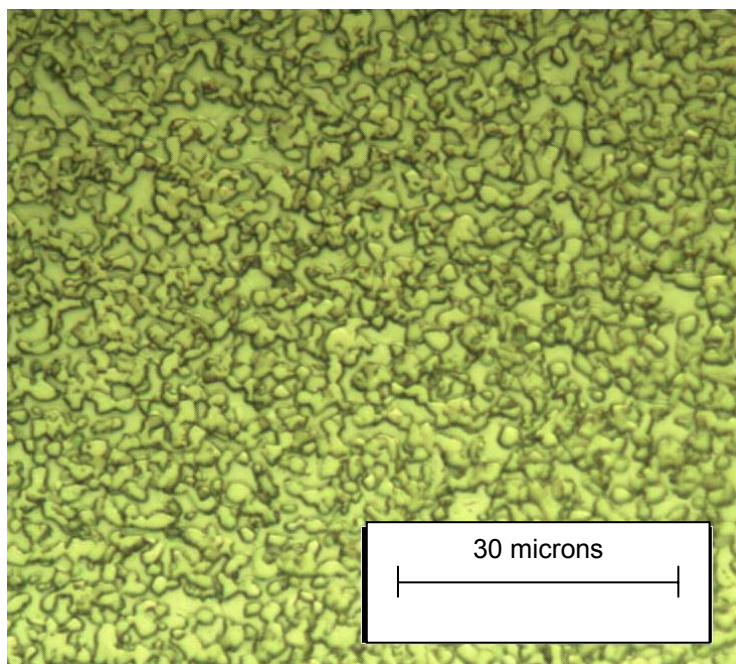


Figura 4.81 Micrografia do material SLT2, original antes dos ensaios, com tamanho médio $d = 3,98 \pm 0,3 \mu\text{m}$, equivalente ao tamanho de grão ASTM $G \approx 13,8$ (especificação E112).

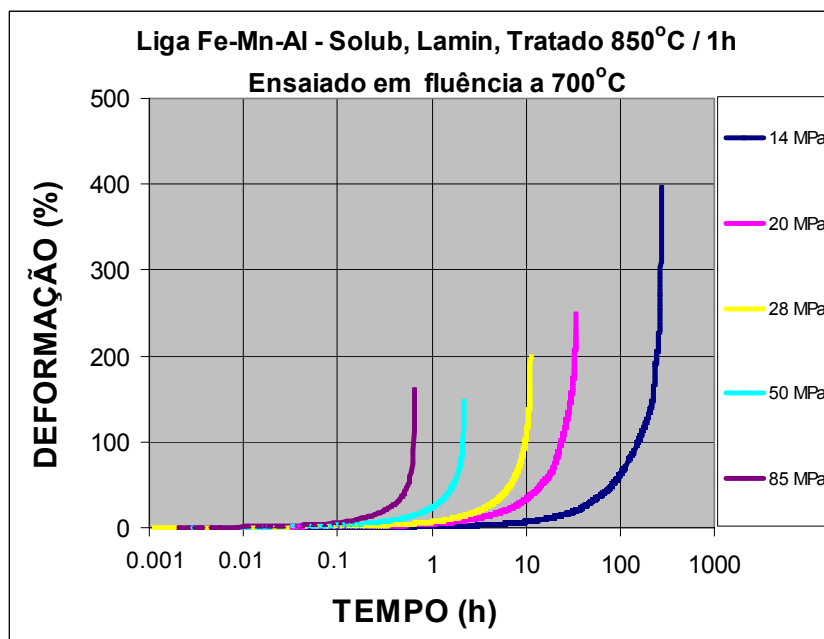
4.4.2 Ensaios de Fluência a carga constante, até a ruptura

Os ensaios de fluência foram realizados à carga constante, com os valores dos 5 níveis de tensão anteriormente adotados, critério utilizado para associar o limite de resistência de tensão, dos ensaios de tração a quente, com as taxas de deformação, do par tensão máxima / deformação, considerando-se os valores estimados de m mais característicos, já utilizados nos ensaios de fluência a carga constante, mantidas as tensões selecionadas das análises iniciais a 900°C . Assim as tensões iniciais utilizadas foram: 14MPa; 20MPa; 28MPa; 50MPa e 85MPa.

Os ensaios de fluência, para a liga Fe-Mn-Al na condição SLT2, foram realizados com carga constante nas temperaturas de 700°C e 800°C , mantidas as tensões anteriores para efeito de comparação.

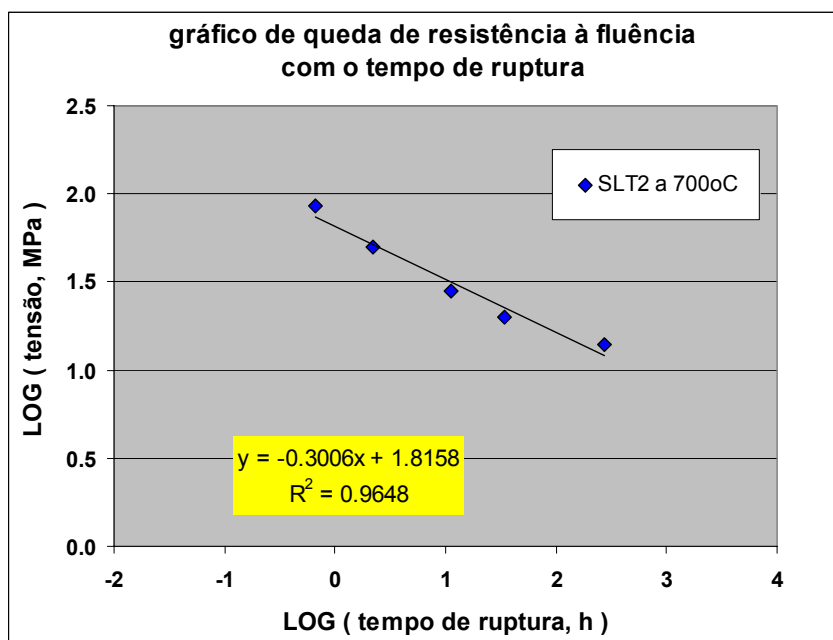
A partir dos dados mecânicos destes ensaios, foram plotadas as curvas dos gráficos : (a) taxa de deformação x tempo; (b) queda de resistência x tempo de ruptura ; (c) de Norton; e (d) de Monkman-Grant.

Na Figura 4.82 é apresentado o resultado de ensaios de fluência do material na condição SLT2, a temperatura de 700°C com gráfico de curvas de deformação x tempo nos 5 níveis de tensão.



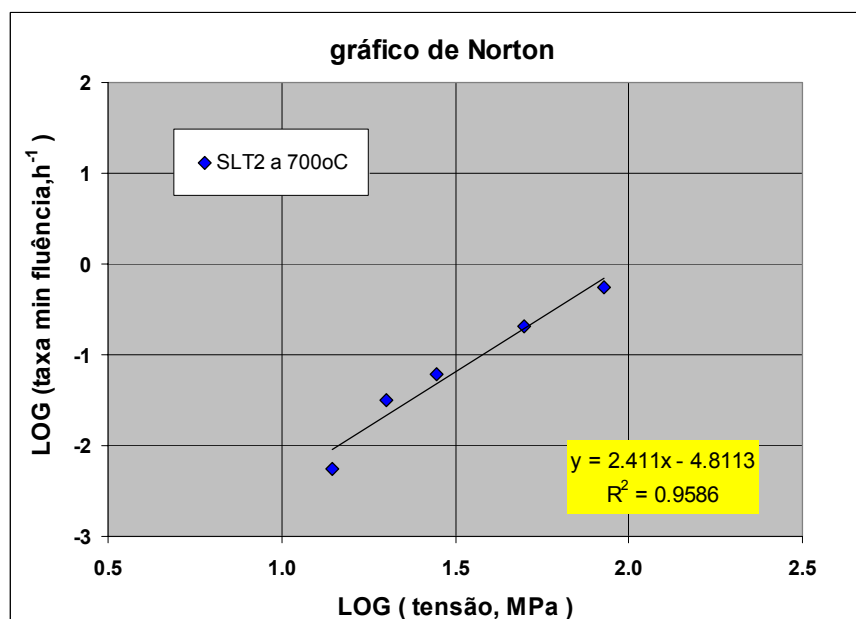
Figuras 4.82 Amostras do lote do material, na condição SLT2, ensaiadas a 700°C, em 5 níveis de tensão, em gráfico curvas de deformação x tempo.

Na Figura 4.83 é apresentado o resultado de ensaios de fluência do material na condição SLT2, em 5 níveis de tensão e a temperatura de 700°C, plotado em gráfico de queda de resistência x tempo de ruptura [h];



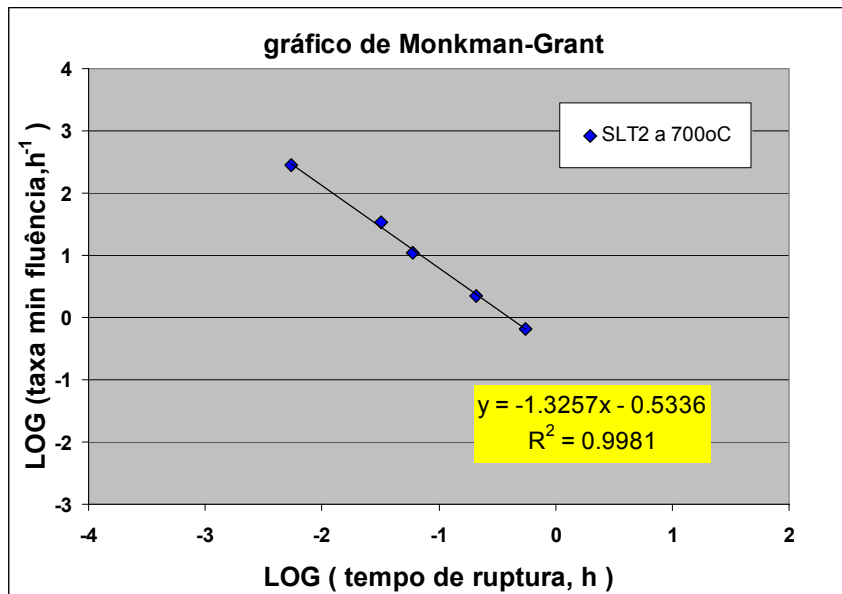
Figuras 4.83 Amostras do lote do material, na condição SLT2, ensaiadas a 700°C, em 5 níveis de tensão, em gráfico de queda de resistência x tempo de ruptura.

Na Figura 4.84 é apresentado o resultado de ensaios de fluência do material na condição SLT2, a temperatura de 700°C, em 5 níveis de tensão, com gráfico de Norton, no qual o valor obtido de $n \approx 2,41$.



Figuras 4.84 Gráfico de Norton, material SLT2, a 700°C em 5 níveis de tensão.

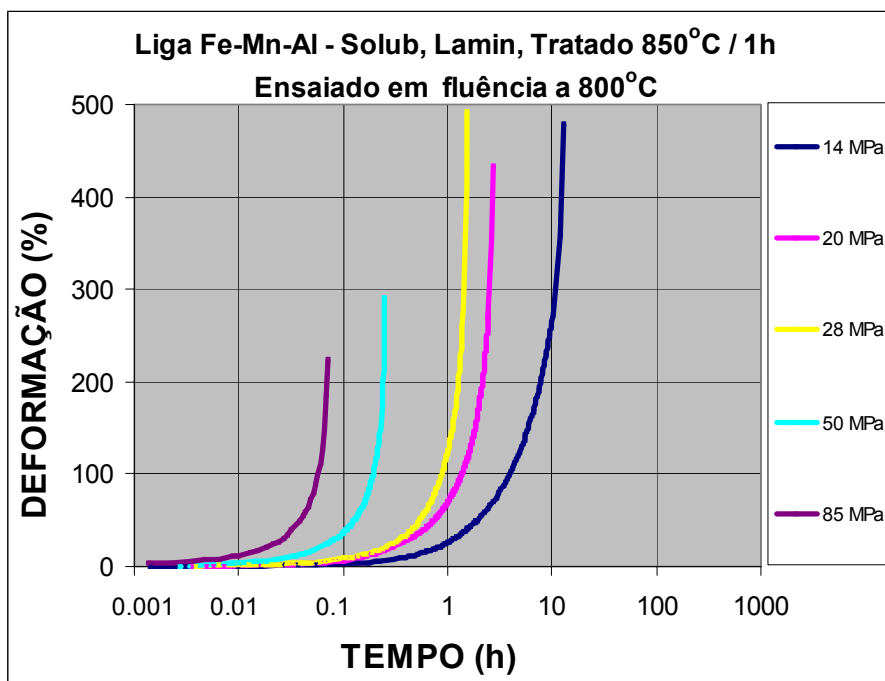
Na Figura 4.85 é apresentado o resultado de ensaios de fluência do material na condição SLT2, a temperatura de 700°C, em 5 níveis de tensão, com gráfico de Monkman-Grant.



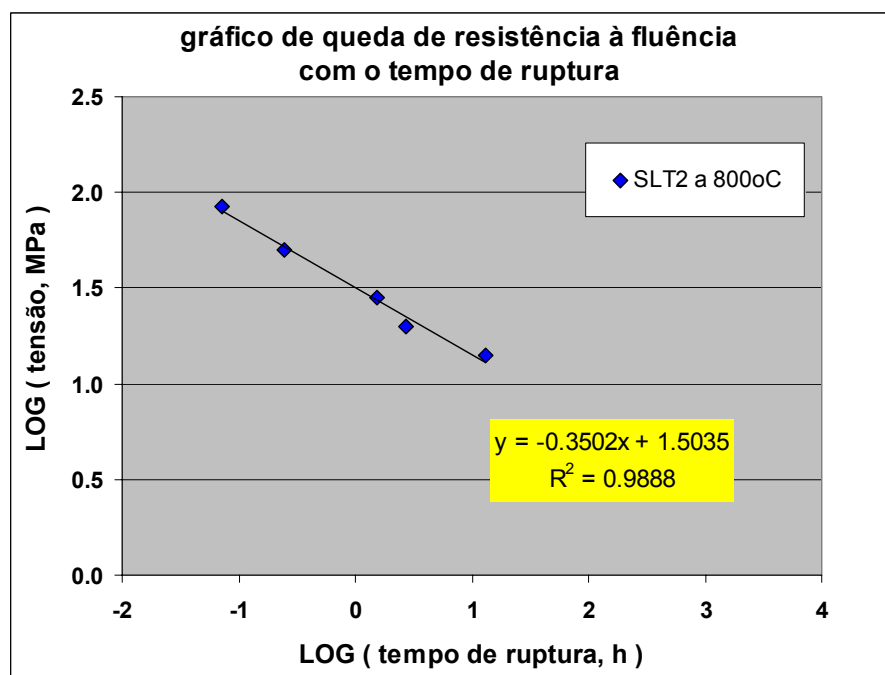
Figuras 4.85 Amostras do lote do material, na condição SLT2, ensaiadas a 700°C, em 5 níveis de tensão, em gráfico de Monkman-Grant.

As Figuras a seguir, Figuras 4.86 e 4.87, apresentam para o material na condição SLT2, nos mesmos 5 níveis de tensão, os valores obtidos plotados nos mesmos tipos de gráficos, desta vez porém de amostras ensaiadas a temperatura de 800°C.

A Figura 4.86 apresenta, do material na condição SLT2, ensaiado a 800°C, nos 5 níveis de tensão em gráfico de: (a) taxa de deformação x tempo; (b) queda de resistência x tempo de ruptura.



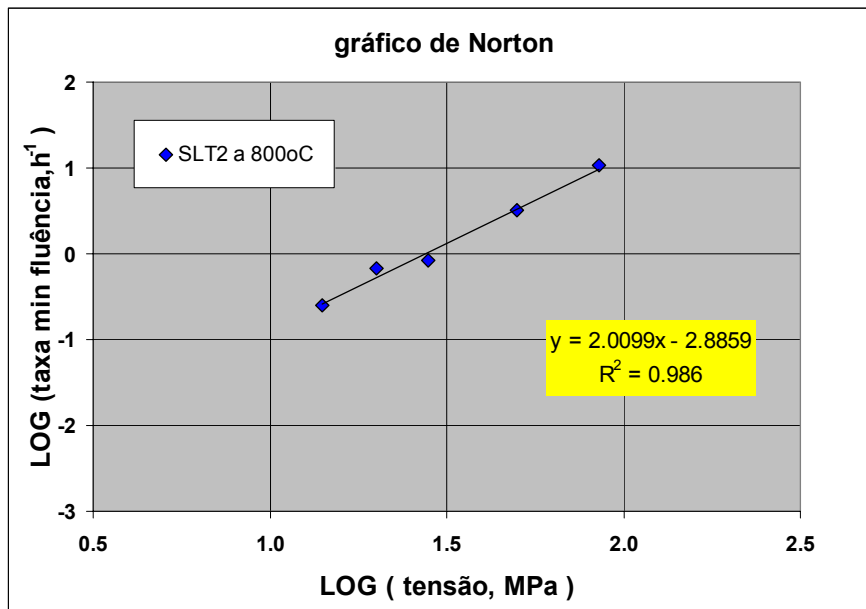
(a)



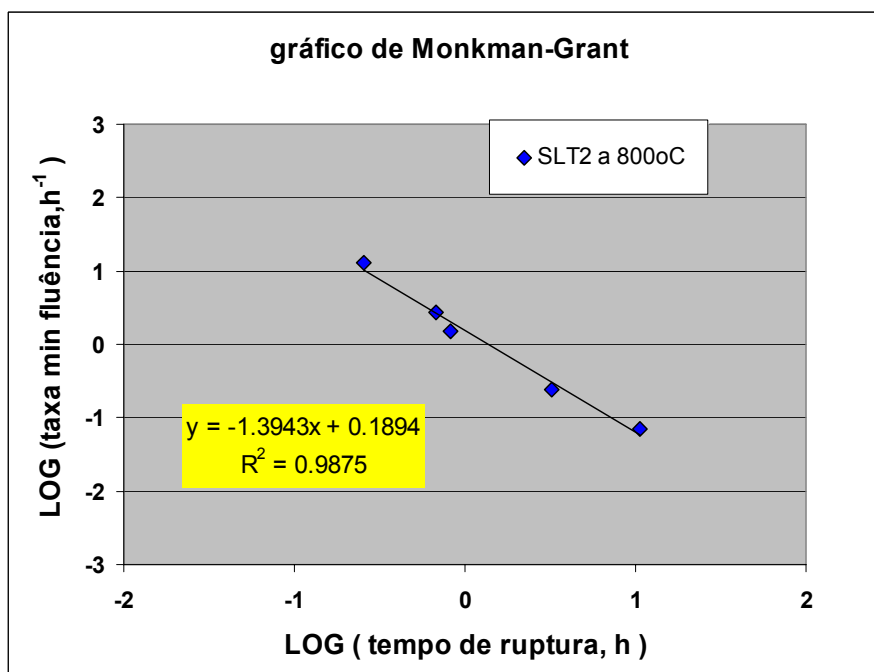
(b)

Figuras 4.86 Amostras do lote SLT2 ensaiadas a 800°C em 5 níveis de tensão: (a) curvas de deformação x tempo; (b) queda de resistência x tempo de ruptura.

Na Figura 4.87, para o material nas mesmas condições são apresentados respectivamente os gráficos de: (a) de Norton; e (b) de Monkman-Grant.



(a)



(b)

Figuras 4.87 Amostras do lote SLT2 ensaiadas a 800°C em 5 níveis de tensão:
(a) gráfico de Norton; (b) gráfico de Monkman-Grant.

A Figura 4.88, apresenta curvas de deformação x tempo, plotada de resultados obtidos de amostra do material na condição SLT2, ensaiado a temperatura de 850°C e tensões de escoamento de 20 MPa 28 MPa.

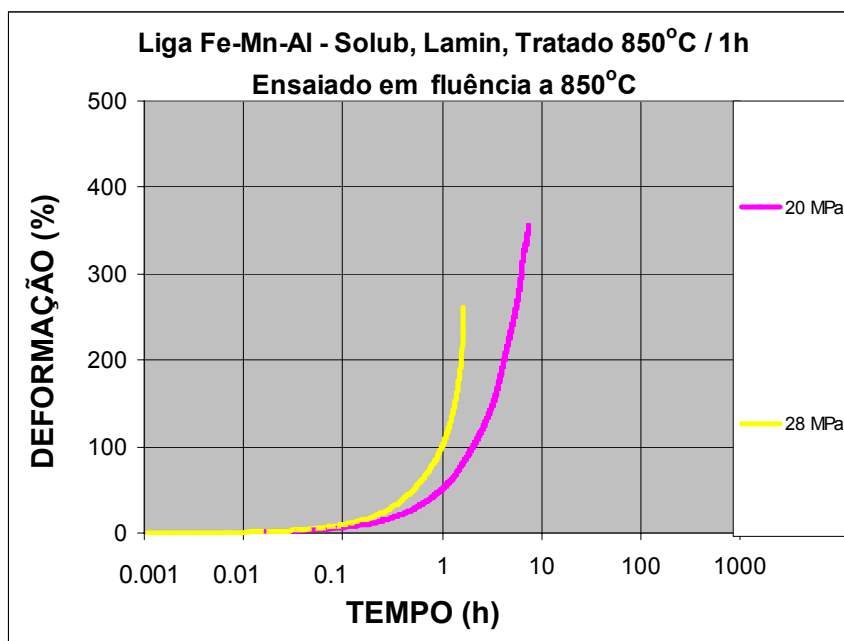


Figura 4.88 Amostras do lote SLT2 ensaiadas a 850°C em 2 níveis de tensão: curvas de deformação x tempo.

Na Figura 4.89 os gráficos da deformação x tempo, plotados de amostras do material na condição SLT2, ensaiados em fluência nas tensões de: (a)14 MPa; (b) 20 MPa; foram agrupados nas várias temperaturas por tensão de ensaio, para efeito de comparação.

Observa-se nesta Figura 4.89 e nas seguintes, de comparação das curvas de deformação X tempo, nas várias temperaturas por tensão de ensaio, que a medida que a temperatura se eleva a partir de 600°C, as curvas vão se deslocando para a esquerda. Observa-se porém, uma inversão de tendência, ocorrendo a partir da isotérmica a 800°C, voltando as curvas a se deslocarem para a direita, contrariando assim a tendência esperada.

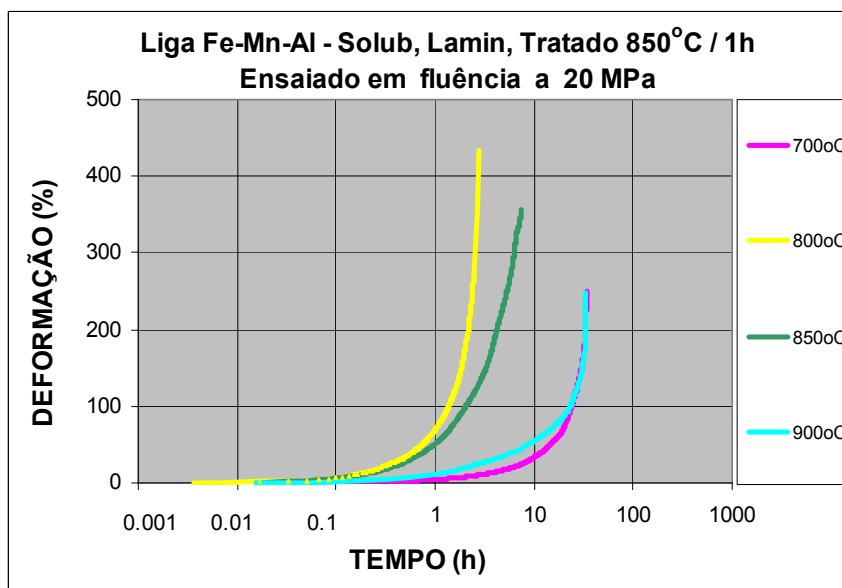
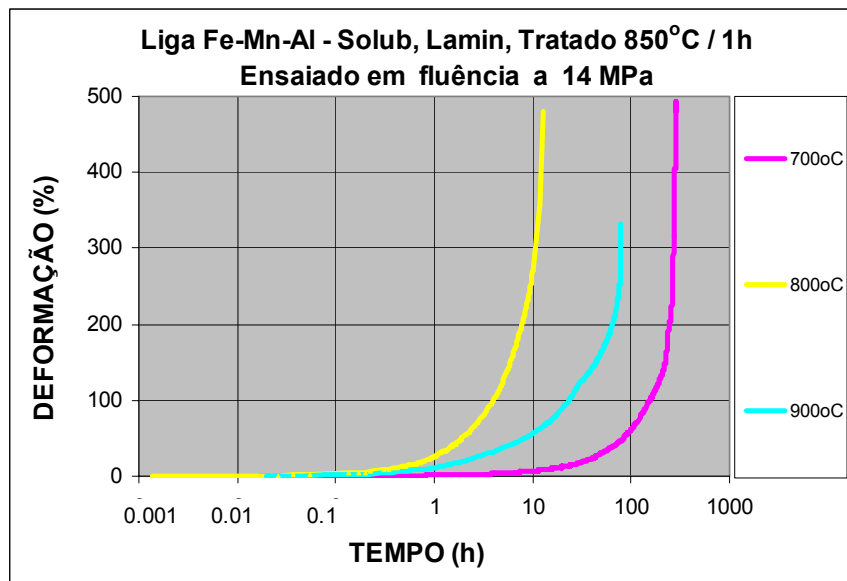
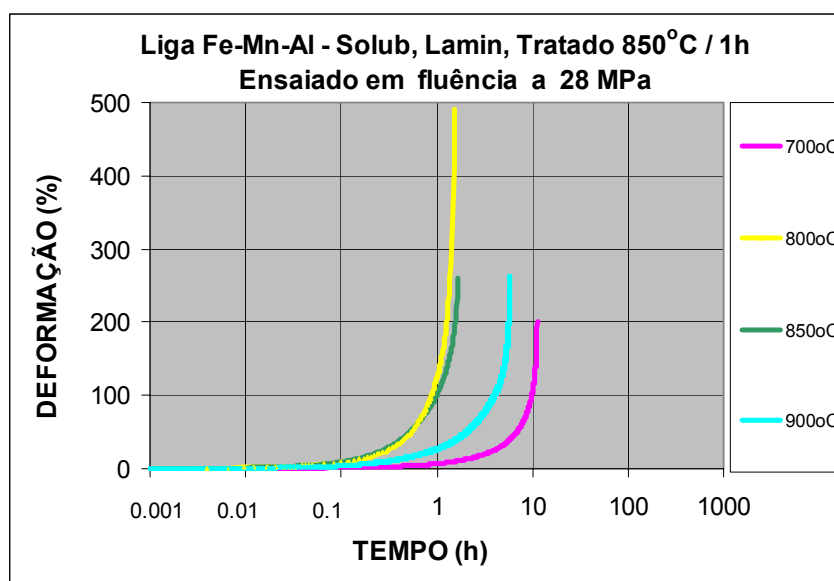
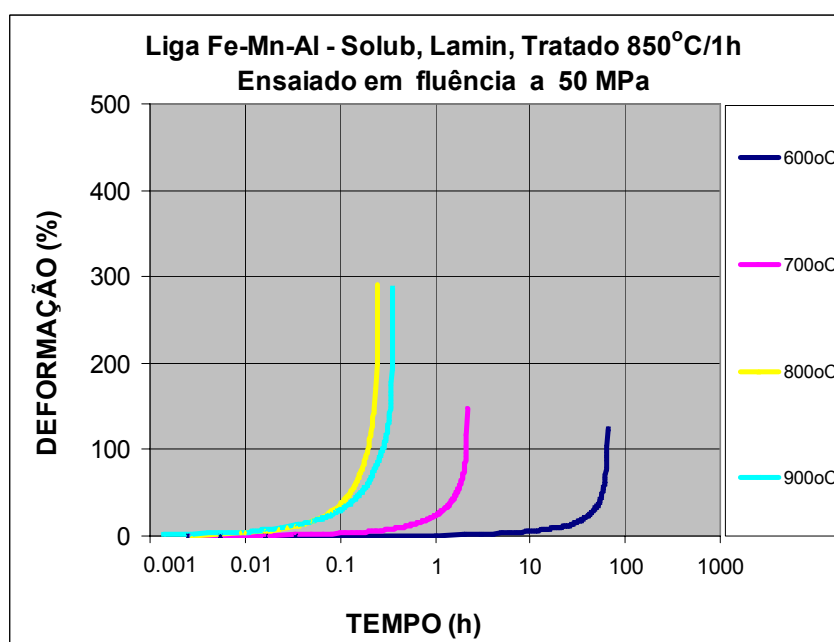


Figura 4.89 Gráficos da taxa de deformação x tempo, do material SLT2, agrupados nas várias temperaturas de ensaio, nas tensões de: (a) 14 MPa; (b) 20 MPa.

