



ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE TRATAMENTOS MECANOTÉRMICOS NA FLUÊNCIA DE AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ESTABILIZADO COM NIÓBIO



JESUALDO LUIZ ROSSI & PAULO IRIS FERREIRA
Depto. Metalurgia Nuclear - IPEN-CNEN/SP

SUMÁRIO

Estuda-se a influência de parâmetros microestruturais controlados a partir de tratamentos mecanotérmicos [1], no comportamento em fluência do aço DIN-Werkstoff-Nr. 1.4981, material candidato ao revestimento de elementos combustíveis de reatores nucleares. Os efeitos dos tratamentos de solubilização, da pré-deformação, da pré-formação e envelhecimento e de ciclos de pré-deformação e envelhecimento na fluência a 990 K, sob tensões na faixa de 70 MPa a 310 MPa são discutidos.

INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos contendo molibdênio tem sido largamente utilizados na indústria, em aplicações que demandam uma resistência à corrosão otimizada, resistência mecânica, ductilidade e estabilidade em serviço à temperaturas elevadas. Entretanto em tempos prolongados em serviços a altas temperaturas, estes aços apresentam uma extensiva precipitação de fases intermetálicas e carbonetos que comprometem suas propriedades mecânicas [2]. De modo a contornar este problema, tem-se procurado desenvolver aços inoxidáveis com composição química balanceada, isto é, com teor de cromo mais baixo do que os dos aços AISI-316, ao lado de um teor mais alto de níquel e um melhor balanceamento de molibdênio, juntamente com a adição de estabilizantes tipo titânio e nióbio [3]. Nesta linha encontra-se o aço DIN-1.4981 estabilizado com nióbio.

Na indústria nuclear, os aços inoxidáveis tem sido utilizados em elementos estruturais e mais recentemente em revestimentos de elementos combustíveis de reatores regeneradores rápidos. Neste tipo de reator, o revestimento do elemento combustível opera em temperaturas médias de 893 K, podendo em alguns pontos atingir temperaturas da ordem de 983 K [4], sendo que o aço DIN 1.4981 é candidato a ser empregado neste tipo de revestimento

No presente trabalho o comportamento em fluência após variados tratamentos mecanotérmicos são investigados no aço DIN 1.4981, objetivando-se encontrar condições que permitam um melhor desempenho deste material.

MATERIAL E MÉTODOS

O material utilizado foi um aço inoxidável austenítico estabilizado com nióbio, tipo X8 Cr Ni Mo Nb 1616, DIN 1.4981 cuja composição química em % peso é apresentada na tabela 1, em comparação com a especificação para o uso nuclear desta liga [5].

Tabela 1. Composição química em peso da corrida utilizada neste trabalho em comparação com a especificação para o uso nuclear.

	Cr	Ni	Mo	C	Si	Mn	Nb
liga	17,50	16,40	2,00	0,06	0,38	1,20	0,78
especific. nuclear	15,50	15,50	1,60	0,04	0,30	1,50	10XC
	17,50	17,50	2,00	0,10	0,60		max 1.2

Fe - Balanço

Os corpos de prova foram usinados de barras, originalmente recebidos com 13,5 mm de diâmetro, conforme figura 01.

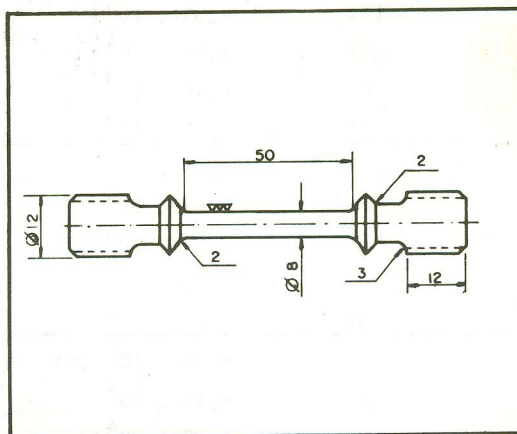


Figura 01. Forma e dimensões nominais dos corpos de prova de fluência.

