

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

COMPORTAMENTO DE FLUÊNCIA E TRAÇÃO A QUENTE DO AÇO
INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 201LN

Gustavo Henrique Pelissari

São Carlos-SP
2020

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

**COMPORTAMENTO DE FLUÊNCIA E TRAÇÃO A QUENTE DO AÇO
INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 201LN**

Gustavo Henrique Pelissari

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

Orientador: Dr. Vitor Luiz Sordi

Agência Financiadora: CAPES - Processo: 88882.332698/2019-01

São Carlos-SP

2020

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais e irmãos.

VITAE

Bacharel em Engenharia de Materiais pela Universidade Tecnológica Federal do Paraná (2017).



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Gustavo Henrique Pelissari, realizada em 21/09/2020.

Comissão Julgadora:

Prof. Dr. Vitor Luiz Sordi (UFSCar)

Prof. Dr. Carlos Alberto Della Rovere (UFSCar)

Prof. Dr. Tarcísio Reis de Oliveira (UNILESTE)

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

AGRADECIMENTOS

À minha família, em especial meu Pai, Mãe e Irmãos por todo o suporte neste período. À minha companheira Talita Pereira Soares, pelo apoio incondicional as minhas escolhas.

Aos meus amigos de laboratório: Diogo Pedrino Braga, Pedro Henrique de Oliveira, Elielson Santos e Eric Spósito. Por toda ajuda para a realização deste trabalho e pela parceria.

A todos os professores, funcionários e técnicos do DEMa/UFSCar, em especial ao técnico José Luiz dos Santos, pelo auxílio na execução dos ensaios de tração e dureza.

À empresa APERAM South America pela doação do material.

À empresa STM-Indústria e Comércio e Sistema de Teste em Materiais Ltda. pela parceria na realização de alguns ensaios de fluência.

Ao ex-prof. Dr Levi de Oliveira Bueno, pela amizade, conselhos e sugestões nas análises dos dados.

À prof^a. Dr^a. Andrea M. Kliauga pela ajuda na realização de algumas análises e auxílio nas interpretações. Ao prof. Dr. Maurizio Ferrante pela ajuda na correção da dissertação e pelas sugestões.

Ao orientador, prof. Dr. Vitor Luiz Sordi, que durante todo o período esteve presente orientando e contribuindo significativamente com sugestões e ideias para o desenvolvimento do estudo.

Ao PPGCEM / DEMA / UFSCar pela estrutura dos laboratórios fornecida e ajuda financeira para participação do congresso ABM Week – 2019, em São Paulo/SP.

À CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior pela bolsa de estudos, processo nº 88882.332698/2019-01.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

RESUMO

Dentre as diferentes séries dos Aços Inoxidáveis (AI), a série 200, também denominada como Cr-Ni-Mn, nos últimos anos vem ganhando destaque no cenário mundial. Apesar disso, ainda são escassos os estudos a respeito do comportamento a quente destes AI's. Neste contexto, o presente trabalho tem o propósito de estudar o comportamento mecânico e microestrutural sob deformação do AISI 201LN, quando submetido a ensaios de fluência e tração a quente. O material foi caracterizado microestruturalmente na condição como recebido e após tratamento térmico. Os ensaios de tração foram realizados em temperatura ambiente e na faixa de 500°C a 800°C, sob taxa de deformação inicial igual a 10^{-3}s^{-1} . Os ensaios de fluência foram realizados sob carga constante, na faixa de temperatura de 600°C a 800°C. A comparação dos resultados obtidos para o AISI 201LN com alguns materiais tradicionais da série 300 indicou valores muito próximos. Após ensaios de tração em temperatura ambiente, foi observada uma microestrutura majoritariamente martensítica, causada pelo efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*). Após os ensaios de fluência, foram observadas evidências de precipitação de carbonetos de Cr nos contornos de grão em alguns corpos de prova (CP's). O longo período de exposição em elevadas temperaturas, alterou a morfologia das ilhas de ferrita δ , indicando decomposição desta fase. Nos ensaios a 800°C, foi observado formação de precipitados ricos em N na superfície dos CP's, além da intensa deterioração da microestrutura. Análises da superfície de fratura dos CP's, indicaram de modo geral, gradativamente maior predominância de fratura dúctil nos ensaios em maiores temperaturas. Com base no parâmetro de Zener-Hollomon, foram propostas equações constitutivas para descrever o comportamento de fluência do material, dentro do intervalo de tensões e temperaturas aqui empregado. O método de parametrização de Larson-Miller foi aplicado ao conjunto de dados experimentais, visando a extrapolação dos resultados de fluência.

Palavras-chave: Aço Inoxidável; Cr-Ni-Mn; Fluência; Tração.

ABSTRACT

CREEP AND HOT TENSILE TEST BEHAVIOUR OF AISI 201LN AUSTENITIC STAINLESS STEEL

Among the different stainless steel (SS) series, the 200 series, also known as Cr-Ni-Mn alloys, has recently been gaining prominence worldwide. In spite of that, studies addressing the high-temperature deformation these alloys are still scarce in the literature. In this context, this study aims to assess the mechanical and microstructural behavior under deformation of the AISI 201LN alloy when subjected to creep and hot tensile tests. The material was microstructurally characterized as received and after heat treatment. The tensile tests were conducted at room temperature and in the range of 500-800 °C under an initial deformation rate of 10^{-3}s^{-1} , whereas the creep tests were performed under constant load in the temperature range of 600-800 °C. Comparison between the results obtained for the AISI 201 LN alloy and those for other 300 series traditional materials showed very similar values. After the tensile tests at room temperature, a mostly martensitic microstructure, caused by transformation induced plasticity (TRIP), was observed. After the creep tests, evidence of precipitation of Cr carbides was observed in the grain boundaries of some specimens. The long period of exposure to high temperatures changed the morphology of the δ ferrite islands, indicating decomposition of this phase. In the tests performed at 800 °C, formation of precipitates rich in N was observed on the surface of specimens, in addition to intense deterioration of their microstructure. Overall, fracture surface analysis of the specimens indicated a gradually greater predominance of ductile fracture in the tests at higher temperatures. Based on the Zener-Hollomon parameter, constitutive equations were proposed to describe the creep behavior of the material within the range of stresses and temperatures employed. The Larson-Miller creep parameterization technique was applied to the experimental data set aiming to extrapolate from the creep results.

Keywords: Stainless steel; Cr-Ni-Mn; Creep test; Tensile test.

PUBLICAÇÕES

- PELISSARI, G., H; SORDI, V., L. Resistência à Fluência do Aço Inoxidável AISI 201LN a 700°C, p. 1550-1561. In: *74º Congresso Anual da ABM*, São Paulo, 2019.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO.....	xi
ÍNDICE DE TABELAS	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS	xv
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	xxi
1 INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Objetivo Geral	2
1.2 Objetivos Específicos.....	2
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	3
2.1 Aços Inoxidáveis	3
2.2 Aços Inoxidáveis Austeníticos.....	7
2.3 Série Cr-Ni-Mn	11
2.4 Aços Inoxidáveis ao Mn em Elevadas Temperaturas	16
2.5 O Fenômeno da Fluência.....	20
2.5.1 Principais Mecanismos de Fluência	23
2.5.2 Consideração Sobre os Ensaios e Apresentação dos Resultados	26
3 MATERIAIS E MÉTODOS	35
3.1 Material	36
3.2 Caracterização do Material	37
3.2.1 Microscopia Ótica.....	37
3.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura	38
3.2.3 Difração de Raios X	39
3.2.4 Ferritoscopia	39
3.3 Tratamento Térmico.....	40
3.4 Caracterização Mecânica.....	40
3.4.1 Microdureza Vickers.....	40

3.4.2	Ensaio de Tração	41
3.5	Ensaio de Ruptura por Fluência	42
3.5.1	Preparação das Máquinas de Fluência	43
3.5.2	Instrumentação Para Aquisição de Dados	44
3.5.3	Instrumentação Para Medidas de Deformação	45
3.5.4	Controle e Medição de Temperatura.....	46
3.5.5	Eixos e Extensômetros	47
3.6	Instrumentação Para os Ensaio de Ruptura por Fluência	48
3.6.1	Desempenho das Máquinas de Fluência	48
3.6.2	Instrumentação para Medidas de Deformação	50
4.6.3	Controle e Medição de Temperatura.....	50
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	53
4.1	Caracterização Microestrutural do Material Como Recebido	53
4.2	Microdureza Vickers.....	56
4.3	Resultados dos Ensaio de Tração.....	57
4.4	Resultados dos Ensaio de Ruptura por Fluência	63
4.5	Análise Microestrutural Após os Ensaio	80
4.5.1	Análise Microestrutural Após os Ensaio de Tração	80
4.5.2	Análise Microestrutural após os Ensaio de Ruptura por Fluência	82
5	CONCLUSÕES	99
6	SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	101
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	103

ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
Tabela 2.1 - Composição química (% em peso) da família 200 [21]. **UNS = <i>Unified Numbering System Designation</i> . ***EN = (<i>European Designation</i>)......	12
Tabela 3.1 – Composição química do material.	37
Tabela 3.2 – Condições empregadas nos ensaios de fluência.	43
Tabela 3.3 – Resultados obtidos com a calibração dos termopares. Erro: diferença obtida entre o padrão e o termopar, em °C.....	51
Tabela 4.1 (a) – Propriedades de engenharia obtidas nos ensaios de tração.	59
Tabela 4.2 - Resultados obtidos nos ensaios de ruptura por fluência.	64
Tabela 4.3 - Parâmetros da Equação de Norton obtidos em diferentes temperaturas.	71
Tabela 4.4 - Parâmetros obtidos e Equação Geral de Fluência para as respectivas condições.	75

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1 – Taxa de crescimento anual da produção mundial de Al's, de 1950 a 2019, em milhões de toneladas (Mt). Adaptado de [5].	4
Figura 2.2 – Diagrama de equilíbrio Fe-Cr. Adaptado de [11].	5
Figura 2.3 – Efeito de diferentes teores de N e C sobre o campo austenítico no sistema Fe-Cr. Adaptado de [8].	8
Figura 2.4 – Seções isotérmicas do sistema Fe-Cr-Ni: 1300°C (a), 1000°C (b), 800°C (c) e 650°C (d). Adaptado de [17].	9
Figura 2.5 – Esquema da composição dos AIA's, a partir do Al 304 [18].	10
Figura 2.6 - Efeito do teor de Mn e Cr sobre a solubilidade do N, para 14% Ni (a). Efeito do teor de Mn, Cr e Ni sobre a estabilidade da austenita a 1075°C (b). Adaptado de [21].	13
Figura 2.7 – Microestrutura via MO das amostras com redução de 0% (a), 10% (b), 25% (c) e 50% (d). Taxa de deformação igual a $0,5s^{-1}$ a 25°C, com tamanho de grão inicial de $27\mu m$ [26].	14
Figura 2.8 - Curvas tensão x deformação verdadeiras sob diferentes temperaturas para os aços: 201 (a, b) e 201L (c, d), variando a taxa de deformação, $5 \times 10^{-4}s^{-1}$ e $10^{-2}s^{-1}$ [27].	15
Figura 2.9 - Transformação da ferrita δ após 1500h a 600°C (a). Transformação da estrutura austenítica após 100h a 800°C (b). A = austenita. C = $M_{23}C_6$. S = Sigma fase. L = lamelas de Cr_2N [35].	16
Figura 2.10 - Dupla camada formada na superfície após 625,5h a 650°C (a). Camada autorregenerada após 2227,2h a 650°C (b) [40].	19
Figura 2.11 - Curvas obtidas nos ensaios. SGB e SGB-M = contorno de grão serrilhado. NGB = contorno de grão "normal" [41].	20
Figura 2.12 – Curva típica de fluência mostrando os três estágios. Ensaio de carga constante, curva A, e ensaio de tensão constante, curva B [42].	22
Figura 2.13 – Esquemática do fluxo de átomos e vacâncias, segundo mecanismo de Nabarro-Herring. Adaptado de [52].	24
Figura 2.14 - Escorregamento do contorno de grão revelado por uma linha transversal marcada na amostra antes do ensaio [52].	25

Figura 2.15 - Mapa de deformação para o AIA 304. Adaptado de [56].	26
Figura 2.16 – Esquema das curvas de fluência, quando se mantêm a temperatura constante e varia a tensão (a) e quando se mantêm a tensão constante e varia a temperatura (b) [57].	27
Figura 2.17 – Dependência da tensão com a taxa de deformação, definido pela relação de Norton. Adaptado de [49].	30
Figura 2.18 – Gráfico da tensão x tempo de ruptura para três diferentes A.I ferríticos. Na menor temperatura (600°C) não houve alteração estrutural. D12 =12%Cr, S9 = 9%Cr e S10 = 10,5%Cr. Adaptado de [52].	31
Figura 2.19 – Esquemática do gráfico de LOG (t_R) versus $1/T$, apresentando o padrão das linhas isotensão formadas e indicando a constante C, segundo Larson-Miller. Adaptado de [42].	32
Figura 2.20 – Análise pelo método de Larson-Miller para a liga AX52 (Mg-Al-Ca). Gráfico da σ x t_R para uma série de ensaios sob temperaturas entre 423K a 498K (a). Gráfico parametrizado da tensão x parâmetro de Larson-Miller (b). Adaptado de [52].	34
Figura 3.1 – Fluxograma dos procedimentos experimentais realizados.	35
Figura 3.2 - Material CR. Dimensões: 235mm x 215mm x 28mm. As setas indicam a direção de laminação.	37
Figura 3.3 – Direções adotadas neste estudo. A observação foi realizada nas superfícies perpendiculares à: direção normal a laminação (DN), direção transversal a laminação (DT) e direção de laminação (DL).	38
Figura 3.4 – Registro de um ensaio a temperatura ambiente com vídeo-extensometria (a). Registro de um ensaio realizado a 800°C, com destaque para o forno (1) e controlador de temperatura (2) do termopar em contato com o CP (b).	42
Figura 3.5 – Esquema do CP utilizado nos ensaios de tração e de fluência.	42
Figura 3.6 – Sistema montado para aferição do potenciômetro. Conjunto Log Box (1), fonte 12V (2) e aferição do potenciômetro com um micrômetro (3).	46
Figura 3.7 - Sistema de extensometria utilizado para a realização dos ensaios de fluência.	47

Figura 3.8 – Detalhe do sistema de extensometria construído. Registro da deformação (a) e fixação do termopar junto ao CP (b). Varetas (1), transdutor (2), garras (3), CP (4) e termopar (5).	48
Figura 3.9 – Etapa de montagem das máquinas (a) e 2 ensaios em andamento (b).	49
Figura 3.10 – Resultado gráfico da aferição realizada. Fator de multiplicação de carga = 10,11, na máquina 1 (a) e fator de multiplicação de carga = 9,82, na máquina 2 (b).	49
Figura 3.11 – Resultado gráfico obtido com a aferição do transdutor 1. Constante obtida = 0,613.	50
Figura 4.1 – Microestrutura do material na condição CR. Imagem das 3 vistas: Direção de Laminação (DL), Direção Normal a Laminação (DN) e Direção Transversal a Laminação (DT).	54
Figura 4.2 – Espectro de difração de raios X para o AISI 201LN no estado CR.	55
Figura 4.3 - MO do AISI 201LN na condição CR (a) e após TT (b). Plano DT.	56
Figura 4.4 – Valores de Microdureza Vickers (HV) obtidos na direção normal a laminação (espessura da chapa) na condição CR e após TT.	57
Figura 4.5 (a) – Curvas tensão x deformação nominal (de engenharia) nas temperaturas de: 25°C (CR e TT), 500°C, 600°C, 700°C e 800°C.	58
Figura 4.6 – Curvas tensão x deformação do o AISI 201 e AISI 304 [79].	61
Figura 4.7 – Comparativo das propriedades obtidas sob tração do AISI 201LN com AISI 304 e AISI 316 [81]. Variação do limite de escoamento ($\sigma_{0,2\%}$) com a temperatura (a). Variação do limite de resistência a tração (σ_{LRT}) com a temperatura (b).	62
Figura 4.8 – Variação da deformação na ruptura (ϵ_R) e redução de área (R.A) com a temperatura, obtidos nos ensaios de tração para o AISI 201LN.	63
Figura 4.9 - Curvas de fluência obtidas nos ensaios a 600°C.	65
Figura 4.10 - Curvas de fluência obtidas nos ensaios a 650°C.	65
Figura 4.11 – Curvas de fluência obtidas nos ensaios a 700°C.	65
Figura 4.12 – Curvas de fluência obtidas nos ensaios a 750°C.	66
Figura 4.13 – Curvas de fluência obtidas nos ensaios a 800°C.	66

Figura 4.14 – Cálculo da taxa mínima de fluência (a). Registro de controle de temperatura para o ensaio a 700°C (b).	67
Figura 4.15 – Queda da resistência em função do tempo de ruptura.....	68
Figura 4.16 - Comparativo da queda da resistência em função do tempo nas temperaturas de 600°C, 700°C e 800°C para o AISI201LN, AISI 316LN [60, 82], AISI 304 [83] e SUS 304H [84].	69
Figura 4.17 - Variação da taxa mínima de fluência com a tensão normalizada, segundo a relação de Norton.	71
Figura 4.18 – Diagrama de Arrhenius.	73
Figura 4.19 – Diagrama de Zener-Hollomon.	75
Figura 4.20 – Variação da taxa mínima de fluência com o tempo de ruptura. .	76
Figura 4.21 - Curva paramétrica de Larson Miller. $C = 22,5$	77
Figura 4.22 – Taxa mínima de fluência em função do teor de N para o AIA 25Cr-28Ni. Adaptado de [104].	79
Figura 4.23 – Espectro de difração de raios X após ensaio de tração em temperatura ambiente.	81
Figura 4.24 – MO após os ensaios de tração a temperatura ambiente. 200x (a), 500x (b). Corte longitudinal do CP.	81
Figura 4.25 - MO após os ensaios de tração a 600°C (a) e 800°C (b).	82
Figura 4.26 – Fotografia de três CP's após ensaios de ruptura por fluência. ...	83
Figura 4.27 – Análise em MO dos três ensaios de fluência com maior tempo de ruptura dentre os realizados. $T = 600^{\circ}\text{C}$ e $t_{\text{ruptura}} = 2900,1\text{h}$ (a, b), $T = 700^{\circ}\text{C}$ e $t_{\text{ruptura}} = 1301,7\text{h}$ (c, d), $T = 800^{\circ}\text{C}$ e $t_{\text{ruptura}} = 787,2\text{h}$ (e, f). Aumento de 200x (a, c, e). Aumento de 1000x (b, d, f).	86
Figura 4.28 – Representação esquemática da formação da fase sigma no AIA 316LN a 550°C e 600°C [108].	87
Figura 4.29 – Análise de EDS por pontos indicou uma composição aproximada de ~10%Cr após 2900,1 horas a 600°C.	87
Figura 4.30 - Análise via EDS indicando precipitados ricos em Cr, após 787,2 horas a 800°C.	88

Figura 4.31 – Análise em MO das regiões de fratura: T = 600°C e σ = 325MPa (a), T = 600°C e σ = 225MPa (b), T = 700°C e σ = 210MPa (c), T = 700°C e σ = 105MPa (d), T = 800°C e σ = 135MPa (e) e T = 800°C e σ = 45MPa (f).....	90
Figura 4.32 - MO de detalhes observados após ensaios de fluência. Considerável avanço de trincas internas após 2900,1 horas a 600°C (a, b) e alteração microestrutural na superfície do CP após 787,2 horas a 800°C (c, d). Cortes longitudinais dos CP's.	91
Figura 4.33 – Análise via EDS (em pontos) da composição química dos precipitados formados após 787,2 horas a 800°C, observados na Figura 4.32 (c, d).	92
Figura 4.34 – Efeito do teor de N na microestrutura do AISI 316LN após ensaios de fluência a 650°C e 225MPa. Teores de N: 0,07% (a), 0,11% (b), 0,14% (c) e 0,22% (d) [97].	93
Figura 4.35 - Análise via MEV da superfície de fratura de dois ensaios realizados a 600°C, 225MPa (a, b), 325MPa (c, d).	94
Figura 4.36 - Análise via MEV da superfície de fratura de dois ensaios realizados a 700°C, 105MPa (a, b), 210MPa (c, d).	95
Figura 4.37 - Análise via MEV da superfície de fratura de dois ensaios realizados a 800°C, 45MPa (a, b), 135MPa (c, d).	96

SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

AI	Aço Inoxidável
AIA	Aço Inoxidável Austenítico
AISI	American Iron and Steel Institute
ASTM	American Standard for Testing of Materials
C	Carbono
CP	Corpo de Prova
CR	Como Recebido
Cr	Cromo
Cu	Cobre
DEMa	Departamento de Engenharia de Materiais
DL	Direção de Laminação
DN	Direção Normal a Laminação
DRX	Difração de raios X
DT	Direção Transversal a Laminação
EDS	Espectroscopia por Energia Dispersiva
EFE	Energia de Falha de Empilhamento
FEG	Field Emission Gun
G	Módulo de Cisalhamento
HV	Dureza Vickers
k	Parâmetro de Resistência de Hollomon
LCE	Laboratório de Caracterização Estrutural
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
Mn	Manganês
MO	Microscopia Óptica
n	Coeficiente de Encruamento de Norton
N	Nitrogênio
Nb	Nióbio
Ni	Níquel
n'	Coeficiente de Encruamento de Hollomon
PLM	Parâmetro de Larson-Miller
Q_f	Energia de Ativação Aparente

R	Constante Universal dos Gases
T	Temperatura
T_H	Temperatura Homóloga
Ti	Titânio
t_R	Tempo de Ruptura por Fluência
TRIP	Transformation Induced Plasticity
TT	Tratamento Térmico
TWIP	Twinning Induced Plasticity
α	Fase Ferrita Alfa
γ	Fase Austenita
δ	Fase Ferrita Delta
ε	Deformação
ε_o	Deformação Instantânea
ε_R	Alongamento na Ruptura
έ	Taxa de Fluência
έ_{min}	Taxa Mínima de Fluência
σ	Tensão
σ'	Fase Sigma
σ_{0,2}	Tensão de Limite Convencional de Escoamento
σ_{LRT}	Tensão de Limite de Resistência a Tração

1 INTRODUÇÃO

O descobrimento do Aço Inoxidável (AI) no começo do século XX significou um grande avanço na Ciência e Engenharia de Materiais, principalmente no campo de materiais resistentes à corrosão e à oxidação. O termo “inoxidável” refere-se à capacidade de resistir a manchas, ferrugens e a corrosão em geral em diversos ambientes. Em 2009 foi publicada [1] uma revisão sobre os AI's que cita mais de 1450 estudos, evidenciando a sua importância e contribuição para o desenvolvimento da sociedade.

O sistema base dos AI's é Ferro (Fe) + Cromo (Cr) e a resistência à corrosão está associada ao fenômeno de passivação do material. A partir dessa composição base, a adição de outros elementos como o C, N, Mo, Mn, etc. altera a microestrutura e tem efeito dominante nas propriedades, classificando-os em cinco principais grupos: (I) Martensíticos, (II) Ferríticos, (III) Austeníticos, (IV) Ferrítico-Austeníticos (Duplex) e (V) Endurecíveis por precipitação.

Os Aços Inoxidáveis Austeníticos (AIA's) são os mais comuns entre as diferentes classes dos AI's. São ligas a base de Fe-Cr-Ni, e a série AISI 300 é a mais empregada. A série AISI 200 foi desenvolvida buscando a redução de custos, o Níquel (Ni) é substituído parcialmente por Mn e/ou N. Além do significativo ganho econômico, os AIA's da série 200 apresentam propriedades mecânicas comparáveis ou superiores com os da série 300, fazendo com que a sua demanda aumentasse nos últimos anos, sendo a série com maior crescimento nas últimas décadas. Somente entre os anos de 2007 a 2019 a produção mundial dos AIA's série 200 duplicou [2-6].

