

BR7#01053



**EVIDÊNCIA DE FRAGILIDADE DO REVENIDO REVERSÍVEL
EM ENSAIOS DE TRAÇÃO A QUENTE**

Ney Freitas de Quadros

**PUBLICAÇÃO IEA 441
CMN 83**

NOVEMBRO/1976

**EVIDÊNCIA DE FRAGILIDADE DO REVENIDO REVERSÍVEL
EM ENSAIOS DE TRACÃO A QUENTE**

Ney Freitas de Quadros

**COORDENADORIA DE METALURGIA NUCLEAR
(CMN)**

**INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
SÃO PAULO – BRASIL**

APROVADO PARA PUBLICAÇÃO EM MAIO/1976

CONSELHO DELIBERATIVO

Eng^o Hécio Modesto da Costa
Eng^o Ivano Humbert Marchesi
Prof. Admar Cervellini
Prof. Sérgio Mascarenhas de Oliveira
Dr. Klaus Reinach
Dr. Roberto D'Utra Vaz

SUPERINTENDENTE

Dr. Rômulo Ribeiro Pieroni

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
Caixa Postal 11.049 (Pinheiros)
Cidade Universitária "Armando de Salles Oliveira"
SÃO PAULO – BRASIL

NOTA: Este trabalho foi conferido pelo autor depois de composto e sua redação está conforme o original, sem qualquer correção ou mudança

EVIDÊNCIA DE FRAGILIDADE DO REVENIDO REVERSÍVEL EM ENSAIOS DE TRAÇÃO A QUENTE*

Ney Freitas de Quadros

RESUMO

Foram efetuados ensaios de tração em corpos de prova sem entalhe a várias temperaturas e várias velocidades de deformação em um aço de baixa liga ao Ni-Cr-Mo com a finalidade de se observar a variação de suas propriedades mecânicas com o fenômeno da fragilidade do revenido reversível (FRR). As amostras fragilizadas apresentaram um grau de susceptibilização igual a 50°C após um tratamento térmico efetuado a 500°C durante 48 horas. As evidências experimentais indicaram a existência de diferenças estatisticamente significativas entre alguns parâmetros, principalmente o alongamento. Estas diferenças dependem de temperatura e da velocidade de deformação do ensaio.

Realizou-se uma revisão sobre a fragilidade do revenido reversível, sugerindo-se um modelo para o seu mecanismo que leva em conta a teoria da segregação de equilíbrio de McLean e Northcott (1948) e as interações dos átomos intersticiais com discordâncias e com outros átomos soltos.

Fez-se uma sugestão para futuros estudos.

1 — INTRODUÇÃO

A Fragilidade do Revenido Reversível (FRR) é um fenômeno verificado em aços que, após tempera, são tratados termicamente em uma faixa determinada de temperaturas (geralmente entre 400 e 600°C), ou são resfriados lentamente nesta faixa após revenido em temperaturas acima de 600°C^(4,5,12,17,18,15).

Embora desde o princípio do século os fabricantes de armas já conhecessem os efeitos da fragilização do revenido⁽²⁷⁾, referências diretas ao fenômeno só apareceram na literatura a partir de 1917 (Journal of the Institution of Automobile Engineers, 1916-1917, vol XI, p. 347). Só dois anos mais tarde é que iria surgir um trabalho mais detalhado, realizado por GREAVES⁽¹⁶⁾ e que seria continuado posteriormente por ele e alguns colaboradores^(19,17,18,15), nos quais são estudados os efeitos dos elementos de liga e de uma série de variáveis metalúrgicas e a padronização de um ensaio para medir a susceptibilidade relativa dos aços à FRR. Estudaram ainda os efeitos da fragilização sobre as propriedades físicas e mecânicas (estas, determinadas por ensaios de tração à temperatura ambiente). Na realidade, a razão de susceptibilidade padronizada em ensaios de choque à temperatura ambiente não era uma quantidade apropriada para medir a fragilização dos aços, como foi mostrado em 1944 por JOLIVET E VIDAL⁽³²⁾, que estabeleceram um procedimento correto para quantificar o "grau de fragilização" induzido em qualquer aço. Este procedimento consiste no levantamento das curvas de impacto do material frágil e não fragilizado, e, a partir do gráfico, fixar, por exemplo, uma determinada energia de impacto, medindo-se então a diferença das temperaturas dos ensaios; hoje em dia usa-se ainda este método.

* Trabalho apresentado na IV Conferência Inter Americana de Tecnologia de Materiais Caracas, Venezuela - de 29 de junho a 4 de julho de 1975

Mesmo levando em consideração a falha inerente aos trabalhos de GREAVES et al (opus cit), a reversibilidade da FRR já havia sido por eles definida; VIDAL⁽⁴⁹⁾, PREECE e CARTER⁽⁴²⁾ e POWERS⁽⁴¹⁾ observaram que o grau de susceptibilidade a FRR, a altas temperaturas, passavam por um máximo, decaindo abruptamente a seguir JAFFE e BUFFUM⁽³¹⁾, em 1950, construíram curvas TTT para a fragilização, onde a faixa de temperaturas para a reversão do fenômeno fica bem estabelecida assim como a faixa de temperaturas que produz o maior grau de fragilização (entre 475 e 525°C) WOODFINE⁽⁵⁵⁾ mostrou ainda que um tratamento de revenido prolongado a temperaturas maiores que 600°C reduz a susceptibilidade do aço a um tratamento de fragilização posterior

Outra característica importante dos aços fragilizados é o aspecto intergranular da fratura, já conhecida desde os trabalhos iniciais de GREAVES et al^(27,16,19,17,18,15), principalmente em ensaios de tração a baixas temperaturas⁽¹²⁾. Por esta razão, as teorias que procuram explicar a FRR baseiam-se sempre em um mecanismo que possa explicar um enfraquecimento da coesão entre os grãos, ou seja, que possa explicar a transição do modo da fratura de transgranular (material não susceptibilizado) para intergranular (material fragilizado). Com efeito, as duas correntes teóricas mais importantes que surgiram após 1948, data em que MCLEAN e NORTHCOTT⁽³⁵⁾ publicaram um trabalho no qual estudaram, sistematicamente, os ataques químicos que poderiam revelar os antigos grãos da austenita em aços suscetíveis à FRR, baseados num trabalho de COHEN et al⁽⁹⁾, foram: (a) A causa primordial da FRR seria uma precipitação de uma nova fase nos contornos de grãos dos aços fragilizados^(27,57,34,46); (b) A FRR seria causada por uma segregação de determinados elementos (de liga e de impurezas) para os contornos de grão^(57,34,46,35)