Os corpos de prova usinados foram inicialmente solubilizados a 1423 K por 0,25 horas em forno tubular sob atmosfera de argônio e resfriados em água. Após este tratamento térmico, os corpos de prova foram divididos em quatro séries:

- Série S: corpos de prova somente solubilizados.
- Série D: idem a série S mais 5% de deformação uniaxial a frio.
- Série DE: idem a série S mais 10% de deformação uniaxial a frio e envelhecimento a 1073 K por 24 horas.
- Série C: idem a série S mais tratamentos mecanotérmicos múltiplos de cinco ciclos de 2% de deformação uniaxial a frio, seguido de envelhecimento a 1073 K por 1 hora.

Deve ser ressaltado, que em todos os tratamentos térmicos e ensaios, o gradiente de temperatura ao longo do corpo de prova foi da ordem de 3 K.

A deformação a frio uniaxial foi feita a uma taxa de deformação de $3,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, controlada por um extensômetro.

Os ensaios de fluência foram executados sob condições de carga constante, ao ar, na temperatura de 990 K, sendo a temperatura monitorada por dois termopares tipo K aferidos, posicionados próximos aos ressaltos e amarrados aos corpos de prova.

A deformação em fluência foi medida por um extensômetro preso aos ressaltos dos corpos de prova por castanhas bipartidas e operado eletromecanicamente com sensibilidade melhor que 0,02% de deformação.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados dos ensaios de fluência ao ar a 990 K para os diversos tratamentos são resumidos na tabela 02.

- a forma geral da curva A é similar à da curva B, isto é, ambas evidenciam uma mudança no comportamento

Tabela 02. Resultados dos ensaios de fluência

Condição dos ensaios		Resultados dos ensaios					
Série	Tensão inicial Aplicada	Tempo de ruptura (s)	Def. real inicial (%)	Def. após ruptura (%)	Redução em área (%)	Tensão real na taxa mínima de fluência (MPa)	Taxa mínima de fluência (s^{-1})
S	78	$2,16 \cdot 10^6$ (*)	0,1	-	-	78,1	$6,19 \cdot 10^{-10}$
S	144	$1,30 \cdot 10^5$ (*)	0,2	-	-	144,4	$1,78 \cdot 10^{-8}$
S	142	$4,72 \cdot 10^5$	0,2	10,6	21,6	142,6	$1,49 \cdot 10^{-8}$
S	193	$6,70 \cdot 10^4$	1,4	5,6	12,8	198,1	$1,19 \cdot 10^{-7}$
S	214	$3,24 \cdot 10^4$	2,0	7,5	15,5	221,9	$2,94 \cdot 10^{-7}$
S	250	$9,72 \cdot 10^3$	4,3	11,0	19,7	266,0	$1,43 \cdot 10^{-6}$
S	288	$3,60 \cdot 10^3$	5,4	10,9	21,0	312,2	$5,31 \cdot 10^{-6}$
D	173	$1,44 \cdot 10^5$	0,1	2,3	6,4	173,1	$2,83 \cdot 10^{-8}$
D	193	$7,31 \cdot 10^4$	0,2	2,1	6,3	193,8	$5,69 \cdot 10^{-8}$
D	232	$1,58 \cdot 10^4$	0,3	3,9	7,8	234,2	$8,53 \cdot 10^{-7}$
D	260	$2,56 \cdot 10^3$	1,3	7,8	12,5	270,1	$2,39 \cdot 10^{-5}$
D	277	$2,59 \cdot 10^3$	1,9	10,3	21,8	190,5	$2,73 \cdot 10^{-5}$
DE	171	$1,13 \cdot 10^5$	0,2	1,7	4,9	171,7	$5,33 \cdot 10^{-8}$
DE	193	$5,33 \cdot 10^4$	0,2	7,2	21,7	195,1	$2,59 \cdot 10^{-7}$
DE	222	$7,92 \cdot 10^3$ (*)	0,4	-	-	223,6	$2,42 \cdot 10^{-6}$
DE	260	$4,32 \cdot 10^3$	0,7	11,5	25,6	269,5	$1,77 \cdot 10^{-5}$
DE	270	$3,42 \cdot 10^3$	0,8	11,1	31,9	277,0	$2,09 \cdot 10^{-5}$
C	145	$8,46 \cdot 10^4$ (*)	0,1	-	-	145,7	$5,89 \cdot 10^{-8}$
C	173	$6,55 \cdot 10^4$	0,2	11,4	20,8	173,4	$3,89 \cdot 10^{-7}$
C	214	$1,19 \cdot 10^4$	0,2	12,6	23,4	217,4	$5,31 \cdot 10^{-6}$
C	250	$3,17 \cdot 10^3$	1,5	21,5	21,5	259,3	$4,53 \cdot 10^{-5}$

* interrompido

Estão incluídos nesta tabela os valores da tensão no início do ensaio (tensão inicial aplicada), a tensão real na taxa mínima de fluência, a deformação real inicial que ocorre no carregamento, a taxa mínima de fluência e o tempo de ruptura. De modo a caracterizar a ductilidade do material estão incluídas a deformação após a ruptura e a redução em área. As taxas mínimas de fluência foram obtidas diretamente nos registros dos ensaios logo após o estágio primário de fluência.