A crescente demanda pelos aços da série 200 sugere a necessidade de um maior conhecimento de seu comportamento. O 201LN, um aço comercial, com baixo teor de carbono ($C < 0,03\%$) e reforçado com N, por exemplo, carece de estudos a respeito do seu comportamento de deformação sob elevadas temperaturas, principalmente submetido a fluência. Neste cenário, o presente trabalho tem o propósito de estudar o comportamento mecânico e microestrutural sob deformação do AISI 201LN, quando submetido a ensaios de

fluência e tração a quente e comparar os resultados com os dos AIA's tradicionais, principalmente os da série 300.

1.1 Objetivo Geral

Avaliar o comportamento do Aço Inoxidável Austenítico AISI 201LN quando submetido a ensaios de fluência e tração a quente.

1.2 Objetivos Específicos

- Realizar ensaios de fluência e tração a quente no AISI 201LN e comparar os resultados com dados disponíveis na literatura de outros AIA's tradicionais.
- Avaliar as alterações microestruturais que ocorreram nos ensaios, através de técnicas de análise via Microscopia Ótica, Microscopia Eletrônica de Varredura e Difração de Raios X.
- Atualizar as máquinas de fluência e todo o aparato instrumental do laboratório de Fluência do DEMa/UFSCar.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Aços Inoxidáveis

O Homem tem se beneficiado dos materiais metálicos desde os tempos pré-históricos. A importância destes materiais, inclusive, ditou as diferentes eras pelas quais o Homem passou: Idade do Cobre, Idade do Bronze e Idade do Ferro. A partir do século XVIII alguns importantes elementos metálicos até então desconhecidos, como o Ni em 1751, o Cr em 1797 e o Al (Alumínio) em 1825, foram descobertos [7].

Apesar de todo o desenvolvimento na área dos materiais, um problema parecia não ter solução: os componentes de ferro ou aço não resistiam à corrosão. Apenas no início do século XX este problema começava a ser resolvido: o surgimento do Aço Inoxidável. Philip Monnartz (1911) foi o primeiro a publicar um estudo que relacionava a quantidade de Cr e a resistência à corrosão. Neste mesmo ano surgiram os aços inoxidáveis ferríticos e em 1912 os aços inoxidáveis austeníticos e martensíticos [7].

No século XX a produção dos AIs se desenvolveu em escala industrial e nas últimas décadas cresceu de modo significativo, devido à grande gama de aplicações. A Figura 2.1 apresenta o crescimento da produção mundial dos AIA's, de 1950 a 2018, em milhões de toneladas (Mt). Em 1950 aproximadamente 1 milhão de toneladas foram produzidas. Já em 2019, 52,2 milhões de toneladas. Um crescimento médio anual de 5,8%.

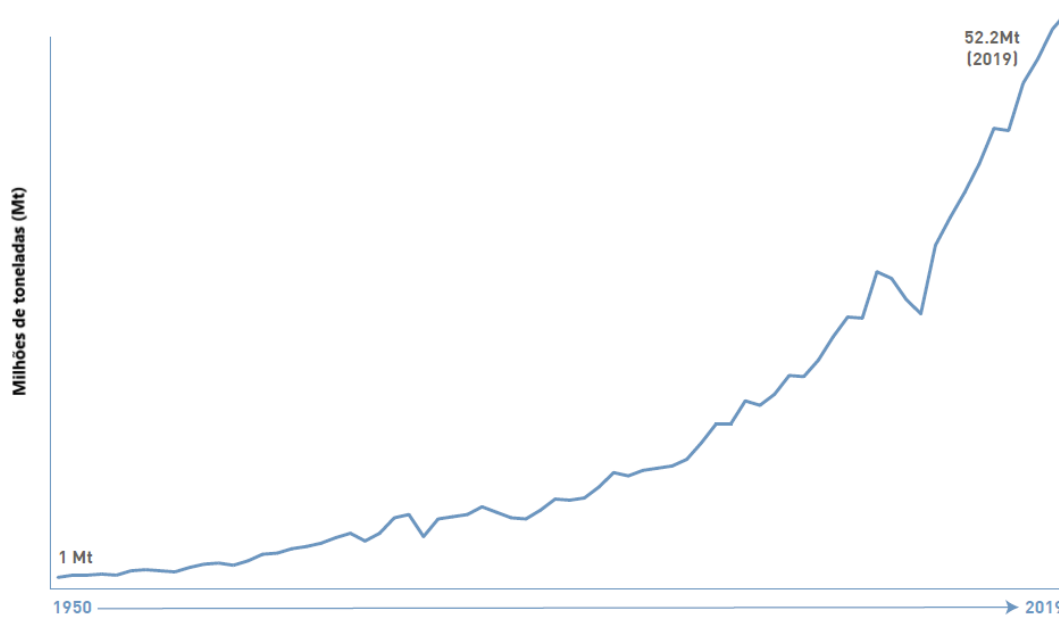


Figura 2.1 – Taxa de crescimento anual da produção mundial de Al's, de 1950 a 2019, em milhões de toneladas (Mt). Adaptado de [5].

Os Al's apresentam características e propriedades que não são encontradas nos outros grupos de materiais metálicos. O termo “inoxidável” refere-se à capacidade de resistir a manchas, ferrugens e corrosão em diversos ambientes. São classificadas como Al as ligas ferrosas que contém no mínimo aproximadamente 12% de Cr em sua composição e exibem o fenômeno da passividade [8, 9].

O teor mínimo de Cr é de grande importância pois garante a formação de um filme passivo (da ordem de poucos nanômetros de espessura) na superfície do material, quando é exposto a diferentes meios. Quando o filme é formado, a taxa de reação entre o ambiente e metal reduz-se drasticamente, proporcionando ao Al ótimas propriedades nos mais diversos ambientes. Além do mais, a propriedade dinâmica do filme permite, por exemplo, que ele se renove rapidamente, caso seja danificado, pois novamente o Cr irá reagir com o meio, e assim será restaurado. O filme passivo nos Al's é, geralmente, mistura de óxidos, espinélio e hidróxidos de Fe e Cr [10].

Os Al's têm como base o sistema Fe-Cr. A Figura 2.2 apresenta o diagrama de equilíbrio Fe-Cr, essencial para a compreender e relacionar as

fases que se formam quando Cr é adicionado no Fe, em diferentes teores e temperaturas.

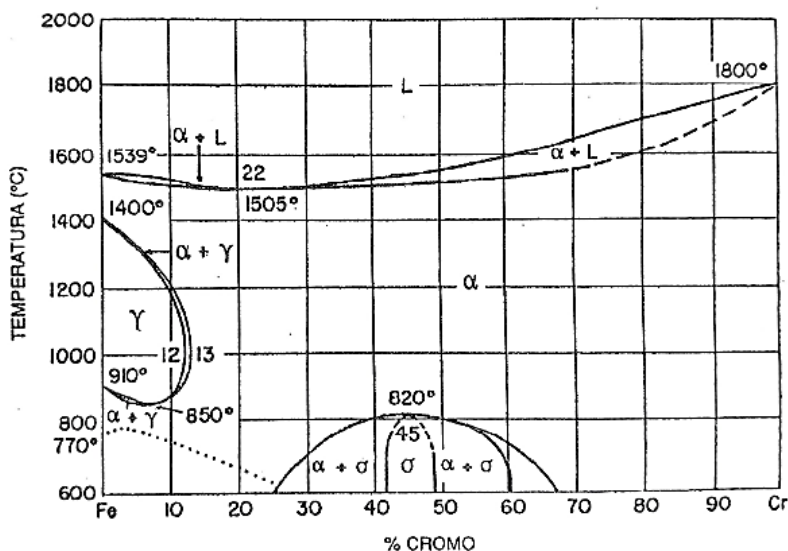


Figura 2.2 – Diagrama de equilíbrio Fe-Cr. Adaptado de [11].

Observa-se que a $\sim 910^{\circ}\text{C}$ a estrutura do Fe puro transforma-se de cristalina cúbica de corpo centrada (CCC) - fase alfa (ferrita α), para estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) - fase gama (austenita γ). Acima de $\sim 1400^{\circ}\text{C}$, retorna para estrutura CCC, até sua fusão em $\sim 1539^{\circ}\text{C}$. Portanto, há uma região em que a austenita é estável, sob determinadas temperaturas e composições, mas com maiores teores de Cr, acima de 13% aproximadamente, não é possível obter a estrutura austenítica em nenhuma temperatura, e até a temperatura de fusão a liga apresentará a mesma estrutura do Fe a temperatura ambiente (estrutura ferrítica CCC), ou seja, o Cr é considerado um elemento "alfagênico", pois amplia a estabilidade da fase ferrítica [9]. Um composto intermetálico, a fase sigma (σ), ocorre com aproximadamente 50% de Cr a temperaturas abaixo de 800°C . A fase sigma é dura e frágil, compromete a tenacidade e ductilidade além de afetar a resistência à corrosão do aço, pois forma-se com aproximadamente 50% de Cr, reduzindo o teor deste elemento nas regiões adjacentes [12].

A adição de elementos específicos, resulta nos sistemas Fe-Cr-C, Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Mn entre outros, e influencia profundamente as estruturas e

propriedades dos AIs. Dessa forma, eles são classificados em cinco principais grupos: (I) Martensíticos, (II) Ferríticos, (III) Austeníticos, (IV) Ferrítico-Austeníticos (Duplex) e (V) Endurecidos por precipitação [8, 12, 13].

- I. Martensíticos – São essencialmente ligas de Fe-Cr (Cr variando de 11 a 18%) e C, em geral, acima de 0,1%. Este grupo de AI possibilita o aumento na resistência e dureza através de tratamento térmico. São austenitizados a temperaturas de 925°C a 1070°C, e submetidos a uma taxa de resfriamento suficiente para produzir martensita. Em seguida faz-se o revenido para aliviar tensões e otimizar a ductilidade. Entretanto, não apresentam resistência à corrosão comparável aos austeníticos ou ferríticos.
- II. Ferríticos – São ligas de Fe-Cr e sua estrutura consiste, essencialmente, de ferrita CCC em todas as temperaturas, até a temperatura *líquidus*. Apresenta menores teores de Ni em relação aos Austeníticos.
- III. Austeníticos – São essencialmente ligas de Fe-Cr-Ni e é o mais comum entre os aços inoxidáveis. Este grupo de AI será melhor discutido no próximo tópico.
- IV. Ferrítico – Austeníticos (Duplex) – Os aços inoxidáveis duplex apresentam uma microestrutura composta por frações aproximadamente iguais de duas fases, ferrita e austenita. O balanço entre a composição química e a temperatura do tratamento térmico é crítico para a obtenção da fração volumétrica requerida. Apresentam uma combinação de propriedades dos AIs ferríticos e austeníticos: elevada resistência mecânica, boa tenacidade e ótima resistência à corrosão em diversos meios. Em geral, apresentam maiores teores de Cr e Mo em relação aos austeníticos, o que melhora as propriedades de resistência à corrosão e também apresenta um aumento no teor de N, o qual atua como um soluto intersticial, tendo efeito muito favorável sobre a resistência mecânica e à corrosão.
- V. Endurecíveis por precipitação – Através de tratamento térmico, estes aços obtêm ganhos nas propriedades mecânicas, devido à formação de precipitados. O tratamento térmico típico para estes aços é a solubilização seguido de envelhecimento. Na solubilização, os elementos tais como Cu, Nb, Al ou Ti são dissolvidos na matriz. Através do envelhecimento, partículas

finas destes elementos precipitam a partir da solução sólida supersaturada, introduzindo deformações e barreiras no reticulado cristalino e assim, dificultando o movimento das discordâncias.

2.2 Aços Inoxidáveis Austeníticos

Os AIA's são os mais comuns entre as diferentes classes de A's. No ano de 2019, por exemplo, aproximadamente 77% de toda a produção mundial de aço inoxidável foi de AIA's [5]. Caracterizam-se por apresentar ótima resistência à corrosão, elevada tenacidade e boa soldabilidade. Não são magnéticos e são ideais para aplicações criogênicas, pois não sofrem transição dúctil-frágil e apresentam a melhor combinação de resistência a corrosão e resistência mecânica sob elevadas temperaturas [12, 14]. Não são endurecíveis por tratamento térmico a fim de formar martensita, pois independente da taxa de resfriamento, a estrutura é austenítica a temperatura ambiente, porém, podem ser endurecidos pela adição de elementos de liga (endurecimento por solução sólida) ou por tratamento termomecânico (deformação a frio) [9].

Os AIA's apresentam estrutura austenítica (CFC) devido à presença de elementos que estabilizam esta estrutura a temperatura ambiente, como o Ni, Mn e N. O C também é considerado um elemento austenitizante, ampliando a região de fronteira $\alpha+\gamma$ (Figura 2.3), porém, devido à sua baixa solubilidade na fase α , é rejeitado da solução sólida e forma carbonetos (os mais comuns dos tipos M_7C_3 ou $M_{23}C_6$, $M = Cr, Fe, Mo$) nos contornos de grãos, podendo favorecer o fenômeno da sensitização [8, 11]. A sensitização ocorre quando o aço é aquecido na faixa de 425°C a 815°C ou resfriado lentamente nesta faixa; ocorre a precipitação de carbonetos de Cr nos contornos de grão, deixando a região da austenita ao redor dos precipitados empobrecida de Cr, conseqüentemente suscetível à corrosão. Ela pode ser minimizada ou evitada pela redução dos

teores de C ($C < 0,03\%$) ou pelo emprego de elementos (Ti ou Nb) com maior afinidade pelo C do que o Cr [12].

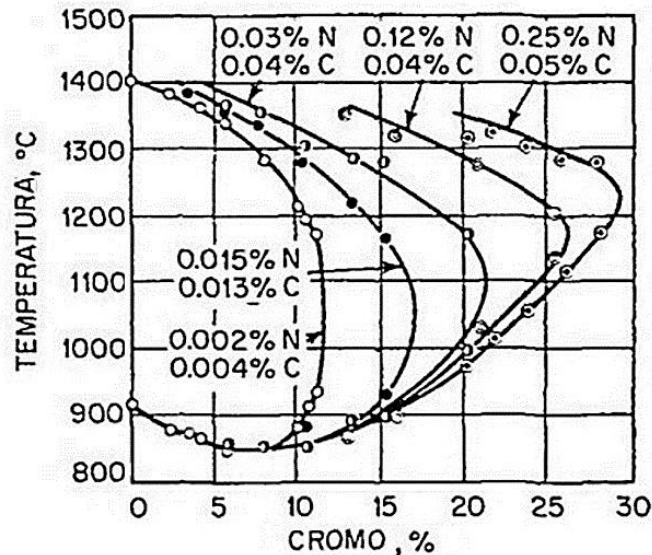


Figura 2.3 – Efeito de diferentes teores de N e C sobre o campo austenítico no sistema Fe-Cr. Adaptado de [8].

Como observado na Figura 2.3, pequenos aumentos nos teores de N e C são suficientes para ampliar o campo austenítico. Também aumentam a temperatura de transformação α/γ , à medida em que a fronteira ($\alpha+\gamma$) é deslocada para maiores teores de Cr, atingindo valores próximos a 1250°C.

IKEGAMI Y., NEMOTO R. (1996) [15] estudaram a influência de diferentes teores destes elementos (C e N) em aços inoxidáveis Cr-Ni-Mn. Adições de N aumentaram consideravelmente a resistência do aço, pois proporcionaram endurecimento por solução sólida. Adições de C aumentaram levemente os resultados de limite de escoamento, porém afetaram a tenacidade do aço, devido à precipitação de carbeto nos contornos de grãos durante o forjamento a quente, resultando em fratura intergranular em testes de impacto em temperatura ambiente.

O sistema Fe-Cr-Ni constitui a base dos AIA's. Os aços pertencentes a este grupo podem apresentar uma estrutura totalmente austenítica ou parcialmente ferrítica, mas quase nunca se tem somente estas fases. Outras fases ou precipitados invariavelmente se formam, em situações complexas e

específicas: carbonetos, fases intermetálicas, nitretos, sulfetos, boretos, martensita induzida por deformação. Essas fases ou precipitados, com algumas exceções, são indesejáveis e têm influência marcante nas propriedades de corrosão e propriedades mecânicas do material [11, 16].

A Figura 2.4 apresenta seções isotérmicas do sistema Fe-Cr-Ni a 1300°C, 1000°C, 800°C e 650°C. Nas temperaturas mais elevadas, 1300°C e 1000°C estão presentes duas fases: ferrita e austenita. O campo ferrítico está presente em composições mais ricas em Cr e o austenítico presente em composições mais ricas em Ni. Há um campo de coexistência das duas fases em composições intermediárias, sendo que à medida que a temperatura diminui, este campo aumenta. Já para as duas menores temperaturas, 800°C e 650°C, além de ferrita e austenita, há a presença da fase sigma.

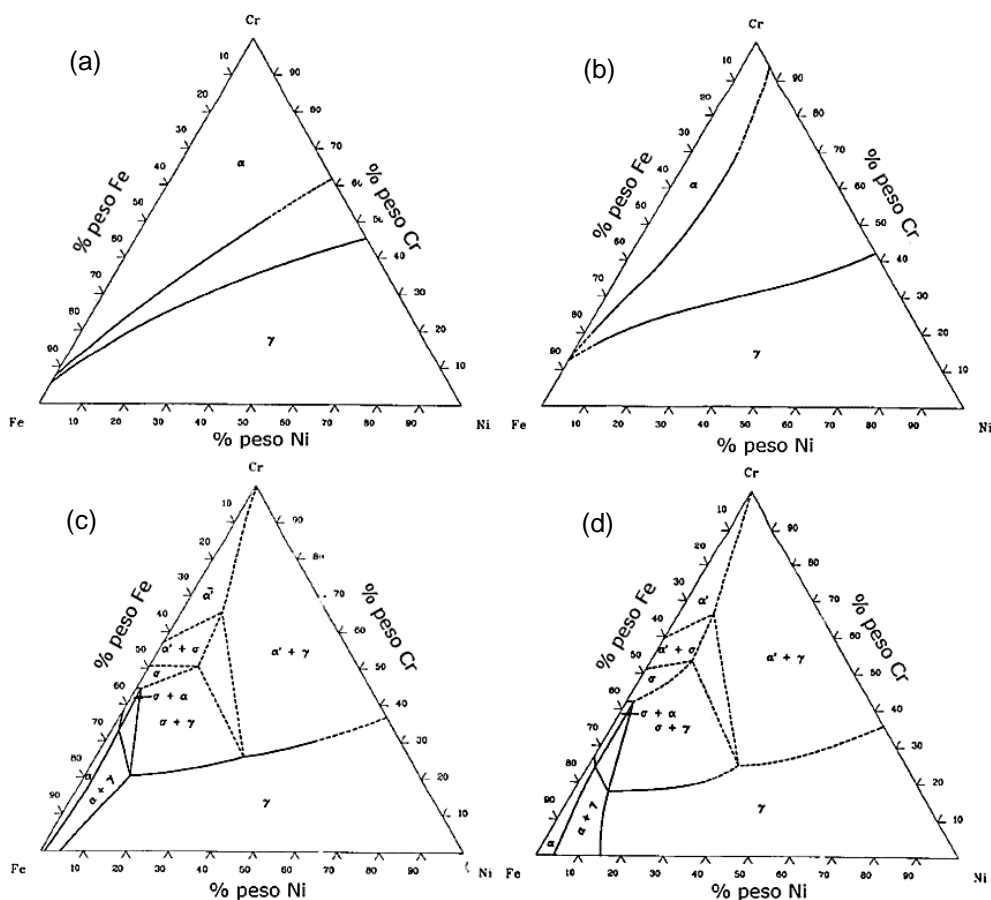


Figura 2.4 – Seções isotérmicas do sistema Fe-Cr-Ni: 1300°C (a), 1000°C (b), 800°C (c) e 650°C (d). Adaptado de [17].

- Cr-Ni-Mo: A adição de Mo (2 ~ 3%) proporciona a este grupo de AIA excelente resistência à corrosão, principalmente corrosão por pites. O teor de Cr é de aproximadamente 17% e o de Ni, de 10 a 13%.
- Superausteníticos: Usados em ambientes muito exigentes. Teores típicos: 17-25Cr, 14-25Ni, 3-7Mo.

2.3 Série Cr-Ni-Mn

A série 200 dos AIs (Tabela 2.1), comumente denominada Cr-Ni-Mn, tem o Ni parcialmente substituído por Mn e/ou N, pois estes elementos mantem a matriz austenítica do aço. Quando comparados com o mais tradicional dos AIA's, o AISI 304, apresentam praticamente a mesma soldabilidade e conformabilidade (com pequenas adições de Cu). No geral apresentam resistência à corrosão ligeiramente menor que os AIAs da família 300, porém, podem apresentar valores de resistência mecânica comparáveis ou até mesmo superiores (o AISI 201, por exemplo, pode apresentar tensão de escoamento 30% superior ao AISI 304) e a vantagem econômica torna esta série atrativa, devido à redução dos teores de Ni [2, 8, 19].

A série 200 teve seu início na década de 30, mas somente na década de 50 (durante a guerra da Coreia) ganhou espaço, devido à escassez do Ni. Após duas décadas apareceu novamente no mercado, devido à volatilidade do preço do Ni, o que deixava incerto, naquela época, o futuro dos aços da série 300. Durante as décadas de 80 e 90, ainda tinham aplicações restritas, mas foi no início do século XXI que ganhou mercado: novamente um período de alta volatilidade mundial no preço do Ni fez com que o mercado asiático, principalmente a China e Índia, tornassem os maiores consumidores, impulsionando a produção mundial destes aços [3].

Em 2003, a série 200 representava 7,5% de toda produção mundial de A.I. Em 2008, aumentou para aproximadamente 12% e em 2019, 22% [5, 20]. A

participação da série 200 vem crescendo progressivamente nos últimos anos, e em um futuro próximo, terá grande demanda, superando a série 300 em uma variedade de aplicações [2, 6, 20].

Tabela 2.1 - Composição química (% em peso) da família 200 [21]. **UNS = *Unified Numbering System Designation*. ***EN = (*European Designation*).

AISI *	UNS **	Cr	Ni	Mn	N	C	S	Others
201	S20100	16.0–18.0	3.5–5.5	5.5–7.5	0.25 max.	0.15 max.	0.030 max.	
	S20103	16.0–18.0	3.5–5.5	5.5–7.5	0.25 max.	0.03 max.	0.030 max.	
201LN	S20153	16.0–17.5	4.0–5.0	6.4–7.5	0.10–0.25	0.03 max.	0.030 max.	Cu 1.0 max.
	S20161	15.0–18.0	4.0–6.0	4.0–6.0	0.08–0.20	0.15 max.	0.040 max.	
202	S20200	17.0–19.0	4.0–6.0	7.5–10.0	0.25 max.	0.15 max.	0.030 max.	
203	S20300	16.0–18.0	4.0–6.0	5.0–6.5	-	0.08 max.	0.18–0.35	Cu 1.75–2.25
204	S20400	15.0–17.0	1.5–3.0	7.0–9.0	0.15–0.30	0.03 max.	0.030 max.	
	S20430	15.5–17.5	1.5–3.5	6.5–9.0	0.05–0.25	0.15 max.	0.030 max.	Cu 2.0–4.0
205	S20500	15.5–17.5	1.5–3.5	14.0–15.5	0.32–0.40	0.12–0.25	0.030 max.	
214	S21400	17.0–18.5	1.0 max.	14.0–16.0	0.35 min.	0.12 max.	0.030 max.	
216	S21600	17.5–22.0	5.0–7.0	7.5–9.0	0.25–0.50	0.08 max.	0.030 max.	Mo 2.0–3.0
	S21603	17.5–22.0	5.0–7.0	7.5–9.0	0.25–0.50	0.03 max.	0.030 max.	Mo 2.0–3.0
	S24000	17.0–19.0	2.25–3.75	11.5–14.5	0.20–0.40	0.08 max.	0.030 max.	
EN***		Cr	Ni	Mn	N	C	S	Others
	1.4371	16.0–17.0	3.5–5.5	6.0–8.0	0.15–0.20	0.03 max.	0.015 max.	
	1.4372	16.0–18.0	3.5–5.5	5.5–7.5	0.05–0.25	0.15 max.	0.015 max.	
	1.4373	17.0–19.0	4.0–6.0	7.5–10.5	0.05–0.25	0.15 max.	0.030 max.	