O mecanismo da precipitação em contornos de grão foi analisado por varios pesquisadores^(57,7,41,35,28), os quais concluíram que este mecanismo não respondia a uma série de questões fundamentais e, além disto, não se tinha uma evidência direta dos precipitados nos contornos de grãos. Uma série de mecanismos envolvendo precipitação foram propostos e analisados, criticamente, por SADOVSKII⁽⁴⁶⁾ e LOW JR⁽³⁴⁾

MCLEAN e NORTHCOTT (opus cit) realizaram um exame micrográfico detalhado dos contornos de grão de materiais frágeis e não frágeis. As fraturas das amostras quebradas a temperatura do ar líquido com o fim de obter fraturas intergranulares foram examinadas; não foram observadas diferenças entre as amostras dúteis e "frágeis" que pudessem sugerir uma precipitação nos contornos de grão das amostras fragilizadas. No entanto medidas potencioestáticas nestas mesmas fraturas acusaram diferenças de composição que os autores relacionaram com os contornos de grão. Desta maneira sugeriram que a FRR era causada por uma segregação de equilíbrio, sem precipitação dos átomos de carbono para os contornos de grão, que adquiriam propriedades similares a martensita. WOODFINE^(57,55) em 1953 também estudou o ataque seletivo dos contornos de grãos da antiga austenita nos aços fragilizados, mostrando que isto seria uma evidência apenas indireta da segregação de alguns elementos para estas regiões. Modificou a hipótese de MCLEAN E NORTHCOTT, sugerindo uma dupla segregação em vez de uma segregação de equilíbrio⁽⁵⁶⁾; a primeira segregação se verificaria durante a austenitização e a segunda no tratamento de fragilização. Em 1968, CAPUS⁽⁷⁾ propôs uma teoria que também envolvia uma dupla segregação. HOPKINS e TIPLER⁽²⁸⁾ estudaram o efeito de adições de nitrogênio em ligas de ferro nitrogênio de alta pureza, concluindo que a extrema fragilização verificada em ensaios de impacto e de tração a -196°C era causada por uma segregação do N para os contornos de grão da antiga austenita. POWERS^(41,40), estudando o comportamento de um aço Cr-Mn contendo Mo, W e V, concluiu que a FRR seria causada por uma segregação de equilíbrio de átomos solutos para as descontinuidades da rede cristalina, como resultado da deformação da rede pelos próprios átomos solutos. Além disso, sugere que o mecanismo da segregação poderia ser mudado pelas forças de atração interatômicas. INMAM e TIPLER⁽³⁰⁾ em 1958 mostram uma evidência direta da segregação de fósforo para os contornos de grão. No mesmo ano, HOPKINS e TIPLER⁽²⁹⁾ explicam os resultados de ensaios de tração e de impacto por uma segregação de P para os contornos de grãos e mostram que o carbono impediria esta segregação. MCMAHON^(36,44) mostrou uma evidência direta da segregação de antimônio em aço, em 1967. Houve um grande desenvolvimento das técnicas experimentais com a finalidade de determinar a segregação de átomos solutos para os contornos de grãos. POWERS⁽⁴⁰⁾ e MIKUS e SIEBERT⁽³⁷⁾ aplicaram o método de autoradiografia, não obtendo sucesso. Embora já se tivesse a

certeza de que a segregação de átomos solutos como estanho, antimônio, fósforo, níquel e cromo para os contornos de grão do material fragilizado ocorria, alguns autores^(2,4) propuseram uma teoria segundo a qual ocorria uma segregação não em equilíbrio: a força motriz para este tipo de segregação seria um fluxo contrário de lacunas dos contornos de grão, que, através de interações com as discordâncias, multiplicando-as, causariam um endurecimento dos contornos de grão. Westbrook e Wood^(52,53) estabeleceram que a segregação de átomos solutos para os contornos de grãos causariam uma fragilização local por um simples mecanismo de endurecimento por solução sólida. Até 1968, resumindo, aceitava-se que o mecanismo da fragilidade do revenido reversível estaria ligado a uma segregação de átomos solutos (quer fossem de elementos de liga, quer de impurezas) para os contornos de grãos da antiga austenita⁽³⁸⁾.

A partir de 1968 novas luzes seriam lançadas sobre o problema. Harris^(23,24) desenvolvendo uma técnica de análise através da emissão de elétrons Auger, utilizada anteriormente por Lander⁽³³⁾ demonstrou que a segregação para os contornos de grãos ocorre e se dá durante o tratamento de fragilização. Guttman e Krahe⁽²¹⁾ usando uma técnica de espalhamento elástico de íons^(22,39) não apenas confirmaram os trabalhos de Harris (opus cit) como estudaram quantitativamente o teor de Sb nos contornos de grão após uma regeneração seguida de uma refragilização (dando origem a uma "resegregação" do Sb em solução). Na mesma época, outros autores chegaram à mesma conclusão de Harris, ficando definitivamente comprovado que a causa fundamental da FRR é a segregação de equilíbrio átomos solutos para os contornos de grãos^(50,51,20)

Os elementos químicos que atuam sobre o fenômeno da FRR têm sido estudados por muitos autores^(57,34,46,35,36,38,20). Far-se-á um ligeiro apanhado sobre estes elementos. De um ponto de vista mais geral, Steven e Balajiva⁽⁴⁷⁾ e colaboradores⁽³⁾ mostraram que a FRR não se manifestava em aços de alta pureza. Adicionando impurezas a estes aços, concluíram que os elementos que mais promoviam a FRR eram o antimônio, o fósforo, o estanho e o arsênico. Gould⁽¹⁴⁾ mostrou também que um aço ao Ni-Cr-Mo de alta pureza com teores muito baixos de Si, Mn, P, As e Sn não sofria fragilização após um revenido a 510°C, durante 3.500 h. Estes fatos vêm confirmar as observações de GREAVES et al^(16,19,17,18) sobre a importância do processo de fabricação do aço na fragilização. O grande problema, no entanto, da verificação dos efeitos isolados de elementos de impureza persiste, uma vez que a interação entre eles é bastante confusa e influe diretamente no mecanismo da FRR.