Na figura 02 são apresentados os resultados obtidos para a taxa mínima de fluência em função da tensão real, em escala log-log para as diversas séries analisadas. Estão incluídos nesta figura, resultados publicados por outros autores no aço AISI-316 para possibilitar uma comparação [6], [7], [8], [9].

As curvas A e B da figura 02 representam o comportamento do material deste trabalho e o do aço 316 [4] respectivamente, nas condições solubilizadas. Analisando-se estas curvas pode-se verificar que:

- no intervalo de tensões investigados, os valores da taxa mínima de fluência do aço DIN 1.4981 são sempre superiores aos do aço 316. É importante notar que os dados apresentados para o aço 316 foram obtidos à temperatura de 977 K, enquanto que os resultados do aço deste trabalho foram a 990 K. Isto implica que este aço estabilizado com Nb, nestas temperaturas, tem uma resistência à fluência superior ao aço 316, sendo esta observação válida também quando comparada aos dados dos outros autores.

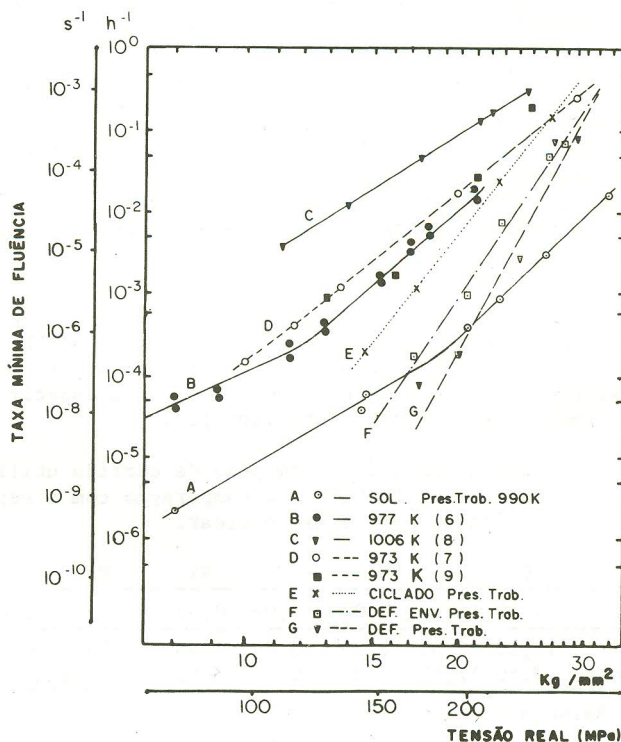


Figura 02. Variação da taxa mínima de fluência ($\dot{\epsilon}_{min}$) com a tensão real (σ) a temperatura de 990K.

to que ocorre a partir de um certo nível de tensão. Este nível de tensão é de aproximadamente 110 MPa para o 316 a 977 K e de 190 MPa para o aço DIN 1.4981 a 990 K.

É um fato bem estabelecido na literatura [10], [11], [12], que os metais puros e ligas de classe II, para temperaturas homólogas superiores a 0,5, apresentam uma transição no comportamento em fluência, a determinados níveis de tensão. Em geral, para tensões abaixo da transição, a taxa mínima de fluência $\dot{\epsilon}_{\min}$, apresenta uma dependência em potência na tensão σ , enquanto que acima de transição, os resultados são melhor ajustados por uma função exponencial. Assim:

$$\dot{\epsilon}_{\min} = A \sigma^n \quad (\text{tensões abaixo da transição}) \quad (1)$$

$$\dot{\epsilon}_{\min} = B \exp(\beta \sigma) \quad (\text{tensões acima da transição}) \quad (2)$$

onde os parâmetros A e B incluem a dependência em temperatura e n e β são constantes. Para os metais puros e ligas de classe II, o valor de n, é em geral, da ordem de 5.