O papel do Mn nestes aços não é apenas para economizar o Ni. Ele, em conjunto com o Cr, aumenta a solubilidade do N, que é responsável por grande contribuição no aumento da resistência mecânica e à corrosão, e em conjunto com o Ni controla a microestrutura [22]. A Figura 2.6 apresenta o efeito destes elementos. Em (a) é apresentada a variação do limite de solubilidade do N em função do teor de Mn e Cr, para aços com 14%Ni. Para um teor de Cr constante, quanto maior o teor de Mn, maior será a solubilidade do N. Em (b) observa-se que para baixos teores de Ni, é necessário maiores teores de Mn para estabilizar a fase austenítica.

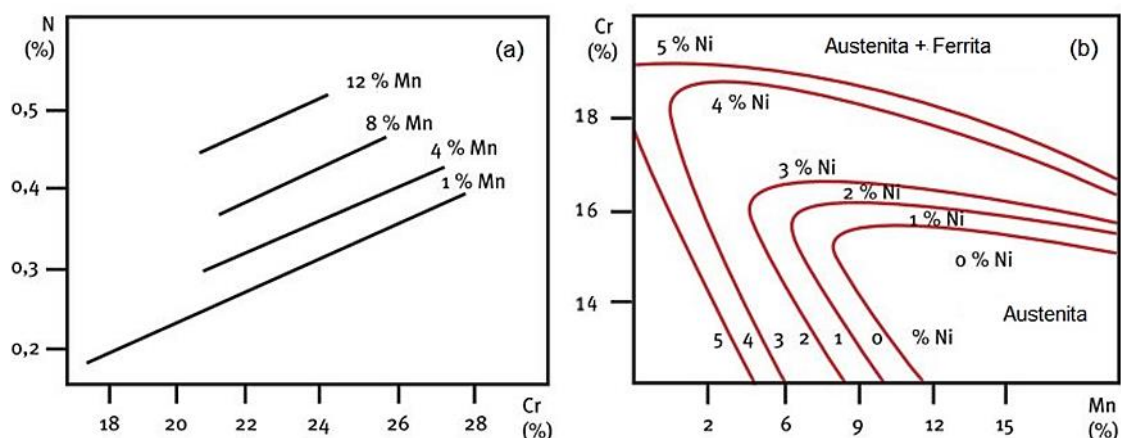


Figura 2.6 - Efeito do teor de Mn e Cr sobre a solubilidade do N, para 14% Ni (a). Efeito do teor de Mn, Cr e Ni sobre a estabilidade da austenita a 1075°C (b). Adaptado de [21].

De modo geral, as aplicações para a série 200 são as mesmas dos AIA's 300, mas com maior cautela em situações de corrosão. Especificamente as aplicações para o AISI 201 são: Indústria de transporte e ferroviária, tanques de armazenamento, tanques criogênicos, estruturas soldadas com alto desempenho, entre outros [21, 23].

Os aços da família 200 são suscetíveis à transformação martensítica, ou seja, são metaestáveis e isso possibilita uma alta capacidade de encruamento pois apresentam o efeito TRIP - *Transformation Induced Plasticity*, resultando em excelente capacidade de absorção de energia, característica primordial para aplicações automobilísticas, por exemplo. A formação da martensita aumenta consideravelmente a resistência do aço e pode influenciar, por exemplo, nas propriedades magnéticas. Também podem ser suscetíveis ao efeito TWIP – *Twinning Induced Plasticity*, dependendo das condições de deformação empregadas [12, 24, 25].

REZAEI, A. e colaboradores (2013) [26] estudaram a evolução da microestrutura após laminação (Figura 2.7) de um aço 201L variando: a taxa de deformação ($0,1s^{-1}$, $0,5s^{-1}$ e $1,2s^{-1}$), a direção de laminação (convencional ou cruzada), o tamanho de grão ($15\mu m$, $27\mu m$, $40\mu m$) e a temperatura de laminação ($-40^{\circ}C$, $-10^{\circ}C$ e $25^{\circ}C$). A deformação de saturação (ϵ_s) indica o momento de saturação da formação da martensita induzida pela deformação, ou seja, a partir

de ϵ_s a formação de martensita atinge um máximo. A redução da temperatura de laminação, reduziu ϵ_s : a 25°C a saturação ocorreu com $\epsilon_s = 0,5$, enquanto que a -40°C, a saturação ocorreu com $\epsilon_s=0,28$. A ϵ_s também foi reduzida com: aumento da taxa de deformação, aumento do tamanho inicial de grão e a laminação na direção cruzada.

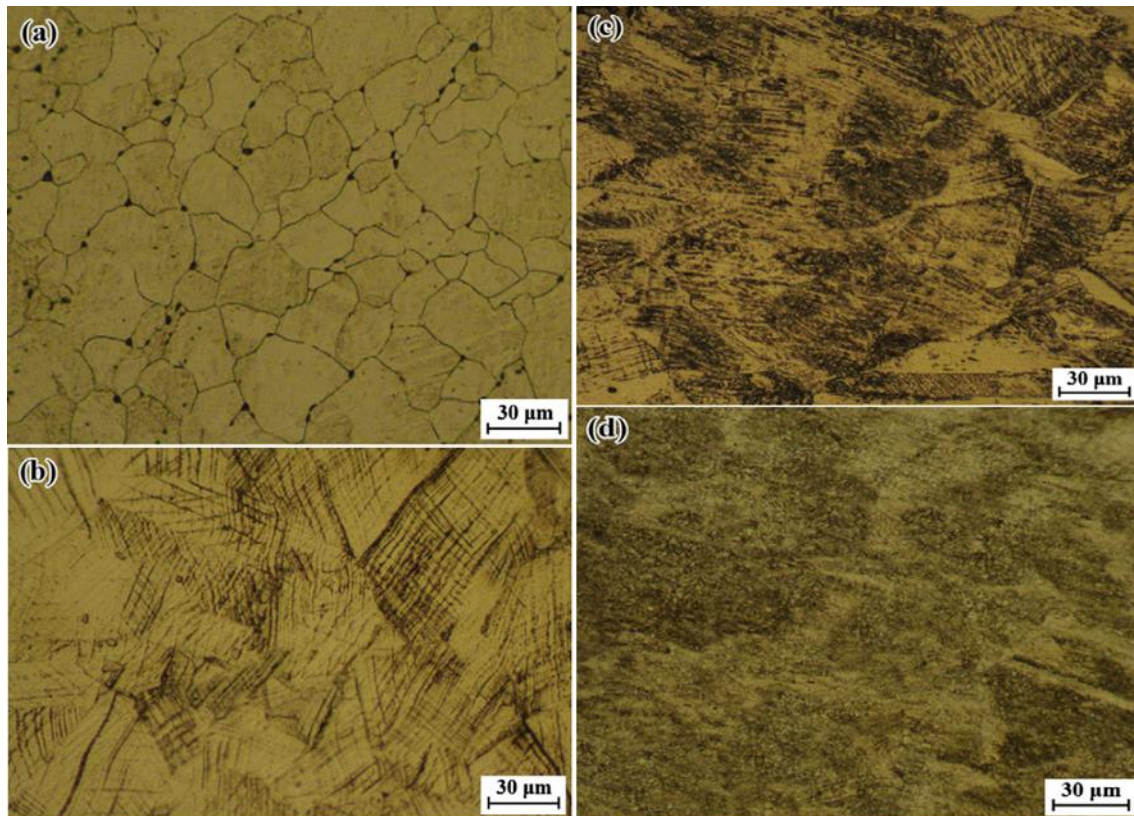


Figura 2.7 – Microestrutura via MO das amostras com redução de 0% (a), 10% (b), 25% (c) e 50% (d). Taxa de deformação igual a $0,5s^{-1}$ a 25°C, com tamanho de grão inicial de $27\mu m$ [26].

HAMADA, A. S. e colaboradores (2013) [27] investigaram o efeito de diferentes taxas de deformação ($5 \times 10^{-4}s^{-1}$ e $10^{-2}s^{-1}$) e temperaturas (-80°C a 200°C) em dois aços da série 200: 201 e 201L. Como observado na Figura 2.8, os testes indicaram que a temperatura e a taxa de deformação influenciaram diretamente nas propriedades obtidas em ensaios de tração e os mecanismos de deformação foram distintos na faixa de temperatura estudada. Nos dois materiais, a transformação martensítica induzida por deformação foi dominante

nos testes sob menores temperaturas. Sob temperaturas intermediárias, observou-se intensa maclação mecânica e sob as maiores temperaturas, acima de 100°C, o mecanismo dominante foi o deslizamento de discordâncias. Na condição de taxa elevada, foi observado via microscopia que foi formado menor teor de martensita. Tal fato atribuído ao aquecimento adiabático que a amostra sofreu (em temperatura ambiente, por exemplo, a amostra atingiu 95°C durante o teste). O maior alongamento obtido foi sob a menor taxa e a 50°C. Nesta condição, a maclação mecânica foi dominante e o teor de martensita baixo.

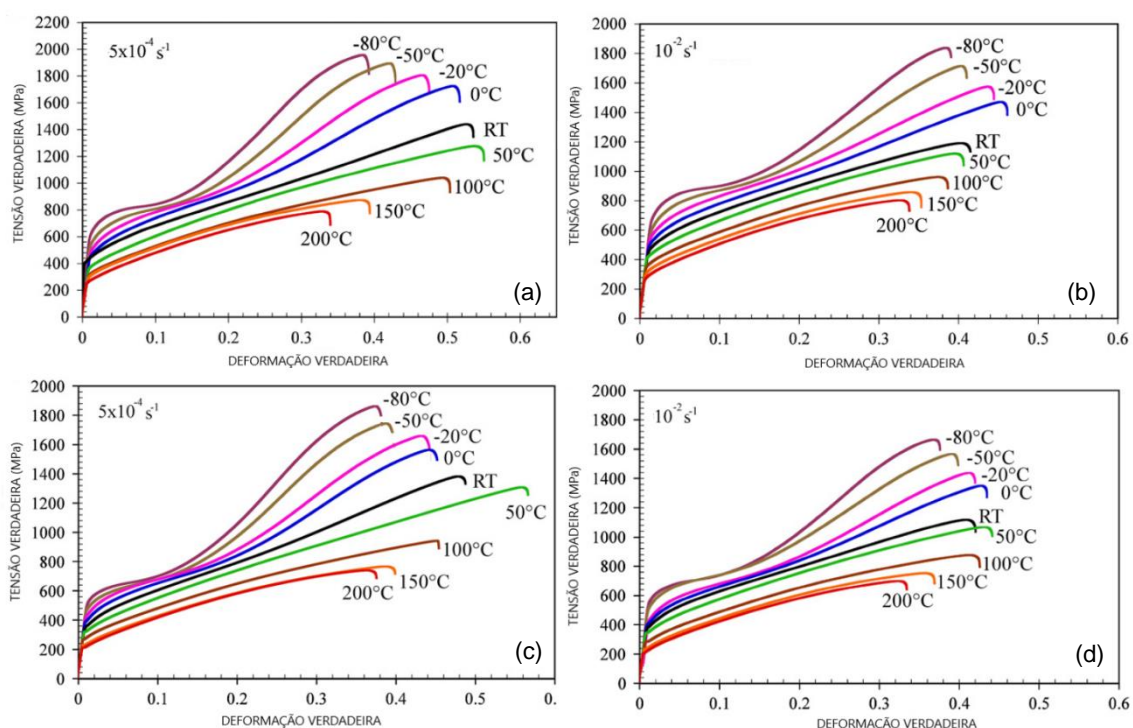


Figura 2.8 - Curvas tensão x deformação verdadeiras sob diferentes temperaturas para os aços: 201 (a, b) e 201L (c, d), variando a taxa de deformação, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e 10^{-2} s^{-1} [27].

De forma geral, é relativamente limitada a quantidade de estudos encontrados na literatura da série 200, sendo o 201 o principal aço estudado. Nos últimos anos tem-se observado um crescente no número de estudos sobre os AIA's Cr-Ni-Mn, sendo os principais relacionados ao comportamento^(d) e tratamento termomecânico de reversão martensítica [6, 15, 24, 25, 28-34].

2.4 Aços Inoxidáveis ao Mn em Elevadas Temperaturas

O número de trabalhos na literatura que envolve o estudo dos aços inoxidáveis Cr-Ni-Mn sob elevadas temperaturas é relativamente escasso, uma vez que a maior aplicabilidade nestas condições envolve os AIA's da série 300. A seguir, são reportados alguns estudos dos AIA's Cr-Ni-Mn ou materiais com composições próximas quando submetidos a elevadas temperaturas.

RUEDL E., SASAKI T. [35] analisaram a instabilidade das fases sob envelhecimento de seis diferentes Cr-Mn comerciais, com teores de Mn variando de 7,8% a 19,9% em peso e N de 0,05% a 0,35% em peso. As condições dos envelhecimentos foram: 600°C com tempos de 150h e 1500h e 800°C com tempos de 100h e 1000h. As alterações microestruturais dependeram dos teores de C e N e da presença de ferrita δ . Foi observado em todas as condições, precipitação de $M_{23}C_6$, sendo que teor de Cr nestes precipitados aumentaram com o tempo de envelhecimento e temperatura. No aço que apresentava ilhas de ferrita δ na estrutura austenítica, houve precipitação de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ e fase sigma (Figura 2.9 - a) e nos aços com maiores teores de N, e sob a maior temperatura, houve precipitação intragranular de Cr_2N (Figura 2.9 - b).

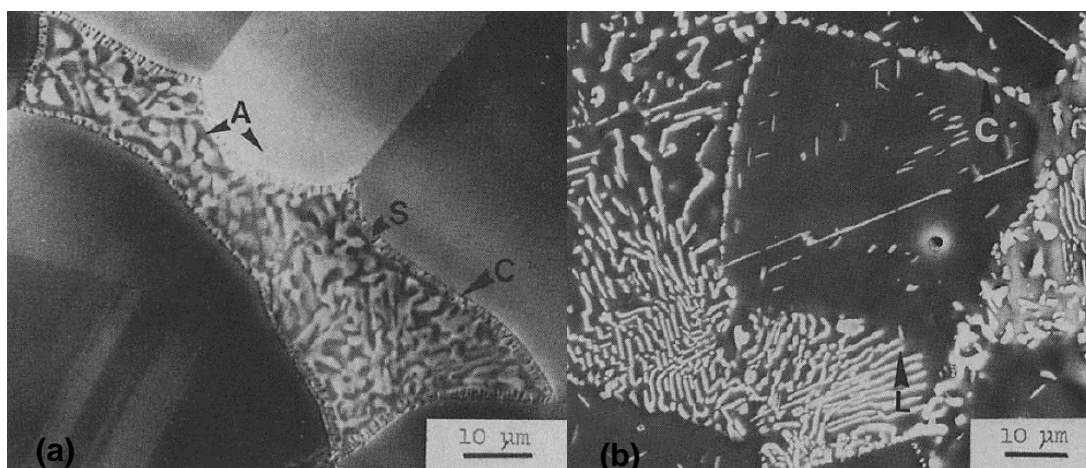


Figura 2.9 - Transformação da ferrita δ após 1500h a 600°C (a). Transformação da estrutura austenítica após 100h a 800°C (b). A = austenita. C = $M_{23}C_6$. S = Sigma fase. L = lamelas de Cr_2N [35].

GESMUNDO et al. [36] estudaram a oxidação de um aço 18Cr-12Mn comercial sob temperaturas na faixa de 700°C a 1000°C, com intervalos de 50°C. Os autores obtiveram excelentes resultados, entretanto a taxa de oxidação foi maior do que esperavam, mesmo com a formação da camada de Cr₂O₃, que é considerado um dos óxidos que mais protegem da corrosão ao ar sob altas temperaturas. A alta taxa encontrada, foi atribuída a quantidade de Mn, que impediu a formação de uma camada pura de Cr₂O₃, e favoreceu a formação de uma camada de espinélio¹ rico em Mn (considerada menos protetiva do que uma camada contínua de Cr₂O₃) ou uma mistura do espinélio com o Cr₂O₃, resultado da alta estabilidade termodinâmica do MnO, que favoreceu a formação de espinélio rico em Mn mais rapidamente que a camada de Cr₂O₃.

Resultados próximos ao observado anteriormente também foram obtidos por PÉREZ, F. J e colaboradores [37]. Os autores estudaram a evolução microestrutural após oxidação de um AIA Cr-Ni-Mn nas temperaturas de 600°C e 700°C, após 500 horas de exposição. A 600°C foi observada uma camada irregular de óxido na superfície, aderente e sem desprendimento de carepa durante o resfriamento. Já a 700°C, a camada era mais grossa e uniforme, entretanto, com intenso desprendimento durante o resfriamento. Análises via EDS indicaram óxidos na superfície com composições similares em ambas as temperaturas, compostos ricos em Mn e Cr. Na maior temperatura, também foram observados precipitados ricos em Fe, sendo estes, responsáveis pelo intenso desprendimento de carepas. Análises complementares via DRX revelaram compostos (espinélio) do tipo MnCr₂O₄ e Mn₂O₃ ou (Mn,Fe)₂O₃. Nas duas temperaturas houve formação de uma camada ferrítica no substrato abaixo da camada oxidada, devido a migração de Mn e Cr para a superfície, o que deixou essa região rica em Fe e favoreceu a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$.

Na parte 2 do estudo [38], os autores avaliaram o comportamento do material sob oxidação cíclica. O material foi submetido as mesmas temperaturas da parte 1 [37] e foi estudado seu comportamento até 500 ciclos. A 600°C, a morfologia e estrutura da camada oxidada era idêntica à obtida no estudo

¹ Os compostos do tipo espinélio podem apresentar estruturas complexas, dos tipos CFC ou TCC. Íons de diferentes estados de oxidação podem estar presentes tanto em sítios tetraédricos quanto em octaédricos.

anterior, entretanto a 700°C, diferentemente da oxidação isotérmica, não houve desprendimento de carepas, devido a ausência de nódulos ricos em Fe. Análises via DRX indicaram compostos do tipo Mn_2O_3 (ou $Mn,Fe)_2O_3$ e estrutura do tipo espinélio $MnCr_2O_4$ em ambas as temperaturas. Também semelhante ao observado anteriormente, houve formação de uma camada ferrítica entre a matriz austenítica e camada oxidada.

RUEDL E. e colaboradores [39] realizaram uma série de ensaios de fluência em um aço comercial 10Cr-17Mn, com baixo teor de Ni, nas temperaturas de 500°C, 550°C, 600°C, 650°C e 700°C. Após a ruptura das amostras, foi observada precipitação intergranular de carbonetos de $M_{23}C_6$ em todas as temperaturas; a precipitação intragranular variou de acordo com a temperatura dos ensaios. Na temperatura mais baixa, 500°C, a precipitação intragranular não foi observada, enquanto que nas temperaturas de 550°C e 600°C foi observada precipitação intragranular de $Cr_2N + M_{23}C_6$. Já nas temperaturas mais elevadas, 650°C e 700°C, apenas Cr_2N precipitou de forma intragranular (o C precipita primeiro por questões termodinâmicas, e o N, devido a baixa força motriz para precipitar, dá origem a uma lenta formação de precipitados de Cr_2N dentro dos grãos). Os mesmos autores também estudaram a oxidação do material e a sua interação com a fratura durante ensaios de fluência [40]. A faixa de temperatura dos testes foi de 500°C a 700°C e a duração variou de poucas horas até tempos superiores a 10 mil horas. A análise das amostras após os testes revelou a presença externa de uma dupla camada regenerativa: uma complexa camada de carepa de óxido aderente na região externa e uma camada de fase ferrítica interna, que se formou como consequência da depleção de Mn da matriz austenítica (Figura 2.10). A camada ferrítica estava totalmente recristalizada e não apresentava precipitados nos contornos de grão como a matriz austenítica. Concluiu-se que a complexa e dupla camada superficial atuou de modo efetivo na proteção do material, pois dificultou a formação de trincas superficiais e a propagação das trincas internas formadas nos contornos de grão para a superfície, aumentando assim a resistência à fluência do material.

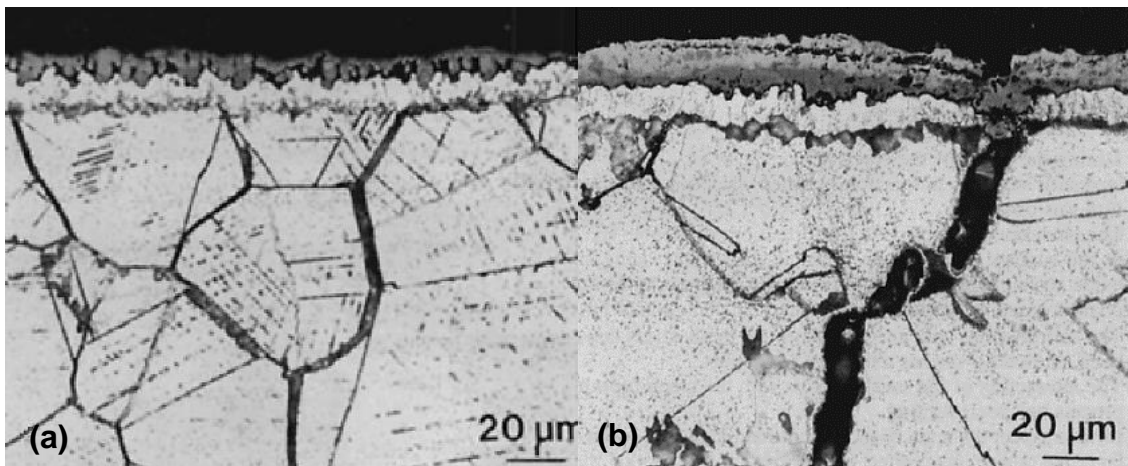


Figura 2.10 - Dupla camada formada na superfície após 625,5h a 650°C (a).
Camada autorregenerada após 2227,2h a 650°C (b) [40].

BEDDOES J., WISNIEWSKI A. [41] estudaram o efeito dos contornos de grão serrilhados nas propriedades de fluência de um AIA 21Cr-4Ni-9Mn-0,4N. Para a formação destes contornos de grão, foi realizado tratamento térmico de solubilização, seguido por um resfriamento controlado no forno e envelhecimento isotérmico. Os ensaios de fluência foram realizados nas temperaturas de 700°C, 900°C e 925°C, sob carga constante. Diferentemente do esperado, não houve melhora nas propriedades de fluência deste material, devido principalmente a instabilidade termodinâmica da microestrutura durante os testes e ao crescente dano microestrutural causado pelos grosseiros carbonetos formados nos contornos de grãos. As amostras com contorno de grão serrilhado apresentaram menor tempo de ruptura e maior alongamento na ruptura (Figura 2.11). Carbonetos nos contornos de grão foram observados após os tratamentos térmicos, devido a lenta taxa de resfriamento para obtenção dos contornos serrilhados. Estes precipitados cresceram durante os ensaios e tornaram-se excessivamente grosseiros no qual atuaram como concentradores de tensão e favoreceram a fratura intergranular em menor tempo.