Jolivet e Vidal⁽³²⁾ mostraram que a diminuição do teor de carbono reduz a susceptibilidade de um aço ao cromo à FRR. Os outros elementos constam do resumo abaixo, retirada principalmente das referências⁽³⁴⁾ e ⁽³⁸⁾

a) Elementos que promovem a FRR

1. Aumentam notavelmente o ΔT – Sb, P (quando em interação com Mn e Si ou Ni e Cu) V (em ligas Cr-Mn) em teores maiores que 1/2%
2. Aumentam bastante o ΔT – P, Sm, As, Mn (quando em interação com Si), Si (quando em interação com Mn), Mo (quando em teores acima de 0,75%); W (quando em teores acima de 2%)
3. Aumentam o ΔT – V (quando em interação com menos de 0,75% Mo, aumenta o efeito benéfico deste), B, Si, S, Cr (quando em interação com Ni-Mo V) Ni (quando em interação com Cr-Mo-V) N (vide ref 43), Ti

b) Elementos que não influenciam a FRR (ou cujo efeito é muito discutível) Al, Cu, Ge, Bi

c) Elementos que inibem a FRR

1. Reduzem bastante o ΔT – Mo, (até 0,75%; em quantidades maiores, aumenta o ΔT), V (quando em interação com Mo), W (até 1 1/2% em teores maiores aumenta)

2. Reduzem o ΔT – Zr (entre 0,05 e 0,5%), Nd (entre 0,15 e 0,25%), Terras Raras em geral, Mischmetal (50% Ce, Na e Nd), La

Como foi dito, torna-se um problema bastante complexo definir os efeitos das interações dos elementos. Um dos exemplos mais citados é o caso do Mo e do V. Powers^(41,40) em 1957, estudou o efeito do Mo, do W e do V sobre a FRR de um aço ao Cr-Mn (até 2% Mo, até 4% U e 1,5% V). O Mo diminui bastante o ΔT (determinado em ensaios de impacto Charpy) quando em teores até 0,75%. O W, até 1 1/2% diminui bastante o ΔT e com teores acima de 2% aumenta-o bastante. O vanádio acima de 1/2% aumenta consideravelmente o ΔT , embora com 1 1/2% reduza-o; com cerca de 1% aumenta notavelmente o ΔT . Quando em interação com o Mo (até 1%) tanto o W quanto o V reduzem a susceptibilidade do aço ao Cr-Mn à FRR. Cerca de 1% de Mo + 1% de V reduzem bastante o ΔT . Estes resultados indicam uma forte interação entre Mo e W e entre Mo e V.

Do ponto de vista da microestrutura, WOODFINE⁽⁵⁷⁾ mostrou que, para um mesmo tratamento de fragilização, a martensita apresentava a maior susceptibilidade ($\Delta T = 196^\circ\text{C}$), seguida pela bainita ($\Delta T = 109^\circ\text{C}$) e pela perlita ($\Delta T \approx 51$). Evidências mostram que aços, com ou sem Mo e outros átomos de impureza, apresentam um ΔT maior para a martensita do que para uma microestrutura bainítica⁽³⁴⁾.

Quanto ao tamanho de grão austenítico, WOODFINE^(57,55) mostrou que quanto maior o grão, maior a susceptibilização do aço à FRR. No entanto, Capus⁽⁶⁾ mostrou que este efeito estava circunscrito aos aços contendo fósforo e antimônio.

Alguns autores^(16,17) estudaram o comportamento de aço fragilizado em ensaios de tração em comparação ao material não fragilizado, não tendo observado diferenças significativas entre as grandezas explicitadas pelo ensaio. Woodfine⁽⁵⁷⁾ cita que, em ensaios de tração à baixa temperatura em aço fragilizado havia apresentado uma estricção menor e que, em um aço que sofreu uma fragilização muito severa, o mesmo acontecera. Em 1967, Cabral⁽⁵⁾ realizou ensaios de tração à temperatura de 300°C e a uma velocidade de deformação de aproximadamente 10^{-3} seg^{-1} , encontrando diferenças significativas entre a estricção e o alongamento do material nos estados frágil e não-frágil, atribuindo este fato a um mecanismo de interação de átomos intersticiais (C e N) com as discordâncias.

Em 1968, Carr et al⁽⁸⁾ realizaram uma série de ensaios de tração a várias temperaturas (de -196 a 200°C), sem citar a velocidade de deformação usada, constatando algumas diferenças no alongamento, na tensão de fratura, no limite de resistência e em algumas tensões a deformações de 0,19%. No entanto, não se preocuparam muito em fazer um estudo estatístico mais detalhado para determinar quais os níveis de confiança e qual o desvio padrão de cada grandeza, de maneira que não se pode afirmar que as diferenças encontradas são significativas. Contudo, grosseiramente, pode-se dizer que a fragilização afeta as propriedades mecânicas de alguns aços, o que foi confirmado recentemente por Viswanathan e Sherlock⁽⁵¹⁾ em relação à estricção à temperatura ambiente, de alguns aços ao Ni-Cr-Mo-V, que encontraram estricções da ordem de 50% menores que nos mesmos aços não fragilizados. Infelizmente estes autores também não relataram a velocidade de deformação em que foram realizados os ensaios.

Este artigo é parte de um estudo sistemático sobre ensaios de tração a várias temperaturas e a várias velocidades de deformação em corpos de prova sem entalhe. Os resultados dos ensaios à temperatura ambiente, a velocidades de deformação que variaram entre $2,5 \times 10^{-4} \text{ seg}^{-1}$ a $1,0 \times 10^{-2} \text{ seg}^{-1}$, foram apresentados no XXIX Congresso Anual da Associação Brasileira de Metais, realizado em Porto Alegre, RS, em julho deste ano⁽⁴³⁾.

2 – MATERIAIS E MÉTODOS

Usou-se um aço ao Ni-Cr-Mo, AISI 4340, recebido em forma de barras de 3/4" de diâmetro. As análises químicas e espectrográficas de raios-X revelaram a seguinte composição em peso:

Elemento	C	Si	Mn	Al	P	Mo	Cr	Ni	S	Cu
Porcentagem	0,39	0,26	0,68	0,015	0,032	0,23	0,74	1,81	0,009	0,08

Os tratamentos térmicos efetuados estão mostrados esquematicamente na figura 1 e são descritos com mais detalhes em outro artigo⁽⁴³⁾. Os corpos de prova foram austenitizados a $850^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ durante uma hora e revenidos a $630^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ durante uma hora. Deste primeiro revenido resultaram os corpos de prova N (não fragilizados) da figura 1. Dois terços do lote foram separados e submetidos à fragilização a $500^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ durante 48 h, fornecendo as amostras F (frágeis) da figura 1. A metade deste último lote foi novamente tratada a $630^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ durante uma hora, fornecendo as amostras R (regeneradas)