No caso do aço inoxidável 316 e do aço DIN 1.4981, os resultados podem ser perfeitamente ajustados às equações (1) e (2) nas respectivas regiões do intervalo de tensões analisados. Na região de fluência potencial os autores obtiveram n igual a 5,4, enquanto Garofalo [6] obteve n igual a 4,0 num intervalo maior de tensões. Na região situada após a transição, em intervalos de tensão aplicada não muito extensos, os dados podem também ser ajustados a uma lei de potência com valores de n maiores. Deve-se citar que o método de mínimos quadrados foi empregado no ajuste dos dados de ensaio às equações. Quando este procedimento foi aplicado aos dados de Garofalo, permitiu a determinação de um valor de n igual a 7,9, enquanto que para os dados do aço deste trabalho, n ficou igual a 8,4.

A figura 02, mostra claramente também, que os tratamentos mecanotérmicos alteram sensivelmente o comportamento em fluência. Na faixa de tensões analisada, os tratamentos mecanotérmicos não beneficiaram as propriedades de fluência, acelerando a taxa de deformação quando comparado ao material solubilizado, sendo a seguinte a ordem de decréscimo em resistência à fluência: solubilizado (série S) > deformado (série D) > deformado e envelhecido (série DE) > ciclado (série C). Entretanto, os dados indicam uma tendência, em tensões menores, de ocorrer uma inversão neste comportamento. Isto é, particularmente evidenciado para o material deformado (série D), onde para tensões inferiores a 200 MPa, onde este se apresenta ligeiramente mais resistente em fluência. O comportamento em fluência para os diversos tratamentos mecanotérmicos em tensões mais baixas ainda está sendo avaliado.

A variação da deformação inicial e dos parâmetros de ductilidade em função da tensão inicial aplicada é mostrada na figura 03. Esta figura indica que os tratamentos mecanotérmicos reduziram as deformações iniciais que sofre o material por ocasião do carregamento. Esta figura mostra também que a ductilidade após a ruptura, no material solubilizado apresenta um mínimo em tensões da ordem de 190 MPa, aparentemente na faixa de tensões onde ocorre a transição na taxa de deformação. Os materiais nas condições, deformado (série D) e deformado e envelhecido (série DE), sofreram uma sensível redução na ductilidade quando ensaiados a tensões menores. O material ciclado (série C) apresentou uma excepcional ductilidade.

Comparando-se a deformação inicial que ocorre durante o carregamento, com a taxa mínima de fluência, nota-se que: o material solubilizado deforma-se mais durante o carregamento, mas apresenta uma taxa mínima de fluência em geral menor, ao passo que no material tratado mecanotérmicamente, ocorre um comportamento inverso, isto é, ele deforma-se menos durante o carregamento, mas apresenta uma taxa mínima de fluência maior.

A microestrutura das amostras das diversas séries está sendo avaliada com o uso de várias técnicas de análise microestrutural e será objeto de uma futura publi-

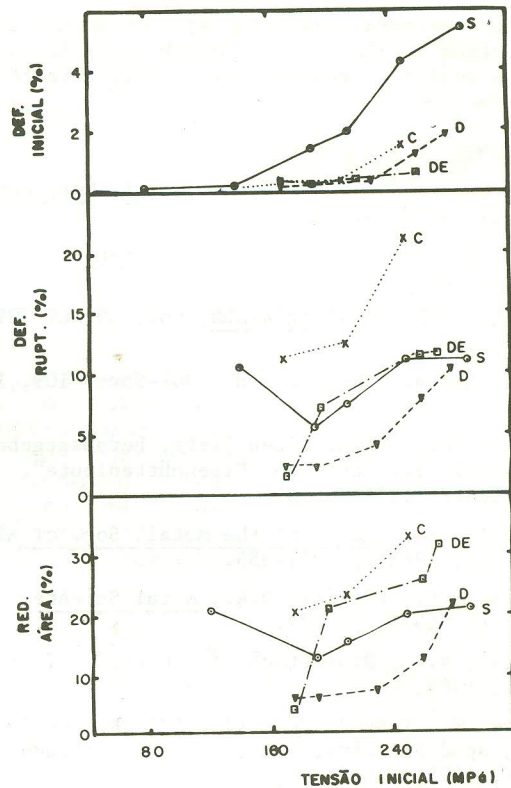


Figura 03. Variação da deformação inicial e dos parâmetros de ductilidade em fluência, com a tensão inicial aplicada para os diversos tratamentos mecanotérmicos.