Na Figura 4.90 gráficos da deformação x tempo, material condição SLT2, ensaiados em fluência, tensões de: (a) 28 MPa; (b) 50 MPa; foram agrupados nas várias temperaturas por tensão de ensaio, para efeito de comparação.



(a)



(b)

Figura 4.90 Gráficos da taxa de deformação x tempo, do material SLT2, agrupados nas várias temperaturas de ensaio, nas tensões de: (a) 28 Mpa e (b) 50 Mpa.

Na Figura 4.91 gráfico deformação x tempo, material condição SLT2, tensão 85 MPa; agrupados nas várias temperaturas, para comparação.

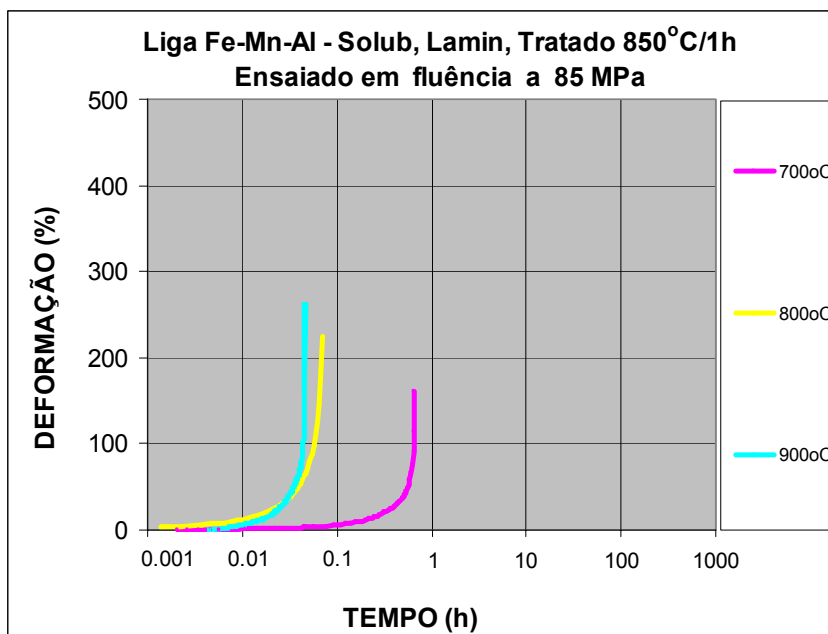


Figura 4.91 Gráfico da taxa de deformação x tempo, do material SLT2, agrupados nas temperaturas de ensaio, e tensão de 85 Mpa.

4.4.3 Ensaio de Tração até a ruptura com V_T constante a 800°C

Na Figura 4.92, para o material na condição SLT2, é apresentado um gráfico comparativo de curvas de tensão verdadeira x deformação logarítmica, em diferentes V_T (velocidades de tração) para uma mesma temperatura de ensaio, 800°C.

Assim como as curvas comparativas da primeira etapa deste trabalho, é nítida a tendência de aumento do limite de resistência (tensão máxima) com o aumento da V_T e o deslocamento das curvas para a direita, com diminuição da deformação ϵ_r , e aumento da influência de n' (expoente de encruamento) em relação a m (expoente de sensibilidade a taxa de deformação). Em velocidades de tração (V_T) mais baixas observa-se o aumento da deformação ϵ_r , e acentuada diminuição do limite de resistência, a influência de n' praticamente desaparece, observando-se a crescente influência de m (expoente de sensibilidade a taxa de deformação).

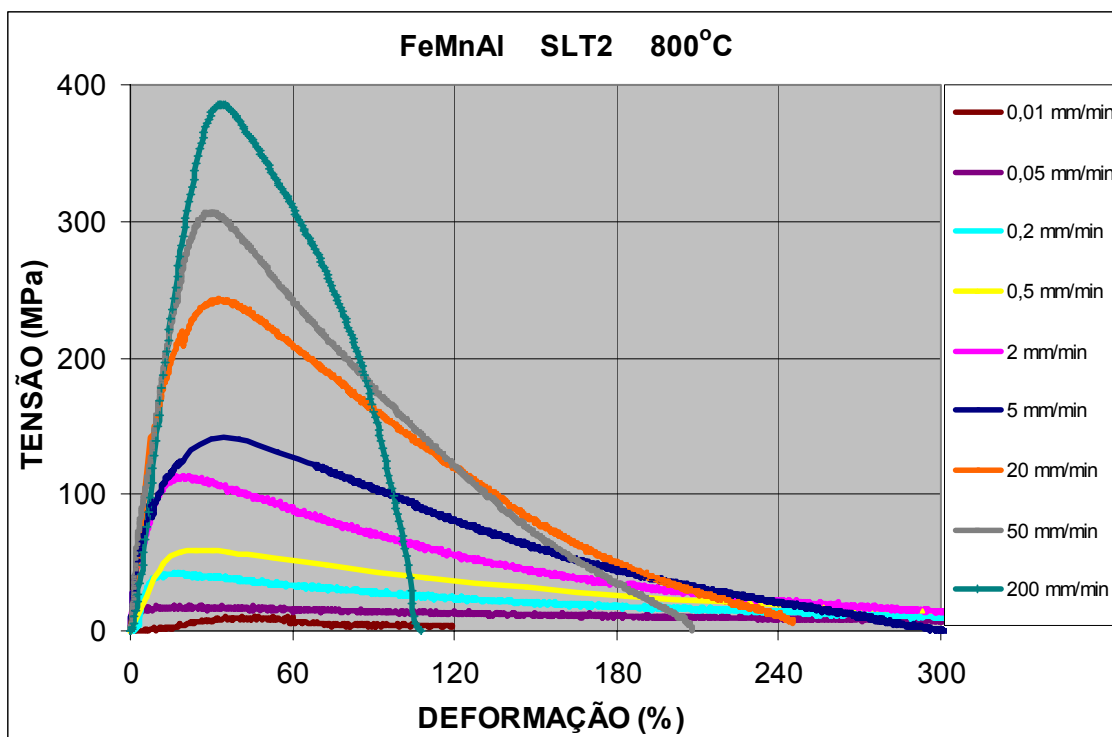


Figura 4.92 Gráfico de curvas tensão real x deformação logarítmica para a temperatura 800°C comparativo de diferentes V_T .

A Figura 4.93 ilustra a aparência de corpos-de-prova tracionados em diferentes alongamentos após ruptura (ϵ_r) com V_T constante, em várias velocidades de tração (V_T), na temperatura de 800°C. Da Figura 4.93 observa-se que os melhores resultados de alongamento na faixa de deformação acima de 600 %, chegando na marca de 660 % com $V_T = 0,5$ mm / min. Valor de alongamento este praticamente o dobro, se comparado com aquele obtido na primeira etapa deste trabalho obtido de amostras do material na condição SL (sem recozimento) ensaiadas a tração, conforme mostrado na Figura 4.7.

Nesta terceira etapa de ensaios, o efeito superplástico foi mais pronunciado a taxa de deformação inicial de $\dot{\epsilon} = 2,47 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$.

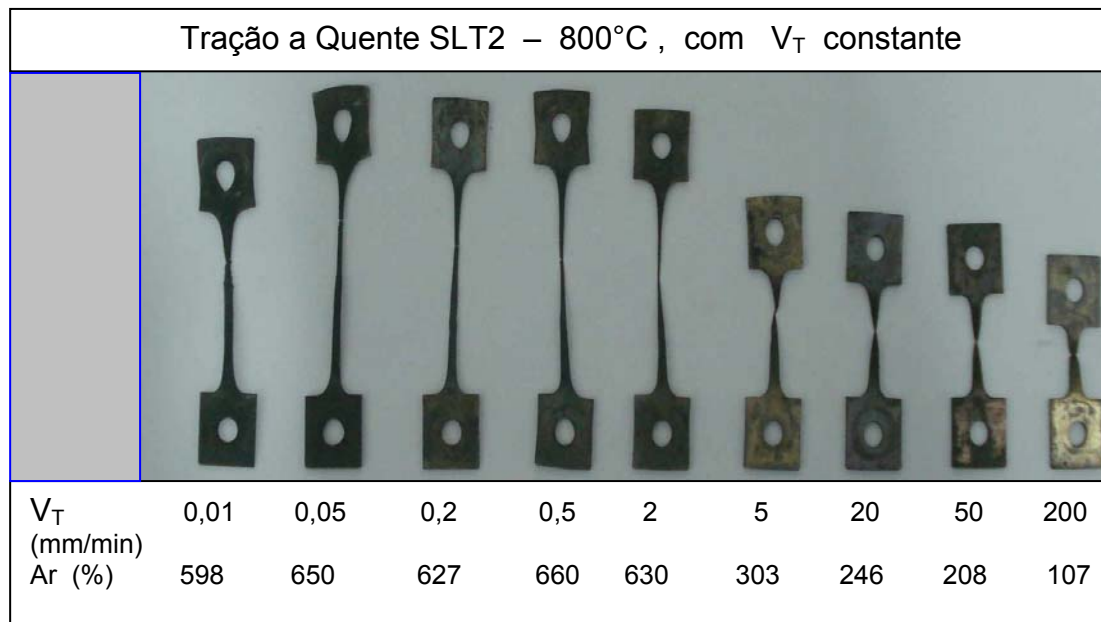


Figura 4.93 Corpos-de-prova tracionados a 800°C com V_T constante, com diferentes alongamentos após ruptura em várias velocidades de tração.

A Figura 4.94 apresenta o gráfico log (tensão real máxima) x log (taxa de deformação real) dos ensaios de tração com V_T constante, na temperatura de 800°C, proveniente das curvas apresentadas na Figura 4.92, observa-se na região II que o expoente de sensibilidade a taxa de deformação apresenta valor $m = 0,54$. Este valor de m , se aproxima do valor obtido com os ensaios realizados a temperatura de 800°C, com saldos em V_T como apresentados nas Figuras 4.50(a) e 4.52(a).

Na seção seguinte são apresentados os valores do expoente de tensão (n) e valores da energia de ativação por fluência (Q_f) nas várias temperaturas de ensaio. Valores estes apresentados inicialmente sem correções, e apresentando na sequência o efeito das correções nos valores obtidos.

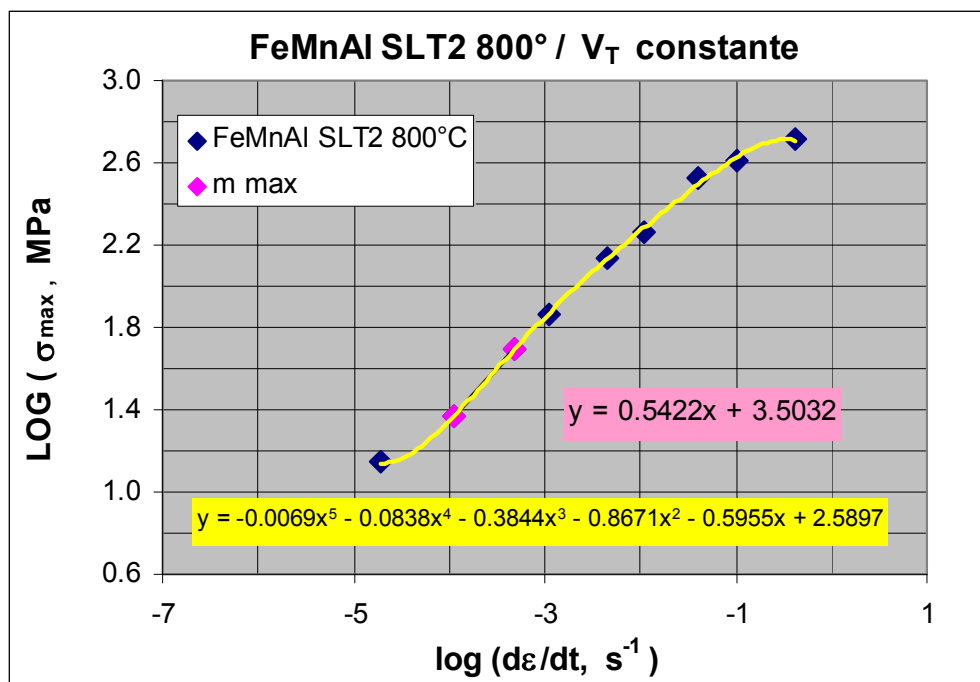


Figura 4.94 Gráfico de log (tensão real máxima) x deformação logarítmica, na temperatura de 800°C, dos ensaios de tração com V_T constante (corrigido).

4.4.4 Valores do Expoente de Tensão (n) e a Energia de Ativação (Q_f) para Fluência

O gráfico de Norton, através do qual podem ser obtidos os valores de n (expoente de tensão) nas várias temperaturas de ensaio, é apresentado inicialmente sem as devidas correções. Após a apresentação do gráfico de Arrhenius, na seqüência de figuras, é mostrado um levantamento em detalhes das taxas iniciais e taxas mínimas, apresentado de forma comparativa, em várias temperaturas e nas tensões de ensaio. Tal estudo permitiu que os gráficos de Norton fossem apresentados em seguida, com as respectivas correções de dados de taxa mínima, nas temperaturas de ensaio.

A Figura 4.95 mostra o gráfico de Norton, do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, onde estão plotadas as isotermas nas várias temperaturas de ensaio, apresentando os respectivos valores de n (expoente de tensão), para Log (taxa mín. nominal fluência, h^{-1}) x Log (tensão nominal, MPa).

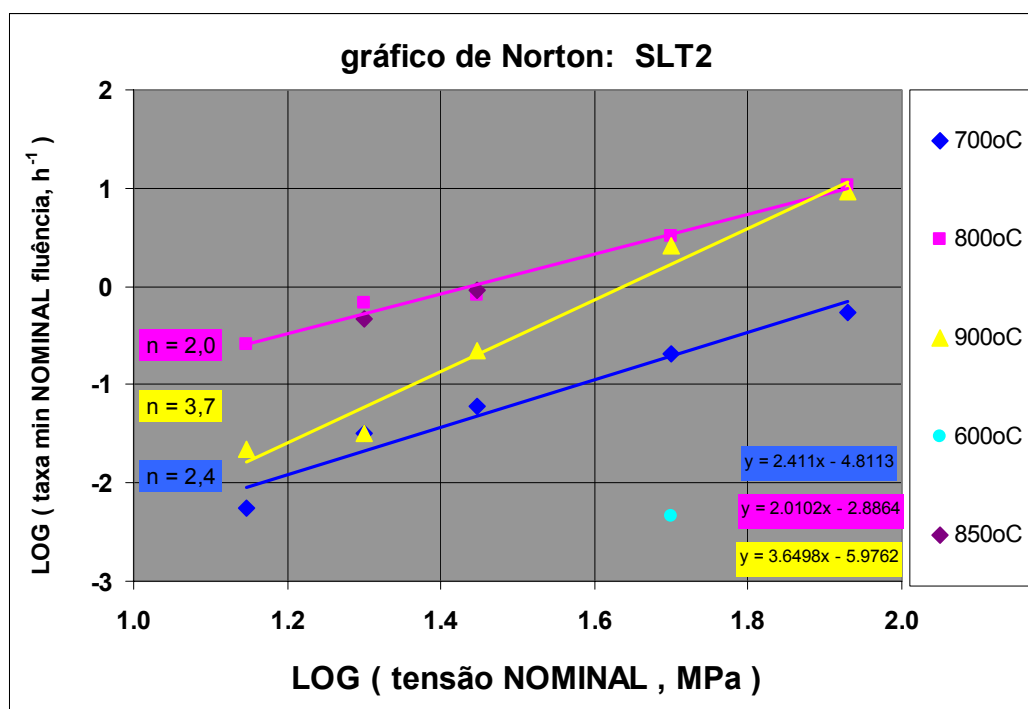


Figura 4.95 Gráfico de Norton do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, com os valores de n , onde t_x a 800°C > t_x a 900°C.

O gráfico de Arrhenius, através do qual podem ser obtidos os valores de energia de ativação (Q_f) nas várias tensões de ensaio, é apresentado inicialmente sem as devidas correções, como da variação do módulo elástico com a temperatura, que realizadas promoverão uma diminuição no valor de Q_f de ~ 15 a 20%. Através da energia de ativação é possível confirmar se o mecanismo de difusão corresponde àquele característico do comportamento do material que se está pesquisando, no caso deslizamento de contornos de grãos.

A Figura 4.96 apresenta o gráfico de Arrhenius / $\sigma_{nominal}$, onde estão plotadas as linhas de isotensão nas várias tensões de ensaio, com os respectivos valores de energia de ativação Q_f do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2. Nesta figura observa-se a inversão de tendência a partir da tensão de 28 MPa. Na região de 600 a 800°C obteve-se um valor médio de $Q_f = 264$ kJ/mol. Valores inferiores foram encontrados para este parâmetro quando se consideram as taxas mínimas reais e as taxas iniciais de fluência, como será apresentado posteriormente.

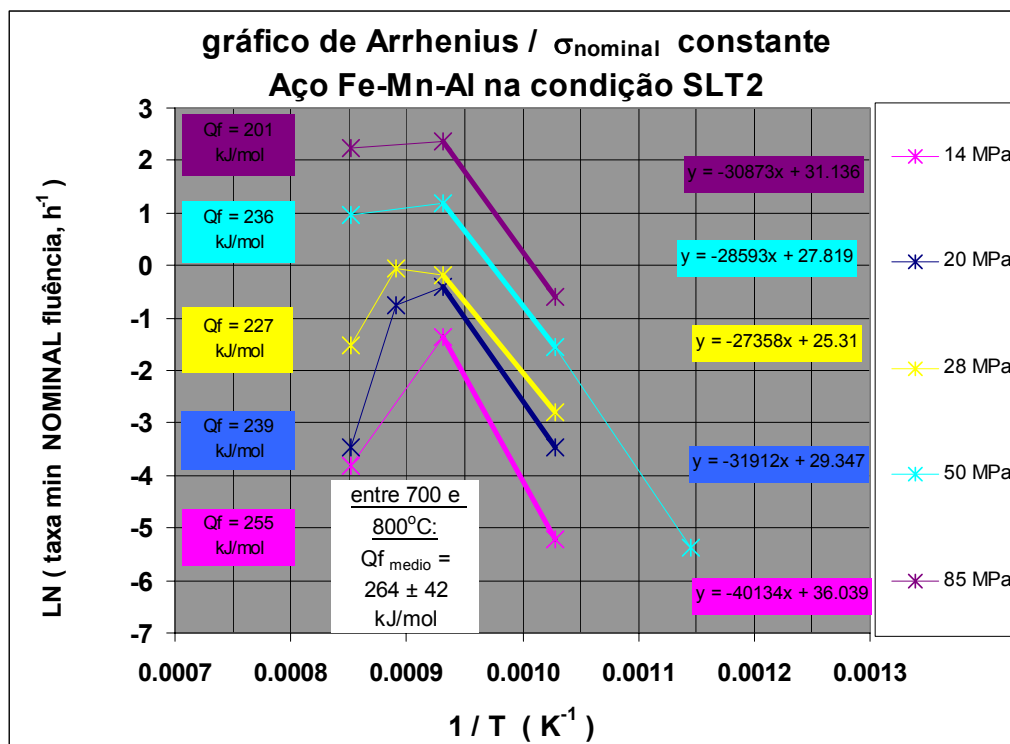


Figura 4.96 Gráfico de Arrhenius do aço Fe-Mn-Al, na condição SLT2, nos diferentes níveis de tensão e com as energias de ativação Q_f associadas a cada uma das curvas.

No ensaio de fluência a deformação inicial ϵ_0 , sofrida pelo corpo-de-prova logo no início da aplicação da carga é constituída de componentes elástico e plástico difíceis de se diferenciar. O valor da taxa de deformação mesmo no estágio secundário-2 (Figura 2.10) é também denominada de taxa mínima de fluência.

Os valores de n nos gráficos de Norton, obtidos dos ensaios de fluência no regime superplástico pesquisado, no entanto, que apresentaram grandes alongamentos, mesmo no estágio primário – 1 (Figura 2.10) quando ocorrido, necessitaram que as taxas mínimas nominais fossem corrigidas para se obter as taxas reais, e taxas iniciais. Estes resultados permitiram uma análise mais precisa das possíveis tendências de variação das taxas mínimas, e assim do expoente de tensão n , conseqüentemente do expoente de sensibilidade à taxa de deformação m , uma vez que são relacionados.

A Tabela 4.2 a seguir exemplifica a correção dos dados de taxa nominal para a temperatura de 900°C.

Tabela 4.2 Dados de fluência do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2 a 900°C.

Dados de Fluência do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2 a 900°C										
T (°C)	S (MPa)	Taxmin NOMINAL (h ⁻¹)	t _r (h)	e _r (%)	e _{taxmin} (%)	Taxmin REAL (h ⁻¹)	σ (MPa)	LOG taxmin	LOG t _r	LOG σ
900	14	0.025401	77.13	331	124.009	0.01134	31.36	-1.945	1.887	1.496
900	20	0.031669	32.85	248	71.774	0.01844	34.35	-1.734	1.517	1.536
900	28	0.22072	5.830	263	37.865	0.1601	38.60	-0.796	0.766	1.587
900	50	2.6279	0.360	287	24.004	2.1192	62.00	0.326	0.444	1.792
900	85	9.2783	0.046	262	6.800	8.68758	90.78	0.939	1.337	1.958

Na Figura 4.97 é apresentado o gráfico de Norton com a taxa mínima real na forma logarítmica em h⁻¹, para as amostras ensaiadas a fluência do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, na temperatura de ensaio de 700°C.

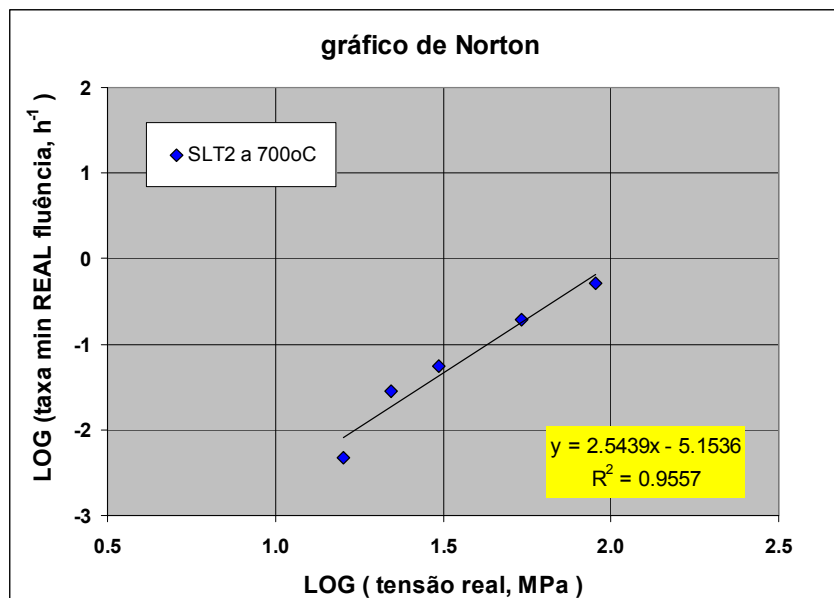


Figura 4.97 Gráfico de Norton com taxa mínima real na forma logarítmica h⁻¹, na temperatura de ensaio: 700°C.

Na Figura 4.98 é apresentado o gráfico de Norton com a taxa mínima real na forma logarítmica em h⁻¹, para as amostras ensaiadas a fluência do aço

Fe-Mn-Al na condição SLT2, na temperatura de ensaio de 800°C.

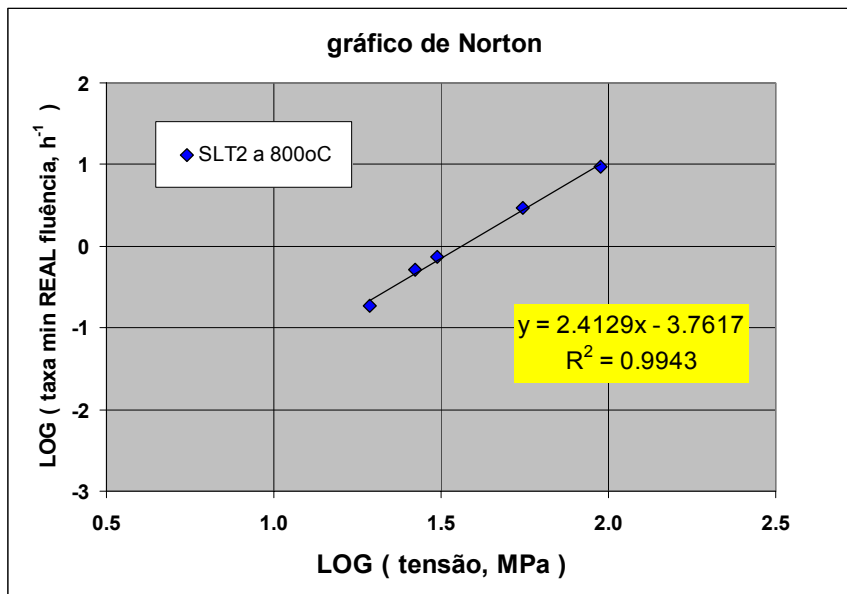


Figura 4.98 Gráfico de Norton com taxa mínima real na forma logarítmica h^{-1} , na temperatura de ensaio: 800°C.

Na Figura 4.99 é apresentado o gráfico de Norton com a taxa mínima real na forma logarítmica em h^{-1} , para as amostras ensaiadas a fluência do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, na temperatura de ensaio de 900°C.

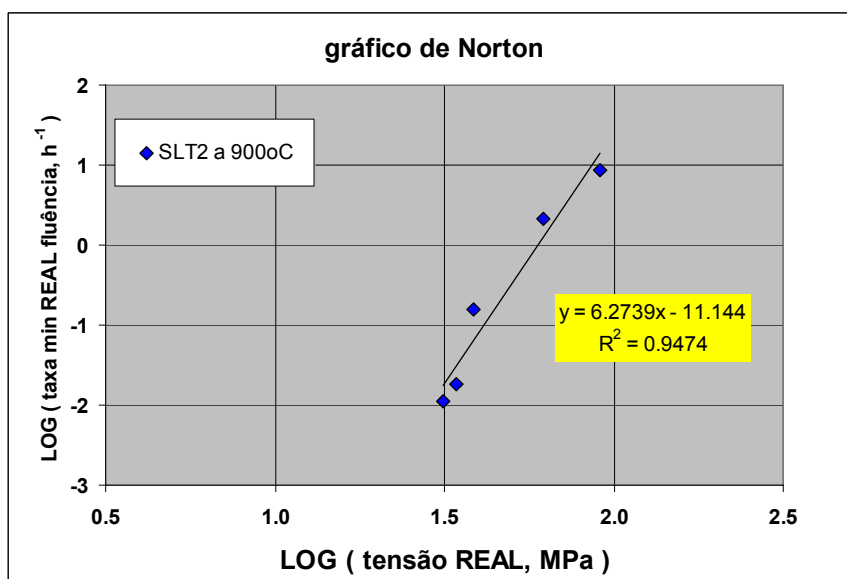


Figura 4.99 Gráfico de Norton com taxa mínima real e h^{-1} , na temperatura de ensaio: 900°C.