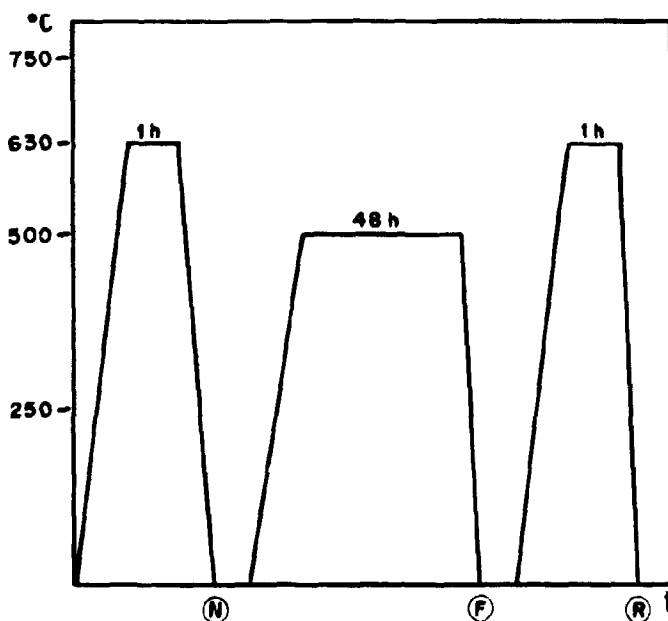


Figura 1 – Esquema dos tratamentos térmicos, após
temperatura do aço SAE 4340

As curvas de impacto Charpy com entalhe em V foram levantadas para os três estados estruturais. Os pontos de maior importância representam a média de três ensaios enquanto os outros representam a média de 2 ensaios.

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina universal Instron e adotou-se o corpo de prova padrão Instron para ensaios a altas temperaturas.

3 – RESULTADOS EXPERIMENTAIS

3.1 – Curvas de Transição do Aço SAE4340

A tabela I apresenta os resultados dos ensaios de impacto e a figura 2 mostra as curvas de transição para o aço SAE 4340 nos três estados estruturais.

Tabela I
Resultados dos Ensaios de Impacto – Valores Médios

Temperatura do Ensaio (°C)	Energia Absorvida (kg/cm ²)		
	Não Frágil	Frágil	Regenerado
25	10,30	10,10	11,50
-20	10,20	9,90	11,20
-40	10,00	9,40	11,10
-60	9,30	8,80	10,70
-70	9,20	5,40	9,80
-80	8,90	4,00	9,40
-100	7,70	3,00	6,50
-110	6,10	2,70	5,40
-196	2,40	1,50	2,10

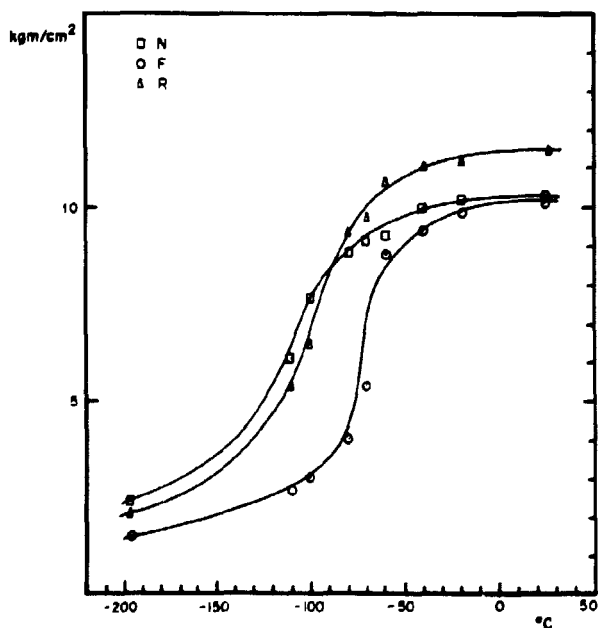


Figura 2 – Curvas de impacto do aço S/AE 4340

Para a medida da susceptibilização do material escolheu-se um nível de energia absorvida (arbitrariamente) de 5 kgm/cm^2 . O grau de fragilização apresentou um valor de 50°C . A diferença de temperatura de transição entre o material frágil e o regenerado foi de 40°C (ver figura 2)

3.2 – Confiabilidade dos Resultados dos Ensaios de Tração

A primeira preocupação foi determinar os critérios de significabilidade, o que foi realizado de acordo com Dieter⁽¹¹⁾ e Wine⁽⁵⁴⁾, com algumas aproximações, devido ao escasso número de corpos de prova. Após determinar o desvio padrão para cada parâmetro, aplicou-se o fator de Student para pequenas amostras. A tabela II mostra os resultados do desvio padrão para os níveis de confiança de 90%, 95% e 99% (respectivamente: S_{90} , S_{95} e S_{99}). Evidentemente, para que uma diferença possa ser tida como significativa, deve-se ter: $D = 2 S$, e, por isto, estas diferenças, com o respectivo nível de confiança, foram colocadas na parte inferior da tabela

Tabela II
Desvios Padrões e Diferenças Significativas entre os valores das Características Mecânicas Determinadas pelos Ensaios de Tração

Parâmetro Estatístico	Limite de Escoamento (kg/mm^2)	Limite de Resistência (kg/mm^2)	Alongamento (%)	Estricção (%)
S	2,00	2,13	0,56	1,66
S_{90}	1,80	1,92	0,51	1,49
S_{95}	2,30	2,45	0,85	1,91
S_{99}	3,35	3,85	1,01	2,99
D_{90}	3,60	3,84	1,02	2,98
D_{95}	4,61	4,90	1,30	3,82
D_{99}	7,22	7,70	2,02	5,98

A – Resultados dos Ensaios de Tração a 200°C

A figura 3 mostra as curvas obtidas nos ensaios a 200°C ; a tabela III mostra os parâmetros. Os limites de escoamento (LE), os limites de resistência (LR) e as estricções não apresentam diferenças significativas. No entanto, a $2,5 \times 10^{-4} \text{ seg}^{-1}$ o alongamento do material frágil é significativamente maior do que o do material não frágil (99% de confiabilidade). Isto pode ser explicado como um efeito do envelhecimento sofrido pelo material não fragilizado a 200°C , como determinado por Glen⁽¹³⁾ em ensaios de tração a esta temperatura (À temperatura ambiente, a mesma velocidade de deformação, o alongamento do material não frágil foi de 18,8% e do material frágil de 15,1%⁽⁴²⁾).

B -- Resultado dos Ensaios de Tração a 250°C

À mais baixa velocidade de deformação (tabela IV, figura 4) o alongamento apresenta diferenças significativas entre o material frágil e o não frágil. À velocidade de deformação mais alta o alongamento do material regenerado é significativamente maior que o alongamento do material nos estados estruturais N e F. Não há diferenças significativas nos outros parâmetros.