cação. Evidências experimentais tem mostrado que para metais puros e ligas de classe II, a microestrutura é caracterizada pela presença de subgrãos equiaxiais na região abaixo da transição e de subgrãos alongados e discordâncias livres na região acima [10]. Algumas idéias tem sido aventadas para explicar esta mudança no comportamento [10, [13], mas a comprovação dos diversos modelos associados a estas idéias ainda é objeto de discussão na literatura. Para o aço 316, Kestenbach [14] observou com o aumento da tensão aplicada uma mudança nas características de subestrutura, indo de subgrãos equiaxiais para uma subestrutura dual de subgrãos alongados e distribuição homogênea de discordâncias. A análise microestrutural por microscópio eletrônico de transmissão das amostras deste trabalho não evidenciou a formação de subgrãos e nenhuma das séries, nas tensões investigadas. Neste caso, a microestrutura característica consistiu de um arranjo homogêneo de discordâncias em alguns casos e em outros uma estrutura celular incipiente.

A interpretação dos resultados obtidos neste trabalho somente será possível após o término da análise microestrutural e da subsequente busca de correlações entre os resultados mecânicos e as microestruturas.

CONCLUSÕES

Os ensaios de fluência evidenciaram que:

- o material solubilizado mostrou uma resistência a fluência superior ao aço inoxidável austenítico AISI-316.

- o material solubilizado apresentou uma mudança no comportamento em fluência a partir de um certo nível de tensão ($\sigma \approx 190$ MPa).

- o comportamento em fluência do material solubilizado pode ser descrito por uma função em potência do tipo $\dot{\epsilon}_{\min} = A \sigma^n$ com n igual a 5,4.

- em geral os tratamentos mecanotérmicos não beneficiaram a resistência à fluência.

- a subestrutura do material ensaiado não evidenciou a presença de subgrãos.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP, pela Bolsa de Mestrado concedida a Jesualdo Luiz Rossi, durante parte deste trabalho.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Mc Elroy, R.J., Szkopiak, Z.C., Int. Met. Rev., Vol. 17, 1975, p. 175.
- [2] Weiss, B., Stickler, R., Metall. Trans. vol. 3A, 1972, p. 851.
- [3] Padilha, A.F. Metalurgia-ABM, vol. 39, nº 309, 1983, p. 413.
- [4] Zahra, A.A.A., Shroeder, H., JÜl-Spec- 109, 1981, p.1
- [5] Shimitz, H., "Stahl-Eisen liste, herausgegeben von Verein der Deutschen Eisenhüttenleute". Dusseldorf, 1972, p. 80.
- [6] Garofalo, F., Trans. of the Metal. Soc. of AIME, Vol. 227, 1963, p. 351-355.
- [7] Morris, D.G., Harries, D.R., Metal Science november, 1978, p. 527.
- [8] Alegria, R.V., Dissertação de Mestrado, IPEN, São Paulo, 1984.
- [9] Krause, W., Tese de Mestrado, IME, Rio de Janeiro, 1977, apud Silveira, T.L., Tese de Mestrado, UFRJ/COPPE, 1975, p. 45.
- [10] Sherby, O.D., Burke, P.M., Progress in Mat. Sci. vol. 13, 1968, p. 340.
- [11] Mukherjee, A.K. "Treatise on Material Science and Technology" - vol. 6, Ed. R.J. Arsenault, Academic Press, New York, 1975., p. 168
- [12] Bendersky, L., Rosen, A., Mukherjee, A.K., Int. Metals Rev., vol. 30, 1985, p. 3.
- [13] Mohamed, F.A., Langdon, T.G., Acta Met., vol. 22, 1974, p. 779.
- [14] Kestenbach, H.J., Krause, W., Silveira, T.L. Acta Met., vol. 22, 1978.

SUMMARY

The influence of microstructural parameters controlled by mechanical-thermal treatments | 1 | on the creep behavior of DIN-Werkstoff-Nr. 1.4981 stainless steel (material candidate for use as cladding of fast breeder reactor (fuel elements), is studied. The effects of the solution treatment, predeformation, predeformation plus aging and cycles of predeformation - ageing on the creep results obtained at 990 K, for applied stresses in the range 70 MPa - 310 MPa, are discussed.