A Figura 4.100 apresenta o valor de taxa mínima real de gráfico de Norton na forma logarítmica em h^{-1} , de amostras de aço Fe-Mn-Al ensaiadas a temperatura de 900°C, na condição SLT1. (b) SLT3.

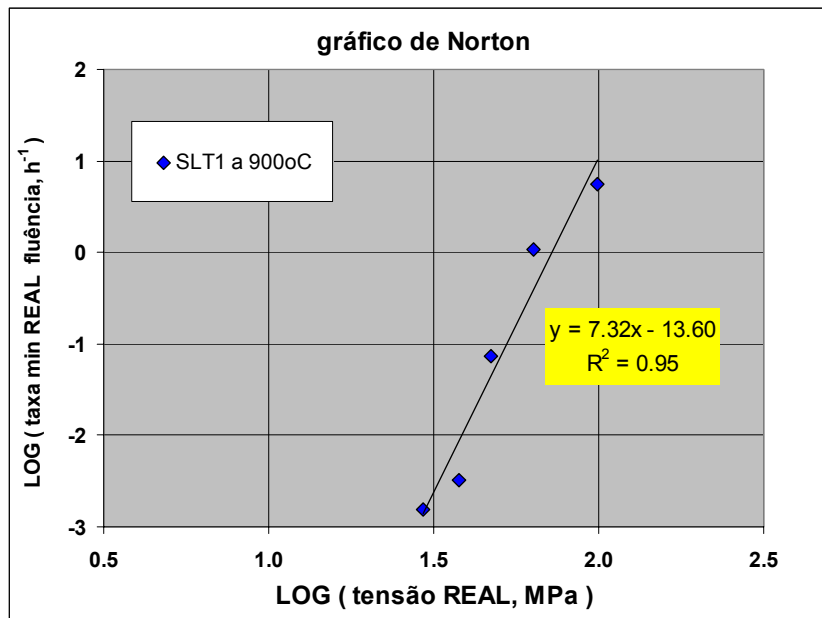


Figura 4.100 Gráfico de Norton com taxa mínima real e h^{-1} , na temperatura de ensaio de 900°C, na condição: SLT1.

A Figura 4.101 apresenta o valor de taxa mínima real, na forma em h^{-1} logarítmica, de gráfico de Norton de amostras de aço Fe-Mn-Al ensaiadas a temperatura de 900°C, na condição SLT3.

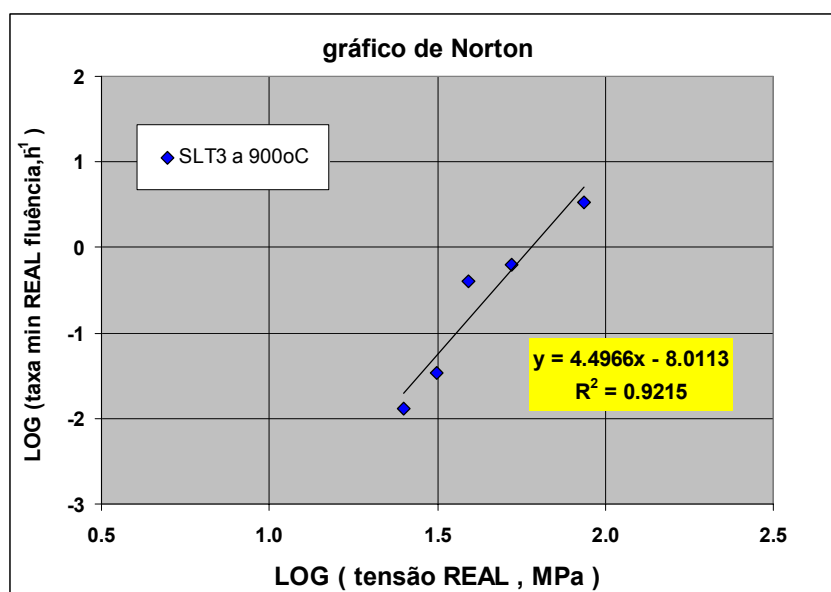


Figura 4.101 Gráfico de Norton com taxa mínima real e h^{-1} , na temperatura de ensaio de 900°C, na condição: SLT3.

A Figura 4.102 apresenta uma comparação das taxas inicial (Figura 4.102(a)) e taxa mínima de fluência (Figura 4.102(b)) do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, ensaiado a 600°C, com tensão de ensaio de 50 Mpa.

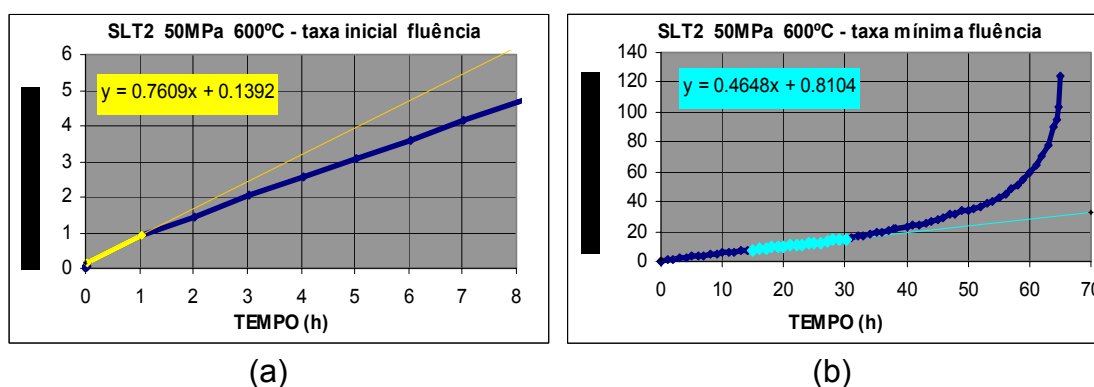


Figura 4.102 Gráficos deformação x tempo, material na condição SLT2 ensaio a 600°C, com tensão de ensaio de 50 Mpa, comparando: a) taxa inicial de fluência; b) taxa mínima de fluência.

A Figura 4.103 apresenta uma comparação das taxas inicial e mínima de fluência do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, ensaiado a 700°C, nas tensões de: 20 MPa (a) e (b); 28 MPa (c) e (d) e 85 MPa (e) e (f).

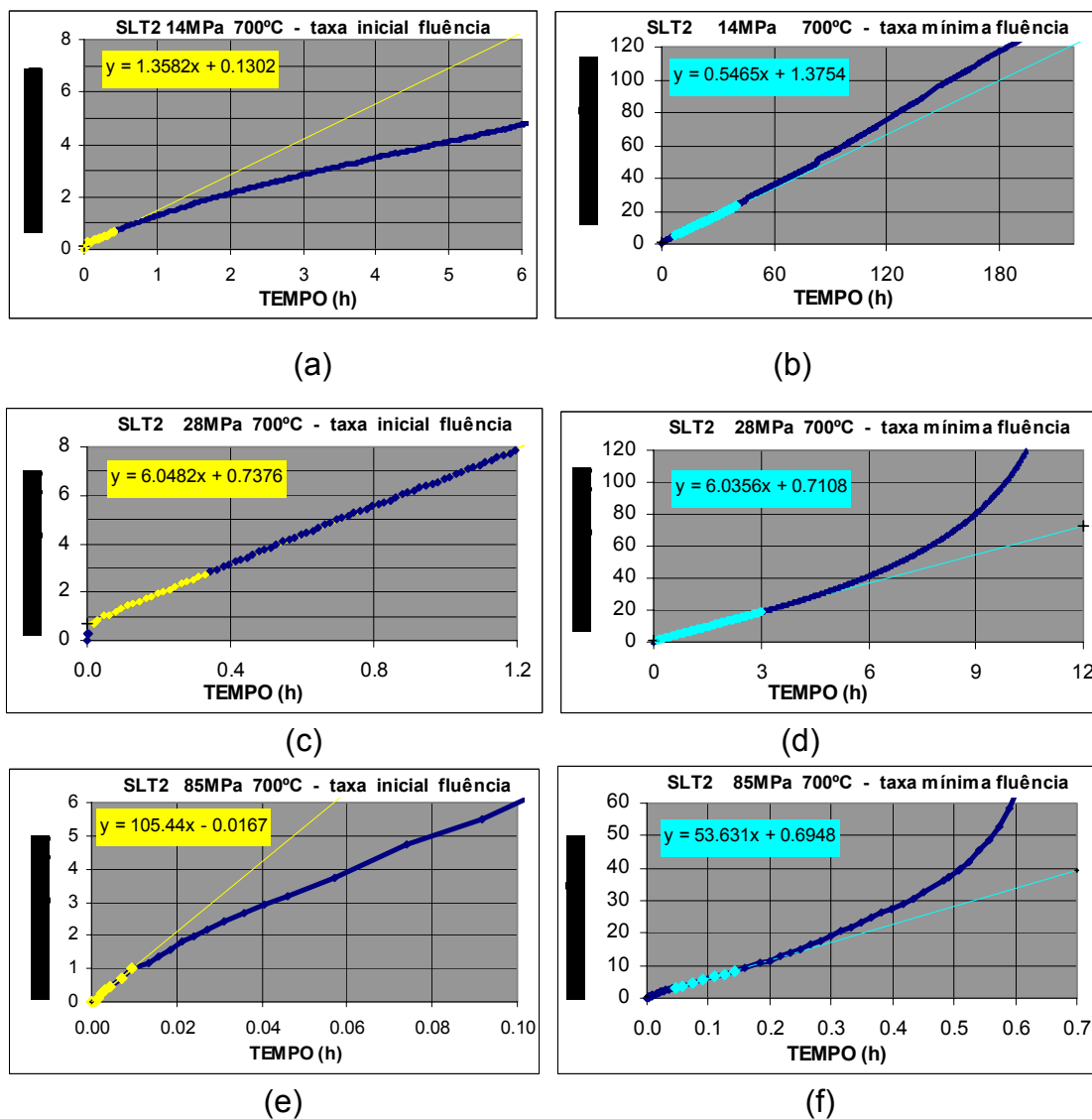


Figura 4.103 Comparação das taxas inicial e taxa mínima de fluência do aço Fe- Mn-Al na condição SLT2, ensaiado a temperatura de 700°C, nas tensões de ensaio: 20 MPa (a) e (b); 28 MPa (c) e (d); 85 MPa (e) e (f).

A Figura 4.104 apresenta uma comparação das taxas inicial e mínima de fluência do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, ensaiado a 800°C, nas tensões de ensaio: 20 MPa (a) e (b); 28 MPa (c) e (d) e 85 MPa (e) e (f).

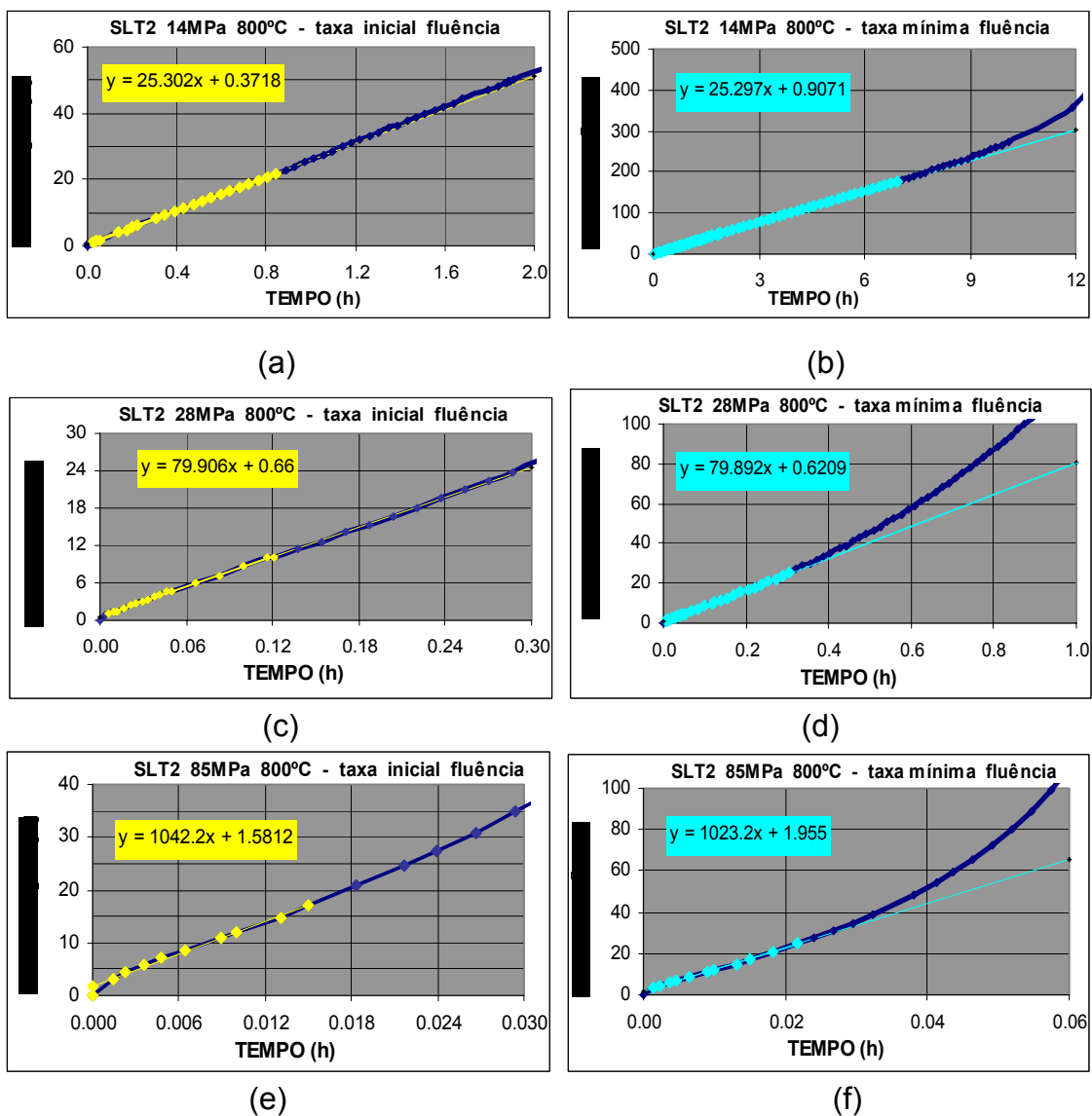


Figura 4.104 Comparação das taxas inicial e taxa mínima de fluência do aço Fe- Mn-Al na condição SLT2, ensaiado a 800°C, nas tensões de ensaio: 20 MPa (a) e (b); 28 MPa (c) e (d); 85 MPa (e) e (f).

A Figura 4.105 apresenta uma comparação das taxas inicial e mínima de fluência do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, ensaiado a 900°C, nas tensões de ensaio: 20 MPa (a) e (b); 28 MPa (c) e (d) e 85 MPa (e) e (f).

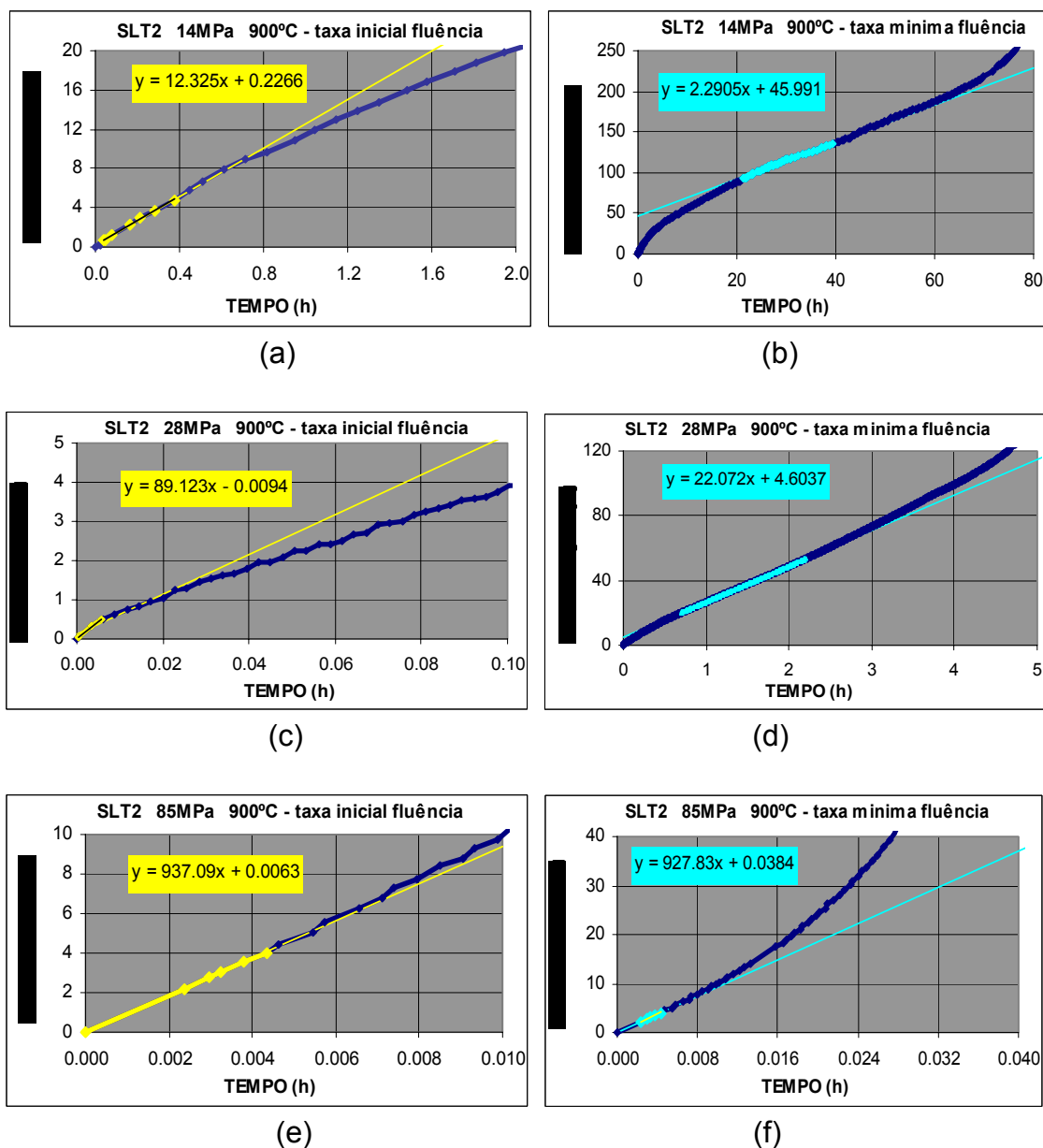
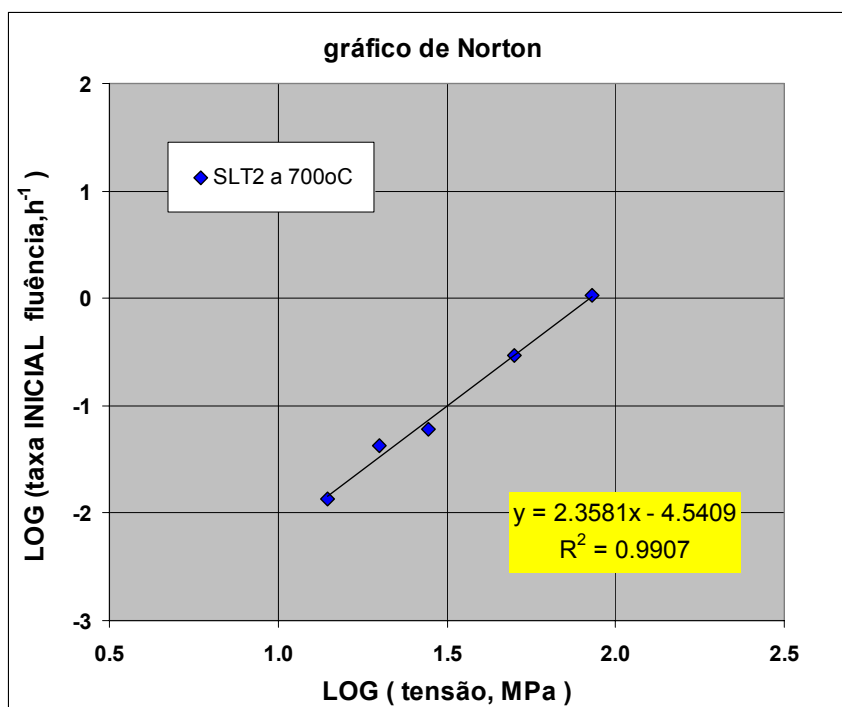
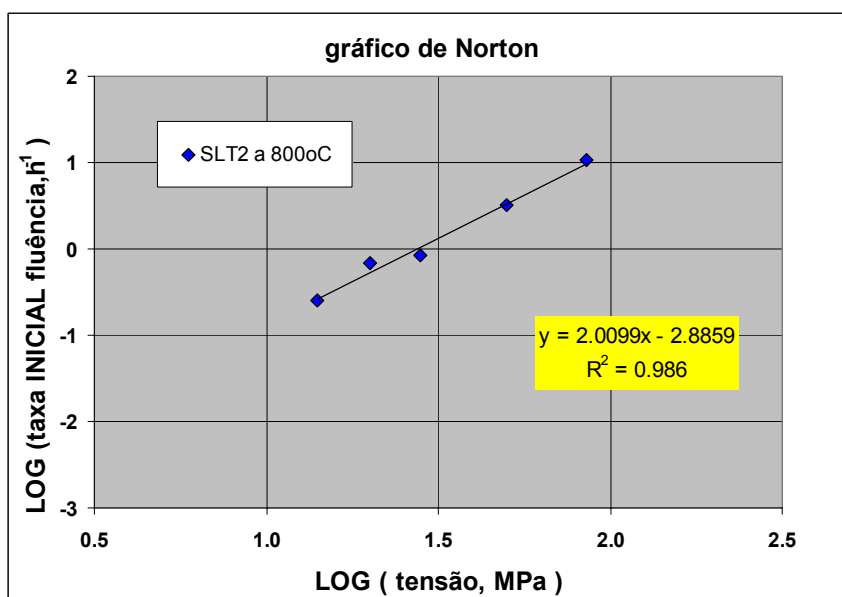


Figura 4.105 Comparação das taxas inicial e taxa mínima de fluência do aço Fe- Mn-Al na condição SLT2, ensaiado a 900°C, nas tensões de ensaio: 20 MPa (a) e (b); 28 MPa (c) e (d); 85 MPa (e) e (f).

A Figura 4.106 apresenta gráficos de Norton com a taxa inicial na forma logarítmica em h^{-1} , para amostras do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, e temperaturas de ensaio: (a) 700°C; (b) 800°C.



(a)



(b)

Figura 4.106 Gráficos de Norton com taxa inicial em h^{-1} , de material na condição SLT2, temperatura de ensaio: a) 700°C e b) 800°C.

A Figura 4.107 apresenta gráfico de Norton com a taxa inicial na forma logarítmica em h^{-1} , para amostras do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, e temperatura de ensaio de $900^{\circ}C$.

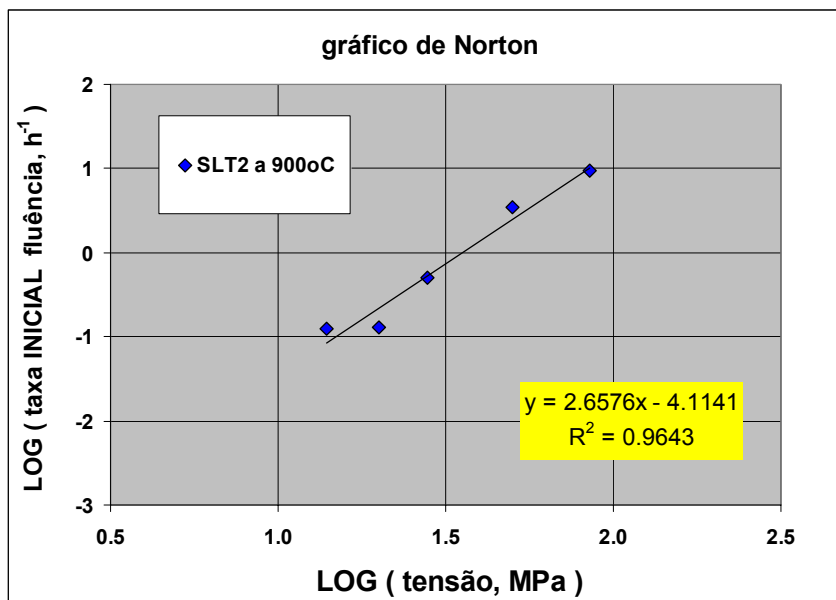


Figura 4.107 Gráfico de Norton com taxa inicial em h^{-1} , de material na condição SLT2, temperatura de ensaio $900^{\circ}C$.

Nas Figuras seguintes estão plotados isotermas nas várias temperaturas de ensaio, apresentando em gráfico de Norton os respectivos valores de n , primeiramente para a taxa inicial de fluência, h^{-1} , e em seguida para taxa mínima real de fluência, h^{-1} pela tensão real, MPa.

A Figura 4.108 apresenta gráfico de Norton onde estão plotadas isotermas nas várias temperaturas de ensaio, apresentando os respectivos valores de n , para Log (taxa inicial de fluência, h^{-1}) x Log (tensão, MPa).

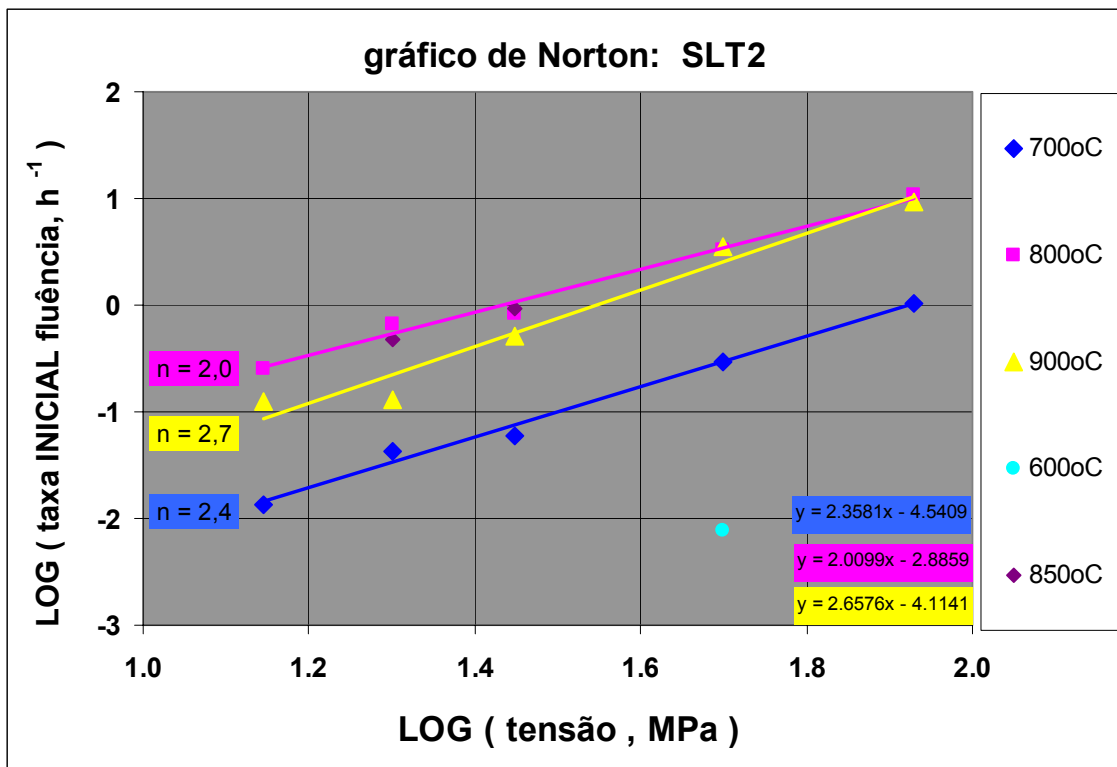


Figura 4.108 Gráfico de Norton, com isothermas nas várias temperaturas de ensaio, apresentando os respectivos valores de n (expoente de tensão), de Log (taxa inicial de fluência, h^{-1}) x Log (tensão, MPa).