Tabela III
Propriedades mecânicas do aço SAE 4340 ensaiadas a 200°C

Amostra	Alongamento (%)	Estricção (%)	Limite de Escoamento (kg/mm ²)	Limite de Resistência (kg/mm ²)
N ₁	13,7	61,5	79,1	98,6
N ₂	13,8	65,2	80,0	97,5
N ₃	13,8	62,2	78,8	94,3
F ₁	16,4	61,2	76,7	95,4
F ₂	15,0	63,1	77,6	94,4
F ₃	14,3	62,2	79,2	94,8
R ₁	14,5	61,6	74,7	94,6
R ₂	14,5	64,0	76,1	92,8
R ₃	12,8	65,1	80,7	94,0

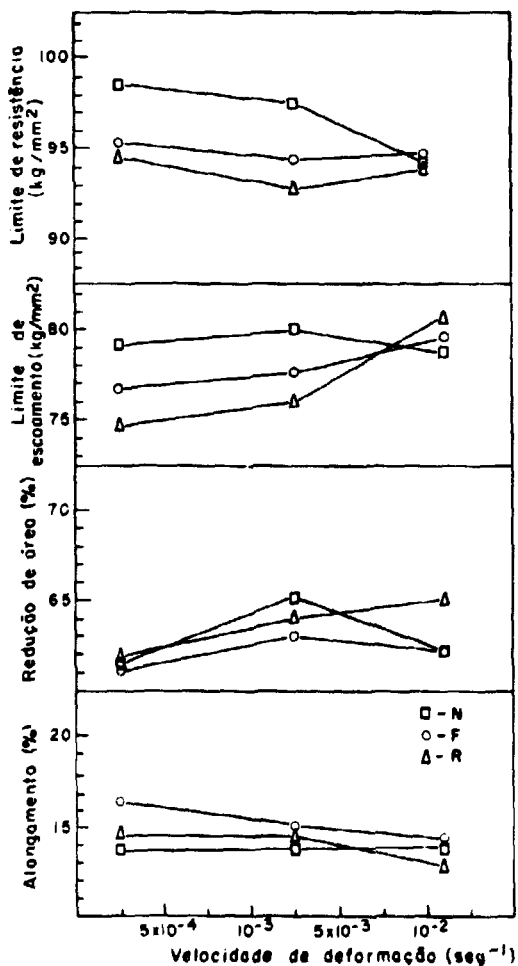


Figura 3 - Ensaio de tração a 200°C

Tabela IV
Propriedades mecânicas do aço SAE 4340 ensaiados a 250°C

Amostra	Alongamento (%)	Estricção (%)	Limite de Escoamento (kg/mm ²)	Limite de Resistência (kg/mm ²)
N ₁	16,3	56,5	79,0	102,5
N ₂	15,3	61,3	80,8	100,1
N ₃	12,7	65,5	77,6	96,3
F ₁	13,9	62,1	78,8	99,4
F ₂	15,1	62,5	74,5	92,6
F ₃	13,4	59,7	73,0	91,6
R ₁	15,3	61,7	76,9	100,0
R ₂	14,9	62,7	72,4	93,0
R ₃	16,5	63,5	73,4	90,6

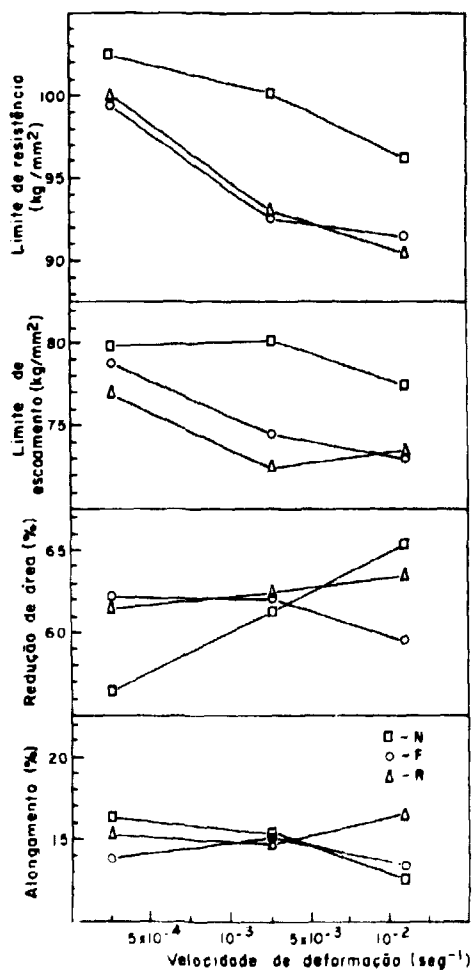


Figura 4 - Ensaio de tração a 250°C

C – Resultados dos Ensaio de Tração a 300°C

O alongamento é significativamente menor para o material fragilizado em todas as velocidades de deformação estudadas, sendo que à velocidade intermediária a diferença é de cerca de 8% (ou seja, o alongamento do material fragilizado é 34% menor que o do material não frágil). A estrição do material regenerado é maior que a do material frágil à velocidade intermediária. Entre o material N e F a diferença não admite um nível de confiança de 99%, embora seja acentuada; note-se que a esta velocidade de deformação Cabral⁽⁵⁾ encontrou diferenças significativas, embora o aço por ele usado não fosse o SAE 4340. À velocidade mais alta o LE do material R é menor que o LE do material N e F. Nota-se, contudo, uma tendência para um menor LE do material F em relação ao material N.

Tabela V
Propriedades mecânicas do aço SAE 4340 ensaiado a 300°C

Amostra	Alongamento (%)	Estrição (%)	Limite de Escoamento (kg/mm ²)	Limite de Resistência (kg/mm ²)
N ₁	17,0	64,4	74,8	99,3
N ₂	22,8	66,1	74,6	98,1
N ₃	15,3	60,1	77,1	96,8
F ₁	14,8	62,1	70,4	92,5
F ₂	14,9	61,4	72,5	97,5
F ₃	13,3	59,4	72,6	94,4
R ₁	17,6	70,0	70,0	94,4
R ₂	20,1	70,0	76,9	93,2
R ₃	16,4	60,4	63,4	93,8

3.4 – Ensaio de Dureza

A tabela VI apresenta os resultados dos ensaios de dureza. Cada resultado é a média aritmética de 10 medidas. Os valores são praticamente iguais. O material regenerado apresenta uma tendência a uma menor dureza uma vez que sofreu dois revenidos a 630°C, 1 h.