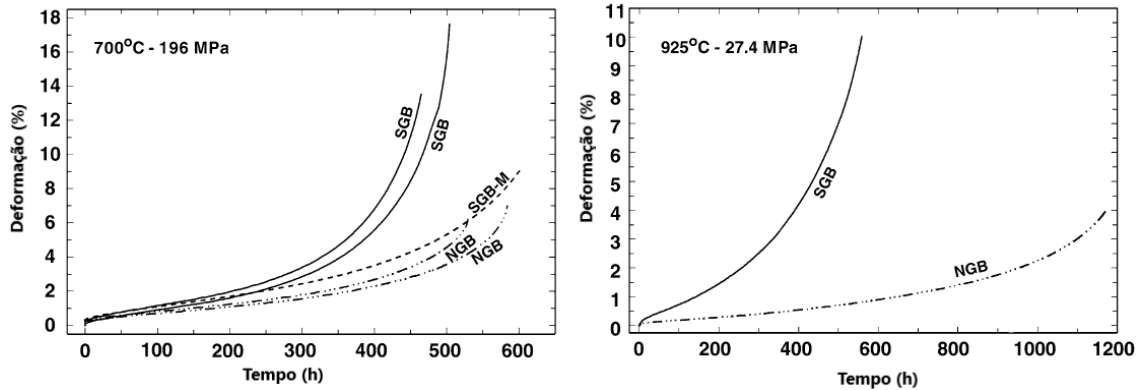


Figura 2.11 - Curvas obtidas nos ensaios. SGB e SGB-M = contorno de grão serrilhado. NGB = contorno de grão “normal” [41].

Conforme já discutido, o número de estudos sobre os AIA's Cr-Ni-Mn submetidos a esforços mecânicos em altas temperaturas é limitado. Esta falta de dados na literatura, principalmente referente a estudos mais atuais, e a crescente demanda do mercado para estes AIA, incentivou o presente trabalho.

2.5 O Fenômeno da Fluência

A fluência é um fenômeno de deformação progressiva, lenta, sob ação de uma carga constante (ou tensão) aplicada sob longo período de tempo [42]. Segundo MEYERS, M. A. e CHAWLA, K. K [43] as primeiras experiências constatando o fenômeno de fluência foram realizadas em 1834, porém foi somente no século XX que investigações sistemáticas foram realizadas. O ensaio consiste em submeter um corpo de prova sob carga (ou tensão) constante e medir sua deformação em função do tempo, a uma temperatura constante [42, 44].

A temperatura de teste exerce grande influência no fenômeno, e irá variar para cada material, proporcionalmente à temperatura de fusão. A Temperatura Homóloga (T_H) é um conceito bastante utilizado (a razão entre a temperatura de trabalho e a temperatura de fusão do material, em Kelvin). Há metais (Chumbo,

por exemplo) que exibem o fenômeno mesmo na temperatura ambiente, enquanto que o Molibdênio, por exemplo, resiste a fluência até cerca de 800°C [44]. Alguns autores afirmam que o regime de temperatura em que a fluência se torna um fenômeno de importância, é acima de $0,5T_H$ [42, 43, 45]. Outros afirmam que para a grande maioria dos metais o fenômeno se torna importante em temperaturas superiores a $0,4T_H$ [46-48]. Já ASBHY, M. F. e colaboradores afirmam que para materiais metálicos, como regra geral, a fluência ocorre em temperaturas iguais ou superiores a $0,35T_H$ [49]. GAROFALO (1966) citado em [50], relata que pode variar entre 0,05 a 0,3 T_f para a prata, ouro, cádmio, cobre e ligas de Alumínio-10%Cobre, enquanto que para o alumínio puro, ferro, aço, níquel, platina, zinco e magnésio pode variar entre 0,2 a 0,7 T_H .

Uma representação esquemática da curva de fluência é mostrada na Figura 2.12. Nela é apresentado um resultado típico de um ensaio de fluência sob carga constante (curva A) e tensão constante (curva B). Há diferenças significativas entre estes dois tipos de ensaios de fluência. Andrade, no começo do século XX, desenvolveu uma máquina que realizava ensaios a tensão constante e concluiu que a taxa de deformação é mais rápida para ensaios a carga constante, o que de fato faz sentido, uma vez que nesses ensaios a tensão verdadeira aumenta continuamente devido ao decréscimo da área da seção transversal do corpo de prova. Sob um ponto de vista tecnológico, o ensaio a carga constante é mais importante, pois em situações práticas de engenharia a carga é mantida constante, e não a tensão. Por outro lado, estudos visando elucidar os mecanismos responsáveis pela deformação, são realizados sob tensão constante [43].

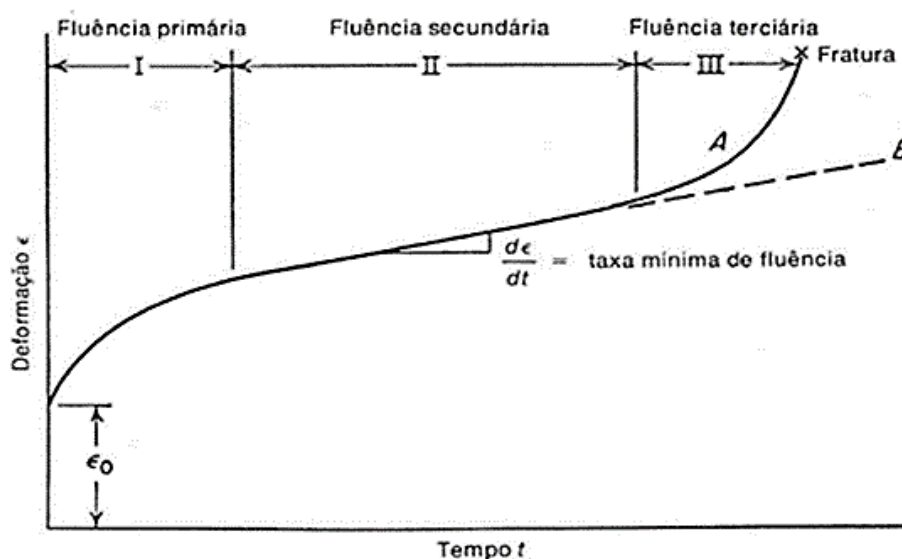


Figura 2.12 – Curva típica de fluência mostrando os três estágios. Ensaio de carga constante, curva A, e ensaio de tensão constante, curva B [42].

Como observado na Figura 2.12, com a aplicação da carga, ocorre uma deformação instantânea ϵ_0 , essencialmente elástica (uma pequena parcela da deformação é anelástica e outra plástica). Logo após a deformação instantânea, ocorrem ajustes plásticos ao longo dos contornos de grãos e defeitos. O material está na realidade sofrendo um aumento da sua resistência a fluência, em outras palavras, está encruando (a taxa de fluência - $d\epsilon/dt$ ou $\dot{\epsilon}$, é progressivamente reduzida). Esta etapa de endurecimento transiente é denominada de estágio de fluência primário [42].

Após ajustes iniciais, o ensaio entra no estágio secundário de fluência. É um período de taxa de fluência aproximadamente constante, resultado de uma competição entre a taxa de geração de discordâncias (encruamento) e recuperação (amacramento dinâmico). Em raros casos, o processo de deformação muda diretamente do estágio primário para o terciário, não apresentando o estágio secundário constante. Nesses casos é definida a taxa mínima de fluência, $\dot{\epsilon}_{\min}$, entre o estágio primário e terciário. Na verdade, o termo taxa mínima de fluência é utilizada por engenheiros e pesquisadores, em qualquer situação, pois quando o ensaio apresenta o estágio secundário nitidamente, toma-se a menor inclinação (taxa) desta região. O estágio

secundário é de extrema importância, pois um componente projetado para resistir a fluência deve geralmente tomar em consideração a taxa mínima de fluência para prever vida útil e identificar os mecanismos que ocorrem [42].

Com a continuidade da deformação, entra-se no estágio terciário de fluência, momento no qual a taxa de fluência é acelerada. Danos são acumulados na microestrutura, gerando vazios internos ou formação de pescoço, tendo como consequência um aumento da tensão. Submetido a uma carga trativa constante, o material não consegue mais resistir estaticamente à carga aplicada, e é fraturado, na maioria dos casos [42, 43].

Os ensaios em que o material é levado a fratura, são do tipo ensaio de ruptura por fluência. O objetivo da realização deste tipo de ensaio, além de obter a taxa mínima de fluência no estágio secundário, é obter o tempo de ruptura. Para abreviar o ensaio, a tensão é elevada e como consequência, as taxas de fluência são maiores. Enquanto que um ensaio de ruptura por fluência frequentemente tem em média 1000 horas de duração, os ensaios de fluência podem facilmente atingir 10000 horas (mais de 1 ano). Nos ensaios de fluência, a deformação é menor que 1%, e nos de ruptura pode passar de 50%. O emprego deste tipo de ensaio é mais comum, devido ao menor tempo e custo. Particularmente adequado para a determinação da resistência relativa a altas temperaturas de novas ligas e para a utilização em projetos nos quais a deformação em fluência pode ser tolerada, devendo-se evitar a fratura [42, 44].

2.5.1 Principais Mecanismos de Fluência

Os materiais policristalinos podem se deformar por fluência através de diferentes mecanismos, dependendo da tensão e da temperatura. Devido à grande variedade de mecanismos de fluência possíveis, dificilmente para um dado conjunto de condições de fluência teremos um único mecanismo operando. Os principais são: fluência difusional, movimentação de discordâncias e

deslizamento de contornos de grão. Estes mecanismos são descritos a seguir [42, 43, 51].

- I. **Fluência Difusional:** ocorre o transporte de átomos/defeitos pontuais de uma região do cristal para outra, pelo interior do grão ou pelos contornos. O fluxo é direcionado pelas tensões externas e é dependente da temperatura. Sob elevadas temperaturas, o mecanismo dominante é o de Nabarro-Herring, no qual o fluxo ocorre no interior dos grãos (Figura 2.13). Já no mecanismo de Coble, o fluxo difusional ocorre preferencialmente pelos contornos de grão. Uma vez que o contorno de grão controla a difusão, este mecanismo ocorre em temperaturas mais baixas.

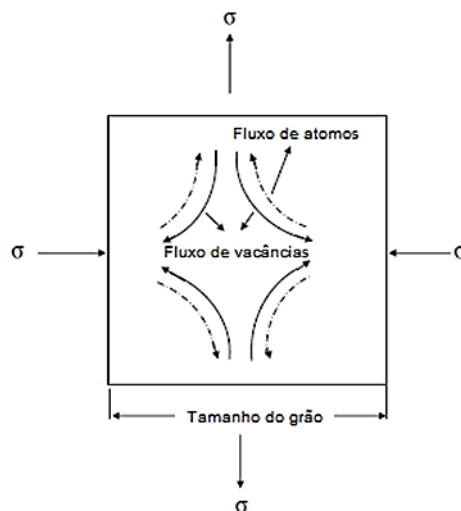


Figura 2.13 – Esquemática do fluxo de átomos e vacâncias, segundo mecanismo de Nabarro-Herring. Adaptado de [52].

- II. **Movimentação de Discordâncias:** Quando submetidos a deformação plástica, os materiais policristalinos apresentam um aumento na densidade de discordâncias. Obstáculos, como impurezas, átomos de soluto, precipitados ou outras discordâncias podem atuar como uma resistência à movimentação das discordâncias. Porém sob tensão e elevadas temperaturas as discordâncias podem ser liberadas de seus obstáculos devido a ativação térmica, e assim favorecer a deformação plástica progressiva e contínua, característica da fluência.

- III. Deslizamento de Contornos de Grão: Sob altas temperaturas os grãos dos metais policristalinos conseguem movimentar-se uns em relação aos outros. Este mecanismo é um processo de cisalhamento e é favorecido pelo aumento da temperatura e/ou pelo decréscimo da taxa de deformação. Inicialmente o escorregamento é acomodado por distorções elásticas do grão, seguido de acomodação plástica. A acomodação plástica é realizada por fluxo difusional de matéria através do grão e dos contornos. Quando não ocorre a acomodação, tem a formação e crescimento de vazios, contribuindo para a deformação do material (Figura 2.14). O papel mais importante desempenhado pelo escorregamento dos contornos de grão está relacionado com o início da fratura intergranular.

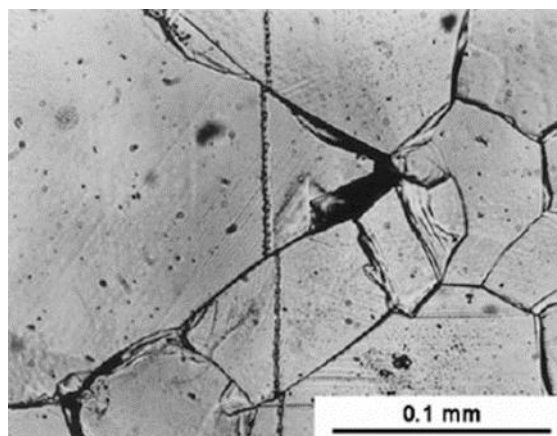


Figura 2.14 - Escorregamento do contorno de grão revelado por uma linha transversal marcada na amostra antes do ensaio [52].

Para alguns sistemas bem estudados, existem diagramas denominados mapas de mecanismos de deformação, que indicam os regimes tensão-temperatura nos quais vários mecanismos operam. ASHBY, M. F. [53] foi um dos principais precursores do desenvolvimento e criação dos mapas. São construídos com eixos de tensão - σ ou tensão normalizada - σ/G (em que G é o módulo de cisalhamento) e temperatura ou temperatura homóloga (T/T_f , onde T_f é a temperatura de fusão), criando assim em um único grupo, campos de espaço tensão/temperatura, dentro dos quais um mecanismo dominante atua no comportamento de fluência. Dadas a tensão e a temperatura, por exemplo, pode-

se consultar o mapa para determinar qual mecanismo seria responsável pela maior parte da deformação, servindo como ferramenta no projeto de ligas metálicas de interesse prático em engenharia, por exemplo [54, 55]. Para efeito de ilustração, a Figura 2.15 apresenta o mapa de deformação para o AIA 304, com tamanho de grão $d = 50\mu\text{m}$.

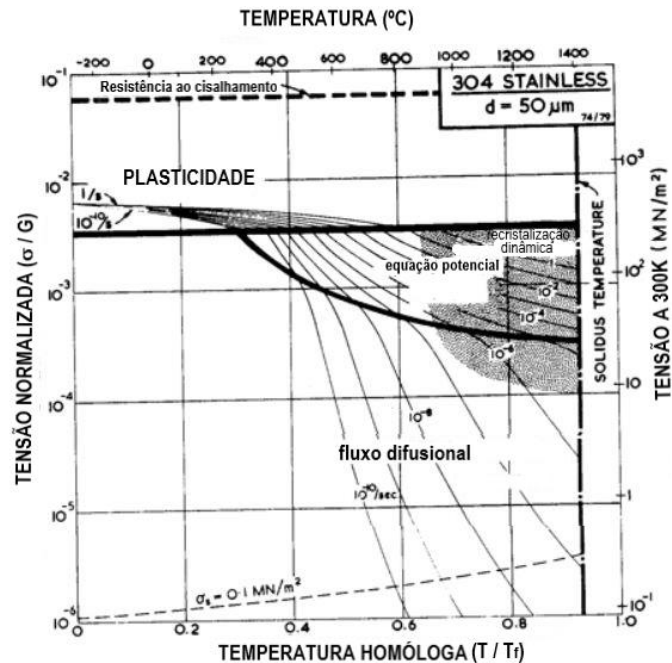


Figura 2.15 - Mapa de deformação para o AIA 304. Adaptado de [56].

2.5.2 Consideração Sobre os Ensaios e Apresentação dos Resultados

Em geral, são realizados muitos ensaios de fluência, variando a tensão e/ou a temperatura, obtendo-se assim uma série de curvas que fornecem informações sobre as propriedades de fluência do material. A Figura 2.16 mostra como as curvas de fluência variam com diferentes tensões e/ou temperaturas. A difusão, sendo um mecanismo termicamente ativado, apresenta dependência exponencial em relação à temperatura, e é acelerada sob maiores temperaturas,

consequentemente maiores taxas de fluência são obtidas (o ensaio é mais rápido).

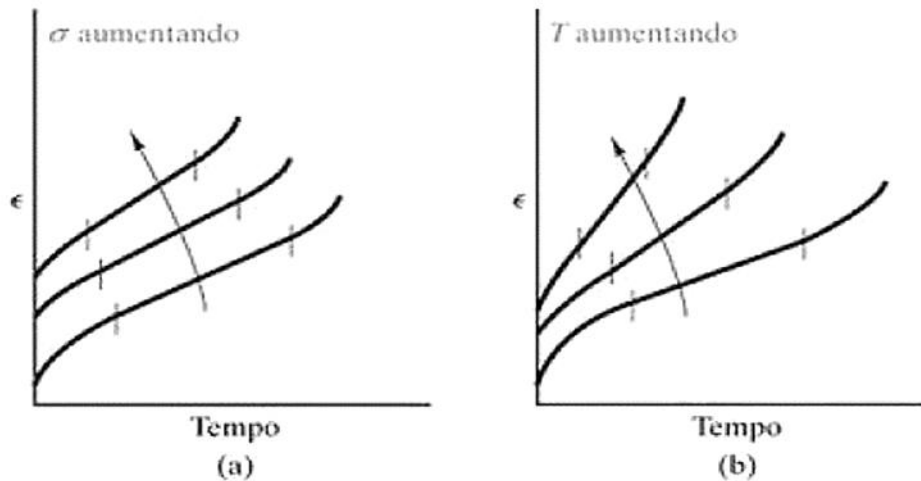


Figura 2.16 – Esquema das curvas de fluência, quando se mantêm a temperatura constante e varia a tensão (a) e quando se mantém a tensão constante e varia a temperatura (b) [57].

A fluência em altas temperaturas é dependente de diversos fatores como a tensão, temperatura e o tamanho de grão. A taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$), é geralmente expressa [58] por uma relação apresentada pela Equação 2.1.

$$\dot{\epsilon} = \left(\frac{A.G.b}{k.T}\right) \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \cdot \left(\frac{b}{d}\right)^p \cdot D_0 \cdot e^{\left(-\frac{Q_f}{RT}\right)} \quad (2.1)$$

onde:

$\dot{\epsilon}$: taxa de deformação por fluência no estágio secundário;

σ : tensão;

G: módulo de cisalhamento;

b: vetor de Burguers;

k: constante de Boltzman ($1,38 \times 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$);

n: expoente da tensão;

d: tamanho médio de grão;

A, p: constante;

D_0 : constante, chamado de fator de frequência;

Q_f : energia de ativação aparente do processo controlador da taxa de fluência;

R : constante universal dos gases ($8,3 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$);

T : temperatura absoluta;

Sob determinadas condições de ensaio, comumente empregadas, a Equação 2.1 é escrita de forma simplificada, conhecida como Equação Geral de Fluência (Equação 2.2).

$$\dot{\epsilon} = A \cdot \sigma^n \cdot e^{\left(-\frac{Q_f}{RT}\right)} \quad (2.2)$$

Em metais puros e ligas simples, o valor de n fica na faixa de 4 a 6, Q_f é um valor próximo da energia de ativação para autodifusão e A é um parâmetro sensível à estrutura do material. Em muitos casos, a adição de elementos de liga em solução sólida não afeta sensivelmente esses valores, mas para ligas com mais de uma fase, tem-se encontrado valores de n que podem chegar até 40 e valor de Q_f até 10 vezes maiores que a energia para autodifusão do metal de base, sendo esse comportamento observado tanto para ligas fortalecidas por dispersão como por precipitação [59]. Essas diferenças são geralmente explicadas em termos das diferenças microestruturais entre os corpos de prova (precipitação de carbonetos e densidade de discordâncias) quando os parâmetros são determinados por meio de ensaios de fluência independentes. Por meio de ensaios com variação de temperatura no mesmo CP, a energia de ativação seria obtida a uma “estrutura constante”, o que minimizaria as diferenças acima mencionadas [60].

A relação de Norton (lei potencial da fluência) e a relação do tipo Arrhenius, são expressões simplificadas da Equação 2.2, mais comumente utilizadas para descrever a dependência da tensão e da temperatura com a taxa mínima de fluência [52]. Ambas são apresentadas a seguir.

Como a fluência depende dos processos termicamente ativados, o processo pode ser descrito de forma simplificada por uma relação do tipo

Arrhenius (Equação 2.3) [42]. Ela apresenta a dependência da taxa mínima com a temperatura, para uma determinada tensão.

$$\dot{\epsilon} = A \cdot e^{\left(-\frac{Q_f}{RT}\right)} \quad (2.3)$$

Segundo DIETER, G. E. [42], estudos correlacionando os dados de fluência e difusão, realizados em metais puros, mostraram que a energia de ativação para a fluência a altas temperaturas é igual à energia de ativação para autodifusão. Ao realizar ensaios com pequenas variações de temperatura e tensões iguais, pode-se calcular Q_f . Gráficos do logaritmo neperiano da taxa mínima de fluência em função do inverso da temperatura fornecem equações de reta, conforme Equação 2.4. A inclinação da reta multiplicada por R, fornecerá Q_f .

$$\ln(\dot{\epsilon}) = \ln(A) - \left(\frac{1}{T}\right) \cdot \left(\frac{Q_f}{R}\right) \quad (2.4)$$

Já a dependência da taxa mínima de deformação em fluência com a tensão, é expressa pela relação de Norton (lei potencial da fluência). Quando a temperatura é suficiente para ativar os mecanismos de fluência e as tensões são suficientemente baixas, a relação é descrita pela Equação 2.5.

$$\dot{\epsilon} = A' \cdot \sigma^n \quad (2.5)$$

onde:

A' e n : são constantes dependentes do material e que podem ser relacionadas com os mecanismos de deformação que atuam durante o processo de fluência. Quando $n \approx 1$ o mecanismo de deformação dominante é o transporte de átomos por difusão, que ocorre em baixas tensões e altas temperaturas. Quando $n \approx 3$ a 8 o mecanismo dominante é o de movimentação de discordâncias e obedece a Equação 2.5. Para maiores valores, os mecanismos podem ser bem complexos, indicando fenômenos de interação de discordâncias

com precipitados ou fases dispersas, formação de emaranhados de discordâncias ou subestruturas de discordâncias [45].

Gráficos na forma logarítmica da Equação 2.5 (Figura 2.17), obtém-se uma equação de reta no qual a inclinação fornece o valor de n e sua intersecção o valor de A' , conforme Equação 2.6.

$$\text{Log}(\dot{\epsilon}) = \text{Log}(A') + n \cdot \text{Log}(\sigma) \quad (2.6)$$

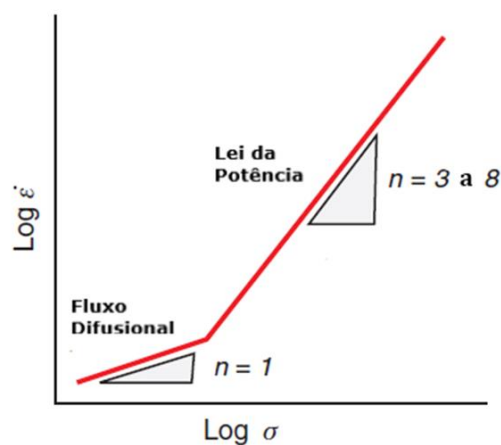


Figura 2.17 – Dependência da tensão com a taxa de deformação, definido pela relação de Norton. Adaptado de [49].

A partir dos parâmetros (σ , T , t_R , $\dot{\epsilon}$) extraídos das curvas de fluência, procura-se relacionar estes parâmetros em uma série de gráficos. Um dos mais comumente empregados é na forma (logarítmica) da tensão x tempo de ruptura, em que apresenta a queda da resistência com o tempo. Se não ocorrer nenhuma alteração estrutural, uma linha reta é obtida em cada temperatura e assim pode-se extrapolar com maior segurança o tempo de fratura para longos períodos. Entretanto, com o aumento da temperatura, mudanças estruturais podem ocorrer, alterando a inclinação das retas. Nesses casos é necessário maior cautela para extrapolações sob longos períodos. A Figura 2.18 é um exemplo prático de alterações nas retas, devido a mudanças estruturais sob elevadas temperaturas, para aços inoxidáveis ferríticos. A 600°C não é observado nenhuma mudança, porém acima desta temperatura o

comportamento do material é alterado e observa-se mudanças nas inclinações das retas (indicada pelas linhas tracejadas) [52].