A Figura 4.109 apresenta gráfico de Norton onde estão plotadas isothermas nas várias temperaturas de ensaio, apresentando os respectivos valores de n, para Log (taxa mínima REAL de fluência, h^{-1}) x Log (tensão REAL, MPa).

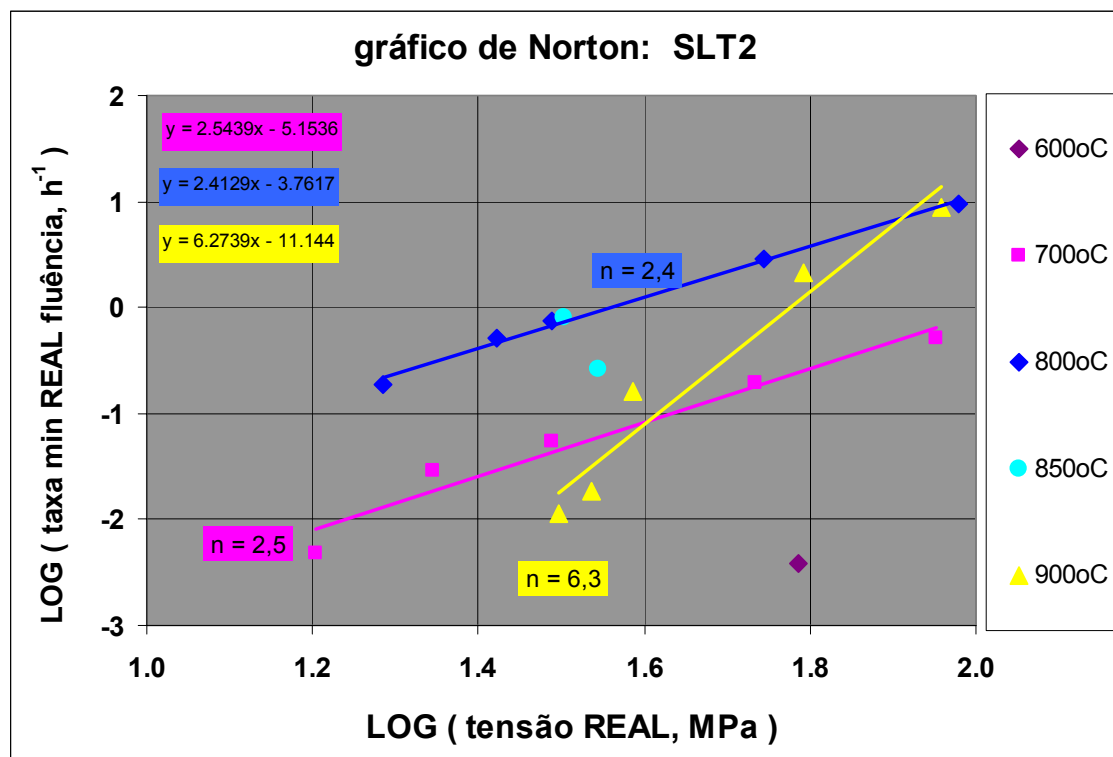


Figura 4.109 Gráfico de Norton, com isotermas nas várias temperaturas de ensaio, apresentando os respectivos valores de n (expoente de tensão), para: Log (taxa mínima REAL de fluência, h⁻¹) x Log (tensão REAL, MPa).

Os valores de n (expoente de tensão), obtidos para o material nas 3 condições de processamento, nas diferentes temperaturas, para as taxas de fluência mínima e inicial, foram agrupados num quadro comparativo (Tabela), cujos valores foram usados para obter um gráfico comparativo, que permitisse análise mais precisa das tendências de variação das taxas mínimas, e assim do expoente de tensão n.

A Tabela 4.3 apresenta o quadro comparativo dos valores de n, de corpos-de-prova de aço austenítico Fe-Mn-Al de material na condição SLT1; SLT2 e SLT3, nas temperaturas de 700°C; 800°C e 900°C, para as respectivas taxas mínimas nominais; reais e taxas iniciais.

Tabela 4.3 Quadro comparativo dos valores de n , de corpos-de-prova de aço austenítico Fe-Mn-Al de material na condição SLT1; SLT2 e SLT3, nas temperaturas de 700°C; 800°C e 900°C.

Valores de n				
MATERIAL	T (°C)	para Taxa	para Taxa	para Taxa
		Mínima Fluência NOMINAL	Mínima Fluência REAL	Fluência INICIAL
SLT1	700	X	X	X
	800	X	X	X
	900	4,51	7,32	X
SLT2	700	2,41	2,54	2,36
	800	2,00	2,41	2,00
	900	3,59	6,27	2,66
SLT3	700	X	X	X
	800	X	X	X
	900	2,47	4,50	X

No valor do expoente de tensão $n = 2$ onde a difusividade (D) ocorre por troca de vacâncias através dos contornos de grãos, segundo Mukherjee [115], característico da fluência superplástica, a influência mais provável na taxa de fluência possivelmente é a energia de falha de empilhamento ("stacking fault energy" - SFE). A correlação entre a Equação MBD e vários estudos, reportados na literatura, para metais CFC parecem indicar que a taxa de fluência aumenta a proporção que aumenta a energia de falha de empilhamento. São apresentadas duas alternativas para tal comportamento: a) interpretado como efeito da energia SFE no coeficiente A da Equação MBD, conforme Barret e Sherby [146]; e b) interpretado considerando o coeficiente A como uma constante universal para mecanismo de fluência controlada por escalagem, onde o expoente n (de tensão) da Equação MBD aumenta a proporção que diminui a energia SFE, conforme [147,148]. Porém nenhuma das duas interpretações podem ser escolhidas devido a diferenças nos dados experimentais destes estudos.

Este gráfico comparativo, com os dados da Tabela 4.3, pode ser realizada uma análise mais precisa das tendências de variação das taxas mínimas, e assim do coeficiente de tensão n , para o material na condição SLT2. Tal gráfico permite verificar, a influência do comportamento das taxas em relação a temperatura e ao expoente n .

A Figura 4.110 apresenta os resultados agrupados no gráfico comparativo, obtido dos valores da Tabela 4.3, para o aço Fe-Mn-Al na condição SLT2. O gráfico é composto pelas curvas das taxas mínimas nominais; taxas mínimas reais e taxas iniciais, onde os valores de n mais próximos de 2, nas 3 curvas encontram-se próximas a 800°C, para as taxa mínima nominal e inicial com valor de $n \approx 2$. A taxa mínima corrigida eleva o valor do expoente de tensão para $n = 2,5$ nesta mesma temperatura. As 3 taxas já apresentam, na temperatura de ensaio de 900°C, valores bastante diferentes, com aumento significativo da taxa mínima nominal em relação a taxa mínima real.

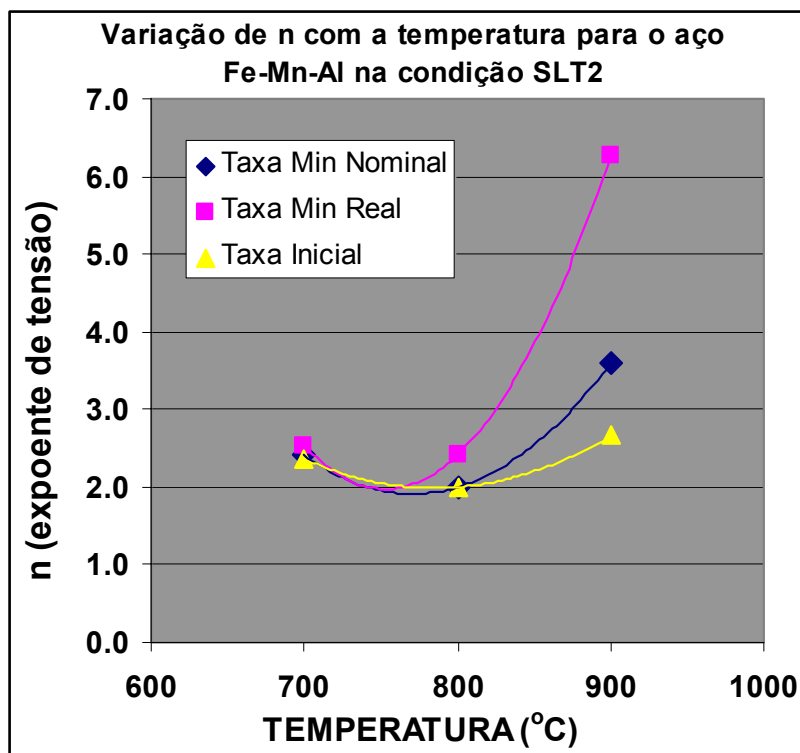


Figura 4.110 Variação de n com a temperatura para o aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, composto pelas curvas de taxas mínimas nominais; taxas mínimas reais e taxas iniciais de fluência.

As Figuras 4.111 e 4.112 mostram os gráficos de Arrhenius do aço da liga Fe-Mn-Al, na condição SLT2, nas diferentes tensões, plotado nas condições indicadas de $\ln(\text{taxa inicial, h}^{-1}) \times 1/T (\text{K}^{-1})$, indicando as tensões de ensaio σ e as energias de ativação Q_f associadas a cada uma das curvas, sendo a Figura 4.111 para a taxa de fluência inicial e a Figura 4.112 para a taxa mínima real de fluência. No primeiro caso, encontrou-se um valor de Q_f médio = 226 kJ/mol, e no segundo Q_f médio = 236 kJ/mol, ambos inferiores ao valor encontrado no caso da análise com as taxas mínimas nominais de fluência (Figura 4.96).

Segundo o livro "Mapas de Mecanismos de Deformação" de Frost e Ashby (151), o valor de Q_v (energia de ativação em volume, ou seja pelo processo de auto difusão na rede cristalina) para difusão do Fe na Austenita é

de $Q_V = 270$ kJ/mol e o valor de Q_B (energia de ativação para auto difusão nos contornos de grão) o valor de $Q_B = 159$ kJ/mol.

Um aço do sistema Fe-Mn-Al e tamanho de grão 45, com composição: Fe – 34,5Mn – 9,2Al – 1,5 Si – 1,2 C, ensaiado na mesma faixa de temperatura, que ensaiado o aço SLT2, apresentou $Q_f = 376 \pm 38$ kJ/mol, na faixa de 700 a 800°C, conforme Sordi e Bueno [149]. Neste mesmo trabalho os autores consideram também que o valor de Q_f , na faixa de temperatura de 500°C a 650°C, é de 233 kJ/mol, atribuindo-o a um processo de fluência controlado por difusão nos contornos de grãos. Esse dado concorda com o valor de $Q_{f \text{ médio}} = 226 - 236$ kJ/mol, obtido no presente trabalho, e poderia ser associado também ao processo controlado por difusão pelos contornos de grãos, característico de processo superplástico.

É importante mencionar que valores mais precisos de energia ativação para fluência só podem ser obtidos quando se leva em conta as correções devidas à variação do módulo elástico do material com a temperatura, ou seja, quando se determinam as linhas de iso-tensão com valores constantes de σ/E , tomando-se os valores de E em cada nível de temperatura utilizado. Segundo Barrett, Ardell e Sherby (152) essas correções provocam um decréscimo da ordem de 10% ou mais nos valores encontrados para a energia de ativação de fluência, sem levar em conta a influência da temperatura no módulo elástico do material. Isso indica que um valor mais correto para a energia de ativação de fluência do aço Fe-Mn-Al em estudo estaria em torno de $Q_f \approx 200$ kJ/mol ou menos ainda. Esse valor já está mais próximo do valor para auto difusão do Fe na Austenita mencionado anteriormente. Como no presente caso se trata de uma liga complexa é bem possível que os valores de energia de ativação para fluência por difusão em contorno de grão sejam maiores que os de auto difusão simples do Fe na Austenita. Dessa forma, os dados obtidos para energia de ativação do aço Fe-Mn-Al concordam com os valores esperados para o processo de escoamento superplástico, que ocorre através de difusão por contornos de grão, com $Q_{cg} \approx \frac{1}{2} Q_s v$.

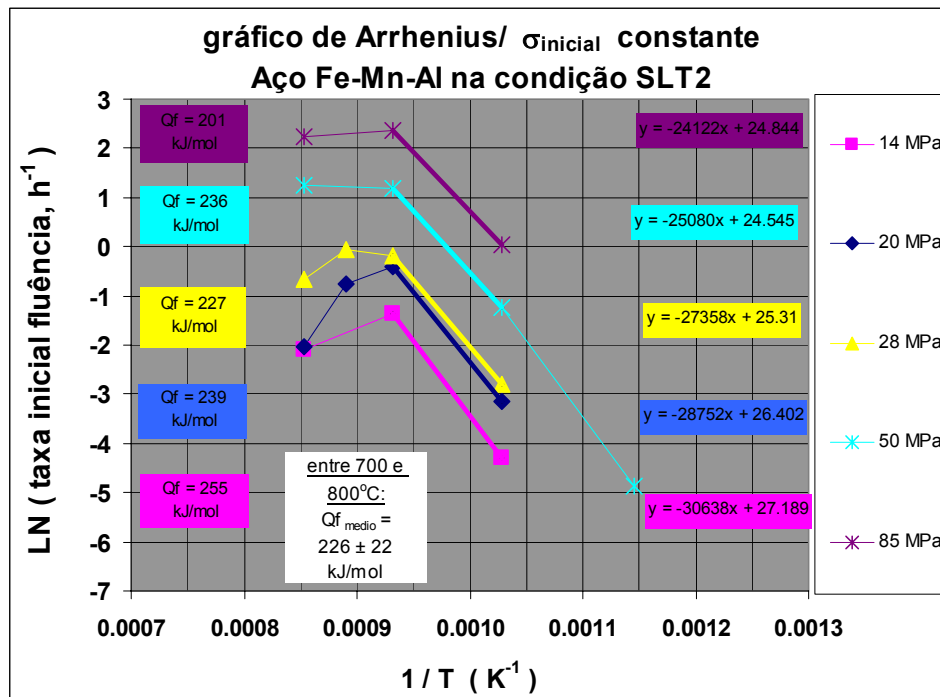


Figura 4.111 Gráfico de Arrhenius do aço Fe-Mn-Al, na condição SLT2, nos diferentes níveis de tensão inicial, e com as energias de ativação Q_f associadas a cada uma das curvas.

A Figura 4.112 mostra os gráficos de Arrhenius do aço da liga Fe-Mn-Al, na condição SLT2, nas diferentes tensões de ensaio, plotado nas condições indicadas de $\ln(\text{taxa inicial, h}^{-1}) \times 1/T (\text{K}^{-1})$, indicando as tensões de ensaio σ e as energias de ativação por fluência Q_f associadas a cada uma das curvas, para a taxa mínima real de fluência. O valor encontrado de energia de ativação média por fluência foi $Q_f_{medio} = 236$ kJ/mol.

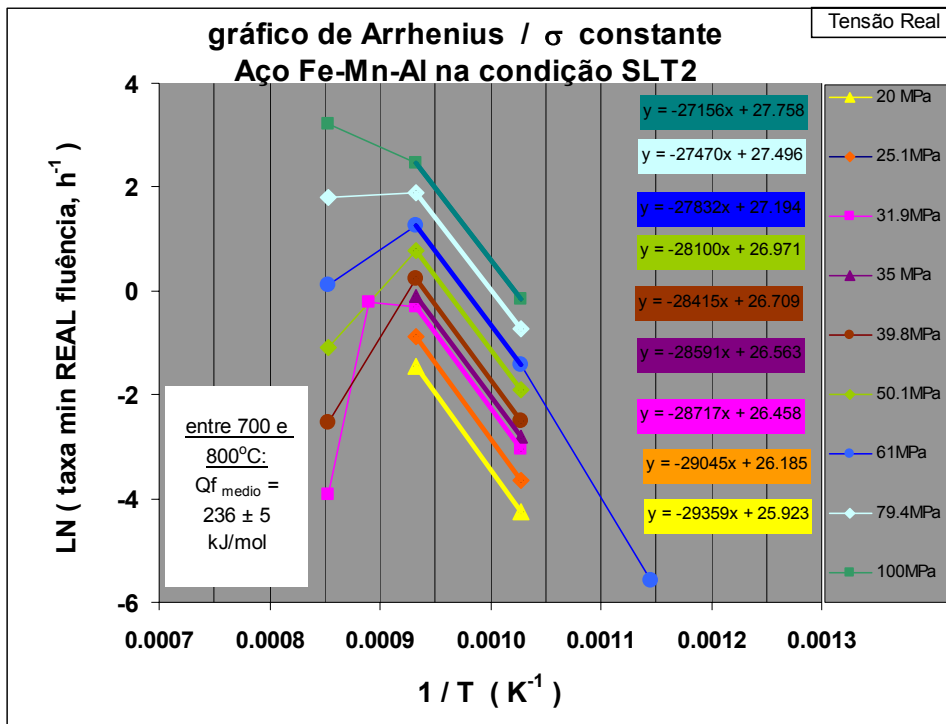


Figura 4.112 Gráfico de Arrhenius do aço Fe-Mn-Al, na condição SLT2, nos diferentes níveis de tensão real, e com as energias de ativação Q_f associadas a cada uma das curvas.

A Figura 4.113 mostra uma comparação de corpos-de-prova de aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, após ensaiados a fluência, nas diferentes tensões, e na temperatura de 800°C. Observa-se que os corpos-de-prova ensaiados apresentaram alongamentos maiores, com deformação próxima dos 500% ($A_r = 492\%$ para $\sigma = 28$ MPa), que os valores apresentados pelos corpos-de-prova ensaiados a tração na primeira etapa deste trabalho, com o material na condição SL (homogeneizado e laminado) sem tratamento de recozimento.

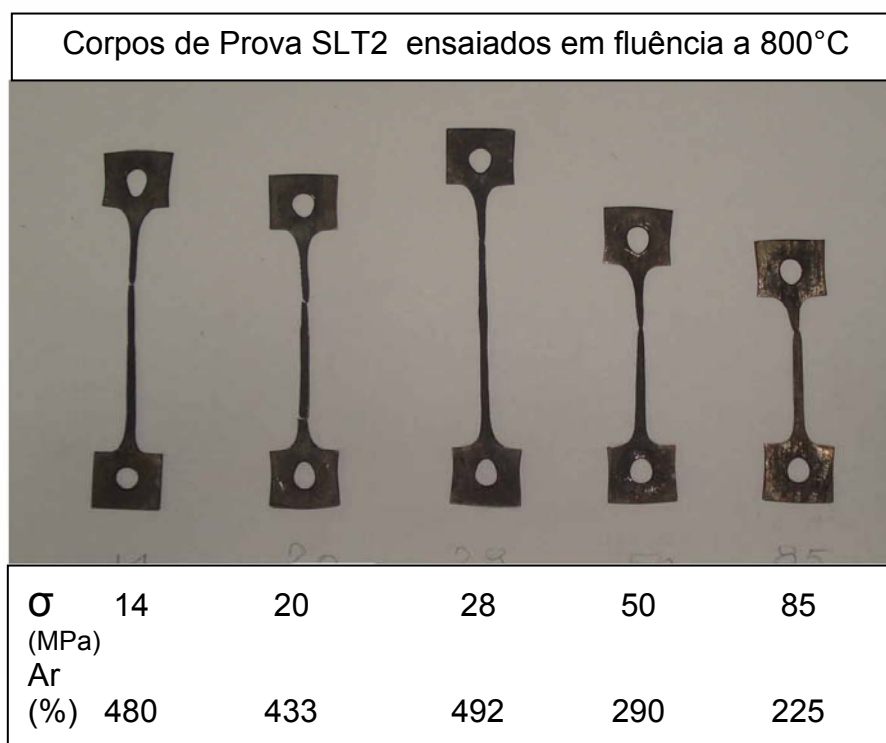


Figura 4.113 Corpos de prova do material na condição SLT2, após ensaios de fluência, na temperatura de 800°C.

4.4.5 Ensaio de tração com taxa de deformação constante e fluência a tensão constante

Somente o alongamento não é capaz de caracterizar o comportamento superplástico de um material, como já foi discutido anteriormente. Sendo utilizado para obter o valor estimado do parâmetro de caracterização superplástica m (expoente de sensibilidade à taxa de deformação), daí ser utilizado, nesta etapa do trabalho, novas técnicas experimentais como tração com taxa de deformação constante e fluência a tensão constante. Daí a necessidade de correções de V_T , para a realização dos experimentos de tração com velocidade constante (V_T), e de correção de carga para os ensaios de fluência com tensão constante (σ), cujos resultados são apresentados a seguir.

4.4.5.1 Tração a taxa de deformação constante

Em todas as temperaturas de ensaio, pode se observar que a tensão não é constante com a deformação. Esta variação na tensão é maior conforme a temperatura decresce. Assim para que se mantenha constante, são necessárias correções ao longo do ensaio.

A Tabela 4.4 apresenta, na temperatura de 800°C, para ensaio de tração com $V_T = 0,1$ mm / min constante, vista parcial de tabela de correção (cálculo de V_T).

Tabela 4.4 Cálculo da correção da taxa de deformação, para manter $\dot{\epsilon}$ constante em $2.469E-04$ s⁻¹ para o ensaio à temperatura de 800°C, com $V_T = 0,1$ mm/min até o pico de tensão. Obs.: vista parcial da tabela Excel.

$V_T = 0,1$mm/min				
Δl (mm)	Taxa de Deformação Real (s ⁻¹) com V_T constante	Variações em V_T (mm/min) para manter $\dot{\epsilon}$ constante	Taxa de Deformação Real (s ⁻¹) mudando V_T	Deformação Nominal Total (%)
0.00	2.778E-04			0
0.5	2.564E-04			8
0.75	2.469E-04	0.100	2.469E-04	13
1.00	2.381E-04	0.104	2.469E-04	17
1.18	2.321E-04	0.106	2.469E-04	20
1.50	2.222E-04	0.111	2.469E-04	25
2.00	2.083E-04	0.119	2.469E-04	33
2.50	1.961E-04	0.126	2.469E-04	42
3.00	1.852E-04	0.133	2.469E-04	50
3.50	1.754E-04	0.141	2.469E-04	58
4.00	1.667E-04	0.148	2.469E-04	67
4.50	1.587E-04	0.156	2.469E-04	75

A Figura 4.114 mostra uma comparação de vários corpos-de-prova, do material na condição SLT2, após ensaios de fluência, em diferentes tensões, e

todos ensaiados na temperatura de 800°C. Entre estes corpos-de-prova tracionados com V_T constante, encontra-se uma amostra tracionada com $\dot{\epsilon} = 2,47 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ constante, a uma $V_T \approx 0,1 \text{ mm/min}$. apresentando neste caso um alongamento de $A_r = 750 \%$.

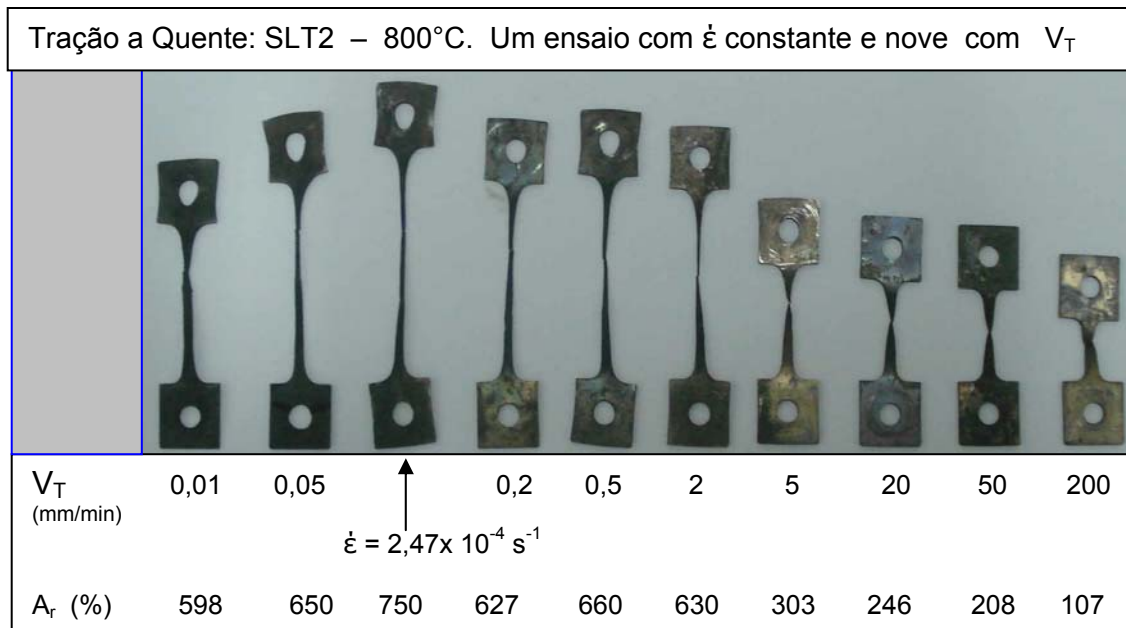


Figura 4.114 Corpo-de-prova tracionado com $\dot{\epsilon} = 2,47 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ constante é comparado com os demais corpos-de-prova tracionados com V_T constante, todos ensaiados a temperatura de 800°C.

A Figura 4.115 apresenta, para o material na condição SLT2, um gráfico comparativo de curvas de tensão verdadeira x deformação logarítmica, em diferentes V_T (velocidades de tração) para uma mesma temperatura de ensaio, 800°C. Assim como as curvas comparativas da Figura 4.90, é nítida a tendência de aumento da deformação ϵ_r , e acentuada diminuição do limite de resistência (tensão máxima), em velocidades de tração (V_T) mais baixas, onde a influência de n' praticamente desaparece, observando-se a crescente influência de m (expoente de sensibilidade a taxa de deformação). Entre estas curvas está a do corpo-de-prova após ensaio com taxa de deformação constante de $\dot{\epsilon} = 2,47 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ que apresentou limite de resistência (tensão máxima) de $\sigma = 23,5 \text{ MPa}$.

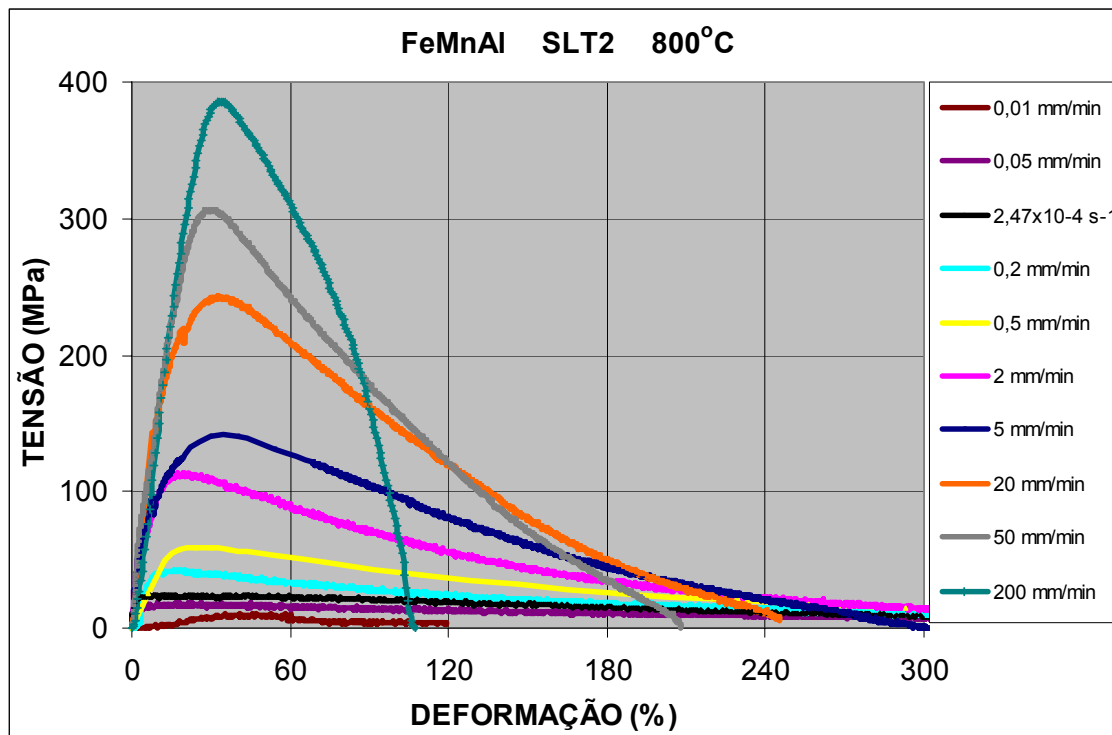


Figura 4.115 Gráfico comparativo de curvas tensão verdadeira x deformação, em diferentes V_T para temperatura de ensaio de 800°C , onde o ensaio com taxa de deformação constante $\dot{\epsilon} = 2,47 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a 800°C apresentou tensão máxima de $\sigma = 23,5 \text{ MPa}$.