Tabela VI
Resultados dos Ensaio de Dureza

Corpo de Prova	Dureza Rc
Não frágil	29
Fragilizado	28
Regenerado	28

4 – DISCUSSÃO

As evidências experimentais indicam que o alongamento é o parâmetro mais sensível ao efeito da FRR em ensaios de tração a quente. Em trabalho anterior^(4,3) mostrou-se que, a temperatura ambiente o alongamento do material não frágil era de 18,8% enquanto o do material fragilizado era de 15,1%, a velocidade de deformação de $2,5 \times 10^{-4} \text{ seg}^{-1}$; o coeficiente de encruamento, a esta temperatura e à mesma velocidade de deformação apresentou-se cerca de 7% maior para o material frágil. Ao mesmo tempo o LE do último foi de $88,8 \text{ kg/mm}^2$ enquanto o do material não fragilizado apresentou um valor de 97 kg/mm^2 (opus cit). O maior alongamento do material F, observado a 200°C , poderia ser explicado por uma inibição do endurecimento por precipitação de átomos solutos nas discordâncias, a esta temperatura, constatado por Glen⁽¹³⁾ em 1957. Como os átomos solutos migraram para os contornos de grão (vide introdução), deve haver uma concentração muito pequena dos mesmos, no interior dos grãos, diminuindo a precipitação para as discordâncias. Note-se que o alongamento do material não frágil diminuiu de 18,8% para 13,7% a 200°C . A 250°C , o alongamento do material F e menor do que o alongamento do material N. No entanto este alongamento não é significativamente diferente do seu valor a 250°C (15,1% a 25°C contra 13,9% a 250°C). Não há, portanto, efeito do endurecimento constatado por Glen⁽¹³⁾. A maior velocidade de deformação parece que o material N sofre novamente os efeitos desse endurecimento. A 300°C as diferenças se manifestam em todas as velocidades de deformação, principalmente a velocidade de deformação intermediária (figura 5). Este fato sugere que, a esta temperatura, o endurecimento praticamente cessou de atuar sobre os materiais N e R.

Somando as evidências experimentais com a observação de que as curvas carga x deformação apresentaram um serrilhado a 25°C para o material nos três estados estruturais, o que indica a existência da atmosfera de Cottrell⁽¹⁰⁾ nestes três estados, pode-se notar a importância do papel dos átomos intersticiais em qualquer modelo que tente explicar o mecanismo da FRR. Isto sugere que a diferença entre o material frágil e o não frágil reside na interação dos átomos intersticiais com os átomos solutos, na forte interação destes entre si (por exemplo, o Mo e o W), e finalmente, na interação deles com as discordâncias.

As evidências experimentais e os trabalhos recentes revistos na introdução indicam, sem sombra de dúvida, que a distribuição estatística dos átomos solutos é diferente para um material frágil e outro não frágil. Ainda mais, como se sabe, os elementos formadores de carbonetos como o Mn, o Cr, o Mo e o V, podem atrair átomos de carbono para as suas vizinhanças⁽¹³⁾, formando verdadeiras 'nuvens' em torno dos mesmos. Estes átomos solutos (intersticiais e substitucionais) migram para os contornos de grãos a temperatura do tratamento de fragilização, enfraquecendo a coesão dos mesmos, e, ao mesmo tempo, empobrecendo as atmosferas de Cottrell, o que facilitaria o início do movimento das discordâncias a temperatura ambiente (e, portanto, um limite de escoamento menor para o material fragilizado, à temperatura ambiente). Ao mesmo tempo, o coeficiente de encruamento indica que, embora se movendo mais livremente no início de deformação do material frágil, há um encruamento mais rápido neste material. Um mecanismo que sirva para explicar a FRR deve levar estes fatos em consideração e também explicar porque átomos solutos tais como o Mo e o W, até certa quantidade inibem a FRR e em teores maiores a promovem, bem como o papel inibidor da FRR assumido por estes átomos quando presentes. Evidentemente existe uma forte interação entre os mesmos, não só entre si como entre eles e os intersticiais. Estes fatos sugerem que a FRR está relacionada com o fenômeno de ordenação de curto alcance e aglomeração. Por exemplo, o Mo até 0,75% poderia estar ordenado formando pares Mo-C na rede cristalina. Pondo uma quantidade mais elevada de Mo estes pares seriam destruídos havendo uma aglomeração de pares tipo Mo-Mo, libertando átomos intersticiais que migrariam para o contorno. Adicionando W ou V estes átomos "quebrariam" os pares tipo Mo-Mo formando pares Mo-V, Mo-W, libertando átomos de Mo que atrairiam novamente os átomos de carbono, inibindo a fragilização - Hoffman^(25,26) mostrou que a distribuição de átomos solutos na rede cristalina dependem da sua 'história térmica'. Formulou uma maneira de calcular a energia livre total da distribuição de um soluto, estabelecendo que, a minimização desta energia livre possibilitaria o conhecimento da tendência da distribuição de um soluto (ou para uma ordenação de curto alcance ou para uma aglomeração). As propriedades mecânicas seriam alteradas por esta redistribuição dos solutos⁽²⁵⁾.

Sugere-se então, para estudos futuros, o cálculo da energia livre elástica de alguns solutos nos três estados estruturais. Isto comprovará se a FRR esta ou não associada a um mecanismo de ordenação de curto alcance e aglomeração (short-range order and clustering).