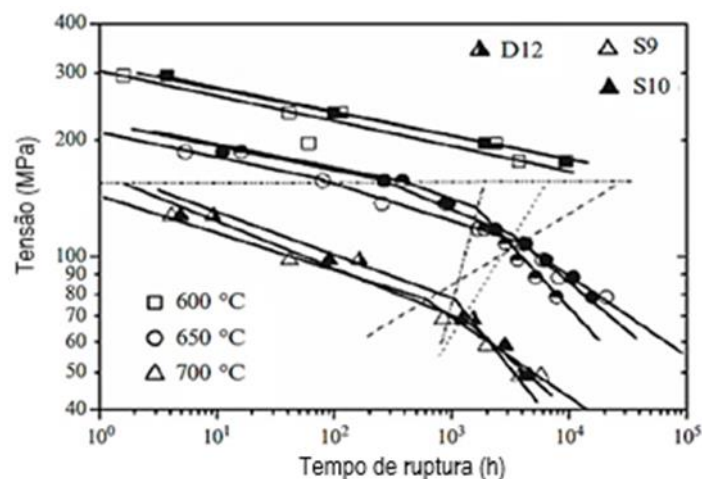


Figura 2.18 – Gráfico da tensão x tempo de ruptura para três diferentes A.I ferríticos. Na menor temperatura (600°C) não houve alteração estrutural. D12 = 12%Cr, S9 = 9%Cr e S10 = 10,5%Cr. Adaptado de [52].

O tempo de ruptura em fluência se correlaciona com a taxa mínima, através da relação de Monkman-Grant (M-G) [52] (Equação 2.7):

$$\dot{\epsilon}_{min} \times t_R^m = K \quad \text{ou} \quad \dot{\epsilon}_{min}^m \times t_R = K \quad (2.7)$$

onde K é a constante de M-G e m é um expoente de valor próximo a 1, como reportado, em geral, para vários materiais [45, 61].

Outra importante relação entre a taxa mínima de fluência e o tempo de ruptura é denominada como relação de Monkman-Grant Modificada (M-G-M) (Equação 2.8). Ela leva em conta o alongamento na ruptura (ϵ_R).

$$\frac{t_R}{\epsilon_R} \times \dot{\epsilon}_{min}^{m'} = K' \quad (2.8)$$

A determinação do comportamento de fluência de qualquer material em condições de serviço, frequentemente requer a extrapolação dos dados obtidos

em condições de laboratório. Uma série de técnicas de parametrização que incluem métodos gráficos e a utilização de parâmetros tempo-temperatura podem ser usadas. Dentre as diversas, a de Larson-Miller [62] é uma das mais empregadas, devido a sua relativa simplicidade e por ser aplicável em uma variedade de materiais. Conforme Figura 2.19, ao plotar os dados t_R (escala logarítmica) versus $1/T$, as retas de isotensão irão convergir no eixo das ordenadas, fornecendo uma constante C característica de cada material (geralmente $C = 20$).

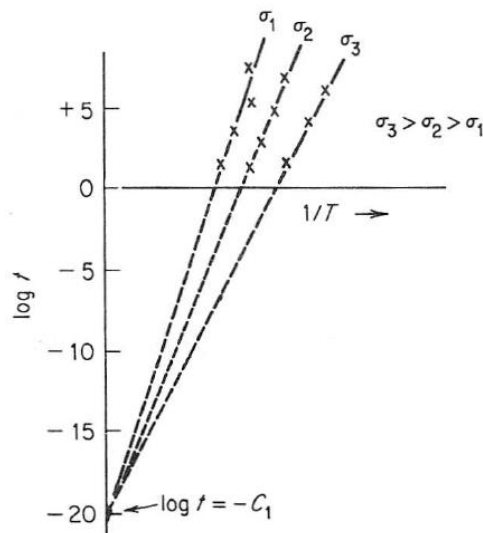


Figura 2.19 – Esquemática do gráfico de LOG (t_R) versus $1/T$, apresentando o padrão das linhas isotensão formadas e indicando a constante C , segundo Larson-Miller. Adaptado de [42].

A relação de Larson-Miller pode ser obtida considerando que a taxa mínima de fluência é descrita por uma equação do tipo Arrhenius, conforme Equação 2.3. Rearranjando-a, teremos:

$$\log(A) - \log(\dot{\epsilon}) = \frac{Q_f}{RT} \quad (2.9)$$

Assumindo que o alongamento na ruptura (ϵ_R) é constante na faixa de temperatura de interesse, e que a deformação predomina no regime secundário,

então a taxa média de fluência para a amostra até o tempo de ruptura (t_R) é dada pela relação apresentada na Equação 2.10.

$$\dot{\epsilon} = \frac{\epsilon_R}{t_R} \quad (2.10)$$

Então, a Equação 2.9 pode ser escrita:

$$\log(A) - \log\left(\frac{\epsilon_R}{t_R}\right) = \log(A) - \log(\epsilon_R) + \log(t_R) = \frac{Q_f}{RT} \quad (2.11)$$

Considerando $\log(A) - \log(\epsilon_R) = C$ e rearranjando a Equação 2.11, obtêm-se o parâmetro (PLM) de Larson-Miller (Equação 2.12).

$$T.(C + \log t_R) = \frac{Q_f}{R} = PLM \rightarrow PLM = T.(C + \log t_R) \quad (2.12)$$

Presumindo que a energia de ativação é independente da tensão aplicada, a Equação 2.12 pode ser usada para relacionar diferentes tempos de ruptura sob diferentes temperaturas para uma dada tensão. É realizado uma série de ensaios sob diferentes temperaturas que são posteriormente plotados em gráfico da tensão x tempo-temperatura compensados (PLM), obtendo assim uma única curva parametrizada de referência (Figura 2.20). Dessa forma, se é conhecido a temperatura e tensão em que determinado material está submetido, será possível estimar o tempo de vida útil através da relação obtida graficamente.

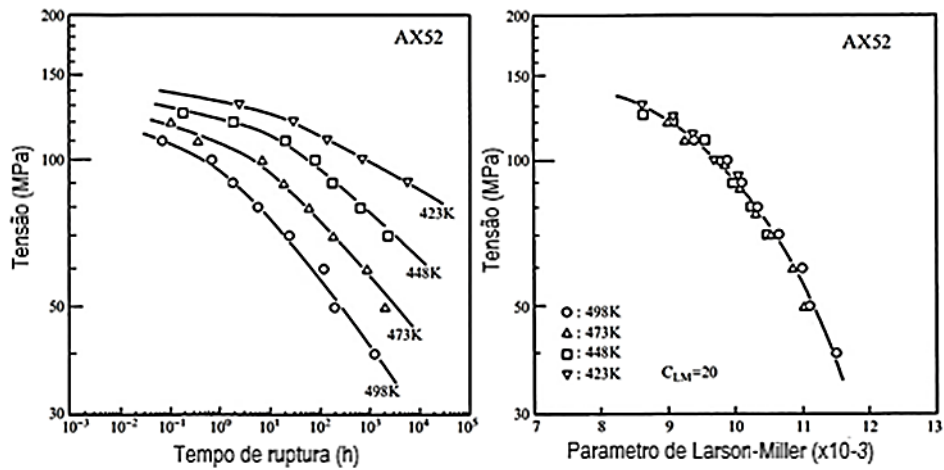


Figura 2.20 – Análise pelo método de Larson-Miller para a liga AX52 (Mg-Al-Ca). Gráfico da $\sigma \times t_R$ para uma série de ensaios sob temperaturas entre 423K a 498K (a). Gráfico parametrizado da tensão x parâmetro de Larson-Miller (b). Adaptado de [52].

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Com a finalidade de sintetizar e facilitar a compreensão das etapas experimentais executadas neste estudo, o fluxograma dos procedimentos experimentais realizados é apresentado na Figura 3.1.

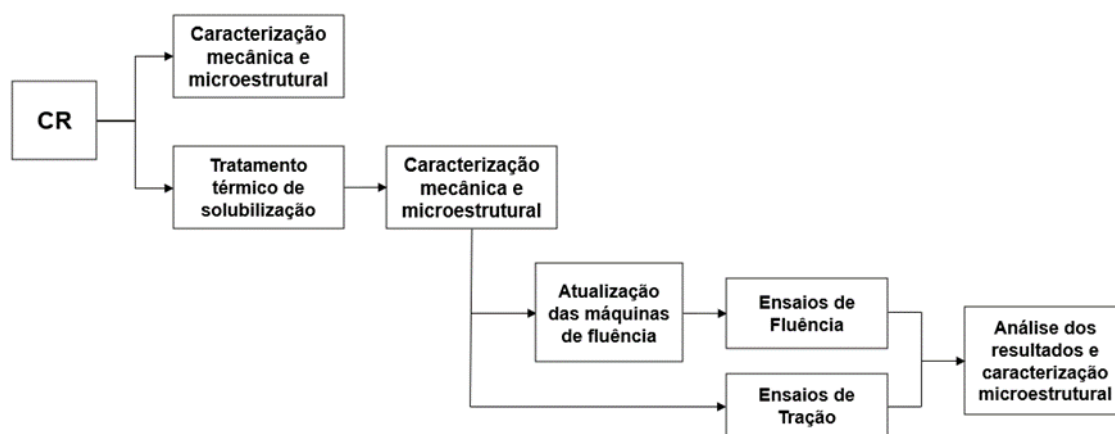


Figura 3.1 – Fluxograma dos procedimentos experimentais realizados.

Inicialmente, o material no estado como recebido (CR) foi caracterizado mecanicamente por meio de testes de microdureza vickers e ensaios de tração a temperatura ambiente. A caracterização microestrutural foi realizada por meio de microscopia ótica (MO), difração de raios X (DRX) e a quantificação de ferrita δ por meio da técnica de ferritoscopia.

Tratamento térmico (TT) de solubilização foi realizado no material CR, seguido de caracterização mecânica e microestrutural semelhante ao realizado no estado CR. Após esta etapa, os ensaios mecânicos foram realizados e suas condições de teste são apresentadas no decorrer deste capítulo.

Para a realização dos ensaios de fluência, previamente foi necessário adquirir a instrumentação, calibrar e preparar as máquinas de fluência para dar início aos testes. Já em relação aos ensaios de tração, todos foram realizados logo após a caracterização mecânica e microestrutural (pós TT).

Por fim, os resultados obtidos foram analisados e as amostras pós fratura foram analisadas microestruturalmente por meio de MO, DRX e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Neste capítulo, inicialmente é apresentado a metodologia empregada para a caracterização mecânica e microestrutural do material e a metodologia adotada para a realização dos ensaios mecânicos. Em seguida é apresentado o procedimento realizado para a atualização do instrumental das máquinas de fluência do laboratório de fluência do DEMa/UFSCar.

3.1 Material

O material utilizado neste estudo foi o aço inoxidável AISI 201LN, fornecido pela APERAM South America. A Tabela 3.1 apresenta a composição química fornecida pelo fabricante. A Figura 3.2 é o registro do material como recebido; um bloco maciço de dimensões 235mm (comprimento) x 215mm (largura) x 28mm (espessura), retirado ainda na aciaria, da linha de produção. Este material é produzido por lingotamento contínuo, na espessura de 200mm e enviada a laminação de tiras à quente (LTQ). Na LTQ ocorre o reaquecimento e a placa sofre uma pré laminação para 150mm. É novamente reaquecida e em 5 passes é reduzida até a espessura de 28mm.



Figura 3.2 - Material CR. Dimensões: 235mm x 215mm x 28mm. As setas indicam a direção de laminação.

Tabela 3.1 – Composição química do material.

Composição Química (% em peso)								
Cr	Mn	Ni	C	N	Mo	Si	Cu	S
17,016	6,867	4,012	0,022	0,153	0,010	0,396	0,023	0,001
P	Al	Co	V	Nb	Pb	Ti	Sn	W
0,031	0,003	0,036	0,044	0,008	0,013	0,004	0,001	0,012

3.2 Caracterização do Material

3.2.1 Microscopia Ótica

Para observação da microestrutura via microscopia ótica (MO), técnicas convencionais de metalografia foram empregadas: embutimento das amostras em baquelite, lixamento na sequência granulométrica de mesh igual a 200, 400,

600 e 1200, e polimento em pasta de diamante com granulometria de 3 μm e 1 μm . O ataque eletrolítico foi realizado com ácido oxálico 10% (8V por 30 segundos, em média), conforme recomendações da norma ASTM E407 [63] para revelação da microestrutura e a observação foi feita em um microscópio OLYMPUS BX41M-LED do DEMa/UFSCar.

Inicialmente foi realizada metalografia do material no estado como recebido (CR) e após tratamento térmico (TT) de solubilização, com a finalidade de identificar as fases presentes e observar o tamanho e a morfologia dos grãos. O tamanho médio dos grãos foi determinado através do método dos interceptos, conforme metodologia da norma ASTM E 112.

As amostras foram extraídas de diferentes regiões do material recebido, a fim de observar os possíveis efeitos do pré-processamento. Foram observadas as superfícies perpendiculares à: direção de laminação (DL), direção transversal a laminação (DT) e direção normal a laminação (DN), conforme esquema apresentado na Figura 3.3. Também foram analisadas as microestruturas dos CP's após os ensaios mecânicos (fraturados), com o objetivo de avaliar as modificações microestruturais induzidas pela deformação e pela temperatura.

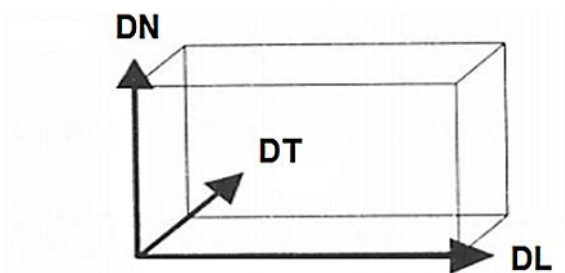


Figura 3.3 – Direções adotadas neste estudo. A observação foi realizada nas superfícies perpendiculares à: direção normal a laminação (DN), direção transversal a laminação (DT) e direção de laminação (DL).

3.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

As análises de MEV foram realizadas no Laboratório de Caracterização Estrutural – LCE do DEMa/UFSCar em amostras idênticas as utilizadas na MO em um microscópio Philips XL-30 FEG operado a 25kV. Para caracterização dos precipitados e segunda fase, realizou-se uma microanálise química dos mesmos por meio de técnica de espectroscopia por energia dispersiva - EDS (do inglês, *energy dispersive X-ray spectroscopy*) em um sistema da marca Oxford. Também foram analisadas as superfícies de fratura dos CP's fraturados.

3.2.3 Difração de Raios X

As análises foram realizadas no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) do DEMa/UFSCar. Utilizou-se um difratômetro da marca Bruker, modelo D8 Advace ECO com uma radiação aplicada $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,54\text{\AA}$). O step de varredura foi de $0,02^\circ$ com a leitura variando de 20° a 120° (2θ). Foi analisada uma amostra CR e diversos CP's após ensaios, apresentados detalhadamente no capítulo de resultados e discussões.

3.2.4 Ferritoscopia

A análise e quantificação de uma possível segunda fase, a ferrita δ , foi feita utilizando-se um ferritoscópio FISCHER modelo MP-3-GAB.3D-Fe, do Departamento de Engenharia de Materiais da USP - Universidade de São Paulo, Campus São Carlos. Foi analisada uma amostra CR e outra após TT. Foram realizadas 10 medidas em diferentes regiões das amostras.

3.3 Tratamento Térmico

O material CR foi submetido a tratamento térmico de solubilização - TT (sob vácuo) para minimizar os efeitos do pré-processamento, dissolver os precipitados e coloca-los em solução sólida, com posterior resfriamento suficientemente rápido. O intervalo de temperatura indicado para a austenitização destes aços é de 1050°C a 1250°C [11, 64]. No presente estudo, as amostras foram solubilizadas a 1150°C por 30 minutos. Foi utilizado um forno EDG modelo 10P-S com uma bomba de vácuo EDWARDS modelo E2M1,5 acoplada ao forno.

3.4 Caracterização Mecânica

3.4.1 Microdureza Vickers

A caracterização das propriedades do material foi realizada inicialmente com os ensaios de microdureza Vickers, conforme norma ASTM E384 [65]. Os testes foram realizados nas amostras CR e TT, a fim de acompanhar a evolução da dureza do material.

As amostras foram extraídas no sentido normal a laminação, com o objetivo de analisar do perfil de dureza da espessura do bloco do material. Foram medidos 10 pontos igualmente espaçados em cada uma das amostras.

A carga utilizada para endentação foi de 100gf, com tempo de aplicação de 15s. Foi utilizado um microdurômetro Future Tech, modelo FM800 do DEMa/UFSCar.

3.4.2 Ensaios de Tração

Para a determinação das propriedades mecânicas do AISI 201LN, como limite de escoamento ($\sigma_{0,2}$), limite de resistência à tração (σ_{LRT}) e alongamento na ruptura (ϵ_R) sob diferentes temperaturas, assim como a determinação dos parâmetros para a realização dos ensaios de fluência, foram realizados ensaios de tração no material em temperatura ambiente, sob taxa de deformação igual a $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, nas condições CR e TT. Os ensaios de tração também foram realizados sob elevadas temperaturas: 500°C, 600°C, 700°C e 800°C, todos sob taxa de deformação igual a $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Para estes testes, foi utilizado um termopar tipo K com revestimento cerâmico fixado junto ao CP para o controle da temperatura durante os ensaios. Devido a quantidade limitada de CP's, foi realizado apenas 1 ensaio para cada condição.

Nos ensaios a temperatura ambiente, foi utilizado um vídeo-extensômetro que permite medir a deformação exclusivamente no comprimento útil do CP (Figura 3.4 - a). Já nos ensaios sob elevadas temperaturas, o alongamento do CP durante os ensaios foi medido pelo deslocamento da travessa da máquina (Figura 3.4 - b). Os ensaios foram realizados em uma Máquina Universal de Ensaios INSTRON 5500R do DEMa/UFSCar.

Foram usinados CP's cilíndricos (com rosca na cabeça para fixação), com a direção de tracionamento paralela à direção de laminação da chapa, para a realização dos ensaios de tração e de fluência, conforme indicado pelas normas ASTM E8/E8M [66], ASTM E21 [67] e ASTM E139 [68]. A Figura 3.5 apresenta o desenho técnico dos CP's para os ensaios de tração e fluência.

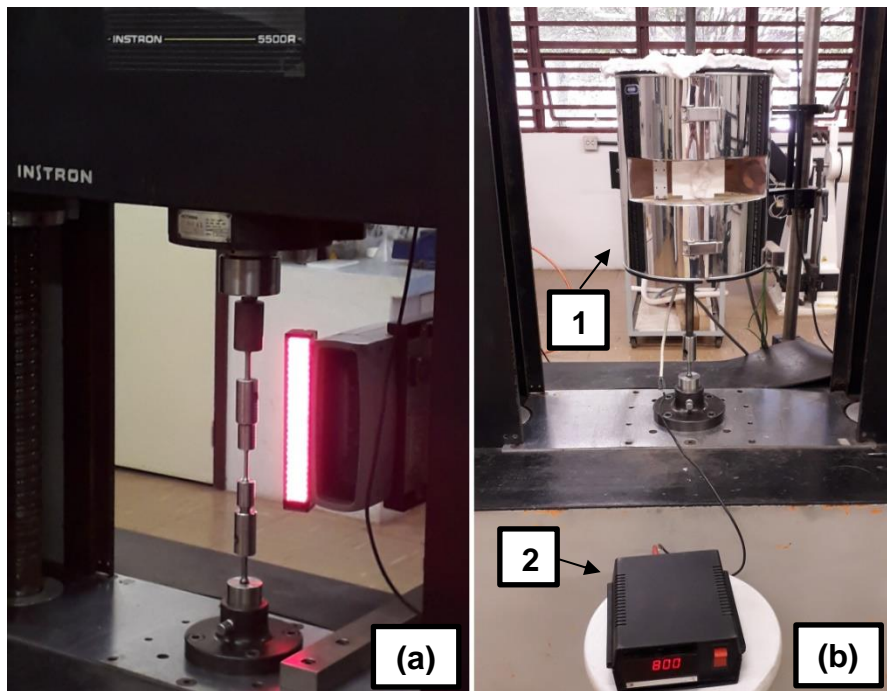


Figura 3.4 – Registro de um ensaio a temperatura ambiente com vídeo-extensometria (a). Registro de um ensaio realizado a 800°C, com destaque para o forno (1) e controlador de temperatura (2) do termopar em contato com o CP (b).

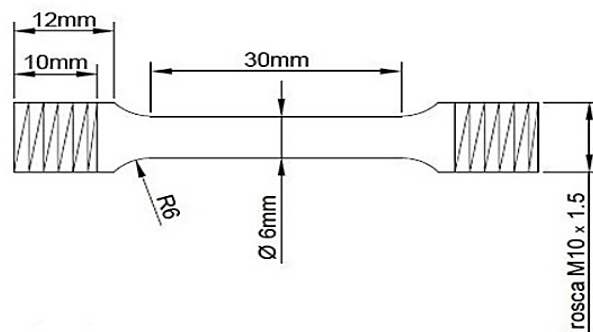


Figura 3.5 – Esquema do CP utilizado nos ensaios de tração e de fluência.

3.5 Ensaios de Ruptura por Fluência

Um dos objetivos do desenvolvimento deste estudo, foi a atualização das máquinas de fluência do Laboratório de Fluência do DEMa/UFSCar. Para isso, foi necessário a compra e adaptação de novos instrumentos assim como aferição dos mesmos, antes de dar início aos ensaios. Este procedimento é descrito nos próximos tópicos.

Com as máquinas postas em funcionamento, foi dado início a execução dos ensaios de fluência. Estes foram realizados nas temperaturas de 600°, 650°C, 700°, 750° e 800°C, sob tensões apresentadas na Tabela 3.2. A seleção das tensões de ensaio foi feita com base na tensão de escoamento obtida nos ensaios de tração nas temperaturas correspondentes.

Os ensaios foram realizados na modalidade de carga constante, com registro contínuo da deformação (e temperatura) ao longo do tempo para construção das curvas de fluência.

Alguns ensaios foram realizados na empresa STM – Indústria e Comércio de Máquinas e Sistemas de Testes em Materiais Ltda.

Tabela 3.2 – Condições empregadas nos ensaios de fluência.

T (°C)	σ (MPa)																
600	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	225	250	275	300	325
650	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	225	250	-	-	-
700	-	-	-	105	120	135	150	165	180	210	225	-	-	-	-	-	
750	-	-	-	105	120	135	150	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
800	45	75	90	105	120	135	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	

3.5.1 Preparação das Máquinas de Fluência

A partir das máquinas de fluência do laboratório do DEMa/UFSCar, originalmente projetadas e construídas [69] pelo prof. Dr. Levi de Oliveira Bueno, foi dado prosseguimento à sua reforma e atualização. Foi realizada a montagem mecânica das alavancas, dos fornos e instalações elétricas.

Após a montagem, foi feita a aferição de quatro máquinas com o auxílio de um dinamômetro. A aferição teve como objetivo verificar o fator de multiplicação de carga e a linearidade do equipamento, fatores de extrema importância para a execução dos testes. A aferição se baseou nos procedimentos estabelecidos nas normas ASTM E139 [68] e ASTM E4 [70], sendo realizada a seguinte metodologia: Inicialmente foi acoplado um dinamômetro na máquina, de forma semelhante ao que ocorre nos ensaios (onde o eixo com o CP é acoplado). Em seguida, diferentes pesos foram colocados cuidadosamente na parte posterior da máquina e ao mesmo tempo, o dinamômetro indicava os valores resultantes no eixo central (sendo estes maiores, devido ao fator de multiplicação de carga). Todos os dados foram registrados, plotados em gráficos e foi possível obter o fator de multiplicação de carga para cada máquina.

3.5.2 Instrumentação Para Aquisição de Dados

Para a realização dos ensaios foi necessário a compra de um registrador de dados (*Data Logger*). Optou-se por um modelo simples e eficiente, com melhor custo benefício, no qual possibilita-se o registro e coleta dos dados durante os testes.