4.4.5.2 Fluência a Tensão constante

Para compensar a tendência de aumento de tensão, no transcorrer dos ensaios de fluência, já discutido na seção anterior, foram realizados ensaios de fluência a tensão constante, nos quais foram utilizadas correções de carga durante os experimentos, baseadas em simulações de ensaios projetados para cada tensão utilizada, como mostra por exemplo a Tabela 4.5, onde se vê cálculos de correção de carga para tensão de ensaio $\sigma = 30 \text{ MPa}$.

Tabela 4.5 Cálculos de correção de carga para execução de um ensaio de fluência com $\sigma = 30$ MPa a tensão constante.

$\sigma = 30$ MPa $L_0 = 5$ mm $A_0 = 3.6$ mm ² $F_0 = 11.009$ kgf				
Δl (mm)	e (%)	F (kgf)	a retirar ΔF (gf)	leitura LVDT
0.00	0.0	11.009		-12.50
0.50	10.0	10.008	1001	-12.00
1.00	20.0	9.174	834	-11.50
1.50	30.0	8.468	706	-11.00
2.00	40.0	7.864	605	-10.50
3.00	60.0	6.881	983	-9.50
4.00	80.0	6.116	765	-8.50
5.00	100.0	5.505	612	-7.50
6.00	120.0	5.004	500	-6.50
7.00	140.0	4.587	417	-5.50
8.00	160.0	4.234	353	-4.50
9.00	180.0	3.932	302	-3.50
10.00	200.0	3.670	262	-2.50
11.50	230.0	3.336	334	-1.00
13.00	260.0	3.058	278	0.50
14.50	290.0	2.823	235	2.00
17.00	340.0	2.502	321	4.50
19.50	390.0	2.247	255	7.00
23.00	460.0	1.966	281	10.50
27.50	550.0	1.694	272	-8.00
33.50	670.0	1.430	264	-2.00
40.50	810.0	1.210	220	5.00
48.00	960.0	1.039	171	12.50
55.50	1110.0	0.910	129	-5.00
			10.099	
			0.910	
			11.009	
Limite para a operação de retirada de pesos.				

Devido a limitações impostas pelo suporte e demais acessórios do próprio equipamento, que tendem a limitar o alívio de peso de correção no final do experimento, não foi possível por esta técnica, a realização de ensaios a tensões muito mais baixas. Tais restrições limitaram a amplitude de deformação para no máximo 200%, se tanto, nos ensaios a tensões muito baixas.

Na Figura 4.116 é apresentado um gráfico de simulação para fluência a tensão constante $\sigma = 30$ MPa.

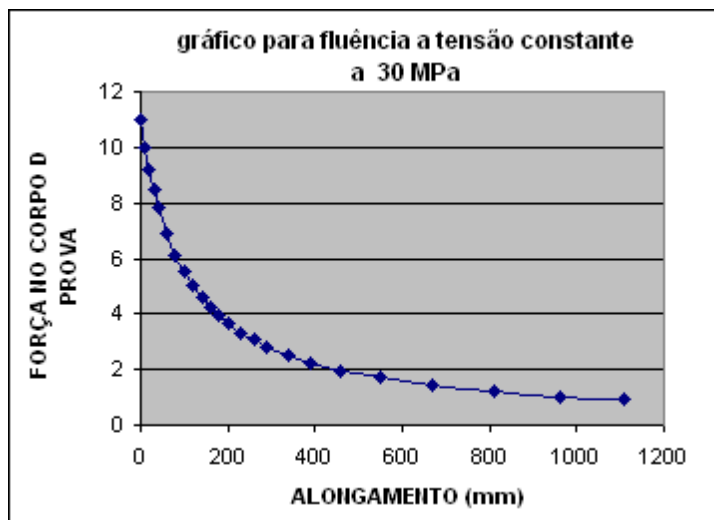
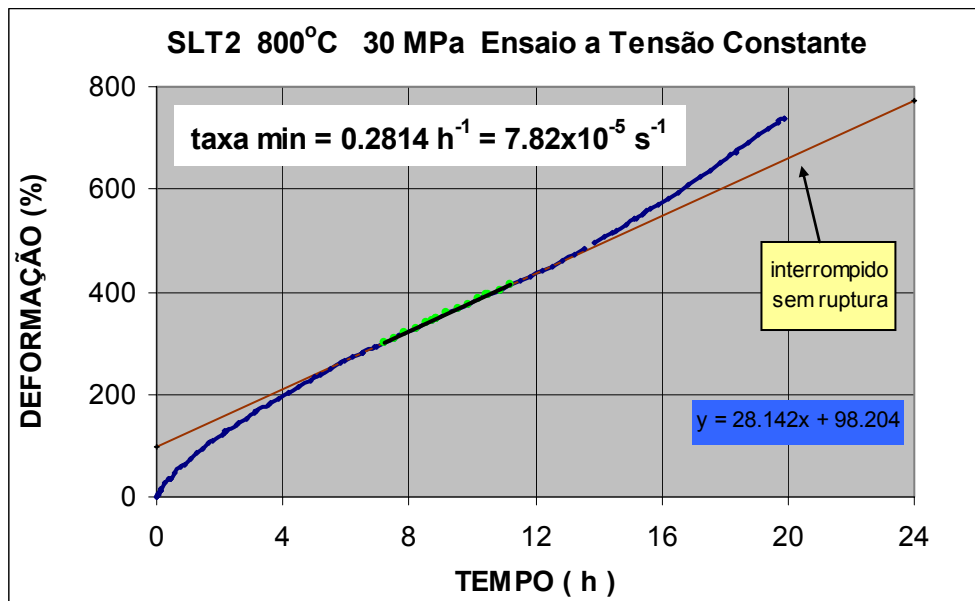


Figura 4.116 Gráfico com correção de peso, para fluência a tensão constante, em ensaio a $\sigma = 30$ MPa.

A Figura 4.117 apresenta um gráfico com curva de deformação x tempo, de lote SLT2, ensaiados por fluência com carregamento frontal direto, e correção de peso, para tensão constante, em ensaio a $\sigma = 30$ MPa, na temperatura de 800°C , interrompido sem ruptura com alongamento superior a 700%. Os ensaios de fluência a tensão constante, com carregamento frontal direto, foram realizados até o limite permitido de correção de peso, sendo então interrompidos. Tais ensaios não chegaram portanto, a ruptura.



Figuras 4.117 Curva de deformação x tempo do material SLT2, carregamento frontal direto, e correções de peso para manter a tensão de $\sigma = 30 \text{ MPa}$ constante, na temperatura de 800°C .
(Obs.: $t_r = 19,9\text{h}$, $\varepsilon_r = 737 \%$, sem ruptura).

A Figura 4.118, mostra para o material na condição SLT2, uma comparação de curva deformação x tempo de um ensaio a carga constante, com a curva deformação x tempo de ensaio realizado a $\sigma = 30 \text{ MPa}$, constante, a 800°C . Em ambos os casos a deformação ultrapassou 400% , sendo que no ensaio a carga constante o alongamento foi de $\sim 500\%$, após a ruptura, num tempo total de menos de 3 horas. O ensaio a tensão constante, quando foi interrompido após $19,9 \text{ h}$, apresentou alongamento sem ruptura de 737% . Os ensaios de fluência realizados nas demais temperaturas também apresentaram deformações maiores, comparativamente aos resultados obtidos pelos ensaios realizados com carga frontal sem correções.

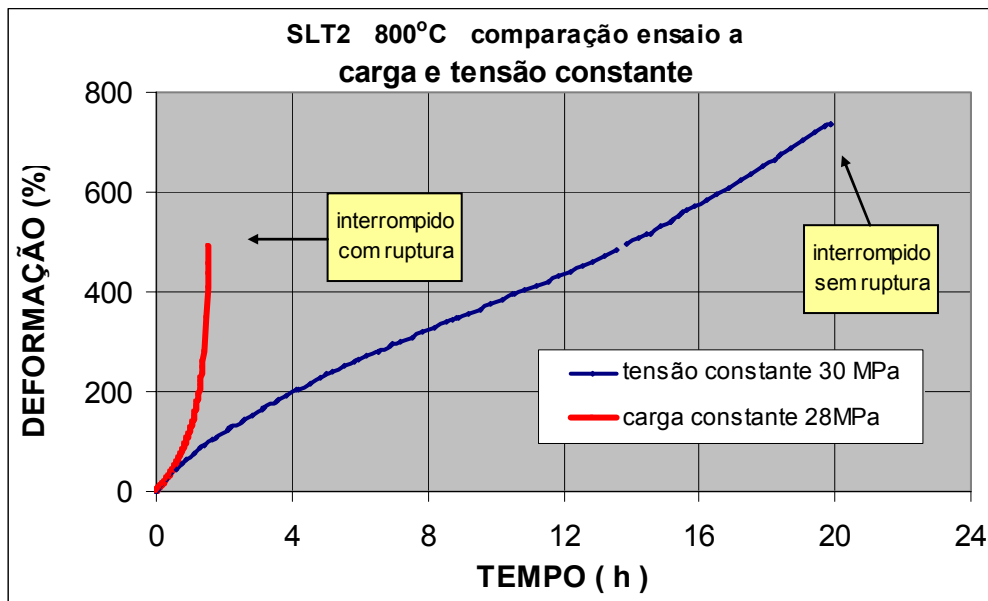


Figura 4.118 Comparação de curvas deformação x tempo, dos resultados de ensaio a carga constante, e ensaio a tensão constante, nas mesmas condições de temperatura, 800°C.

4.4.5.3 Comparação entre o resultado de Fluência a Tensão Constante e o de Tração a Taxa de Deformação constante

A Figura 4.119 apresenta uma comparação entre os resultados de fluência a tensão constante e os resultados de tração a taxa de deformação constante, destacando na ilustração os valores de σ , $\dot{\epsilon}$, e A_r (%), onde se observa a grande concordância dos resultados.

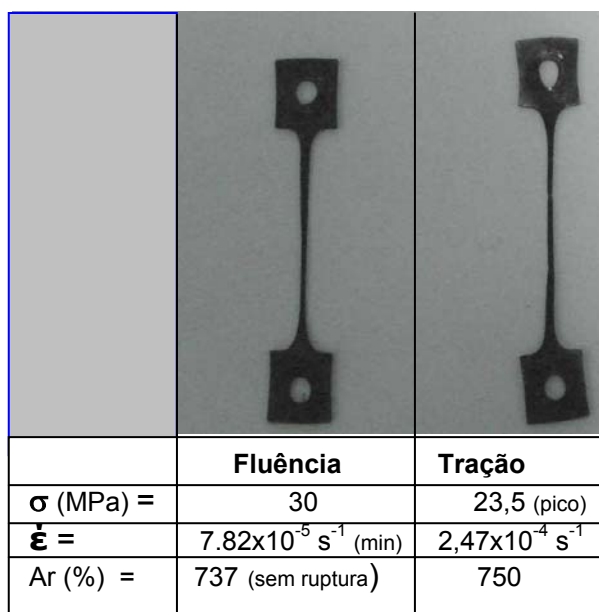


Figura 4.119 Comparação de corpos-de-prova (CP), de ensaios a fluência e tração, onde se observa a grande concordância dos resultados.

A Tabela 4.6 apresenta valores dos ensaios tensão / taxa constantes realizados a 800°C.

Tabela 4.6 Ensaios a Tensão / Taxa constante, a temperatura de 800°C.

ENSAIOS A TENSAO / TAXA CONSTANTE : 800°C				
Ensaio	σ (MPa)	taxamin (s^{-1})	LOG σ	LOG txmin
fluência	30	7.82E-05	1.477	-4.107
tração	23.5	2.47E-04	1.371	-3.607

A Figura 4.120 apresenta um comparativo do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, utilizado neste trabalho a 800°C / V_T , baseado no gráfico de ensaios de tração, $\text{Log}(\sigma_{\text{Max}}, \text{MPa}) \times \text{Log}(d\epsilon / dt, \text{s}^{-1})$ no qual estão plotados valores de m máximo, conforme indicado. Observa-se que o valor plotado, à taxa constante, encontra-se um pouco abaixo da curva de tração do gráfico, ao passo que o valor plotado a tensão constante (dado de ensaio de fluência) encontra-se um pouco acima desta mesma curva, como era de se esperar.

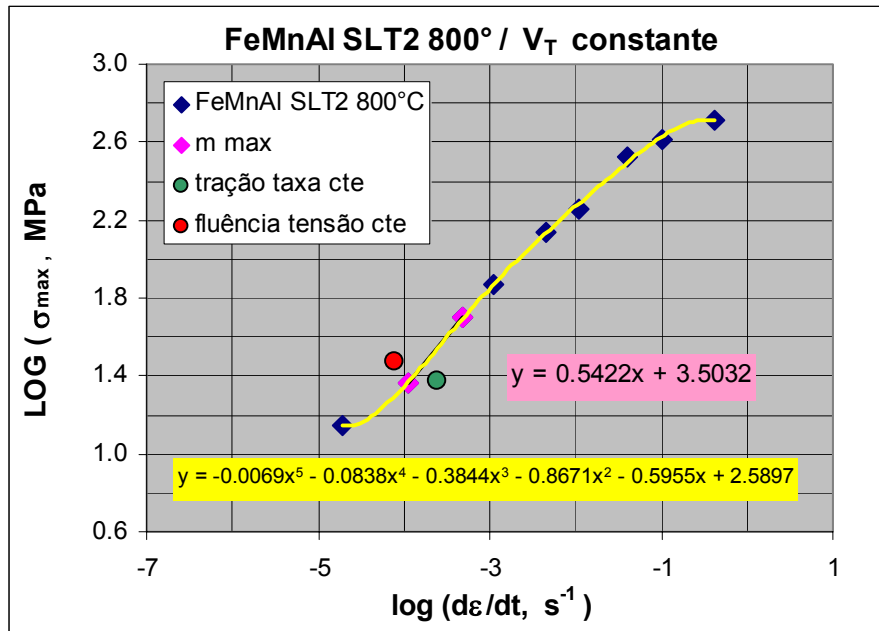


Figura 4.120 Comparativo do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, utilizado neste trabalho a 800°C / V_T, baseado no gráfico de ensaios de tração, Log (σ_{Max}, MPa) x Log (dε /d t , s⁻¹), entre os resultados de tração a taxa de deformação constante, e resultados de fluência a tensão constante.

A Figura 4.121 apresenta um comparativo do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, utilizado neste trabalho a 800°C / V_T, baseado no gráfico de Norton, a partir dos ensaios de fluência nas mesmas condições da figura anterior, onde observa-se que a situação praticamente se inverte ao plotarmos o valor de ensaio de tração a taxa constante, no gráfico de Norton, nas mesmas condições.

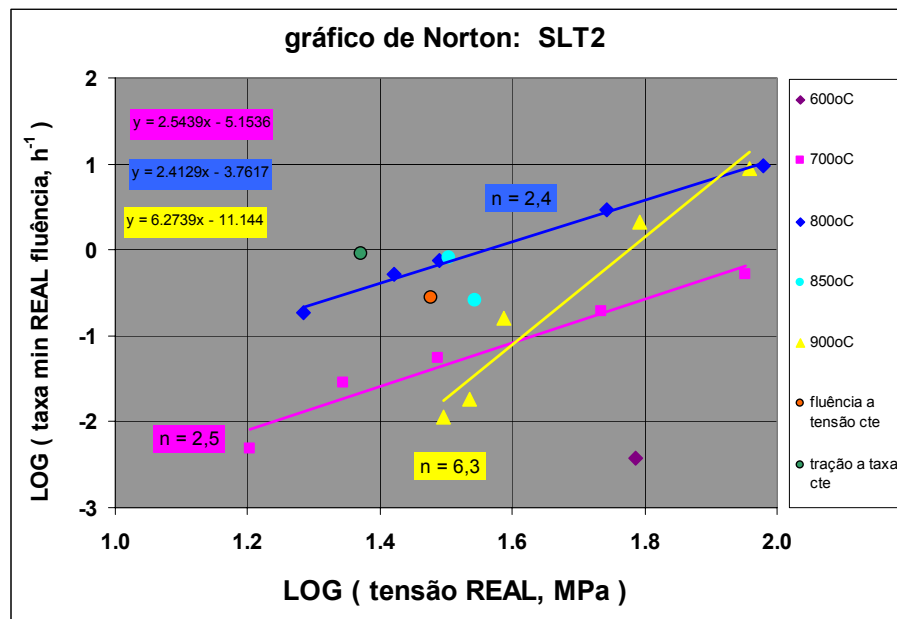


Figura 4.121 Comparativo do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2, utilizado neste trabalho a $800^{\circ}\text{C} / V_T$, baseado no gráfico de Norton, entre os resultados de fluência a tensão constante, e resultados de tração a taxa deformação constante.

Os resultados apresentados nos gráficos de ambas as figuras (Figura 4.120 e Figura 4.121) comprovam a perfeita simetria entre os resultados dos ensaios realizados pelo método de tração a quente, e aqueles resultados dos ensaios realizados pelo método de fluência, relacionados através dos respectivos expoentes m (expoente de sensibilidade a taxa de deformação) e n (expoente de tensão), relacionados que são, nos estudos de caracterização do comportamento superplástico, através da relação $n = 1 / m$.

Na seção seguinte é feito uma comparação entre os resultados corrigidos das curvas dos ensaios de tração (tração a V_T constante) e das curvas dos ensaios de fluência (fluência a carga constante), para a verificação da concordância dos valores obtidos em ambos os métodos de ensaio.

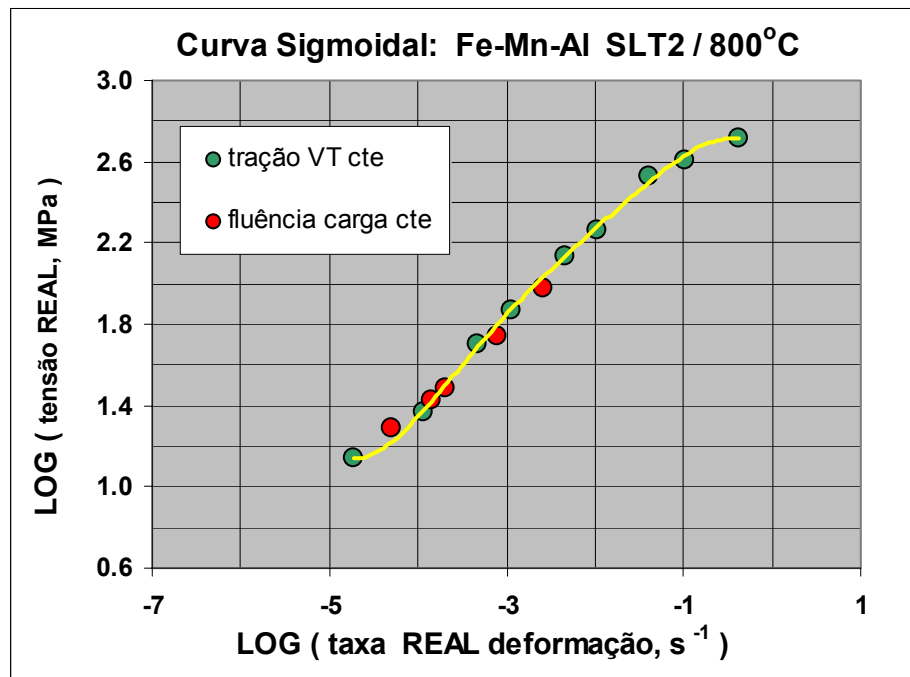
4.4.5.4 Comparação entre os resultados de Fluência a Carga Constante e o de Tração a Velocidade de Tração constante

Uma vez comprovada a simetria entre os valores plotados dos ensaios realizados por tração e aqueles de fluência, para a verificação da concordância dos valores obtidos, realizou-se a comparação entre os resultados corrigidos das curvas dos ensaios de tração (tração a V_T constante) e das curvas dos ensaios de fluência (fluência a carga constante).

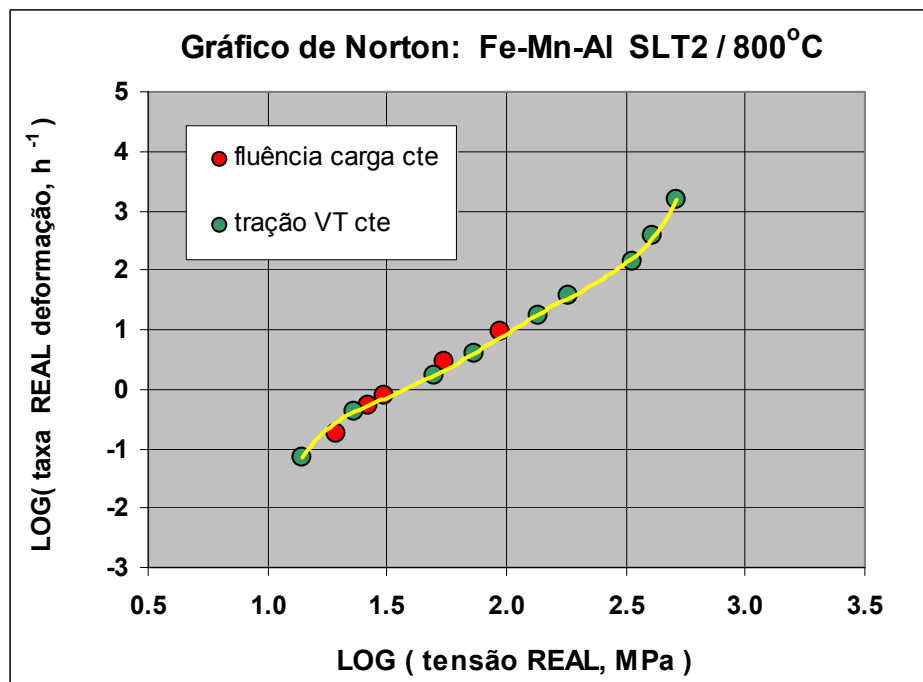
A Figura 4.122 apresenta em 4.122(a) uma curva sigmoidal Log (tensão real, MPa) x Log (taxa real deformação, s^{-1}), plotada com os dados de tração a V_T constante real, utilizada para a verificação a tração, na qual foram plotados os resultados de fluência a carga constante real. Na Figura 4.122(b) as isotensões de Log (taxa real deformação, h^{-1}) x Log (tensão real, MPa) do gráfico de Norton, plotado com os dados de fluência a carga constante real, utilizadas para a verificação por fluência, nesta curva foram plotados os resultados de tração a V_T constante real.

Aquela simetria verificada nas Figuras 4.120 e 4.121, dos dados de fluência plotados nos gráficos de tração e vice versa, não mais se observa.

Em ambos os métodos de ensaio do aço Fe-Mn-Al, na condição SLT2, devido às correções há uma perfeita concordância entre os resultados obtidos tanto por tração como por fluência, esta concordância veio confirmar a teoria e os experimentos reportados na literatura, caracterizando o material ensaiado agora, na condição superplástica, como pode ser observado na Figura 4.22 (a) e (b), onde os valores em verde são de tração a V_T constante e os valores em vermelho são de fluência a carga constante.



(a)



(b)

Figura 4.122 Comparação entre os resultados de: a) fluência a carga constante e; b) tração a V_T constante, do aço Fe-Mn-Al, na condição SLT2 a 800°C.

4.4.6 Microestruturas do Material Ensaiado na condição SLT2

Os estudos da microestrutura do material na condição SLT2 foram realizados para confirmação e correspondência das características das amostras ensaiadas por tração e fluência, nesta quarta etapa do trabalho. As figuras que seguem são comparações da microestrutura na cabeça e na parte útil de um mesmo CP, ensaiado sob determinada temperatura, nas várias V_T para o caso de tração; e de carga, nas várias tensões para o caso de fluência, acompanhado dos respectivos valores de t_r e ϵ_r .

A Figura 4.123 permite fazer uma comparação da microestrutura do CP após ensaio de tração com $V_T=0,01\text{mm/min}$. constante, no material em condição SLT2, a uma temperatura de 800°C , que apresentou $t_r = 99,7$ horas, e $\epsilon_r = 598\%$, na Figura 4.123(a) região não deformada; e Figura 4.123(b) região deformada (tracionada); observa-se que houve crescimento de grão (após quase 100 horas de ensaio!) porém tanto na região da cabeça do CP como na região de comprimento útil de tração, não se constatou grande diferença na estrutura.

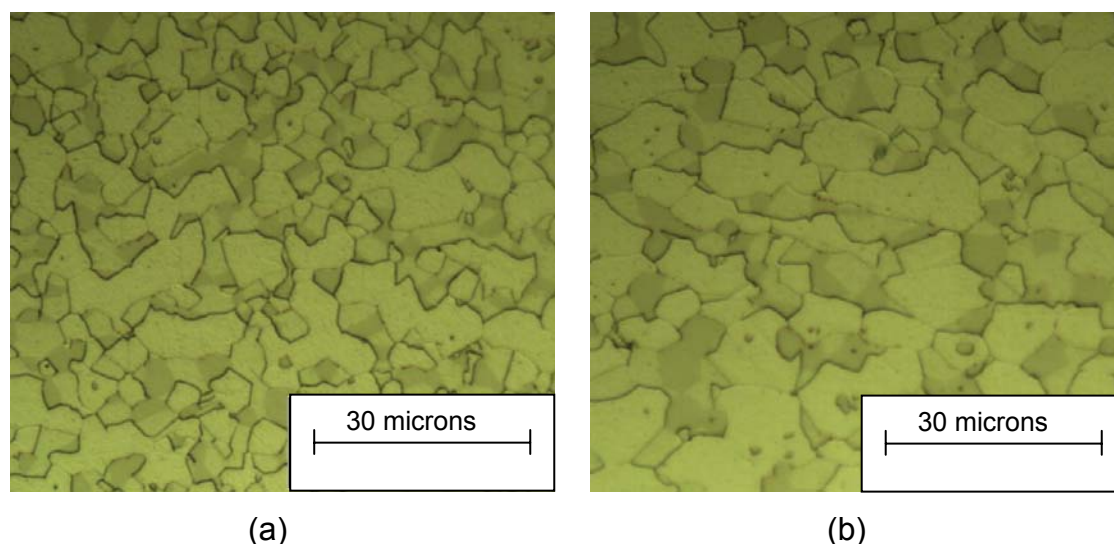


Figura 4.123 Microestruturas após ensaio de tração com V_T constante do material SLT2 a 800°C , $V_T = 0,01\text{mm/min}$, $t_r = 99,7$ h, $\epsilon_r=598\%$; a) região não deformada $G=10$; b) região deformada. $G = 9$.

A Figura 4.124 apresenta micrografias após ensaio de tração com V_T constante do material na condição SLT2 a 800°C nas $V_T = 0,5 \text{ mm/min}$, figuras (a) regiões não deformada e (b) região deformada ; e na $V_T = 200 \text{ mm/min}$., figuras (c) e (d) nas regiões não deformada, e deformada respectivamente.