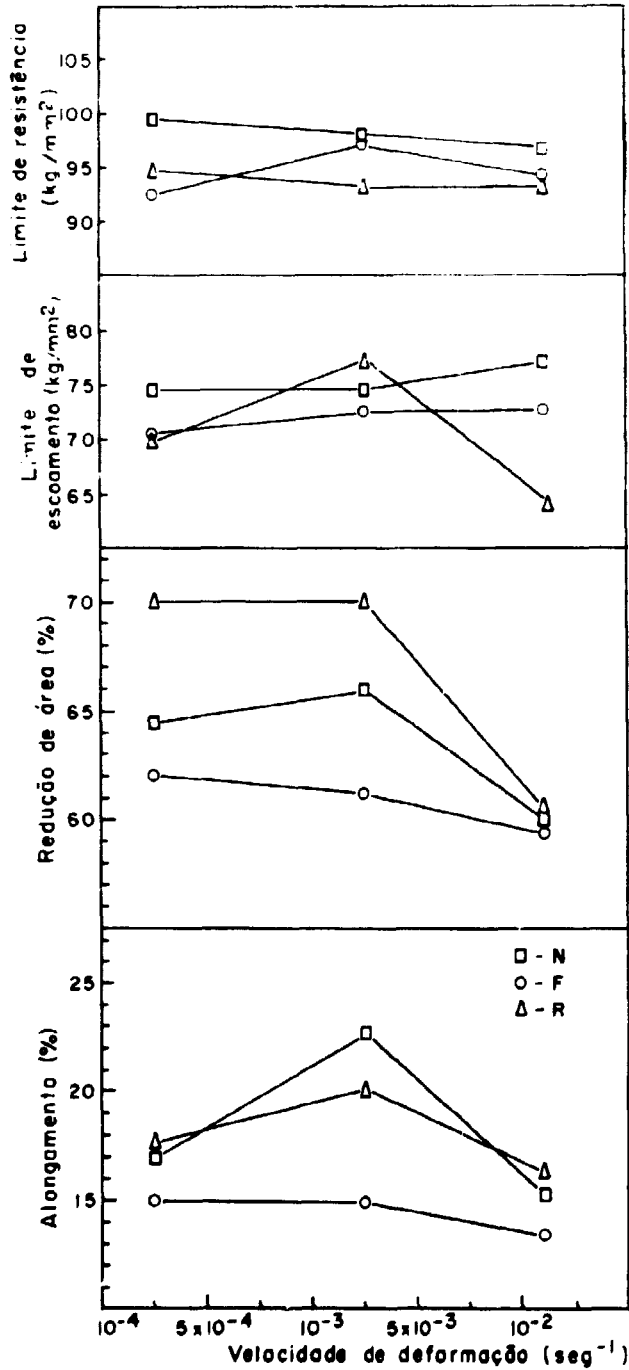


Figura 5 - Ensaio de tração a 300°C

5 – CONCLUSÕES

1. A evidência da FRR em ensaios de tração é possível e depende da velocidade de deformação e da temperatura.
2. O parâmetro mais sensível aos efeitos da FRR para o aço SAE 4340 é o alongamento.
3. Sugere-se que o mecanismo da FRR está associado ao fenômeno da ordenação de curto alcance e aglomeração, que explicaria o papel de alguns átomos solutos como Mo, W e V.

ABSTRACT

Tension tests were conducted at several temperatures and strain rates on a Ni-Cr-Mo low alloy steel to study the change in mechanical properties related with the embrittlement. The embrittled specimens had showed a susceptibility degree equal to 50°C after a thermal treatment of 48 hours at 500°C. Relevant differences were crised between several parameters, specially the elongation. Those differences depend upon the test temperature and the strain rate.

A review about reversible temper brittleness was made. It was suggested a model to the mechanism of temper brittleness. This model take account the equilibrium segregation proposed by McLean and Northcott (1948) and the interaction of interstitial atoms with the dislocations and other solute atoms.

AGRADECIMENTOS

O autor agradece ao Prof. Dr. Tharcisio Damy de Souza Santos e ao Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Pieroni do IEA o suporte necessário para a realização deste artigo. Agradece a COPPE, ao BNDE e ao CNPq, que forneceram o suporte financeiro e sob cujos auspícios foi realizada a Tese de Mestrado que deu origem a este trabalho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ADENIS, D & BLANCHARD, P. *Fragilité et fragilisation des metaux et alliages*. Paris, Dunod, 1963.
2. AINSLIE, N. C et alii. Sulfur segregation at alpha-iron grain boundaries. 2. *Acta Metall.*, Toronto, 8:528-38, 1960.
3. BALAJIVA, K. et alii. Effect of trace elements on embrittlement of steel. *Nature*, London, 178:433, 1956.
4. BRAMMAR, I. S. & HONEYCOMBE, R. W. K. Formation of sulphides at grain boundaries in some pure iron alloys. *J. Iron Steel Inst.*, London, 202:335-42, 1964.
5. [CABRAL, U. Q. Paris, Faculté des Sciences de Paris, 1967. (Tese de doutoramento)].
6. CAPUS, J. M. Austenite grain size and temper brittleness. *J. Iron Steel Inst.*, London, 200:922-7, 1962.
7. _____. The mechanism of temper brittleness. In: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, Philadelphia, Penn. *Temper embrittlement in steel*. Philadelphia, Penn., 1968 p.3-19 (ASTM-STP-407).
8. CARR, F. L. et alii. Mechanical and fracture surface topography of a thermally embrittlement in steel. In: AMERICAN SOCIETY OF TESTING MATERIALS, Philadelphia, Penn. *Temper embrittlement in steel*. Philadelphia, Penn. 1968. p.203-36. (ASTM-STP-407).

- 9 COHEN, J. B. et alii. A metallographic etchant to reveal temper brittleness in steel *Trans. Am. Soc. Metals*, Chicago, 39:109-138, 1947
- 10 COTTRELL, A. H. *Dislocations and plastic flow in crystals*. Oxford, University Press, 1953.
- 11 DIETER JUNIOR, G. E. *Mechanical metallurgy*. New York, McGraw-Hill, 1961
- 12 ENTWISLE, A. R. Low temperature fractures in tempered alloy steels *J. Iron Steel Inst.*, London, 169:368, 1951
- 13 GLEN, J. Effect of alloying elements on the high-temperature tensile strength of normalized low-carbon steel *J. Iron Steel Inst.*, London, 186:2148, 1957
- 14 GOULD, G. C. Long time isothermal embrittlement in 3.5 Ni, 1.75 Cr, 0.50 Mo, 0.20 C steel. In: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Philadelphia, Penn. *Temper embrittlement in steel*. Philadelphia, Penn., 1968. p.90-105 (ASTM STP 407).
- 15 GREAVES, R. H. The properties of some low-nickel steels containing manganese *J. Iron Steel Inst.*, London, 132:99-116, 1935
- 16 GREAVES, R. H. Temper brittleness of nickel-chrome steel *J. Iron Steel Inst.*, London, 100:329-39, 1919
- 17 & JONES, J. A. Temper brittleness of nickel-chromium steels *J. Iron Steel Inst.*, London, 110:171, 1920
- 18 & JONES, J. J. Temper brittleness of steel: susceptibility to temper brittleness in relation to chemical composition *J. Iron Steel Inst.*, London, 111:231-55, 1925
- 19 et alii. Further communication on temper brittleness of nickel-chrome steel *J. Iron Steel Inst.*, London, 100:340-8, 1919
- 20 GUTTMANN, M. & KRAHE, P. R. Fragilité de revenu des structures restaurées et recristallisées. *Revue Metall. Mem. scient.* Paris, 70(9):657-67, 1973
- 21 & KRAHE, P. R. Grain boundary segregation and desegregation of antimony in temper brittle steel, identified and measured by the elastic scattering of energetic ions *Scr. Metall.*, Long Island City, N. J., 5:479-81, 1971.
- 22 et alii. Temper embrittlement and intergranular segregation of antimony: a quantitative analysis performed with the backscattering of energetic ions *Metals Trans.*, New York, 5:167-77, 1974
- 23 HARRIS, L. A. Analysis of materials by electron-excited Auger electrons *J. Appl. Physics*, Lancaster, Pa., 39:1419-27, 1968.
- 24 Some observations of surface segregation by Auger electron emission *J. Appl. Phys.*, Lancaster, Pa., 39:1428-31, 1968
- 25 HOFFMAN, D. W. Concerning the elastic free energy of dilute interstitial alloys *Acta Metall.*, Toronto, 18:819-53, 1970.
- 26 Configurational entropy and solute correlation in disordered alloys *Metals Trans.*, New York, 3:3231-8, 1972