O LOG BOX-AA é um *Data Logger* nacional, portátil e com 2 canais de entrada, compatível com uma vasta gama sinais. Para os ensaios de fluência, foi conectado um termopar e um transdutor no equipamento, para registro da temperatura (°C) e voltagem (V, que é convertido em mm posteriormente), respectivamente. O software *LogChart II* foi programado para o registro destes

sinais e permitiu posteriormente a coleta dos dados para as análises dos resultados.

3.5.3 Instrumentação Para Medidas de Deformação

O potenciômetro com haste e mola retornável é um sensor de posição linear que tem a função de transdutor potenciométrico para monitoramento, medição e controle de deslocamento e movimentos mecânicos com elevada precisão. O equipamento utilizado apresentava um curso (deslocamento) de aproximadamente 20mm e seu sinal de saída em volts (V).

Conforme Figura 3.6 foi montado um sistema para verificar a viabilidade da utilização de um transdutor potenciométrico nos ensaios de fluência. O sistema consistia em: Log Box (1), uma fonte externa de 12V (2) e um micrômetro adaptado a uma bandeja metálica móvel (3), no qual permitia o avanço e recuo da haste/mola sob elevada precisão (0,001mm), enquanto que o transdutor (seta vermelha) permanecia fixo, de forma semelhante ao projetado para a deformação do CP nos ensaios de fluência.

Dessa forma, foi possível verificar a estabilidade dos sinais do transdutor, a linearidade e a determinação de uma constante entre o deslocamento (mm) do micrômetro e o sinal de saída do transdutor (V). As aferições foram realizadas durante duas semanas ininterruptas a fim de avaliar a estabilidade do sistema. Em momentos aleatórios, o micrômetro era avançado determinadas distâncias (fazendo movimentar a bandeja móvel) e o valor da voltagem emitida com este deslocamento era registrado. Posteriormente foram traçados gráficos destes valores para a determinação das constantes.

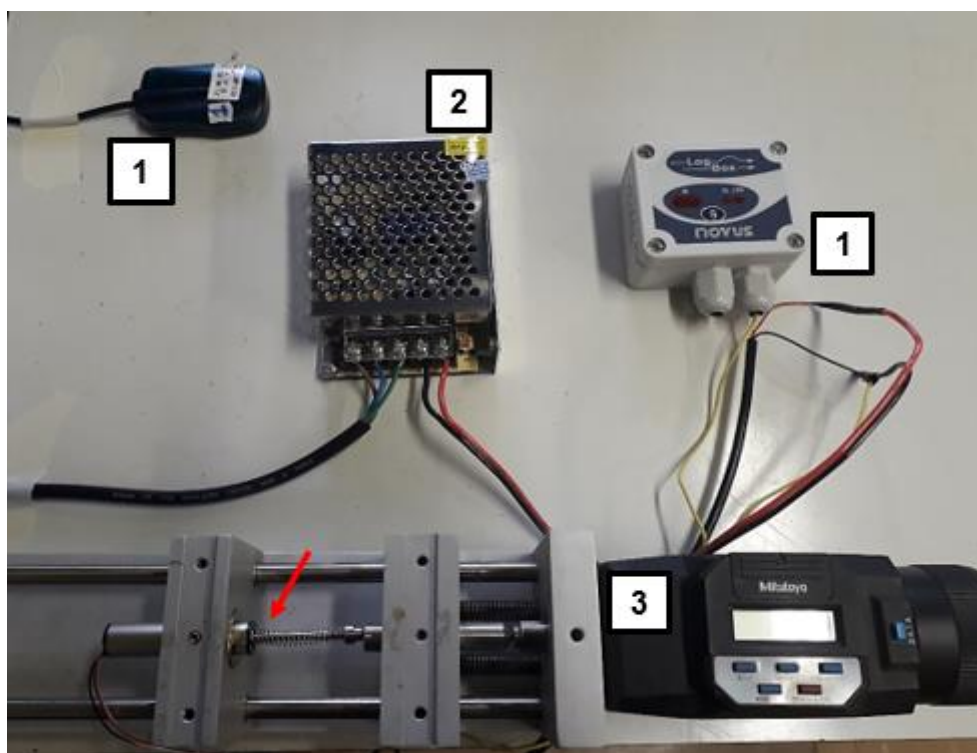


Figura 3.6 – Sistema montado para aferição do potenciômetro. Conjunto Log Box (1), fonte 12V (2) e aferição do potenciômetro com um micrômetro (3).

3.5.4 Controle e Medição de Temperatura

Novos termopares foram comprados para controle da temperatura dos fornos e controle da temperatura mais exata dos CP's, todos fornecidos pelo GRUPO ECIL. O modelo selecionado para o controle dos fornos foi o MS11 – Termopar convencional tipo K com isolamento mineral, diâmetro da haste de 3mm, pote em aço inoxidável e rabicho (mola) flexível na saída do pote. Já os termopares selecionados para utilização em contato aos CP's, foi o CS11 – Termopar convencional tipo K com isolador (missangas) cerâmico e bitola de 14AWG (aproximadamente 1,6mm). Os controladores de temperatura dos fornos eram da INCON, modelo CNT400.

Os termopares utilizados em contato com os CP's, antes dos testes, foram previamente aferidos na empresa STM – Sistemas de Teste em Materiais, em São Carlos/SP.

3.5.5 Eixos e Extensômetros

A usinagem de novos eixos e sistemas de extensometria para a execução dos ensaios foi necessária. A Figura 3.7 apresenta o conjunto envolvendo CP, garras, eixos e varetas e extensômetro, adaptados do projeto original [69] para receber o novo sistema de medição e registro da deformação. A Figura 3.8 ilustra com mais detalhes, o sistema de varetas e placas que registram a deformação do CP, a bucha de nylon que prende o transdutor sob pressão (a) e a posição do termopar junto ao CP (b).



Figura 3.7 - Sistema de extensometria utilizado para a realização dos ensaios de fluência.

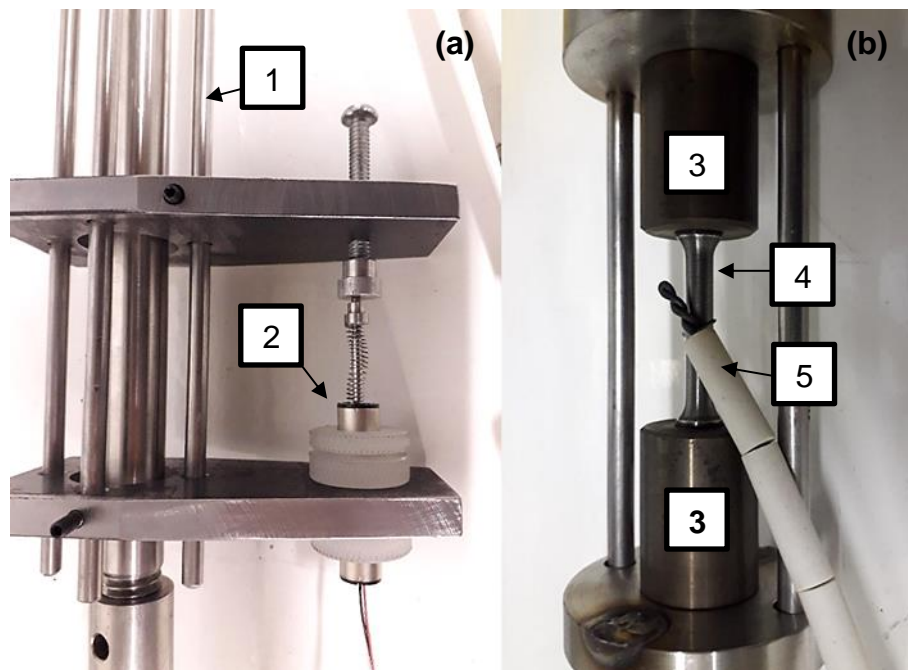


Figura 3.8 – Detalhe do sistema de extensometria construído. Registro da deformação (a) e fixação do termopar junto ao CP (b). Varetas (1), transdutor (2), garras (3), CP (4) e termopar (5).

3.6 Instrumentação Para os Ensaios de Ruptura por Fluência

3.6.1 Desempenho das Máquinas de Fluência

A montagem das máquinas atingiu um ótimo alinhamento entre a alavanca e eixo principal. Após a aferição, obteve-se resultados como o projeto da máquina prevê: um fator de multiplicação de carga mais próximo possível de 10. A Figura 3.9 apresenta a etapa da montagem das máquinas (a) e 2 ensaios em andamento (b). Já a Figura 3.10 apresenta o resultado gráfico obtido com a aferição das duas máquinas.



Figura 3.9 – Etapa de montagem das máquinas (a) e 2 ensaios em andamento (b).

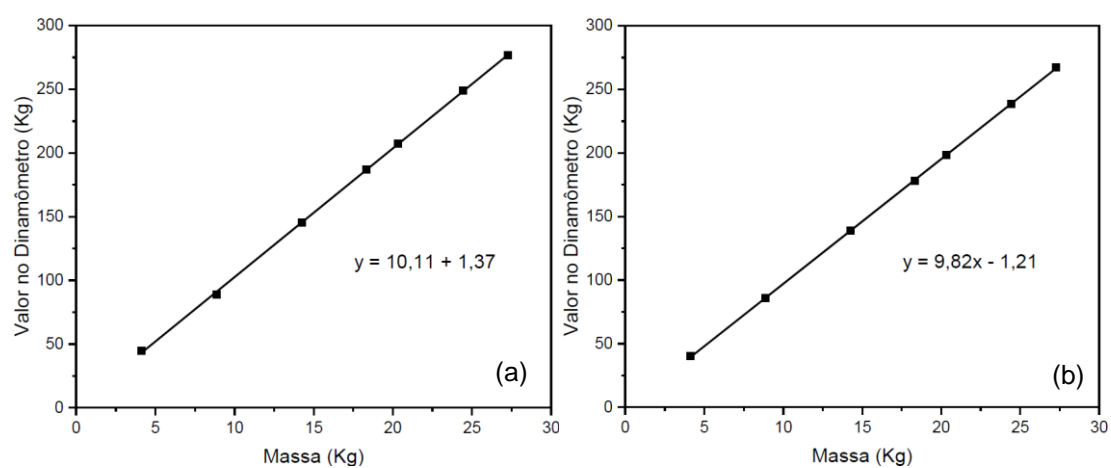


Figura 3.10 – Resultado gráfico da aferição realizada. Fator de multiplicação de carga = 10,11, na máquina 1 (a) e fator de multiplicação de carga = 9,82, na máquina 2 (b).

3.6.2 Instrumentação para Medidas de Deformação

Conforme metodologia apresentada no tópico 3.5.3, observou-se que a mudança da tensão do potenciômetro (V) estava relacionada com a distância percorrida (mm), através de uma relação linear (Figura 3.11). A constante obtida para o transdutor 1 foi igual a 0,613, ou seja, 1 mm de deslocamento equivaleu a uma mudança da tensão de 0,613V. O transdutor 2 obteve uma constante igual a 0,603.

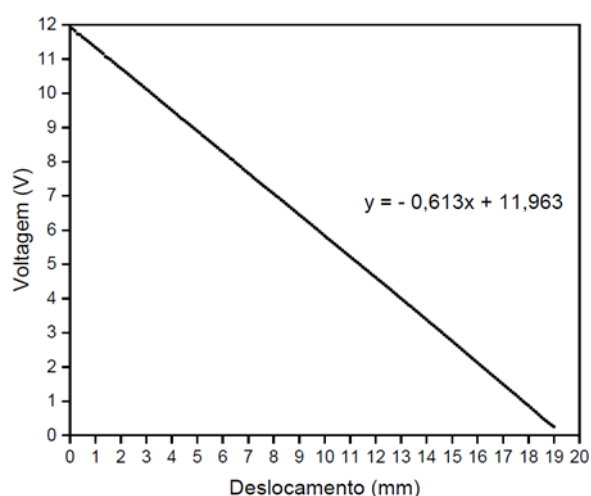


Figura 3.11 – Resultado gráfico obtido com a aferição do transdutor 1. Constante obtida = 0,613.

Dessa forma, o equipamento se mostrou apto a monitorar e registrar a deformação dos CP's durante os ensaios de fluência, pois apresentou boa linearidade e desprezíveis ruídos e oscilações sob longos períodos.

4.6.3 Controle e Medição de Temperatura

A Tabela 3.3 apresenta os resultados obtidos após a aferição individual de cada termopar nas temperaturas de 500°C, 600°C, 700°C e 800°C. A

denominação “14K” para cada termopar deve-se a sua bitola de 14AWG e o termopar tipo K. Como observado, os erros obtidos foram pequenos e aceitáveis, dentro dos limites estabelecidos pela ASTM E139, uma vez que se exige rigoroso controle de temperatura na condução dos testes de fluência e dessa forma se mostraram aptos a serem utilizados nos ensaios.

Tabela 3.3 – Resultados obtidos com a calibração dos termopares. Erro: diferença obtida entre o padrão e o termopar, em °C.

Termopar	Temperatura no Padrão (°C)	Temperatura no Termopar (°C)	Erro (°C)
14K/01	500,0	500,3	+0,3
14K/02	600,0	600,4	+0,4
14K/03	700,0	700,6	+0,6
14K/04	800,0	800,3	+0,3

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização Microestrutural do Material Como Recebido

A Figura 4.1 apresenta a microestrutura nas três dimensões do material na condição CR, obtida via MO. Como observado, o material apresenta a microestrutura austenítica recristalizada, com tamanho médio de grão igual a $37\mu\text{m} \pm 4\mu\text{m}$ (método dos interceptos – ASTM E 112 [71]), com presença de maclas, inclusões e nos contornos de grão precipitados e ilhas de ferrita δ , conforme observado em trabalhos anteriores com material semelhante [25, 31, 72, 73]. Importante ressaltar que a empresa não fornece a seus clientes o material igual apresentado neste trabalho. O material deste estudo é um esboço, e foi retirado ainda na aciaria, entre os passes de laminação, pois a espessura final do material é muito fina para a obtenção dos CP's.

O processamento industrial causou o alongamento da ferrita na direção de laminação, como observado na imagem da direção transversal a laminação (DT). Na imagem paralela à direção de laminação (DL), a ferrita δ aparece achatada e levemente alongada, devido as forças de compressão do processamento, apresentando uma morfologia quase igual nestas duas direções.

A Figura 4.2 apresenta o espectro de difração de raios X do material no estado CR. Os picos observados são majoritariamente referentes à fase austenítica (γ), com a presença de um pico referente à fase ferrita δ . Não foram observado picos de possíveis precipitados observados na Figura 4.1. Possivelmente a análise não foi capaz de detectar os sinais devido a radiação de Cu utilizada. Nestes casos, é indicado fonte de radiação de Cr ou Mo [74]. Uma outra técnica em que os precipitados são extraídos da matriz, filtrados, lavados e secos e posteriormente analisados via DRX é a mais indicada neste caso, e será realizada em trabalhos futuros para publicações.

A maioria dos AIA's apresentam ferrita δ na microestrutura ao longo do seu processo de solidificação. Ela pode ser reduzida ou eliminada da

microestrutura por meio de tratamento térmico de solubilização no intervalo entre 1050 a 1250°C. Entretanto, devido a razões econômicas, esse tratamento não é realizado de forma completa nas siderúrgicas [11, 64]. Com a solubilização, em alguns casos busca-se teores inferiores a 3% desta fase (apesar de não haver especificação sobre este teor) [75, 76]. Dessa forma, foi realizado um tratamento térmico (TT) de solubilização a 1150°C por 30 minutos.

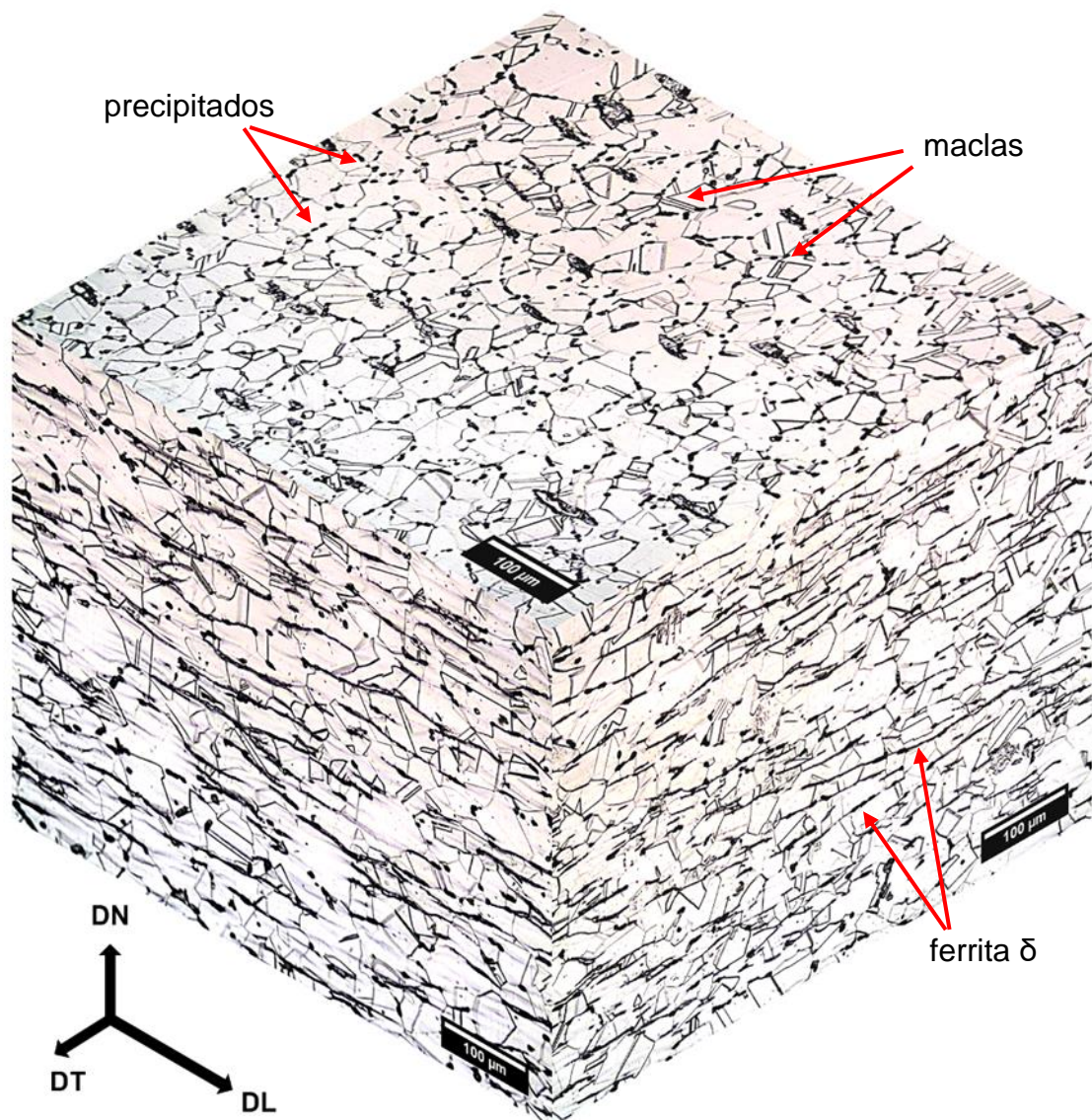


Figura 4.1 – Microestrutura do material na condição CR. Imagem das 3 vistas: Direção de Laminação (DL), Direção Normal a Laminação (DN) e Direção Transversal a Laminação (DT).

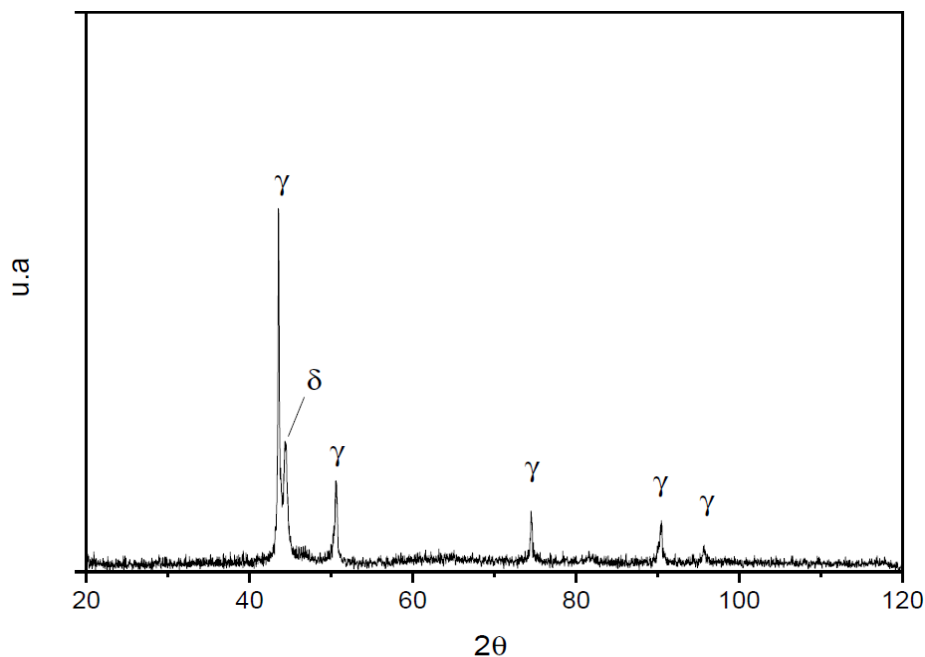


Figura 4.2 – Espectro de difração de raios X para o AISI 201LN no estado CR.

A ferrita δ , por ser ferromagnética, pode ser quantificada facilmente e com grande precisão [11]. Através do ferritoscópio foi possível quantificar o teor desta fase no material CR e após TT; a solubilização dissolveu a ferrita δ parcialmente, reduzindo o teor desta fase de aproximadamente $3,7\% \pm 0,2\%$ na condição CR, para aproximadamente $1,7\% \pm 0,3\%$. HERMANDEZ, J. W. C [72] em sua dissertação, utilizou a mesma técnica de ferritoscopia para quantificar o teor de ferrita δ antes e pós TT, e obteve resultados próximos para um AIA Cr-Ni-Mn: aproximadamente $3,2\%$ na condição CR e $1,0\%$ após TT.

A Figura 4.3 apresenta a microestrutura do material na condição CR (a) e após TT (b). A solubilização foi eficaz em dissolver os maiores precipitados, aumentou o tamanho médio de grão para aproximadamente $61\mu\text{m} \pm 4\mu\text{m}$ e dissolveu parcialmente a ferrita δ , confirmando os dados obtidos com o ferritoscópio.

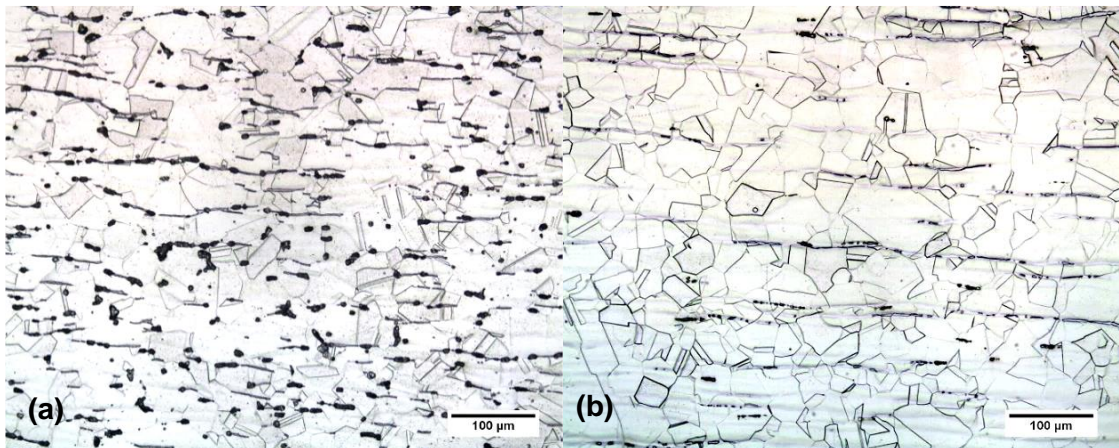


Figura 4.3 - MO do AISI 201LN na condição CR (a) e após TT (b). Plano DT.