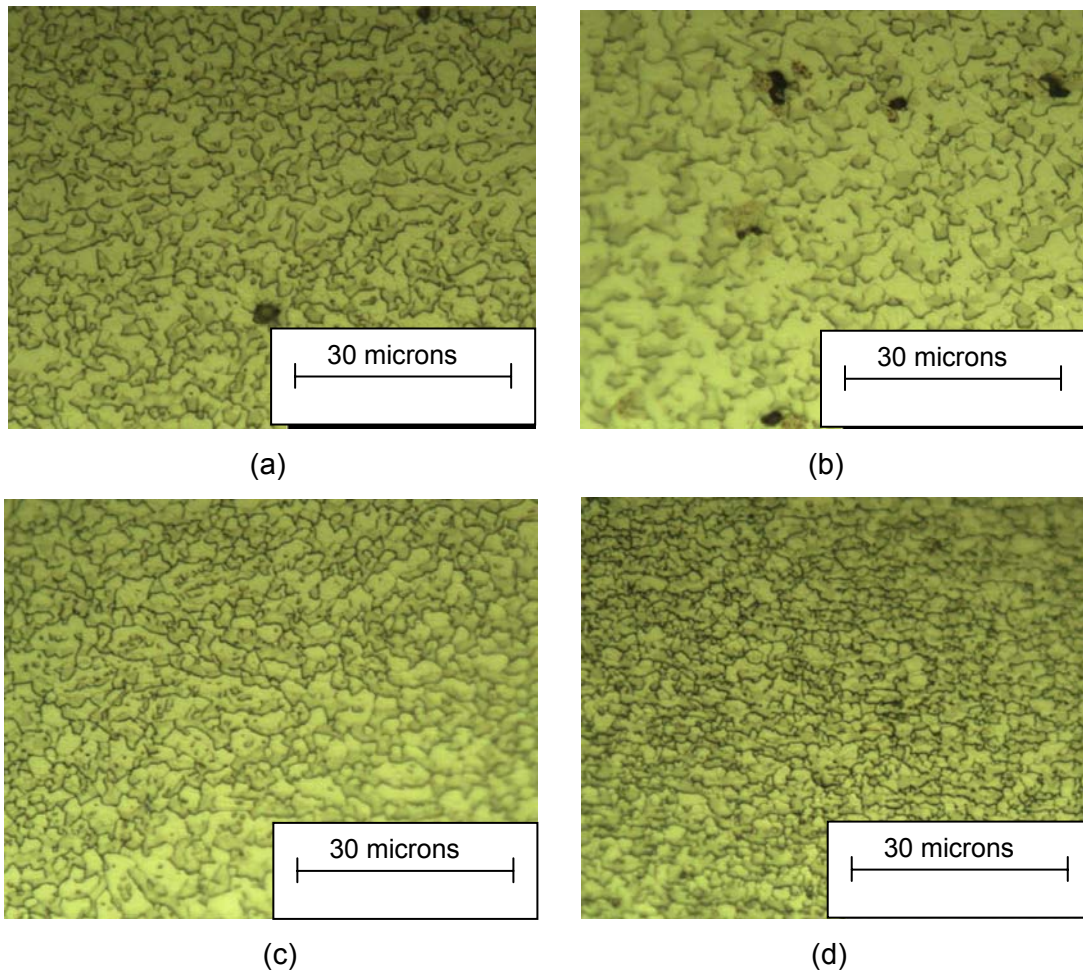


Figura 4.124 Microestruturas após ensaio de tração com V_T constante do material SLT2 a 800°C , nas $V_T = 0,5 \text{ mm/min}$, $t_r = 2,2 \text{ h}$, $\varepsilon_r = 660\%$, figuras (a) $G=12$ região não deformada e (b) $G=11$ região deformada, e $V_T = 200 \text{ mm/min}$, $t_r = 8,92 \times 10^{-4} \text{ h}$ ($3,2 \text{ s}$), $\varepsilon_r = 107\%$, (c) $G=11$ região não deformada; (d) $G=12$ região deformada.

As Figuras a seguir são de microestruturas do material, em condição SLT2, realizadas na cabeça e na região de deformação (comprimento útil) dos corpos-de-prova (CP), de ensaios de fluência a carga constante, nas várias tensões, acompanhado dos respectivos valores de t_r e ε_r .

A Figura 4.125 apresenta microestruturas do material na condição SLT2, após ensaio de fluência a carga constante, a temperatura de 600°C na tensão de $\sigma = 50 \text{ MPa}$, com respectivos valores de $t_r = 65,03\text{h}$, $\varepsilon_r = 124,5\%$, em (a) região não deformada; b) mesmas condições, região deformada.

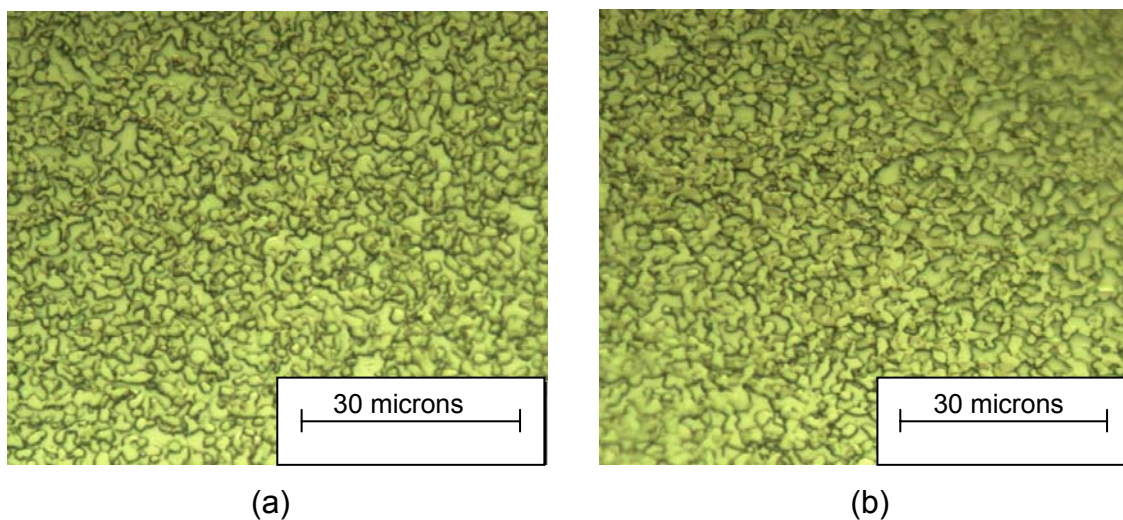


Figura 4.125 Micrografia após ensaio de fluência a carga constante no material SLT2 a 600°C : 50MPa , $t_r = 65,03\text{h}$, $\varepsilon_r = 124,5\%$, a) $G = 12$, região não deformada; b) $G = 12$, mesmas condições, região deformada.

A Figura 4.126 apresenta microestruturas de amostras, após ensaio de fluência a carga constante no material SLT2 a 700°C : ensaiada a $\sigma = 14\text{MPa}$, com valores de $t_r = 276,4\text{h}$, $\varepsilon_r = 396,6\%$, em a) região não deformada; b) mesmas condições, região deformada; ensaiada a $\sigma = 28\text{MPa}$, com valores de $t_r = 11,2\text{h}$, $\varepsilon_r = 200\%$, c) região não deformada; d) mesmas condições, região deformada; ensaiada a $\sigma = 85\text{MPa}$, com valores de $t_r = 0,66\text{h}$, $\varepsilon_r = 160\%$, e) região não deformada; f) mesmas condições, região deformada.

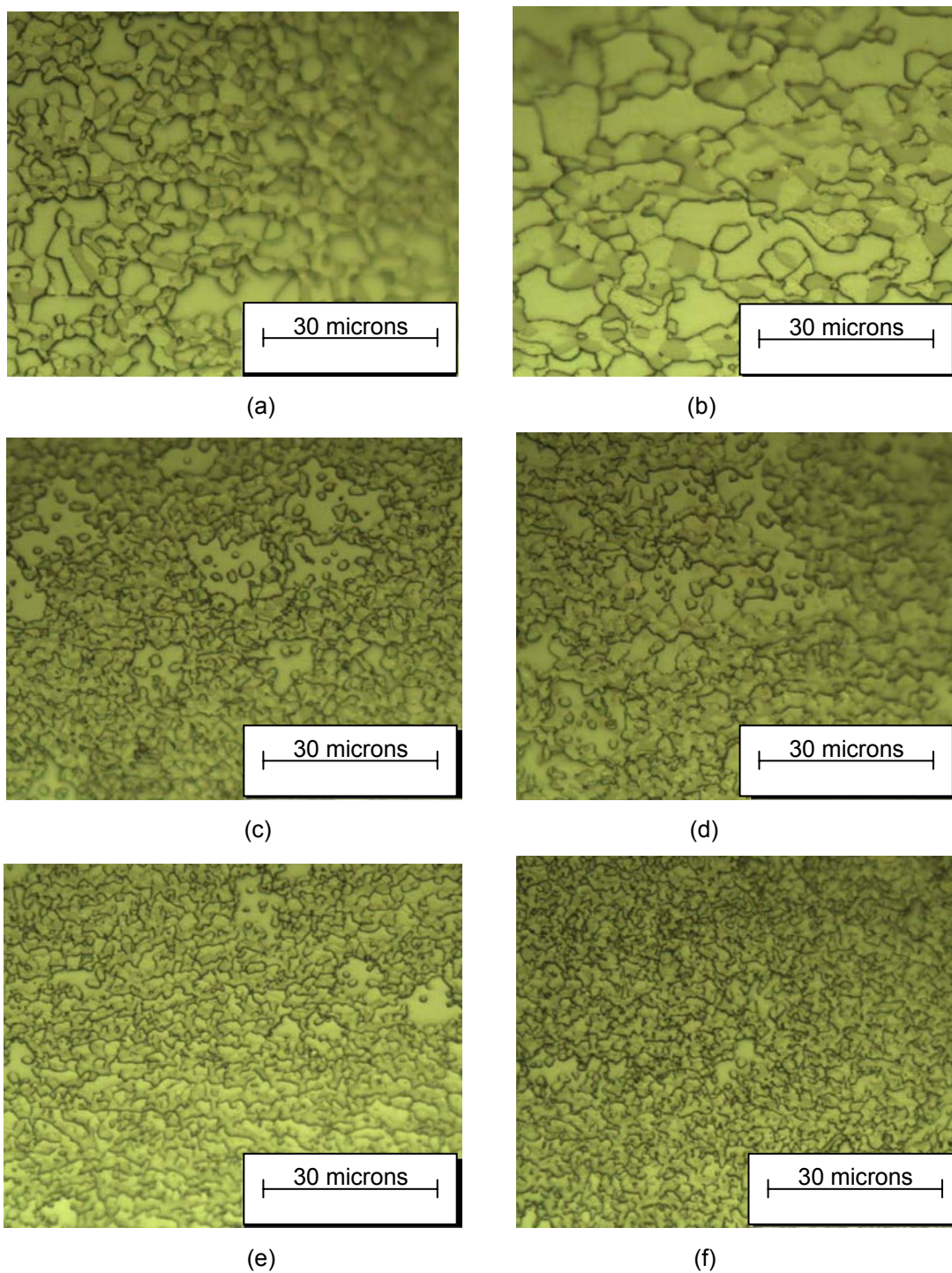


Figura 4.126 Microestruturas após ensaio de fluência carga constante, mat. SLT2 a 700°C: $\sigma=14\text{MPa}$, $t_r = 276,4\text{h}$, $\varepsilon_r = 396,6\%$, a) $G=11$, região não deformada; b) $G=9$, região deformada; $\sigma=28\text{MPa}$, $t_r = 11,2\text{h}$, $\varepsilon_r = 200\%$, idem regiões c) e d); 85MPa , $t_r = 0,66\text{h}$, $\varepsilon_r = 160\%$, e) região não deformada; f) região deformada.

A Figura 4.127 apresenta microestruturas de amostras, após ensaio de fluência a carga constante no material SLT2 a 800°C: ensaiada a $\sigma = 14\text{MPa}$, com valores de $t_r = 13,00\text{h}$, $\varepsilon_r = 480\%$, a) região não deformada; b) mesmas condições, região deformada; ensaiada $\sigma = 28\text{MPa}$, com valores de $t_r = 1,54\text{h}$, $\varepsilon_r = 492\%$, c) região não deformada; d) mesmas condições, região deformada; ensaiada a $\sigma = 85\text{MPa}$, com valores de $t_r = 0,071\text{h}$, $\varepsilon_r = 225\%$, e) região não deformada; f) mesmas condições, região deformada.

A Figura 4.128 apresenta microestruturas de amostras, após ensaio de fluência a carga constante no material SLT2 a 800°C: ensaiada a $\sigma = 14\text{MPa}$, com valores de $t_r = 77,13\text{h}$, $\varepsilon_r = 331,1\%$, a) região não deformada; b) mesmas condições, região deformada; ensaiada a $\sigma = 28\text{MPa}$, com valores de $t_r = 5,83\text{h}$, $\varepsilon_r = 262,6\%$, c) região não deformada; d) mesmas condições, região deformada; ensaiada a $\sigma = 85\text{MPa}$, com valores de $t_r = 0,046\text{h}$, $\varepsilon_r = 262,0\%$, e) região não deformada; f) mesmas condições, região deformada. A Figura 4.128 mostra a influência do tempo de deformação na estrutura dos corpos-de-prova, ensaiados por fluência à temperatura de 800°C, nas tensões: (a) 14 MPa e (b) 85 MPa. Nota-se a estrutura após um tempo de deformação mais longo, tensão de ensaio baixa (14 MPa) e aquela após a uma tensão de ensaio alta (85 MPa), em um tempo de deformação curto.

A Figura 4.129 apresenta uma comparação de microestruturas, nas regiões da cabeça e região da parte útil, de corpos-de-prova, de material na condição SLT2, após ensaio de fluência a carga constante, tensão $\sigma = 20\text{MPa}$, nas temperaturas de 700°C, 800°C e 900°C. A Figura 4.126 permite fazer uma comparação da estrutura do material, nas várias temperaturas ensaiadas, dos tamanhos de grão e das evidências de cavitação em cada um dos ensaios.

A Figura 4.130 apresenta a microestrutura, após ensaio de fluência a carga constante, na tensão de $\sigma = 30\text{MPa}$, em corpo-de-prova do material, na condição SLT2, na temperatura de 800°C, apresentando valores de $t_r = 19,9\text{h}$, e $\varepsilon_r = 737\%$ (sem ruptura).

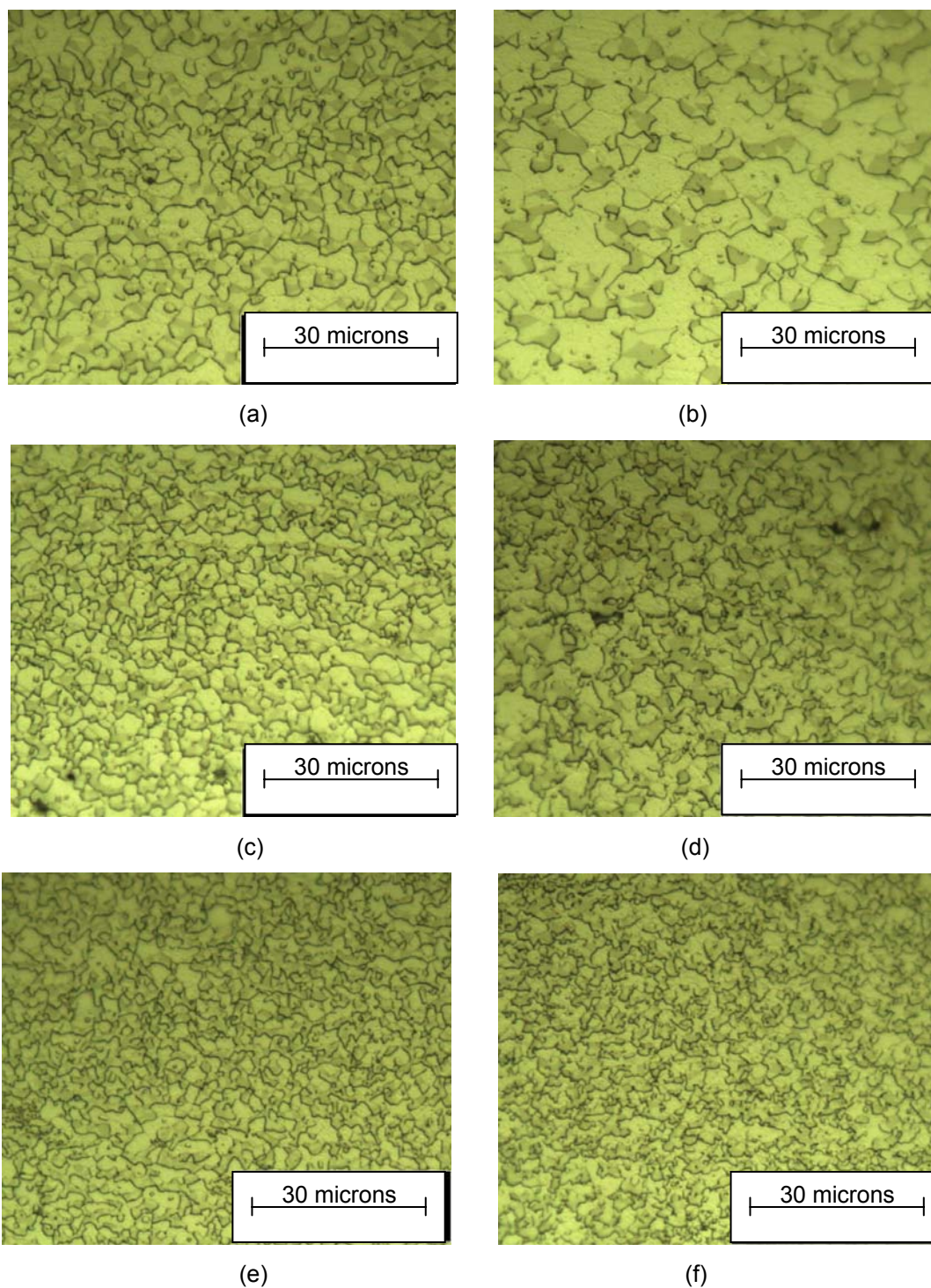


Figura 4.127 Micrografia após ensaio de fluência a carga constante no material SLT2 a 800°C: ensaio $\sigma = 14\text{MPa}$, $t_r = 13,00\text{h}$, $\varepsilon_r = 480\%$, a) região não def.; b) região def.; ensaio $\sigma = 28\text{MPa}$, valores com $t_r = 1,54\text{h}$, $\varepsilon_r = 492\%$, c) região não def.; d) região def.; ensaio a $\sigma = 85\text{MPa}$, valores $t_r = 0,071\text{h}$, $\varepsilon_r = 225\%$, e) r. não def., f) def. .

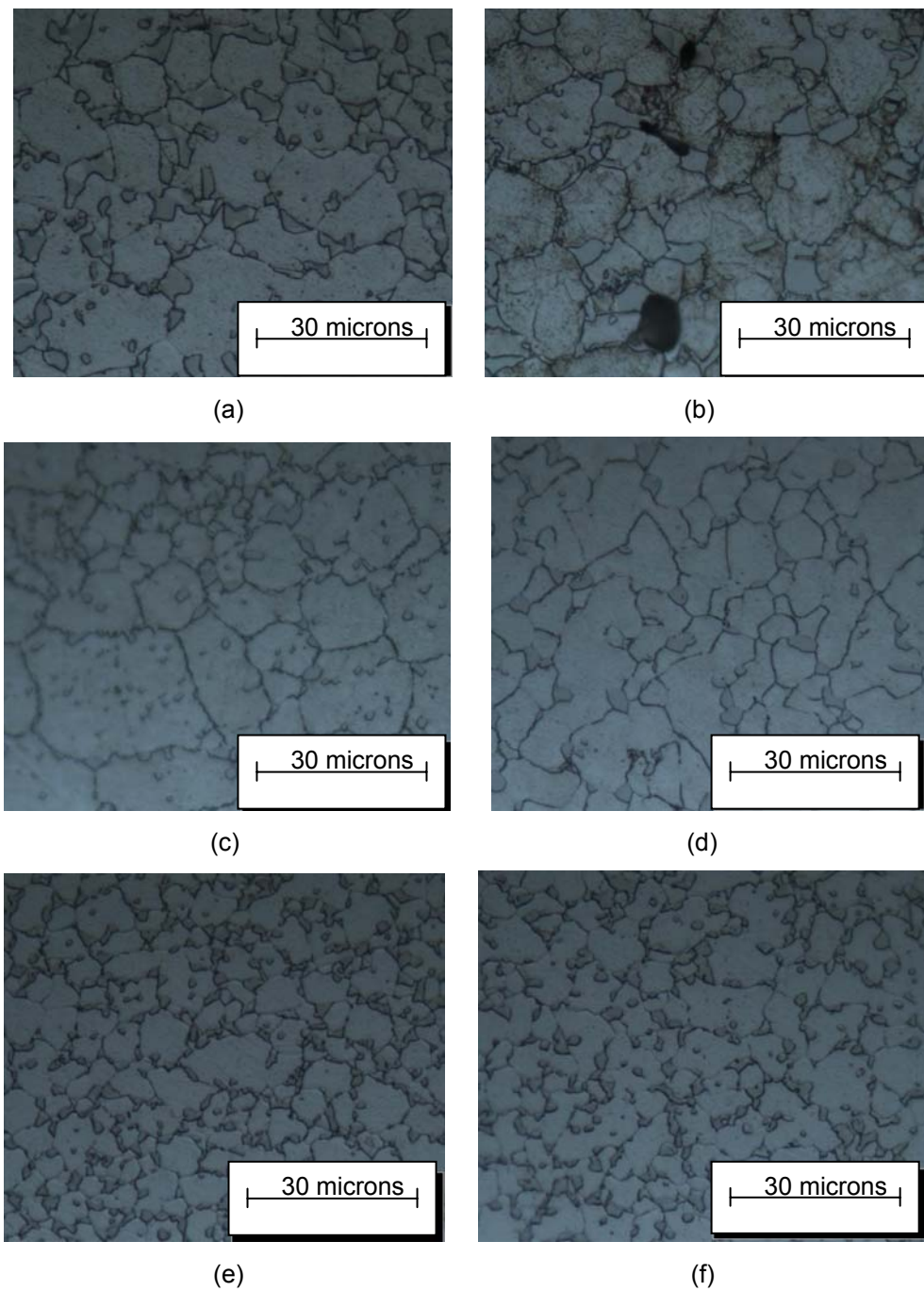


Figura 4.128 Micrografia após ensaio de fluência a carga constante no material SLT2 a 900°C: $\sigma=14\text{MPa}$, $t_r = 77,13\text{h}$, $\epsilon_r = 331,1\%$, a) G = 10 região não deformada; b) G= 9 região deformada; $\sigma=28\text{MPa}$, valores de $t_r = 5,83\text{h}$, $\epsilon_r = 262,6\%$, c) G= 7 região não deformada; d) G= 8 região deformada; $\sigma = 85\text{MPa}$, $t_r = 0,046\text{h}$, $\epsilon_r = 262,0\%$, e) G= 9 região não deformada; f) G= 9 região deformada.

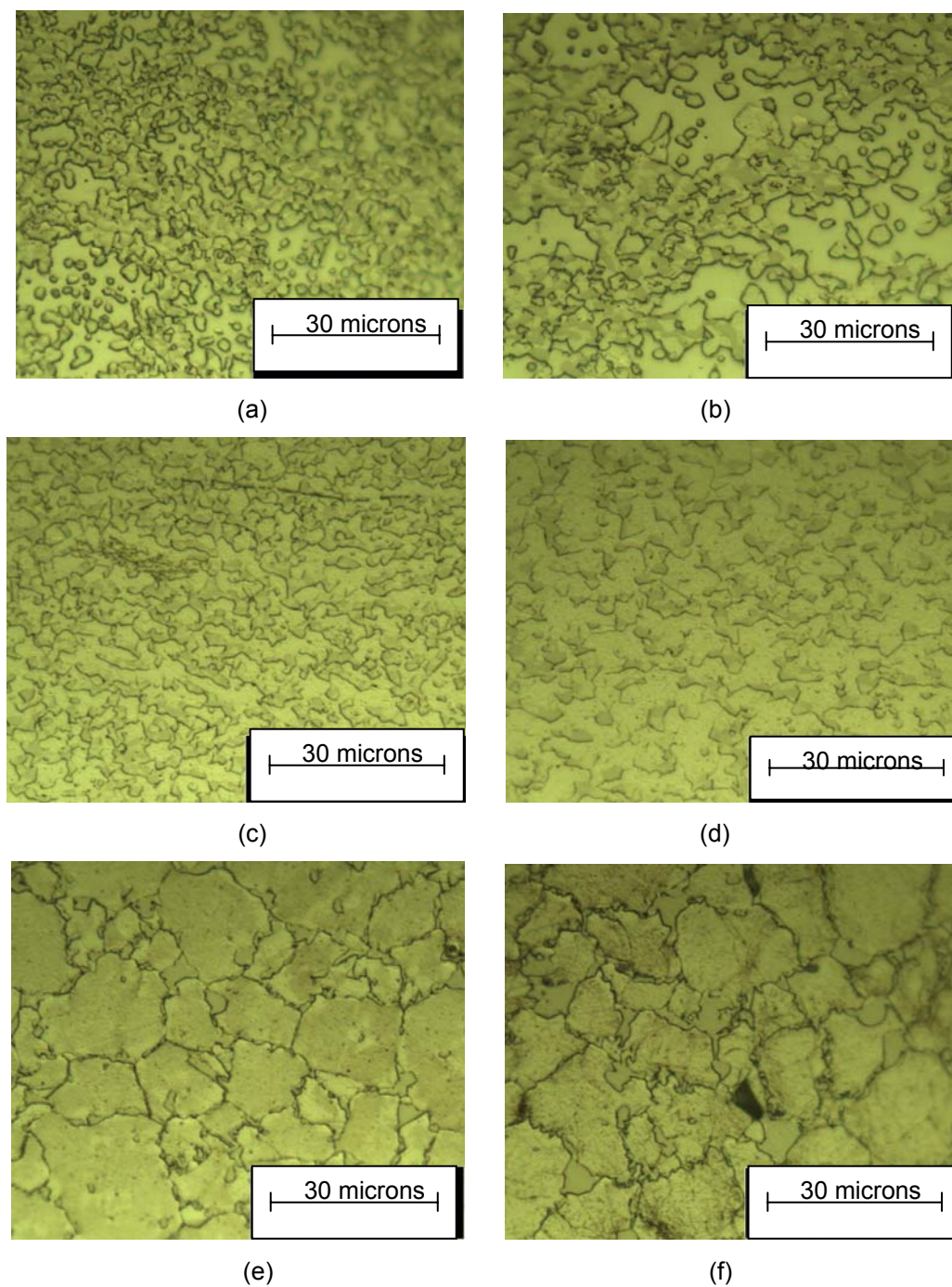


Figura 4.129 Micrografias após ensaio de fluência a carga constante, material SLT2, com $\sigma = 20$ MPa: 700°C, $t_r = 33,66$ h, $\epsilon_r = 250\%$, a) região não deformada; b) região deformada; 800°C, $t_r = 2,75$ h, $\epsilon_r = 433\%$ c) região não deformada; d) região deformada; 900°C, $t_r = 32,85$ h, $\epsilon_r = 248,3\%$, e) região não deformada; f) região deformada.