27. HOLLOWON, J. H. Temper brittleness. *Trans. Am. Soc. Metals*, Chicago, 36:473-540, 1948.
28. HOPKINS, B. E. & TIPLER, H. R. Effects of heat-treatment on the brittleness of high-purity iron-nitrogen alloys. *J. Iron Steel Inst.*, London, 177:110-7, 1954.
29. _____ & TIPLER, H. P. The effect of phosphorus on the tensile and Notch-impact properties of high-purity iron and iron-carbon alloys. *J. Iron Steel Inst.*, London, 188:218-37, 1958.
30. INMAN, M. C. & TIPLER, H. R. Grain boundary segregation of phosphorus in an Fe-P alloy and the effect upon mechanical properties. *Acta metall.*, Toronto, 6:73-84, 1958.
31. JAFFE, L. D. & BUFFUM, D. C. Isothermal temper embrittlement. *Trans. Am. Soc. Metals*, Chicago, 42:604-18, 1950.
32. JOLIVET, H. & VIDAL, G. Valeur de l'essai de résilience pour l'étude de la fragilité de revenu. *Revue Metall.*, Paris, 41(11/12):378-88; 403-8, 1944.
33. LANDER, J. J. Auger peaks in the energy spectra of secondary electrons from various materials. *Phys. Rev.*, Ithaca, N. Y., 91:1382-8, 1953.
34. LOW JUNIOR, J. R. *Temper-brittleness: a review of recent work*. Schenectady, N. Y., General Electric Research Lab., Oct. 1959. (Internal report 59-RL-2290M).
35. McLEAN, D. & NORTHOTT, L. Micro-examination and electrode potential measurements of temper-brittle steels. *J. Iron Steel Inst.*, London, 158:169-77, 1948.
36. McMAHON, JUNIOR, C. J. Temper brittleness: an interpretative review. In: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, Philadelphia, Penn. *Temper embrittlement in steel* Philadelphia, Penn., 1968. p. 127-67, (ASTM-STP-407).
37. MIKUS, E. B. & SIEBERT, C. A. A study of the role of carbon in temper embrittlement. *Trans. Am. Soc. Metals*, Chicago, 50:682-97, 1958.
38. NARAYAN, R. & MURPHY, M. C. A review of temper embrittlement as it affects major steam turbine and generator rotor forgings. *J. Iron Steel Inst.*, London, 211:493-501, 1973.
39. NICOLET, M. A. et alii. Microanalysis of materials by backscattering spectrometry. *Science*, New York, 177:841-9, 1972.
40. POWERS, A. E. The influence of Mo and W on temper embrittlement. *Trans. Am. Soc. Metals*, Chicago, 48:149-64, 1956.
41. _____ A study of temper-brittleness in Cr-Mn steel containing large amounts of molybdenum, tungsten and vanadium. *J. Iron Steel Inst.*, London, 186:323-8, 1957.
42. PREECE, A. & CARTER, R. D. Temper brittleness in high-purity iron base alloys. *J. Iron Steel Inst.*, London, 173:387-98, 1953.
43. QUADROS, N. F. & CABRAL, U. Q. Evidência da fragilidade do revenido reversível em ensaios de tração à temperatura ambiente. *Metalurgia*, São Paulo, 31:501-9, 1975.
44. RESTAINO, P. A. & McMAHON, JUNIOR, C. J. The role of antimony in temper brittleness. *Trans. Am. Soc. Metals*, Chicago, 60:699, 1967.
45. ROGERS, F. Brittleness in Ni-Cr and other steels. *J. Iron Steel Inst.*, London, 100:325-8, 1919.

46. SADOVSKII, V. D. Discussion on temper brittleness. (Trans. from: *Metallov. Obrab. Metall.*, Moskva, (6):24-31). (H. Bratcher, Trans. n. 3890 and 4043).
47. STEVEN, W & BALAJIVA, K. The influence of minor elements on the isothermal embrittlement of steels. *J. Iron Steel Inst.*, London, 193:141-7, 1959.
48. TEGARD, W. J. M. *Elements of mechanical metallurgy*. New York, MacMillan, 1966.
49. VIDAL, G. Sur la fragilité de revenu des aciers au chrome, au molybdène, au tungstène. *Revue Metall.*, Paris, 42:145-55, 1945.
50. VISWANATHAN, R. Temper embrittlement in a Ni-Cr steel containing P as impurity. *Metals Trans.*, New York, 2:809-15, 1971.
51. _____ & SHERLOCK, T. P. Long time isothermal temper embrittlement in Ni-Cr-Mo-V steels. *Metals Trans.*, New York, 3:459-68, 1972.
52. WESTBROOK, J. H. & WOOD, D. L. Embrittlement of grain boundaries by equilibrium segregation. *Nature*, London, 192:1280-1, 1961.
53. _____ & WOOD, D. L. A source of grain-boundary embrittlement. *J. Inst. Metals*, London, 91:174-82, 1973.
54. WINE, R. H. *Statistics for scientists and engineers*. Englewood Cliffs, N. J., Prentice-Hall, 1964.
55. WOODFINE, B. C. Some aspects of temper brittleness. *J. Iron Steel Inst.*, London, 173:240-55, 1953.
56. _____. *Temper brittleness: a critical review of the literature*. _____. *Some aspects of temper brittleness*. PREECE, A. & CARTER, R. D. *Temper brittleness in high purity iron base alloys*. AUSTIN, C. W. et alii. *Effect of arsenic and antimony on temper brittleness*. *J. Iron Steel Inst.*, London, 174:360-1, 1953. [Discussão, durante o Annual General Meeting do ISI, 1953].
57. _____. *Temper brittleness: a critical review of the literature*. *J. Iron Steel Inst.*, London, 173:229-40, 1953.