4.2 Microdureza Vickers

A Figura 4.4 apresenta o perfil de dureza obtido ao longo da espessura (28mm) do material CR e após TT. A escala do eixo y foi ampliada para melhor visualização. Como observado, nas regiões próximas às superfícies, foram encontrados valores de dureza ligeiramente maiores, devido ao maior grau de encruamento dos grãos causado no processamento.

O tratamento térmico de solubilização não alterou significativamente a dureza média do material (de 276HV na condição CR para 270 na condição TT) mas forneceu uma maior homogeneidade da dureza em função da espessura, reduzindo assim o desvio padrão (16,9HV na condição CR para 2,8HV na condição TT).

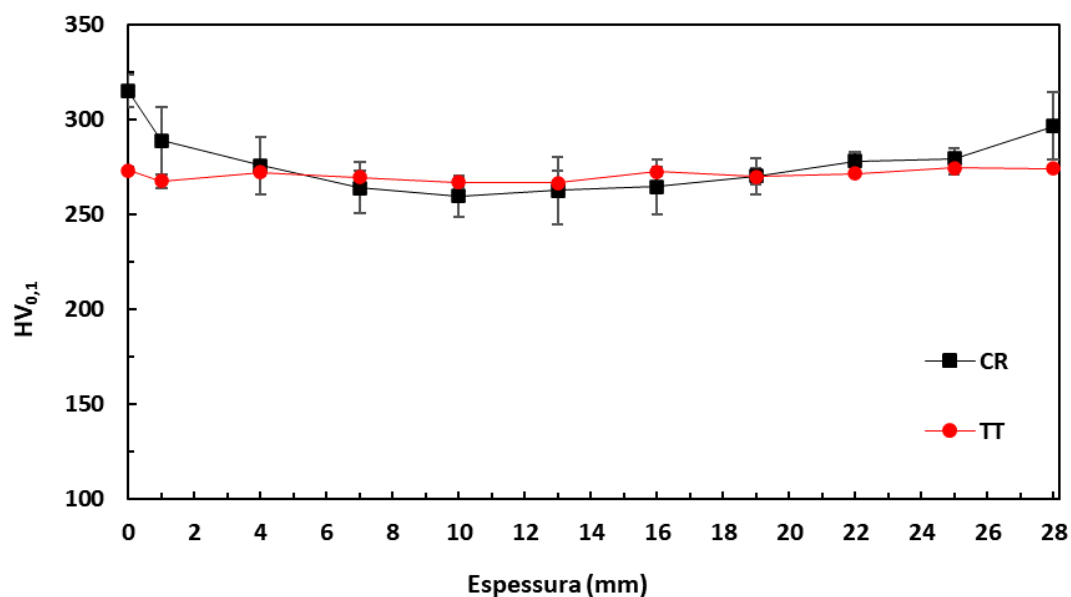


Figura 4.4 – Valores de Microdureza Vickers (HV) obtidos na direção normal a laminação (espessura da chapa) na condição CR e após TT.

4.3 Resultados dos Ensaio de Tração

A Figura 4.5 (a) apresenta curvas tensão x deformação nominal (ou de engenharia), do material na condição TT e obtidas em temperatura ambiente (25°C), 500°C, 600°C, 700°C e 800°C. Para fins de comparação foi incluída uma curva do material na condição CR, obtida a 25°C. Já a Figura 4.5 (b) apresenta as curvas tensão verdadeira x deformação verdadeira. A Tabela 4.1 (a) apresenta um resumo dos principais resultados obtidos a partir das curvas nominais da Figura 4.5 (a) e a Tabela 4.1 (b) apresenta um resumo dos resultados obtidos a partir das curvas verdadeiras.

Uma forma bastante comum de analisar o comportamento de deformação plástica em tração é a determinação do expoente de encruamento (n') e do coeficiente de resistência (K), segundo o modelo de Hollomon; $\sigma = K\varepsilon^{n'}$, onde $0 \leq n' \leq 1$ [77]. Quando $n' = 0$, significa que não existe encruamento, isto é, um comportamento superplástico onde a deformação prossegue sem aumento da

tensão ($\sigma = K$). Quando $n' = 1$, tem-se $\sigma = K\varepsilon$, ou seja, o aspecto da curva será próximo a uma linha reta, e o comportamento da curva da região plástica seria semelhante ao da região elástica.

Na prática, para a maioria dos metais que sofrem encruamento, o valor de n' geralmente fica entre 0,1 e 0,5 e quanto maior o expoente n' , maior será a capacidade do material se deformar plasticamente de modo uniforme antes do início da estricção. O modelo considera apenas a parcela plástica da deformação verdadeira no regime uniforme (intervalo entre o escoamento e o limite de resistência a tração). Os valores (n' e K) foram determinados graficamente no intervalo de deformação plástica uniforme das curvas de tensão-deformação verdadeiras.

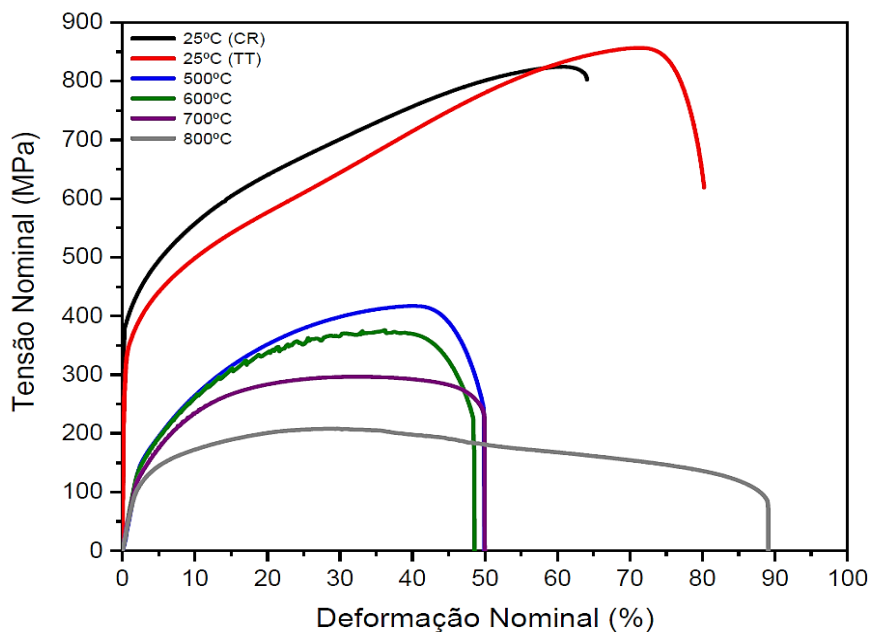


Figura 4.5 (a) – Curvas tensão x deformação nominal (de engenharia) nas temperaturas de: 25°C (CR e TT), 500°C, 600°C, 700°C e 800°C.

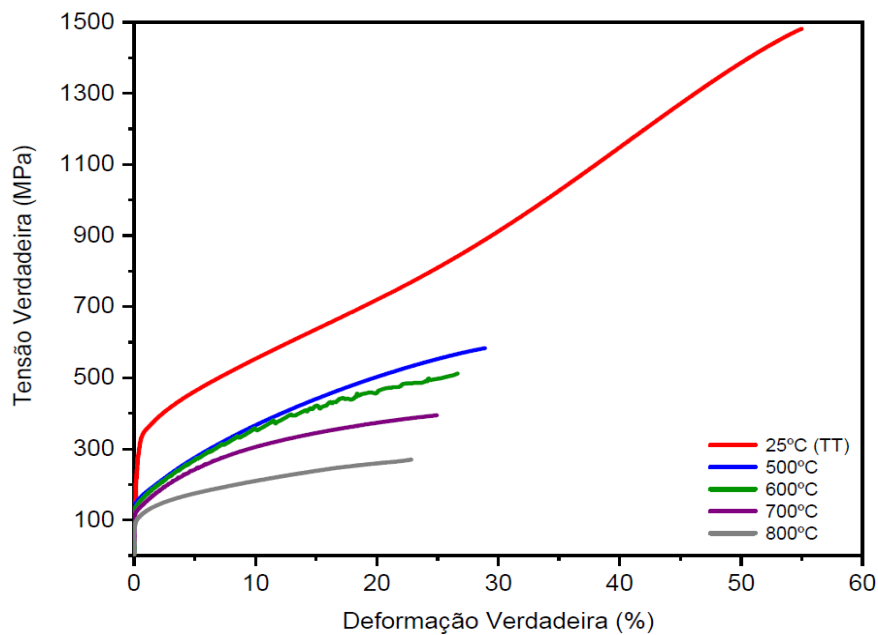


Figura 4.5 (b) – Curvas tensão verdadeira x deformação verdadeira para determinação dos parâmetros de encruamento.

Tabela 4.1 (a) – Propriedades de engenharia obtidas nos ensaios de tração.

Condição do CP	T (°C)	$\sigma_{0,2}$ (Mpa)	σ_{LRT} (Mpa)	ϵ_R (%)	R.A (%)	$\sigma_{LRT} / \sigma_{0,2}$
TT	25	321	858	82	71	2,7
TT	500	146	417	50	54	2,9
TT	600	133	376	49	50	2,8
TT	700	123	297	50	49	2,4
TT	800	98	209	89	74	2,2

Tabela 4.1 (b) – Parâmetros de encruamento das curvas $\sigma \times \epsilon$ verdadeiras.

Condição do CP	T (°C)	σ_0 (Mpa)	σ_u (Mpa)	ϵ_u (%)	n'	K (Mpa)
TT	25	252	1463	53	0,3 / 0,8	1222/2456
TT	500	120	557	29	0,42	936
TT	600	107	491	27	0,37	804
TT	700	105	381	25	0,31	593
TT	800	86	263	23	0,29	401

A partir das curvas da Figura 4.5 (a), observou-se que em temperatura ambiente (25°C), o material apresentou os valores mais elevados de limite de escoamento ($\sigma_{0,2}$), limite de resistência a tração (σ_{LRT}), considerável deformação na ruptura (ϵ_R) e encruamento acentuado com o prosseguimento da deformação.

No caso deste material, estudos anteriores [25, 29, 31] já evidenciaram tratar de um AIA metaestável, pois há transformação martensítica induzida por deformação e isso pode absorver energia, contribuindo principalmente para o aumento do módulo de tenacidade em tração, que pode ser quantificado pela área sob as curvas tensão-deformação. Segundo SILVA, A. L. V. C. e MEI, P. R. [12], o aço AISI 201 apresenta uma das maiores relações entre limite de escoamento e limite de resistência a tração, dentre os AIA's, o que também pode ser interpretado como uma medida da capacidade de encruamento. No presente caso, a curva 25°C (TT) evidencia, a partir de determinado nível de deformação (~30%), uma mudança no comportamento de encruamento, sugerindo que houve formação de martensita induzida por deformação durante ensaios em temperatura ambiente. Quanto ao efeito do TT em relação a condição CR, houve pequena redução da tensão de escoamento, porém aumento no limite de resistência a tração e ductilidade, ou seja, maior capacidade de endurecimento por deformação, como consequência da dissolução da ferrita remanescente do processo de conformação.

TAVARES, S. S. M. et al [78], após diferentes graus de deformação por laminação em temperatura ambiente, compararam a susceptibilidade ao efeito TRIP de um AISI201 com os dados da literatura de AIA's tradicionais, como o

AISI304. Concluíram que o 201 tem maior poder de encruamento e que apresenta maior susceptibilidade ao efeito TRIP, devido aos elevados teores de Mn e principalmente a sua menor energia de falha de empilhamento (EFE).

MORAES, V. L. [79] em sua dissertação comparou a resistência a tração dos AIA's AISI 201 e AISI 304 (Figura 4.6). Os dois materiais foram solubilizados em iguais condições e empregados os mesmos parâmetros de ensaio. O AISI 201 apresentou limite de escoamento ($\sigma_{0,2}$) 30,5% superior ao AISI 304 e limite de resistência à tração (σ_{LRT}) 54,9% superior ao AISI 304. A média obtida da relação $\sigma_{LRT}/\sigma_{0,2}$ para cada material indicou valor superior para o AISI 201 ($\sigma_{LRT}/\sigma_{0,2} = 3,5$ contra 2,9 para o AISI 304), comprovando assim que ele encrua mais que o aço AISI 304. Os resultados foram atribuídos aos maiores níveis de C e N apresentados pelo AISI 201, no qual provocam aumento da resistência devido ao endurecimento por solução sólida.

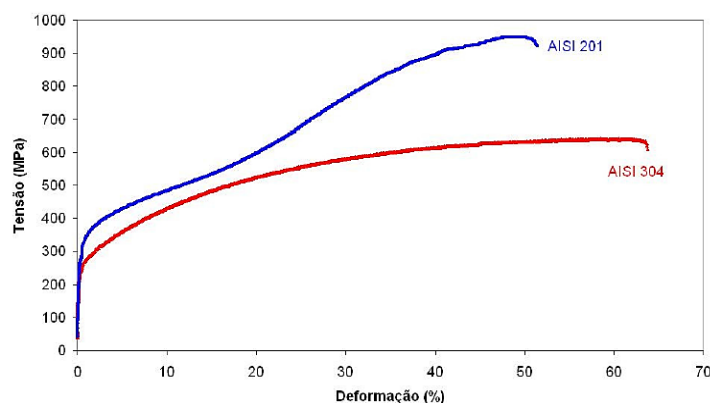


Figura 4.6 – Curvas tensão x deformação do o AISI 201 e AISI 304 [79].

A Figura 4.7 apresenta resultados de $\sigma_{0,2}$ e σ_{LRT} em função da temperatura de ensaio. Com o aumento da temperatura, houve uma progressiva queda nos valores de $\sigma_{0,2}$ e σ_{LRT} , conforme esperado. Também é apresentado um comparativo dos resultados obtidos do AISI 201LN com dados encontrados na literatura de dois AIA's, AISI 304 e AISI 316 [81]. Conforme observado, as propriedades do AISI 201LN, nas condições apresentadas, são comparáveis com os valores dos dois AIA's. O AISI 201LN apresentou valores um pouco superiores ao AISI 304 em toda faixa de temperatura (devido ao maior teor de N) e valores um pouco inferiores ao AISI 316, com exceção na temperatura

ambiente. As melhores propriedades do AISI316 nas maiores temperaturas devem-se aos seus elevados teores de Cr, Ni e Mo. Já o maior valor de limite de resistência a tração (858 MPa) a temperatura ambiente para o AISI 201LN, deve-se a transformação martensítica que o material sofreu.

Já em relação aos valores de ϵ_R e R.A (Figura 4.8), houve perda sensível de ductilidade na faixa de 500°C a 700°C em relação aos ensaios em temperatura ambiente. Nesta faixa de temperaturas, o efeito do envelhecimento dinâmico (*Dynamic Strain Aging*), pode ter contribuído para a redução da ductilidade do material. O escoamento plástico descontínuo (serrilhado), mais evidente na curva do ensaio a 600°C (Figura 4.5 – a), é o efeito mais visível do fenômeno. Já a 800°C, o estágio de deformação plástica foi continuamente prolongado após um máximo da tensão (σ_{LRT}) e como consequência, observou-se um aumento considerável do ϵ_R . Este comportamento é bastante característico do fenômeno de recristalização dinâmica. PEI, H. X. et al [80] estudaram o comportamento sob tração do AISI316LN sob elevadas temperaturas e obtiveram resultados semelhantes aos obtidos neste trabalho com o AISI201LN.

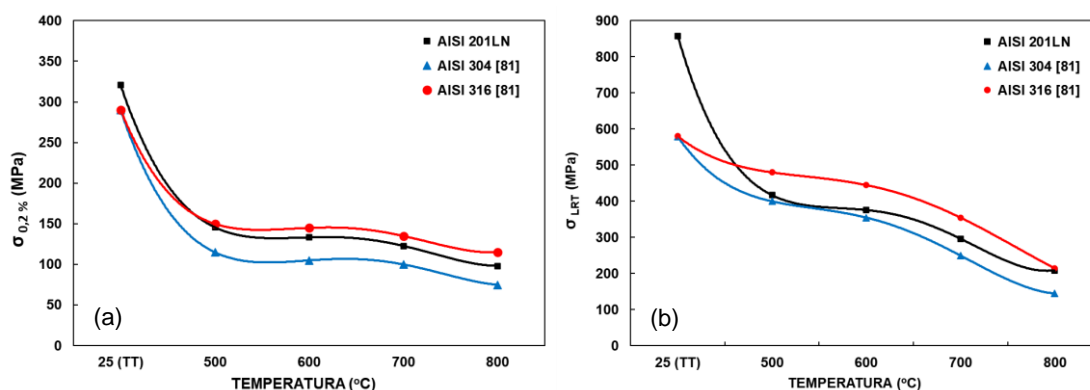


Figura 4.7 – Comparativo das propriedades obtidas sob tração do AISI 201LN com AISI 304 e AISI 316 [81]. Variação do limite de escoamento ($\sigma_{0,2\%}$) com a temperatura (a). Variação do limite de resistência a tração (σ_{LRT}) com a temperatura (b).

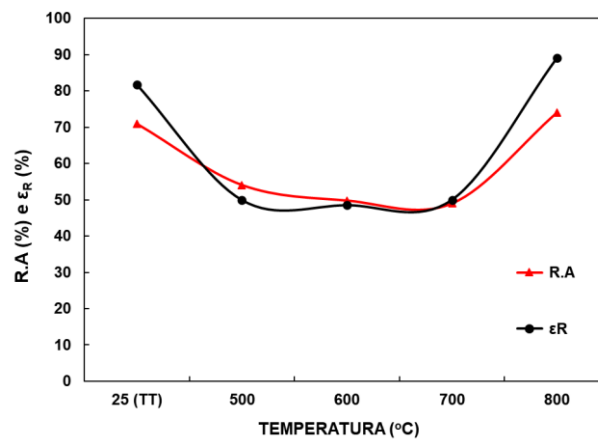


Figura 4.8 – Variação da deformação na ruptura (ϵ_R) e redução de área (R.A) com a temperatura, obtidos nos ensaios de tração para o AISI 201LN.

4.4 Resultados dos Ensaios de Ruptura por Fluência

A Tabela 4.2 apresenta o resumo dos principais dados obtidos nos ensaios de fluência. Da Figura 4.9 a Figura 4.13 são apresentadas as curvas de todos ensaios realizados, nas respectivas temperaturas: 600°C, 650°C, 700°C, 750°C e 800°C.

Tabela 4.2 - Resultados obtidos nos ensaios de ruptura por fluência.

T (°C)	σ (MPa)	$\dot{\epsilon}_{\min}$ (h⁻¹)	t_R (h)	ϵ_R (%)	R.A (%)
600	325	1,31x10 ⁻⁰²	6,0	33,1	41,8
600	300	2,19x10 ⁻⁰³	50,2	30,0	47,1
600	275	1,01x10 ⁻⁰³	148,8	33,0	44,9
600	250	2,10x10 ⁻⁰⁴	591,8	28,3	38,6
600	225	3,10x10 ⁻⁰⁵	2900,1	22,6	24,3
650	250	1,25x10 ⁻⁰²	11,9	29,1	37,9
650	225	3,79x10 ⁻⁰³	42,0	31,3	38,6
700	225	9,92x10 ⁻⁰²	2,0	40,6	41,9
700	210	3,48x10 ⁻⁰²	5,9	40,1	44,8
700	180	5,85x10 ⁻⁰³	35,2	38,8	43,0
700	165	3,45x10 ⁻⁰³	59,0	40,7	41,7
700	150	1,93x10 ⁻⁰³	115,0	43,3	44,7
700	135	5,15x10 ⁻⁰⁴	362,5	43,2	42,4
700	120	4,12x10 ⁻⁰⁴	520,9	44,1	41,4
700	105	1,30x10 ⁻⁰⁴	1301,7	51,5	61,2
750	150	4,03x10 ⁻⁰²	6,3	58,4	50,5
750	135	1,36x10 ⁻⁰²	18,6	53,8	53,6
750	120	6,59x10 ⁻⁰³	39,0	55,9	51,5
750	105	2,84x10 ⁻⁰³	90,5	60,2	54,7
800	135	2,77x10 ⁻⁰¹	1,1	61,8	66,7
800	120	1,20x10 ⁻⁰¹	2,7	67,7	72,3
800	105	3,79x10 ⁻⁰²	8,2	70,1	75,1
800	90	1,23x10 ⁻⁰²	24,3	62,9	61,1
800	75	4,24x10 ⁻⁰³	60,3	50,2	59,4
800	45	2,77x10 ⁻⁰⁴	787,2	45,7	40,9

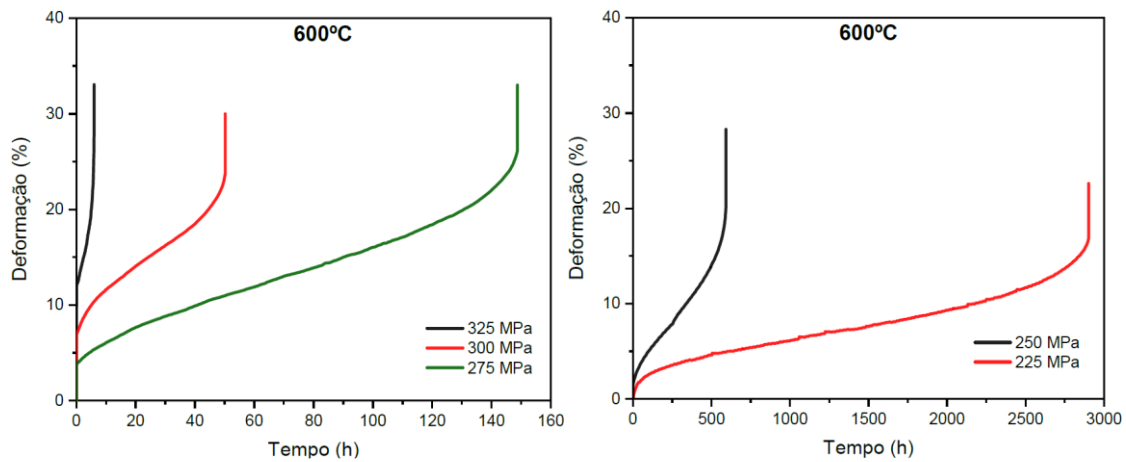


Figura 4.9 - Curvas de fluência obtidas nos ensaios a 600°C.

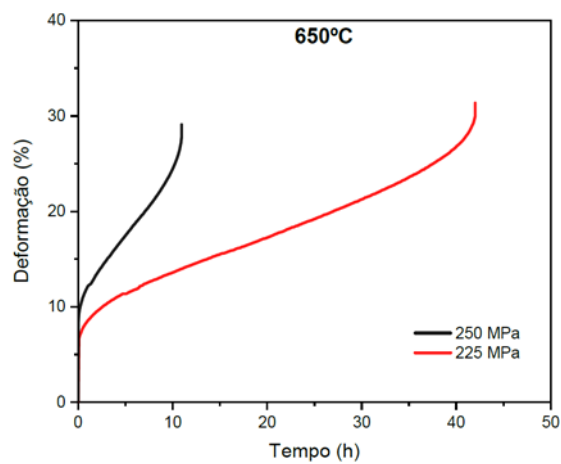


Figura 4.10 - Curvas de fluência obtidas nos ensaios a 650°C.