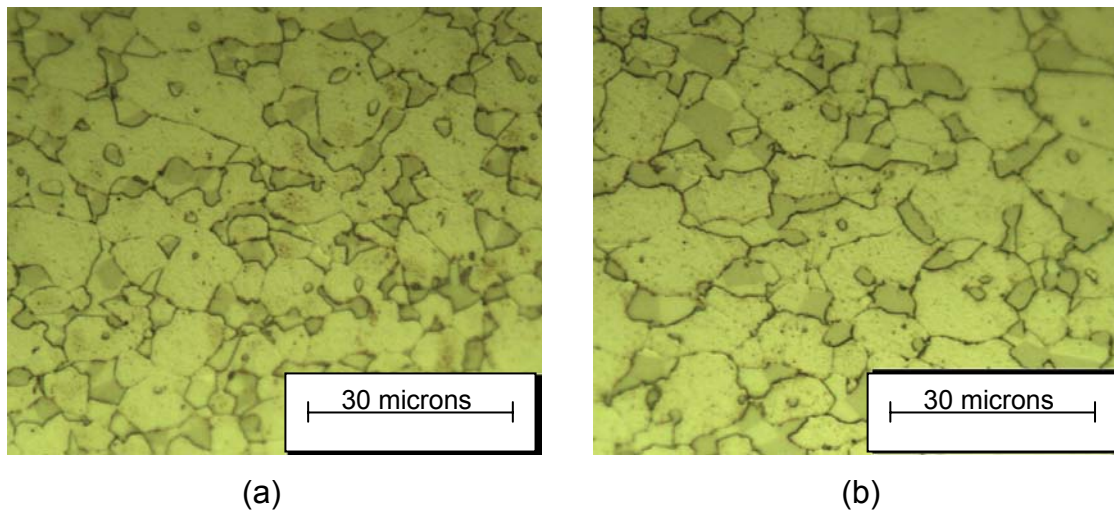


Figura 4.130 Micrografia após ensaio de fluência a tensão constante, material condição SLT2, ensaio a 800°C: a $\sigma = 30\text{MPa}$, com valores de $t_r = 19,9\text{h}$, $\varepsilon_r = 737\%$ (sem ruptura), a) $G = 9$, região não deformada; b) $G = 8$, mesmas condições, região deformada;

As micrografias de corpos-de-prova, ensaiados a fluência, apresentaram o mesmo aspecto daquelas amostras ensaiadas a tração (estrutura equiaxial recristalizada) nas mesmas temperaturas de ensaio. Esta estrutura, uma vez formada, se manteve ao longo da deformação, muito provavelmente pelo mecanismo de escorregamento de grãos. Tal mecanismo fica evidenciado pelo fato de que em todos os ensaios de tração e fluência realizados, naquela faixa de temperatura de $\sim 750^\circ\text{C}$ a 900°C , onde o comportamento de escoamento apresentou a maiores deformações, se observou a presença de cavidades nos contornos de grão.

Apesar de se afastar do escopo do presente trabalho, de investigação das características de superplasticidade e não um estudo morfológico em si, o fenômeno de cavitação é interessante por estar associado ao mecanismo de escorregamento de contornos de grãos, do processo de deformação de grande parte das ligas superplásticas. Sendo por conta disto uma evidência a mais de sua caracterização.

A Figura 4.131 apresenta microestruturas de CP ensaiados em fluência, a $\sigma = 20$ MPa, onde se observa sinais de cavitação, nas temperaturas de : a) 750°C; b) 800°C; c) 850°C e d) 900°C.

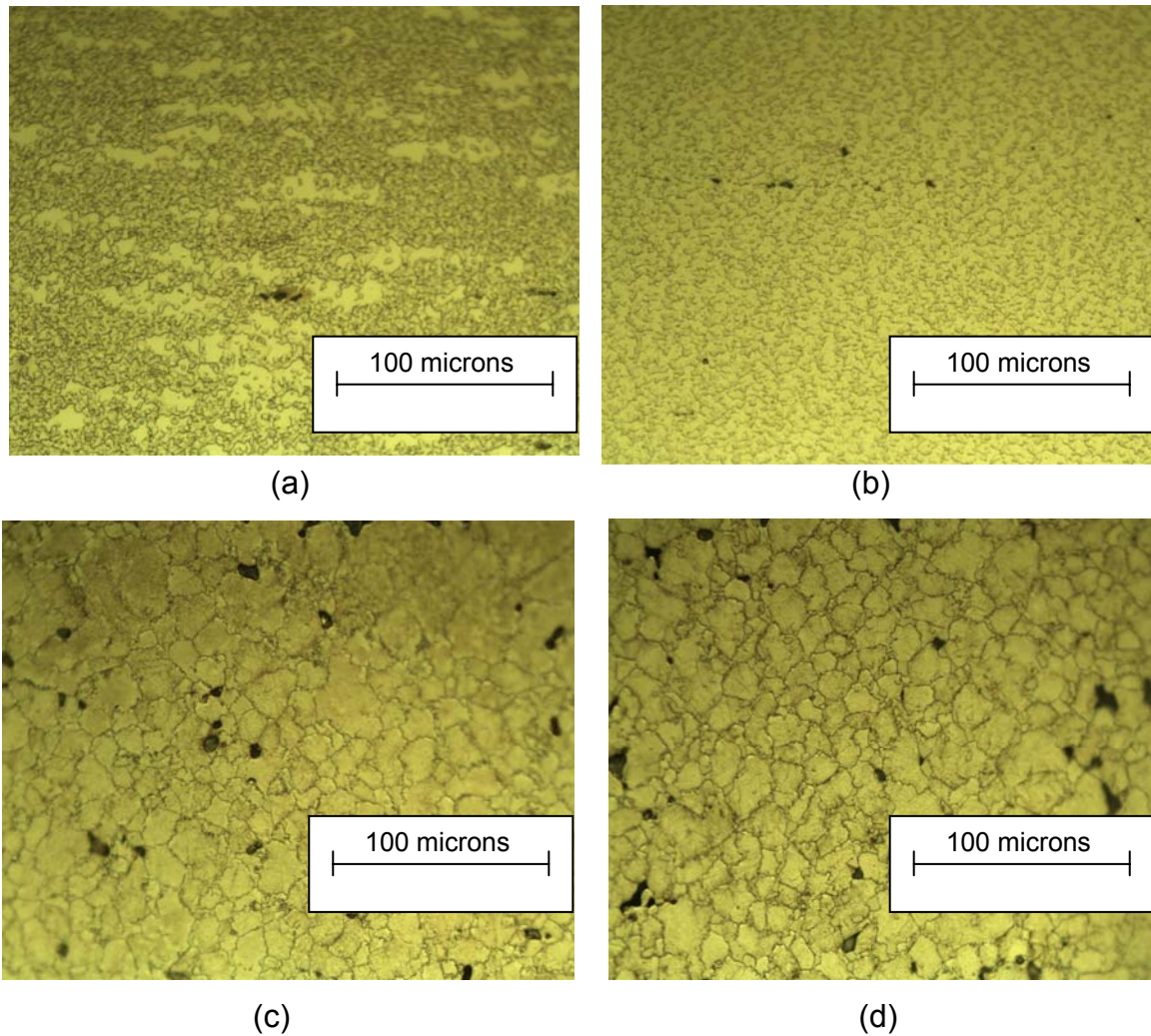


Figura 4.131 Micrografias das seções longitudinais na parte útil de corpos de prova ensaiados em fluência: a) 750°C; b) 800°C; c) 850°C ; d) 900°C.

Na Figura 4.132 para o material na condição SLT2, micrografias do comprimento útil de corpos-de-prova (CP) ensaiados a tração, na temperatura de 800°C, com V_T constante : a) 0,01 mm / min; b) 0,1 mm / min; c) 0,5 mm/min; nas quais, a medida que aumenta a V_T , dos CP ensaiados a mesma

temperatura, ocorre aumento das cavidades, com orientação no sentido de tração do ensaio.

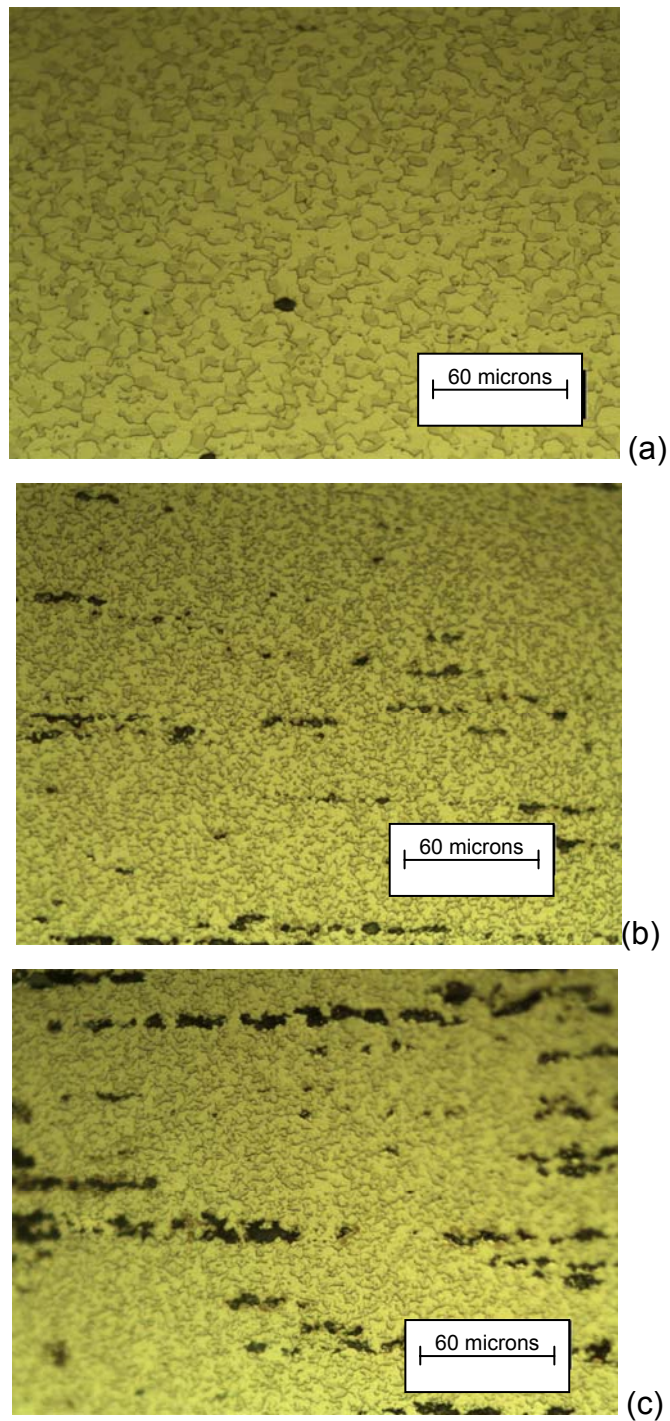


Figura 4.132 Micrografia da secção longitudinal (da parte útil), de CPs. ensaiados a tração, 800°C, com V_T constante: a) 0,01 mm/min; b) 0,1 mm/min; c) 0,5 mm/min.

4.4.7 Limiar de Tensão ("Threshold Stress, σ_0 ") e o comportamento superplástico do aço Fe-Mn-Al na condição SLT2

A Figura 4.133 apresenta a parametrização dos níveis de tensão limite (σ_0), para o escoamento superplástico do aço Fe-Mn-Al, na condição SLT2, via dados de ensaio de fluência, nas temperaturas de 700°C, 800°C e 900°C, através de gráfico do tipo

$$(Taxa\ mínima\ real\ de\ fluência)^{1/2}, s^{-1/2} \times (Tensão\ real), MPa.$$

onde a intersecção das isotermas nas abcissas (Tensão real) fornecem as estimativas do limiar de tensão (σ_0). Tais valores de intersecção, conforme indicado no gráfico, aumentam na mesma proporção que as temperaturas de ensaio.

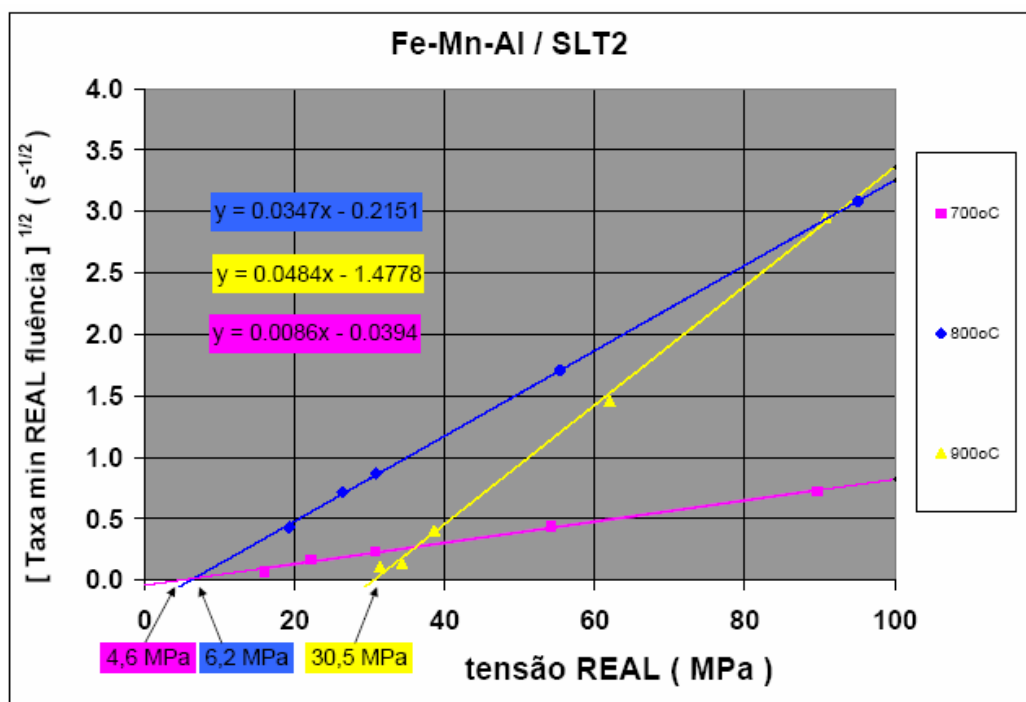


Figura 4.133 Gráfico da $(Taxa\ mínima\ real\ de\ fluência)^{1/2}, s^{-1/2} \times (Tensão\ real)$, MPa, com parametrização dos níveis de Limiar de Tensão (σ_0) para escoamento superplástico no aço Fe-Mn-Al / SLT2, gráfico tipo $\dot{\epsilon}^{1/2} \times \sigma$.

A Figura 4.134 apresenta a racionalização do gráfico de Norton, tipo Log (Taxa mínima real, h^{-1}) x Log ($\sigma - \sigma_0$), MPa , considerando os valores de σ_0 calculados analiticamente, obtidos pelas intersecções exatas no gráfico $\dot{\epsilon}^{1/2} \times \sigma$ da Figura 4.133.

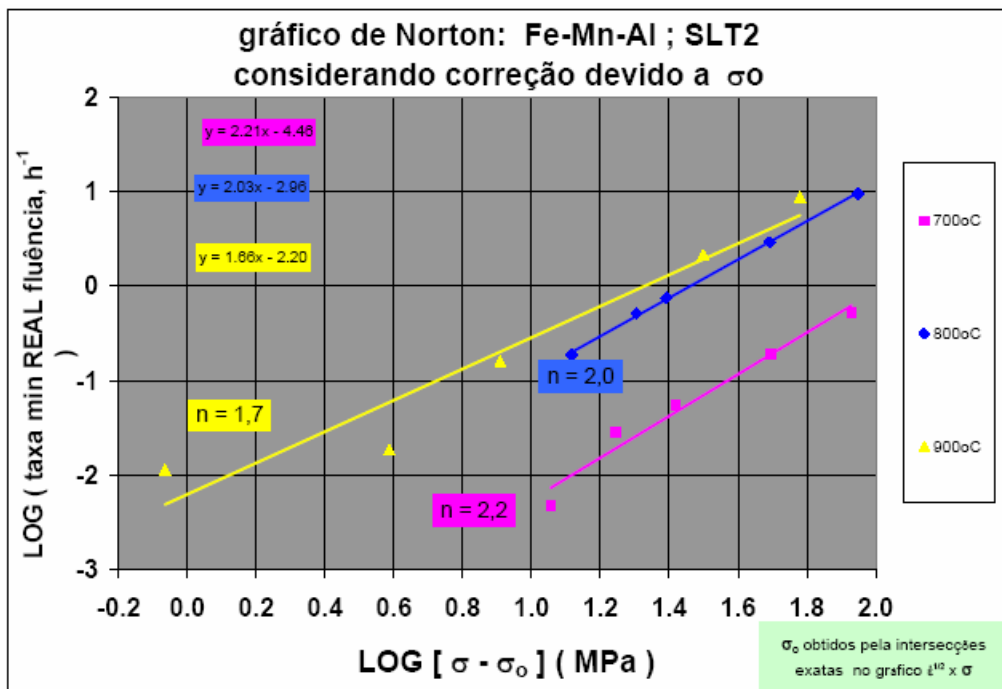


Figura 4.134 Racionalização do gráfico de Norton, Log (Taxa mínima real, h^{-1}) x Log ($\sigma - \sigma_0$), MPa , considerando os valores de σ_0 calculados analiticamente, obtidos pelas intersecções exatas σ_0 no gráfico $\dot{\epsilon}^{1/2} \times \sigma$ (da Figura 4.132), para o escoamento superplástico de aço da liga Fe-Mn-Al / condição SLT2.

A Figura 4.135 apresenta para o escoamento superplástico de aço da liga Fe-Mn-Al na condição SLT2, a racionalização do gráfico de Norton, considerando os valores de σ_0 mais prováveis para $n = 2$ em todos os níveis de temperatura. A partir destas correções observa-se que aquela inversão de tendência na temperatura de 900°C, era devido ao maior valor do limiar de tensão (σ_0), a ser corrigido para esta temperatura.

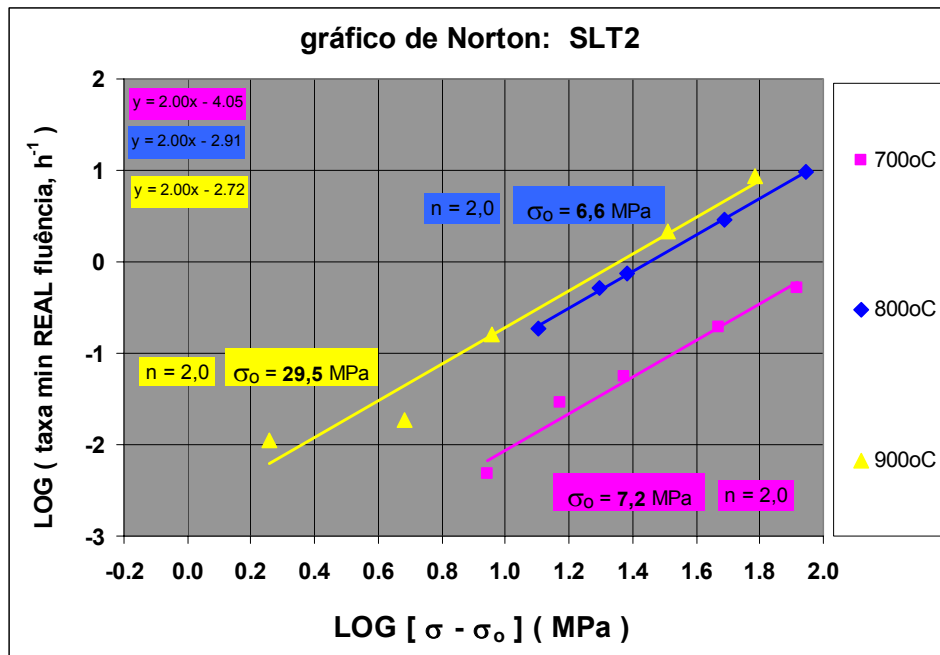


Figura 4.135 Determinação dos níveis de Limiar de Tensão para o escoamento superplástico no Fe-Mn-Al / SLT2, racionalização do gráfico de Norton considerando os valores de σ_0 mais prováveis para $n = 2$ em todos os níveis de temperatura.

5. CONCLUSÕES

O presente trabalho, de análise e caracterização do comportamento superplástico de amostras de chapa fina, processadas a partir de um aço austenítico do sistema de liga Fe-Mn-Al, com a composição Fe– 24.5Mn– 6.5Al– 1.5Si– 1.1C– 0.009P– 0.016S (% pêsos), do material foi ensaiado tanto em máquinas de tração (com velocidades constante do travessão) como de fluência (a carga constante) numa faixa de temperatura de 600°C a 1000°C, envolvendo taxas de deformação variando de 10^{-5} a 1 s^{-1} , com alta deformação à quente, apresentou as seguintes conclusões:

- baseado em diferentes rotas de processamento termomecânico, atingiu seu principal objetivo de caracterizar pela primeira vez o comportamento superplástico de um aço austenítico, preparado na forma de chapas finas, seguido de recozimento a 850°C, gerando uma estrutura de grãos finos e equiaxiais, com duas fases: austenita / ferrita, com tamanho de grão médio em torno de 3 microns.
- em ambos os métodos de ensaios de tração os valores de **m** (expoente de sensibilidade à taxa de deformação) obtidos ficaram dentro da faixa correspondente a região II da curva sigmoideal, nas temperaturas de ensaio consideradas, característicos de escoamento superplástico,
- nos ensaios de tração, a tendência de deslocamento das curvas para a esquerda, ao aumentar temperatura e diminuir V_T , com tendência de diminuir tensão de escoamento (σ) e aumentar alongamento ϵ_f , caracterizando a crescente influência de m (expoente de sensibilidade), característico de escoamento em regime superplástico.
- concordância dos ensaios de tração com V_T constante, e com saltos V_T ,
- comportamento sigmoideal típico de comportamento superplástico das curvas: $\sigma \times \dot{\epsilon}$ (tração) / $\dot{\epsilon} \times \sigma$ (fluência).
- microestrutura com precipitação de nova fase (recristalização), a partir dos contornos de grãos, devido recozimento, com estrutura refinada e estável, e tamanho de grão $< 10 \mu\text{m}$,

- fenômeno de cavitação presente nos ensaios de tração e fluência, característico do mecanismo de escorregamento de contornos de grãos em deformação superplástica.
- os resultados tanto dos ensaios de tração como de fluência foram comparados entre si e apresentaram boa concordância em ambos os procedimentos. Estes estudos indicaram que os maiores valores de $\dot{\epsilon}_f$ (da ordem de 660 %) e m (da ordem de 0,54) foram observados a 800°C, para taxas de deformação na faixa de 10^{-4} a 10^{-3} s^{-1} (no caso dos ensaios de tração) e a 800°C com tensões entre 20 a 50 MPa (no caso dos ensaios de fluência).
- observações metalográficas, por microscopia ótica como por MEV, das amostras ensaiadas tanto em tração como fluência indicaram que a estrutura granular permanece equiaxial e praticamente estável, mesmo após os grandes alongamentos atingidos em cada temperatura, caracterizando a condição superplástica conseguida neste trabalho para a liga Fe-Mn-Al.
- melhores alongamentos, obtidos a 800°C, com valores de: tração com $\dot{\epsilon} = 2,47 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, e fluência com $\dot{\epsilon} = 7,82 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ e $\epsilon_f > 600\%$,
- os ensaios de fluência permitiram obter valores dos parâmetros n (expoente de tensão), Q (energia de ativação) e σ_0 (tensão limiar). Com os ensaios de tração até ruptura e os ensaios de fluência determinou-se também valores de $\dot{\epsilon}_f$ (alongamento máximo atingido na ruptura).
- ensaios de tração realizados a taxa de deformação constante e de fluência realizados a tensão constante, nessa temperatura, permitiram obter valores ainda maiores desses parâmetros, nessa região de máxima sensibilidade à taxa de deformação. No caso de um ensaio de tração com $\dot{\epsilon} = 2,47 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ chegou-se a $\dot{\epsilon}_f = 750\%$ e no caso de fluência com $\sigma = 30 \text{ MPa}$ atingiu-se um valor de $\dot{\epsilon}_f = 737 \%$ (sem ruptura).
- medidas de energia de ativação a partir dos ensaios de fluência indicaram que a liga Fe-Mn-Al apresenta valores próximos dos de autodifusão do Fe na Austenita e na Ferrita, concordando com o que se espera do processo de escoamento superplástico.

- a análise dos resultados de fluência indicou também que o material apresenta uma Tensão Limiar (σ_0) variando de 6 – 7 MPa nas temperaturas de 700 a 800°C, e $\sigma_0 \approx 30$ MPa a 900°C, podendo todos os dados de variação da Taxa de Deformação com a Tensão (diagrama de Norton) ser racionalizados por um único expoente de tensão $n = 2$, típico do mecanismo de escorregamento de contornos de grãos.
- valores obtidos, racionalizados com σ_0 (limiar de tensão), de n (expoente de tensão) e Q_f (energia de ativação) de auto difusão pelos contornos de grãos, característicos de fluência em regime superplástico,
- perfeita concordância entre os resultados obtidos pelos métodos de ensaio por tração, como por fluência, confirmando os resultados reportados na literatura.
- os valores encontrados para esses parâmetros indicam que o aço do sistema Fe-Mn-Al selecionado para este estudo apresenta características de comportamento superplástico.

6. SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

- Estudo da microestrutura de forma mais abrangente considerando:
 - outras temperaturas e taxas de deformação, por tração e fluência (região I e III), e sua relação com a região II utilizando como parâmetros a temperatura e microestrutura inicial (proporção de fase, tamanho de grão).
- Estudo da evolução microestrutural do comportamento superplástico, para diferentes $\dot{\epsilon}$, d e T iniciais:
 - possíveis transformações e evolução de fases presentes em função da temperatura.
 - nucleação e crescimento de grãos (avaliação e modelamento).
 - nucleação e crescimento de vazios (avaliação e modelamento).
 - tripla junção de grãos, transição entre baixo e alto ângulo nos contornos de grãos.
 - efeitos da energia de ativação.
 - deslizamento de contornos de grãos.
 - deslizamento cooperativo de contornos de grãos (CGBS).
 - abordagem unificada do CGBS na fluência superplástica.
- Efeito de todos estes fatores na : conformação superplástica do material, manutenção de suas propriedades mecânicas, controle de cavitação e seus efeitos deletérios, uniformidade e espessura de parede em peças conformadas, tempo e temperatura de conformação, etc.
- Estudo do comportamento superplástico em peças do material, não em chapas, por exemplo tipo ensaios de duplo cisalhamento por fluência.
- Estudo de cavitação em termos de : nucleação, crescimento e coalescimento/ efeito de impurezas e classificação/ cavitação e escoamento superplástico/ danos de cavitação (avaliação e modelagem)

- Estudos de simulação de processo de conformação por elementos finitos(EF) e outros. Realizando análise de elementos finitos de tração uniaxial e conformação biaxial de ligas considerando e comparando os dados obtidos com dados experimentais similares. Com base nos resultados fazer as mudanças que forem necessárias no modelo de EF para uma representação mais precisa de conformação do material e previsão de falhas, levando em conta:
 - evolução microestrutural do comportamento superplástico;
 - escoamento superplástico e cavitação;
 - ensaios de tração por vários métodos;
 - ensaios de fluência a carga constante e tensão constante, e duplo cisalhamento;
 - processos de conformação.
- Confeção de came, de projeto específico para ensaio superplástico com carga constante, para uso em máquina de ensaio de fluência.
- Processamento termomecânico por ECAP para obter estrutura com granulação mais fina diminuir n' (expoente de encruamento) e melhorar a caracterização superplástica a temperaturas mais baixas.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - SIEGERT, k.; WERLE, T. Manufacturing Examples and Fundamentals. **TALAT Lecture 3801**, 14 p. EAA, 1994.
- 2 - CHANDRA, N. Constitutive Behavior of Superplastic Materials. **International Journal of Non-Linear Mechanics**, v. 37, p. 461 – 484, 2002.
- 3 - MOHAMED, F. A. Interpretation of Superplastic Flow in Terms of a Threshold Stress **Journal of Materials Science**, v. 18, p. 582 – 592, 1983.
- 4 - LANGDON, T. G. An Evaluation of the Strain Contributed by Grain Boundary Sliding in Superplasticity **Materials Science and Engineering**, A174, p. 225 – 230, 1994.
- 5 - LIN, J. Selection of Material Models for Predicting Necking in Superplastic Forming **International Journal of Plasticity**, v. 19, p. 469 – 481, 2003.
- 6 - LIN, J.; HO, K. C.; DEAN, T. A. An Integrated Process for Modelling of Precipitation Hardening and Springback in Creep Age-Forming **International Journal of Machine Tools & Manufacture**, v. 46, p. 1266 - 1270, 2006.
- 7 - SORDI, V. L. **Características de Fluência de um Aço Inoxidável Austenítico Fe-Mn-Al na Faixa de Temperatura de 500 a 800°C**. 1986. 139 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos.

- 8 - TOSCANO, E. H. Superplasticity in an Austenitic Stainless Steel Containing Aluminum and Manganese **Scripta Metallurgica**, v. 17, p. 309 – 312, 1983.
- 9 - ACSELRAD, O. et al Phase Transformations in FeMnAlC Austenitic Steels with Si Addition (Communications) **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 33A, p. 3569, November, 2002.
- 10 - KAYAK, G. L. Fe-Mn-Al Precipitation Hardening Austenitic Alloys. **Metal Science and Heat Treatment**, v. 2, p. 95, 1969.
- 11 - ALEKSEENKO, M. F.; et al. **Metal Science and Heat Treatment**, v. 14, (3-4), p. 187, 1972.
- 12 - KRIVONOGOV, G. S.; et al. Phase Transformation Kinetics in Steel 9G28YuMVB. **Physic Metallurgy & Metallography**. (4), p. 86, 1975.
- 13 - LYSAK, L. I.; et al. Structural and Phase changes in Steel 9G28YuMVB During Aging. **Metallogizika**, v. 59, p. 29, 1975.
- 14 - BATRAKOV, V. P. et al. State of the Surface Layer and Corrosion Resistance of Steel 9G28YuMVB. **Prot. Met.**, v. 10 (5), p. 487, 1974.
- 15 - GHOSH, A.K.; HAMILTON, C.H. Mechanical behavior and hardening characteristics of a superplastic Ti-6Al-4V alloy **Metallurgical Transactions**, v. 10A, p. 699-706, June, 1979.
- 16 - CHOKSHI, A. H. A comparative examination of superplastic flow and fracture in metals and ceramics **Materials Science and Engineering** v. A234-236, p. 986-990, 1997.

- 17 - WU, M. Y. SHERBY, O. D. Superplasticity in a silicon carbide whisker reinforced aluminum alloy **Scripta Metallurgica** v. 18, p.773-776, 1984.
- 18 - HIRAGA, K., KIM, B-N., MORITA, K. et all High-strain-rate superplasticity in oxide ceramics **Science and Technology of Advanced Materials** v. 8, p. 578-587, 2007.
- 19 - MAEHARA, Y.; LANGDON, T. G. Review Superplasticity in Ceramics **Journal of Materials Science**, v. 25, p. 2275-2286, 1990.
- 20 - GIFKINS, R. C. Grain-Boundary Sliding and its Accommodation During Creep and Superplasticity **Metallurgical Transactions A**, v. 7A, p. 1225 – 1232, 1976.
- 21 - WATANABE, T. Grain Boundary Sliding and Stress Concentration During Creep **Metallurgical Transactions A**, V.14 A, p. 533-545, 1983.
- 22 - RAJ, R.; ASHBY, M. F. On Grain Boundary Sliding and Diffusional Creep **Metallurgical Transactions**, v. 2, p. 1113 – 1127, 1971.
- 23 - LANGDON, T.G. The physics of superplastic deformation. **Materials Science and Engineering**, v. 137A, n. 1-2, p. 1-11, 1991.
- 24 - NAPOLIÃO, M.E.F. **Avaliação do Comportamento superplástico de um aço inoxidável duplex** 2000. 112p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos.
- 25 - KAIBYSHEV, O. A.; Fundamental aspects of superplastic deformation **Materials Science and Engineering**, A324, p. 96-102, 2002.

- 26 - BAUDET, B. Industrial aspects of superplasticity **Materials Science and Engineering A137**, p. 41-55, 1991.
- 27 - JOSHI, A. Introduction to superplastic forming process **Indian Institute of Technology**, Bombay, view section (parcial), p. 1-3, 2001.
- 28 - KOSTER, W.; TOWN, W. – The Iron Corner of the Iron-Manganese-Aluminum System. **Archiv Fur Das Eisenhüttenwesen**, v. 7, 365, 1933-34.
- 29 - SCHMATZ, D. J.; ZACKAY, V. F. Mechanical Properties of Fe-Mn-Si Alloys at Room and Elevated Temperatures. **Transactions ASM**, v. 51, p. 299-309, 1959.
- 30 - GHOSH, A.K.; HAMILTON, C.H. Mechanical behavior and hardening characteristics of a superplastic Ti-6Al-4V alloy **Metallurgical Transactions**, v. 10A, p. 699-706, June, 1979.
- 31 - PATENT ESTADOS UNIDOS, **P. M. 2.329.186** Alloys. DEAN, R. S.; ANDERSON, C. T. Chicago, Ill, apres. Sept. 1, 1941.
- 32 - HAM, J. L.; CAIRNS JR, R. E. Manganese Joins Aluminum to give Strong Stainless. **Product Engineering**, v. 29, p. 50-51, 1958.
- 33 - LILLYS, P.; GIBSON, R. C. Äpud” SCHMATZ, D. J. Structure and Properties of Austenitic Alloys Containing Aluminum and Silicon. **Transaction American Society for Metals**, v. 52, p.911, 1968.
- 34 - SCHMATZ, D. J. Structure and Properties of Austenitic alloys Containing Aluminum and Silicon. **Transaction American Society for Metals**, v. 52, p. 898-913, 1960.

- 35 - HAN, K. H. The Microstructures and Mechanical Properties of An Austenitic Nb-bearing Fe-Mn-Al-C Alloy Processed by Controlled Rolling **Materials Science and Engineering A** v. 279, p. 1-9, 2000.
- 36 - JAMES, P. L. Precipitation of the Carbide $(\text{FeMn})_3\text{AlC}$ in a Fe-Al Alloy. **Journal of the Iron and Steel Institute**, p. 54-57, Jan. 1969.
- 37 - SHVEDOV, L. I.; GORETSKII, G. P. Investigation of Heat-resisting Alloys System Fe-Mn-Al. **Vestsi Akad. Navuk Belaruskai SSR**,(1)p43-46, 1972.
- 38 - SHVEDOV, L. I.; GORETSKII, G. P. Structure of Iron-Manganese-Aluminum Alloys. **Struktura I Svoitva Met. I Splavov, J** : p. 199-204, 1974.
- 39 - STORCHAK, N. A.; DRACHINSKAYA, A. G. Strengthening of Fe-Mn-Al C Alloys During Ageing. **Fiz. Metal. Metalloved**, v. 44, p. 123-132, 1977.
- 40 - BANERJI, S. K. An Austenit Stainless Steel without Nickel and Chromium **Metal Progress**, v. 113 (4): p. 59-62, 1978.
- 41 - TSCHPTSCHIN, A. P.; BARCHESE, E.; GOLDENSTEIN, H. Aço Inoxidável ao Manganês e Alumínio. **Metalurgia-ABM**, v. 36 (267) p.81-83, 1980.
- 42 - CASTELETTI, L. C. **Propriedades Mecânicas e Físicas de Aços Austeníticos Baseados no Sistema Fe-Mn-Al**. 1981. 89p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica) Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo.
- 43 - CHARLES, J. et all. New Cryogenic Materials: Fe-Mn-Al Alloys. **Metal Progress**, p. 71-74, May, 1981.

- 44 - BANERJI, S. K. An Update on Fe-Mn-Al Steels. **Vanderbilt University Workshop: Conservation and Substitution Technology for Critical Materials**. P. 15-17, June, 1981.
- 45 - BANERJI, S. K. The 1982 Status Report on Fe-Mn-Al Steels. **Vanderbilt University Workshop: Trends in Critical Materials Requirements for Steel of Future**, p. 4-7, October, 1982.
- 46 - GARCIA, J. C.; ROSAS, N.; RIOJA, R.J. Development of Oxidation Resistant Fe-Mn-Al Alloys. **Metal Progress**, v. 122 (3), p. 47-50, 1982.
- 47 - WANG, R.; BECK, F. H. New Stainless Steel without Nickel and Chromium for Marine Applications, **Metal Progress**, p. 72, March, 1983.
- 48 - BUONO, V. et al **Transformação Austenita-Ferrita no Aquecimento de Ligas Fe- Mn- Al- C** V COMFIT-ABM, p. 75-85, Belo Horizonte, 1984.
- 49 - BRITO, A. R.; SILVA, E. M. P. **Oxidação ao Ar de Duas Ligas do Sistema Fe-Mn-Al a 600°C** V COMFIT-ABM, p. 59-73, Belo Horizonte, 1984.
- 50 - BENZ, J. C.; LEAVENWORTH, H. W. An Assessment on Fe-Mn-Al Alloys and Substitutes for Stainless Steels **Journal of Metals**, p. 36, March, 1985.
- 51 - ACSELRAD, O.; PEREIRA, L. C.; AMARAL, M. R. **Thermomechanical Processing of an Austenitic Fe-Mn-Al Alloy**, EUROMAT 94 TOPICAL, p. 501-504, 1994.
- 52 - SORDI, V. L.; BUENO, L. O. **Creep Behavior of An Fe-Mn-Al Austenitic Stainless Steel In The Temperature Range From 500 to 800°C**, EUROMAT 94 TOPICAL, p. 1274-1278, 1994.

- 53 - ALCAZAR, G.A.P. Propiedades estructurales y magnéticas de aceros Fe-Mn-Al, "Fermanal"**Rev. Acad. Colomb. Cienc.**, v. XXVIII, n. 107, p. 265 - 274, 2004.
- 54 - GRASSEL, O. et al High Strength Fe-MN-(Al,Si) TRIP/TWIP Steels Development-Properties-Application **International Journal of Plasticity** v. 16, p. 1391-1409, 2000.
- 55 - WANG, C. J.; LEE, J. W.; TWU, T. H. Corrosion Behaviors of Low Carbon Steel, SUS310 and Fe-Mn-Al Alloy With Hot-Dipped Aluminum Coatings in NaCl-Induced Hot Corrosion **Surface and Coatings Technology** v. 163-164, p. 37-43, 2003.
- 56 - CHENG, W. C.; LIN, H. Y.; LIU, C. F. Observing The Massive Transformation in An Fe-Mn-Al Alloy **Materials Science and Engineering A** v. 335, p. 82-88, 2002.
- 57 - CHENG, W. C.; LIU, C. F.; LAI, Y. F. Observing The DO₃ Phase in Fe-Mn-Al Alloys **Materials Science and Engineering A** v. 337, p. 281-286, 2002.
- 58 - CHENG, W. C.; LIN, H. Y. The Precipitation of FCC Phase from BCC Matrix in An Fe-Mn-Al Alloy **Materials Science and Engineering A** v. 323, p. 462-466, 2002.
- 59 - CHENG, W. C.; LIN, H. Y.; LIU, C. F. The Fracture Behaviors In An Fe-Mn-Al Alloy During Quenching Processes **Materials Science and Engineering A** v. 343, p. 28-35, 2003.

- 60 - OSORIO, A. et al Thermodynamic Properties of Antiferromagnetic Ternary Systems Using a Random-Site Ising Model **Physical Review B** v. 68, p. 024420-1 – 024420-6, 2003.
- 61 - PLASCAK, J. A.; ZAMORA, L. E.; ALCÁZAR, G. A. P. **Physical Review B** v. 61, p. 3188, 2000.
- 62 - CHENG, W. C.; LIN, H. Y. The Formation of Austenite Annealing Twins From The Ferrite Phase During Aging In An Fe-Mn-Al Alloy **Materials Science and Engineering A** v. 341, p. 106-111, 2003.
- 63 - CHENG, W. C.; LIU, C. F.; LAI, Y. F. The Role Carbon Plays In The Martensitic Phase Transformation Of An Fe-Mn-Al Alloy **Scripta Materialia** v. 48, p. 295-300, 2003.
- 64 - LINS, V. F. C.; FREITAS, M. A.; SILVA, E. M. P. Oxidation Kinetics of An Fe-31.8Mn-6.09Al-1.60Si-0.40C Alloy at Temperatures From 600°C To 900°C **Corrosion Science** v. 46, p. 1895-1907, 2004.
- 65 - LI, Y. J.; ARNBERG, L. A Eutectoid Phase Transformation For The Primary Intermetallic Particle From $Al_m(Fe, Mn)$ To $Al_3(Fe, Mn)$ in AA5182 Alloy **Acta Materialia** v. 52, p. 2945-2952, 2004.
- 66 - ZHANG, Y. S. et al Effects of Anodic Passivation on The Constitution, Stability and Resistance To Corrosion of Passive Film Formed on An Fe-24Mn-4Al-5Cr Alloy **Applied Surface Science** v. 222, p. 89-101, 2004.
- 67 - ZHANG, Y. S.; ZHU, X. M.; ZHONG, S. H. Effect of Alloying Elements on The Electrochemical Polarization Behavior and Passive Film of Fe-Mn Base Alloys In Various Aqueous Solutions **Corrosion Science** v. 46, p. 853-876, 2004.

- 68 - BENGOUGH, G. D. **J. Inst. Metals** v. 7, p. 123, 1912.
- 69 - JENKINS, C. H. M. **J. Inst. Metals** v. 40, p. 21, 1928.
- 70 - PEARSON, C. E. **J. Inst. Metals** v. 54, p. 111, 1934.
- 71 - BOCHVAR, A. A.; SVIDERSKAYA, Z. A. **Izvest. Akad. Nauk SSSR, Otdel. Tekh. Nauk** v. 10, p.1001, 1946.
- 72 - BOCHVAR, A. A. **Izvest. Akad. Nauk SSSR, Otdel. Tekh. Nauk** v. 8, p. 743, 1946.
- 73 - PRESNYAKOV, A. A.; CHERNYAKOVA, V. V. **Russian Metallurgy and Fuel (Scientific Information Consultants Translation)** v. 3, p. 83, 1960.
- 74 - BOCHVAR, A. A.; SVIDERSKAYA, Z. A. **Izvest. Akad. Nauk SSSR, Otdel. Tekh. Nauk** v. 9, p. 821, 1945.
- 75 - PRESNYAKOV, A. A.; STARIKOVA, G. V. **Phys. Of Metals and Metallography (Pergamon Press Translation)** v. 12, 16, p. 84, 1962.
- 76 - UNDERWOOD, E. E. A Review of Superplasticity and Related Phenomena **Journal of Metals** v. 14, p.914,1962.
- 77 - BACKOFEN, W. A.; TURNER, I. R.; AVERY, D. H. Superplasticity in an Al-Zn Alloy **Transaction ASM**, v. 57, p. 980, 1964.
- 78 - AVERY, D. H.; BACKOFEN, W. A. A Structural Basis For Superplasticity **Transaction ASM**, v. 58, p.551, 1965.

- 79 - FIELDS, D. S. **IBM Journal of Research and Development**, v. 9, p. 134, 1965.
- 80 - AL-NAIB, T. Y. M.; DUNCAN, J. L. **International Journal of Mechanical Science**, v. 12, p. 463, 1970.
- 81 - CORNFIELD, G. C.; JOHNSON, R. H. **International Journal of Mechanical Science**, v. 12, p. 479, 1970.
- 82 - JOHNSON, R. H. Superplasticity **Metalurgical Review** p. 146, e **Metalurgical Materials**, v. 4, p. 115, 1970.
- 83 - DAVIES, G. J. et al **Journal of Materials Science**, v. 5, p. 1091, 1972.
- 84 - YORDER, G. R.; WEISS, V. **Metalurgical Transaction**, v. 3, p. 675, 1972.
- 85 - CHOKSHI, A. H.; MUKHERJEE, A. K.; LANGDON, T. G. Superplasticity in Advanced Materials. **Materials Science and Engineering R: Reports** R10, n° 6, p. 237-274, September 1, 1993.
- 86 - PRESNYAKOV, A. A. Sverkplastichnost' **Metallov I Splavov**, **Nauka Alma Ata**, USSR, 1969.
- 87 - JOHNSON, R. H. Superplasticity **Metallurgical Review**, v. 15, p. 115, 1970.
- 88 - DAVIES, G. J.; EDINGTON, J. W.; CUTLER, C. P.; PADMANABHAN, K. A. **Journal of Materials Science**, v. 5, p. 1091, 1970.
- 89 - GRABSKI, M. W. **Nadplastycznosc Strukturalna Metali**, Slask, Katowice, Poland, 1973.

- 90 - KAIBYSHEV, O. A. Plastichnost' i Sverkhplastichnost' Metallov, **Metallurgiya**, Moscow, USSR, 1975.
- 91 - EDINGTON, J. W. Microstructural Aspects of Superplasticity. **Metallurgical Transactions A**, v. 13 A, p. 703-715, 1982.
- 92 - SUÉRY, M.; BAUDELET, B. **Review of Physic Applied**, v. 13, p. 53, 1978.
- 93 - TAPLIN, D. M. R.; DUNLOP, G. L.; LANGDON, T. G. Flow and Failure of Superplastic Materials **Annual Review of Material Science**, v.9, p.151, 1979.
- 94 - MUKHERJEE, A. K. **Annual Review of Material Science**, v. 9, p. 191, 1979.
- 95 - PADMANABHAN, K. A.; DAVIES, G. J. **Superplasticity**, Springer, Berlin, Germany, 1980.
- 96 - KASHYAP, B. P.; ARIELI, A.; MUKHERJEE, A. K. Review Microstructural Aspects Of Superplasticity **Journal of Materials Science**, v.20, p. 2661, 1985.
- 97 - HAMILTON, C. H.; GHOSH, A. K.; WERT, J. A. **Metals Forum**, v. 8, p. 172, 1985.
- 98 - PILING, J.; RIDLEY, N. **Superplasticity in Crystalline Solids**, The Institute of Metals, London, England, 1989.
- 99 - LIU, C. **Superplasticity of Metals**, Shanghai Jiao Tong University Press, Shanghai, China, 1989.

- 100 - DEL VALLE, J. A. et All; Symbiosis between grain boundary sliding and slip creep to obtain high-strain-rate superplasticity in aluminum alloys
Journal of the European Ceramic Society, v. 27, p. 3385- 3390, 2007.
- 101 - ZELIN, M.G.; MUKHERJEE, A.K. Geometrical aspects of superplastic flow **Materials Science and Engineering A208**, p. 210-225, 1996.
- 102 - LANGDON, T. G. The Mechanical Properties of Superplastic Materials,
Metallurgical Transactions A, v. 13A, p. 689-701, 1982.
- 103 - BURKE, M.A.; NIX, W.D. Plastic instabilities in tension creep **Acta Metallurgica**, v. 23, p. 793-798, 1975.
- 104 - LANGDON, T.G. A unified approach to grain boundary sliding in creep and superplasticity **Acta Metall Materialia** v. 42, n. 7, p. 2437-2443, 1994
- 105 - LANGDON, T.G. An evaluation of the strain contributed by grain boundary sliding in superplasticity **Materials Science and Engineering A174**, p. 225-230, 1994.
- 106 - JOSLIN, D. L.; MCHARQUE, C. J. Creep and Superplasticity, **Mechanical Properties and Deformation Behavior of Materials Having Ultra-Fine Microstructures**, M. Nastasi et all. (eds.), NATO ASI Series, Kluwer Academic Publishers, Netherlands, p. 345-360, 1993.
- 107 - NIEH, T. G.; WADSWORTH, J.; WAKAI, F. **International Metals Review**, v. 36, p. 146, 1992.
- 108 - HAYDEN, H.W.; GIBSON, R.C.; BROPHY, J.H. Superplastic metals.
Scientific American, v. 220, n. 3, p. 28-35, 1969.

- 109 - SHERBY, O. D.; WADSWORTH, J. Superplasticity and superplastic forming processes **Materials Science and Technology**, v. 1, p. 925-936, 1985.
- 110 - BAUDET, B. Industrial aspects of superplasticity **Materials Science and Engineering A137**, p. 41-55, 1991.
- 111 - EDINGTON, J. W.; MELTON, K. N.; CUTLER, C.P. Superplasticity **Progress in Materials Science**, v. 21, n.2, p. 61-158, 1976.
- 112 - WRAY, P. J.; Tensile plastic instability at an elevated temperature and its dependence upon strain rate **Journal of Applied Physics**, v. 41, n.8, p. 3347- 3352, 1970.
- 113 - SIEGERT, K.; WERLE, T. Physical mechanism of superplasticity **TALAT Lecture 3802**, 7p. EAA, 1994.
- 114 - CHOKSHI A.H.; MUKHERJEE, A.K.; LANGDON, T.G. Superplasticity in advanced materials **Materials Science and Technology**, v. R10, n.6, p. 237-274, 1993.
- 115 - MUKHERJEE, A.K. An examination of the constitutive equation for elevated temperature plasticity **Materials Science and Engineering A322**, p. 1-22, 2002.
- 116 – DIETER, G.E. **Mechanical Metallurgy**, 2.ed, cap.9, McGraw-Hill, New York, USA, 1988.
- 117 – BUENO, L.O. et al. Comportamento de tração a quente do aço 2,25Cr-1Mo na faixa de 500 a 700°C Parte 1: - variação de resistência e ductilidade em diferentes velocidades de tração, 7ª COTEQ, **Anais** Florianópolis – SC, 2003.

- 118 - ARIELI, A.; YU, A. K. S.; MUKHERJEE, A. K. Low Stress and Superplastic Creep Behavior of Zn-22 Pct Al Eutectoid Alloy **Metallurgical Transactions A**, v. 11 A, p. 181-191, January 1980.
- 119 - CHOKSHI, A.H. Cavity nucleation and growth in superplasticity **Materials Science and Engineering**, A410-411, p. 95-99, 2005.
- 120 - ASHBY, M. F.; VERRALL, R. A. Diffusion-Accommodated Flow and Superplasticity **Acta Metallurgica**, v. 21, p. 149-163, February 1973.
- 121 - BALL, A.; HUTCHISON, M.M. Superplasticity in the aluminium-zinc eutectoid. **Metal Science Journal**, v. 3, p. 1-7, 1969.
- 122 - PEREVEZENTSEV, V.N.; RYBIN, V.V.; CHUVIL'DEED, V.N. The theory of structural superplasticity-I. The physical nature of the superplasticity phenomenon **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 40, n.5, p. 887-894, 1992.
- 123 - WAKAI, F. **Ceramics International**, v. 17, p. 153, 1991.
- 124 - MA, Y.; LANGDON, T.G. The characteristics of cavitation in superplastic metals and ceramics **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.27A, p. 873-878, 1996.
- 125 - NIEH, T.G. High strain rate, superplastic metal forming **Assembly Automation**, viewpoint section, p.1-2.
- 126 - SIEGERT, k.; WERLE, T. Process technologies **TALAT Lecture 3803**, 15 p. EAA, 1994.

- 127 - LEE,W.B.; YANG,H.S.; KIM,Y-W.; MUKHERJEE,A.K. superplastic behavior in a two-phase Ti-Al alloy **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 29, n. 11, p. 1403-1408, 1993.
- 128 - ARIELI, A.; ROSEN, A. Measurements of the strain rate sensitivity coefficient in superplastic Ti-6Al-4V alloy **Scripta Metallurgica**, v. 10, p. 471-475 , 1976.
- 129 - TALEFF, E.M.; RUANO, O.A.; WOLFENSTINE, J.; SHERBY, O.D. Superplastic behavior of the fine-grained Mo-9Li material at low homologous temperature **Journal of Materials Research**, v. 7, n. 8, p. 2131-2135, 1992.
- 130 - DUDDERAR,T.D. A constant stress creep apparatus for superplastic metals **The Review of Scientific Instruments**, v. 40, n. 9, p. 1231-1233, 1969.
- 131 - CINTHO,O.M.;SORDI,V.L.;BUENO,L.O.Processamento e caracterização de uma chapa fina de aço femnal para estampagem 8° CBECIMAT, **AnaisUNICAMP**, Campinas-SP, 1988.
- 132 - HÄHNER, P. A generalized criterion of plastic instabilities and its application to creep damage and superplastic flow **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 43, n. 11, p. 4093-4100, 1995.
- 133 - ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS, ASTM E 8M-95a,v.03.01,1995 (norma de 2006).
- 134 - BARBOSA,C.A.;MORI,F.Y.;SOUZA,M.H.C.; FALLEIROS,I.G.S. formação de fase sigma em aço inoxidável austenítico-ferrítico **Metalurgia ABM**, v. 32, n. 227, p. 669-673, 1976.

- 135 - SMITH, W.F. **Foundations of Materials Science and Engineering 2^a** ed., cap. 5, McGraw-Hill, New York, USA, 1993.
- 136 - LANGDON, T.G. Fracture process in superplastic flow **Metal Science**, v. 16, p. 175-183, 1982.
- 137 - COURTNEY, T.H. **Mechanical behavior of materials** cap. 7, McGraw-Hill, New York, USA, 1990.
- 138 - MAEHARA, Y. Superplastic deformation mechanism of δ / γ duplex stainless steels, **Transactions of the Iron and steel Institute of Japan**, v. 27, p. 705-712, 1987.
- 139 - NASSOUR, A.C. **Características de Envelhecimento e Fluência de um Aço Inoxidável Austenítico FEMNAL na Faixa de Temperatura de 500 a 800°C** 1987. 112 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos.
- 140 - SAGRADI, D.P. **Superplasticidade de um aço inoxidável duplex** 1996. 194p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) Faculdade de Engenharia Mecânica. Universidade Estadual de Campinas.
- 141 - HUANG, J.C.; FU, H.C.; et all. On activation energy during initial stage of superplastic deformation. **Scripta Materialia**, v. 39, n.1, p. 95-102, 1998.
- 142 - CAHN, R.W.; HAASEN, P.; KRAMER, E.J. **Plastic deformation and fracture of materials** Materials Science and Technology, V. Ed. H. Mughrabi, v. 6, cap. 9, VCH, New York, USA, 1993.
- 143 - AYRES, J.D.; MOORE, P.G.; MASUMURA, R. A. **Acta Metallurgica**, v. 36 (8), p. 2349, 1988.

- 144 - HWANG, K. H.; WAN, C. M.; BYRNE, J. G. **Scripta Materialia**, v. 24, p. 979, 1990.
- 145 - SMALLMAN, R. E. **Modern Physical Metallurgy**, 4^a ed., cap.10, Butterworths, Londres, 1996.
- 146 - BARRET, C. R.; SHERBY, O. D. **Transaction AIME**, v. 230, p. 1322, 1964.
- 147 - BIRD, J. E.; MUKHERJEE, A. K.; DORN, J. E. em: A. Rosen, et al.(Eds.), **Int. Conf. Quantitative Relation Between Properties and Microstructure**, p. 255-342, Haifa, Israel, 1969.
- 148 - MUKHERJEE, A. K. em: R. J. Arsenault (Eds.), High Temperature creep, **Treatise on Materials Science and Technology**, v. 6, p. 164–221, 1975.
- 149 - SORDI, V. L.; BUENO, L. O. Creep behaviours of Fe-Mn-Al steel from 500 to 800°C Part. 1 : Análisis of constant-load creep data **Materials Science and Engineering**, A, IN PRESS, 2007.
- 150 - UNDERWOOD, E. E. **ASM Metals Handbook** v. 9, Metallography and Microstructure, Ed. ASM International, The Materials Information Company, EUA, cap. 2, p. 187-198, 2004.
- 151 - FROST,H.J.; ASHBY, M.F. Deformation Mechanism Maps. **The plasticity and creep of metals and ceramics**, Oxford: Pergamon Press, c 1982. 166 p.
- 152 - BARRETT, C.R.; ARDELL, SHERBY, O.D.-**Transaction AIME**,v., p.,19.