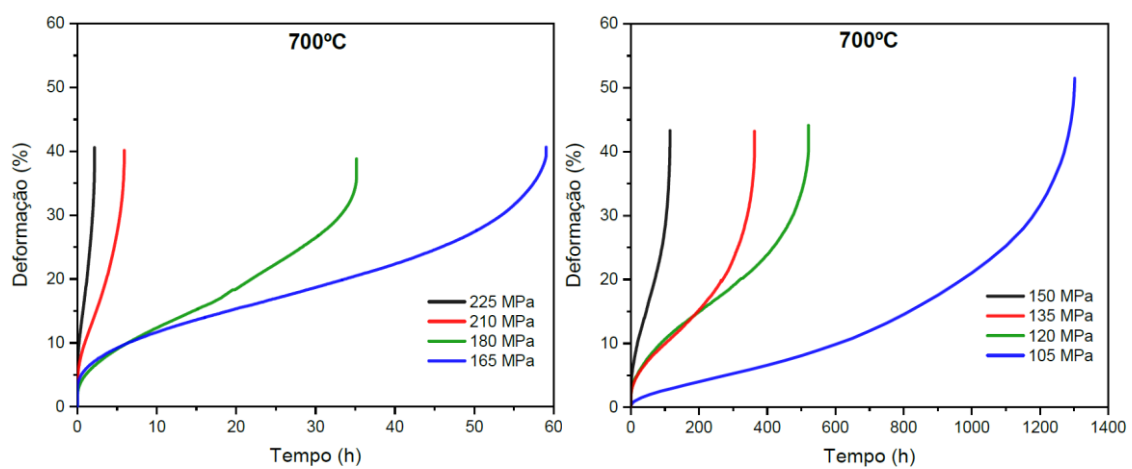


Figura 4.11 – Curvas de fluência obtidas nos ensaios a 700°C.

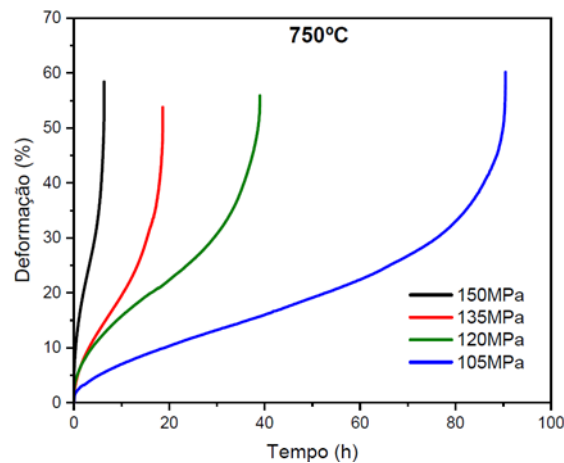


Figura 4.12 – Curvas de fluência obtidas nos ensaios a 750°C.

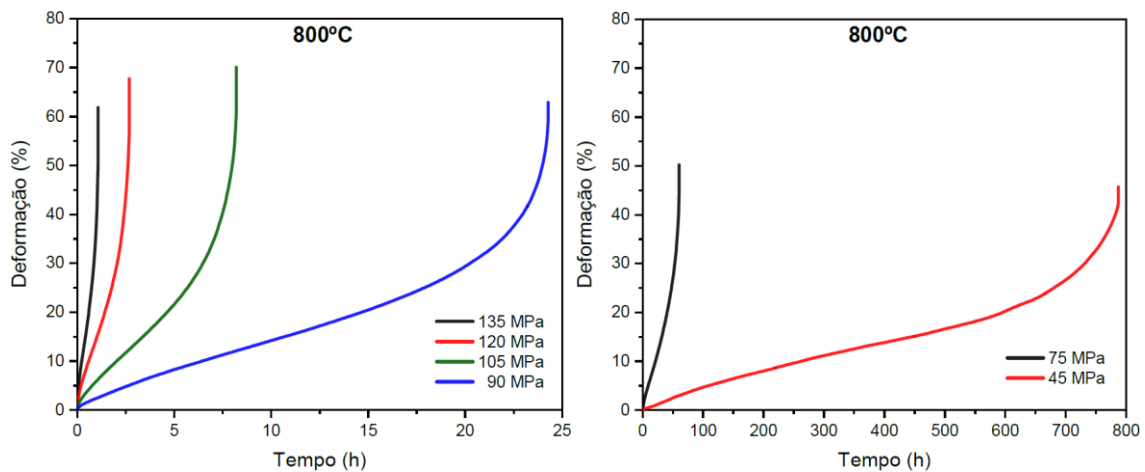


Figura 4.13 – Curvas de fluência obtidas nos ensaios a 800°C.

Em todos os ensaios foi possível registrar a deformação do CP em função do tempo e assim construir as curvas. Foi observado, como regra geral, que quanto maior a temperatura do ensaio maior foi o alongamento na ruptura, com exceção dos dois ensaios mais longos a 800°C; estes, apresentaram precipitação de Cr_2N (Tópico 4.5.2), o que pode levar a uma significativa redução da ductilidade.

Com o aumento progressivo da tensão (para uma mesma faixa de temperatura), obteve-se deformações instantâneas (ϵ_0) progressivamente maiores, pois o aumento da tensão contribuiu com maiores níveis iniciais de ϵ_0 (elástica e/ou plástica). Apesar de a deformação instantânea não ser realmente fluência, conforme DIETER, G. E. [42] ela é importante pois pode constituir uma

fração considerável da deformação total permitida, por exemplo, em componentes de máquinas.

Também se obteve ensaios progressivamente mais curtos com o aumento progressivo da tensão (para uma mesma faixa de temperatura), conforme esperado e discutido anteriormente no capítulo 2.

A taxa mínima de fluência ($\dot{\epsilon}_{\min}$) foi calculada tomando a inclinação da região aproximadamente linear do estágio secundário, conforme exemplificado na Figura 4.14 (a) (busca-se sempre obter um valor médio da taxa de fluência no estágio secundário). O registro de temperatura foi realizado em todos os ensaios, com o objetivo de controlar rigorosamente a temperatura no decorrer dos testes, pois uma diferença de “apenas” 20°C nos ensaios pode alterar a taxa de fluência em até 2 vezes [49], o que afetaria profundamente os reais resultados das análises. Para a condição dos ensaios realizados neste estudo, buscou-se uma variação dentro do limite de aproximadamente $\pm 2^\circ\text{C}$, valor este recomendado pela norma ASTM E139 [68]. Um exemplo do registro e controle da temperatura no decorrer do ensaio é apresentado na Figura 4.14 (b).

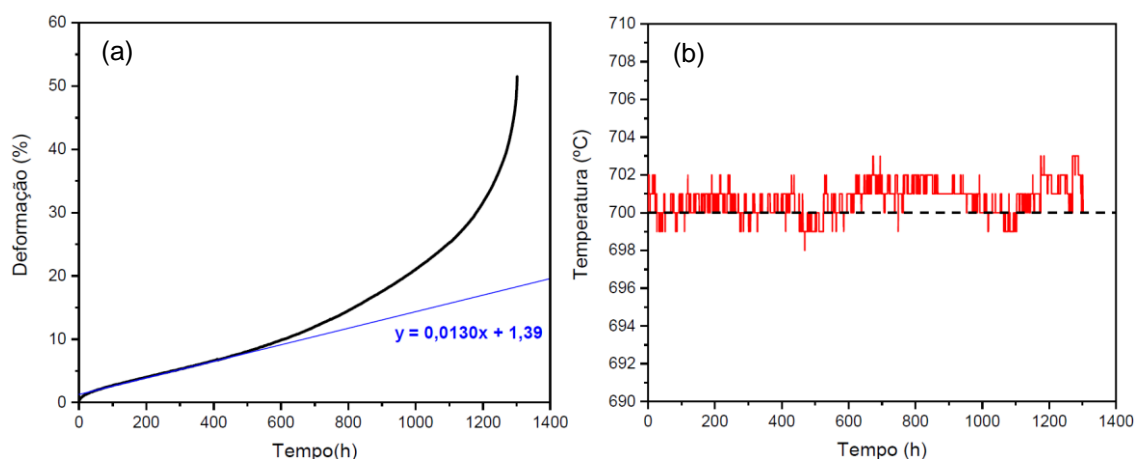


Figura 4.14 – Cálculo da taxa mínima de fluência (a). Registro de controle de temperatura para o ensaio a 700°C (b).

A Figura 4.15 apresenta a variação da resistência à ruptura por fluência do material em função do tempo de ruptura (t_R) para cada nível de temperatura.

Observou-se que a queda na resistência foi ligeiramente mais acentuada quanto maior a temperatura.

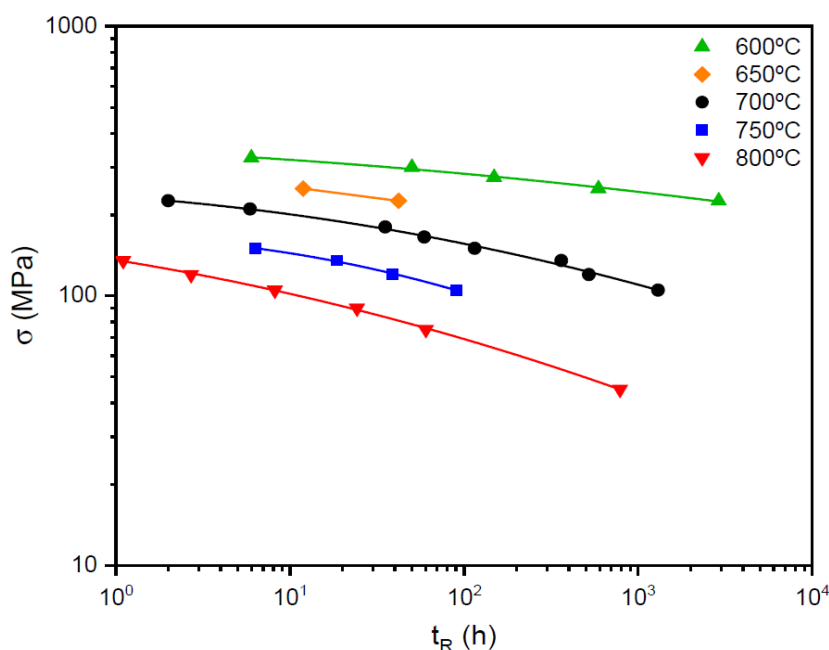


Figura 4.15 – Queda da resistência em função do tempo de ruptura.

Foi realizado um estudo comparativo com alguns AIA's tradicionais, devido à ausência de dados de fluência na literatura para este material. A Figura 4.16 apresenta um comparativo da variação da tensão em função do tempo de ruptura para estudos reportados na literatura e realizados a 600°C, 700°C e 800°C sob carga constante. A comparação não levou em conta diferenças entre os materiais, como tamanho médio de grão, processos metalúrgicos e outras variáveis que podem influenciar nas propriedades de fluência de um mesmo material.

De forma geral, o AISI 201LN apresentou um comportamento de resistência a fluência ligeiramente inferior ao AISI 316LN. Já o comportamento de resistência a fluência foi muito próximo ao AISI 304 e SUS 304H. Considerando o erro e dispersão dos dados (intrínsecos em estudos de fluência) pode-se observar que as propriedades de fluência obtidas para o AISI 201LN foram muito próximas às observadas nos estudos citados.

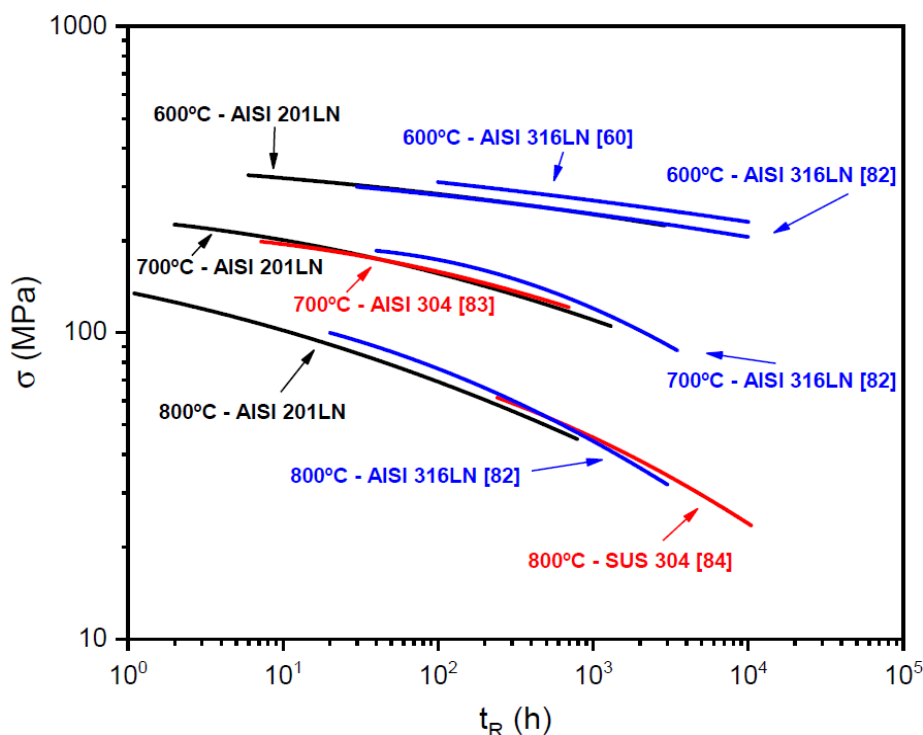


Figura 4.16 - Comparativo da queda da resistência em função do tempo nas temperaturas de 600°C, 700°C e 800°C para o AISI201LN, AISI 316LN [60, 82], AISI 304 [83] e SUS 304H [84].

A Figura 4.17 apresenta valores em escala logarítmica da $\dot{\epsilon}_{\min}$ em função da tensão normalizada pelo módulo de cisalhamento (Relação de Norton). Observou-se uma correlação aproximadamente linear dos dados e nas condições de iso-temperatura plotadas, o material apresentou valores distintos. De modo geral, o expoente n reduziu com o aumento da temperatura e aumentou com maiores níveis de tensões. Entretanto, nas linhas correspondentes a 700°C, 750°C e 800°C houve uma tendência de mudança da inclinação, aumentando o valor de n em níveis de tensões mais altas. Em geral, o expoente n pode ser associado ao mecanismo de fluência predominante em determinado intervalo de condições de teste, sendo os principais: fluência por difusão, deslizamento e escalagem de discordâncias e escorregamento do contorno de grão.

Valores próximos de 1 estão associados ao mecanismo de deformação pelo transporte de átomos por difusão, um processo lento que é afetado pelo tamanho de grão e predomina em baixas tensões e altas temperaturas. Os mecanismos envolvendo deslizamento e escalagem termicamente ativada de

discordâncias são os principais processos de deformação em altas temperaturas. Em metais puros e ligas simples com adição de elementos em solução sólida, o valor de n geralmente fica entre 4 e 6, entretanto, em ligas complexas estes valores podem ser muito maiores, culminando com a quebra da lei potencial em níveis de tensões elevadas.

No caso presente, ao reduzir progressivamente a temperatura dos ensaios, os níveis de tensão requeridos para ativar os mecanismos de fluência foram progressivamente crescentes, o que resultou em mecanismos de deformação por fluência complexos; tal fato elevou bastante os valores do expoente n e a lei potencial da fluência, em alguns casos, não pôde ser aplicada a todo o intervalo de resultados, como mostram a Figura 4.17 e Tabela 4.3. Casos semelhantes já foram observados na área de fluência para vários materiais metálicos [83, 85-87]. Valores de n superiores a 5, indicam mecanismos de deformação complexos, como interação de discordâncias com fases dispersas ou precipitadas, subestruturas de discordâncias ou formação de emaranhados de discordâncias [45]. Pode-se também afirmar que não houve contribuição significativa do mecanismo de fluência difusional, pois este mecanismo é observado para valores do expoente n próximo a 1.

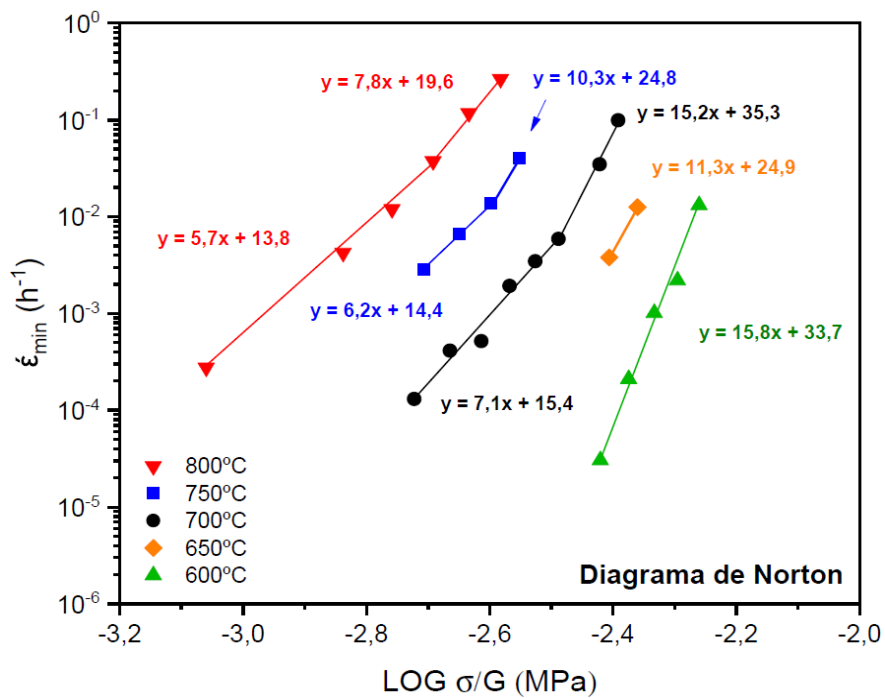


Figura 4.17 - Variação da taxa mínima de fluência com a tensão normalizada, segundo a relação de Norton.

Tabela 4.3 - Parâmetros da Equação de Norton obtidos em diferentes temperaturas.

T (°C)	n	A'
800	5,7	$6,41 \times 10^{13}$
	7,8	$4,00 \times 10^{19}$
750	6,2	$2,28 \times 10^{14}$
	10,3	$7,10 \times 10^{24}$
700	7,1	$2,83 \times 10^{15}$
	15,2	$2,17 \times 10^{35}$
650	11,3	$7,60 \times 10^{24}$
600	15,8	$5,25 \times 10^{33}$

A energia de ativação aparente para fluência (Q_f) foi obtida através do diagrama de Arrhenius (Figura 4.18). Foram construídas 6 linhas iso-tensão, o que permitiu calcular a energia: $Q_f = 524\text{kJ/mol}$.

Este valor obtido está de acordo com o observado na literatura para os AIA's [60, 88]. Valores maiores ou menores podem ser encontrados para um mesmo material, pois a temperatura de ensaio exerce grande influência nos resultados (devido a alterações microestruturais) [42, 88]. MONTEIRO, S. V. et al [89] obtiveram Q_f distintas, para o AISI 316: abaixo de 700°C , $Q_f = 505\text{kJ/mol}$ e acima de 700°C , $Q_f = 377\text{kJ/mol}$. Já MATHEW, M. D. et al [60], avaliaram a influência do C e N e obtiveram a 600°C , $Q_f = 585\text{kJ/mol}$ para o 316LN e $Q_f = 475\text{kJ/mol}$ para o 316.

O valor encontrado na literatura para a energia de autodifusão do Fe na austenita é de aproximadamente 280kJ/mol [90] e o obtido no presente estudo está muito acima. No caso de fluência em ligas metálicas complexas (AIA's, por exemplo), os valores de Q_f podem ser bem maiores que os valores de energia da autodifusão do metal base da liga, chegando a atingir valores 2 a 3 vezes maiores [86, 87].

Estas ligas complexas apresentam grande acúmulo de tensão durante o processo de fluência e requerem maiores energias para ativar os mecanismos de deformação. Neste material – AISI 201LN, a presença da ferrita δ (segunda fase), o elevado teor de N (solução sólida) e a precipitação de finos carbonetos e nitretos, atuaram como barreiras e mecanismos de aumento de resistência e dessa forma dificultaram a movimentação das discordâncias (observado pelos elevados valores do expoente n de Norton, Figura 4.17) e o escorregamento de grão (finos precipitados nos contornos atuam como resistência a movimentação dos grãos). Dessa forma, foi requerida elevada energia para a ativação dos mecanismos de deformação nas condições estudadas.

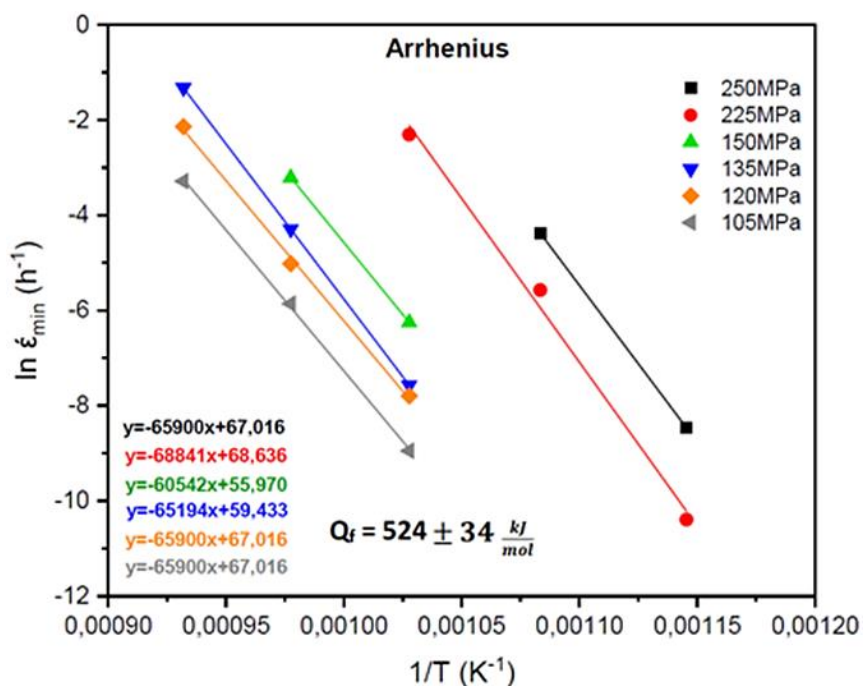


Figura 4.18 – Diagrama de Arrhenius.

O parâmetro de Zener-Hollomon (Z) $Z = \dot{\epsilon}_{min} \cdot \exp(Q_f/R.T)$ [91] é um fator importante no modelamento matemático dos fenômenos relacionados com a deformação a quente. Ele é denominado como taxa de deformação compensada pela temperatura, pois analisa o efeito combinado da taxa de deformação com a temperatura.

A Figura 4.19 indica a possibilidade de parametrização dos dados do diagrama de Norton segundo uma única curva de referência, com um único valor de energia de ativação Q_f . A inclinação da curva equivale ao valor do expoente n da relação de Norton, correspondente as condições empregadas nos ensaios [92]. Observa-se três comportamentos distintos nos intervalos de tensões (baixas, intermediárias e altas). Pode-se inferir que diferentes mecanismos de deformação predominaram dentro do intervalo de condições dos ensaios empregados.

Nas duas primeiras regiões, sugere-se que o processo de fluência foi controlado por escalagem de discordâncias em altas e médias temperaturas, com n variando de ~ 5 a ~ 8 . A região onde $n \sim 5$, corresponde aos ensaios realizados nas mais altas temperaturas (e baixas tensões), onde predominaram

os mecanismos de recuperação, como a escalagem de discordâncias. A escalagem de discordâncias ocorre pela difusão de vacâncias, que pode ser através da rede cristalina (para $T > 0,5T_f$) ou ao longo das discordâncias (para temperaturas mais baixas), aumentando assim o expoente da tensão n para ~ 7 , como mostra o segundo intervalo da Figura 4.19.

Em níveis de tensão suficientemente altas para ativar os mecanismos de deslizamento de discordâncias, pode-se esperar valores elevados de n ou a quebra da lei potencial de fluência. Estas hipóteses, aqui simplificadas, foram descritas por Langdon [93], referindo-se a metais puros e ligas de solução simples. Para ligas de engenharia, valores de n entre 1 (baixas tensões) e 14 (altas tensões) são comumente encontrados na literatura, e muitos autores identificaram pontos de transição na lei potencial (com valores distintos de n), associando-os à mudança dos mecanismos de deformação predominante em intervalos distintos da tensão/temperatura de ensaio [94]. VISWANATHAN, R. [95], por exemplo, verificou que em um aço 1,25Cr-0,5Mo a transição do comportamento em baixas tensões ($n = 4$) para os de altas tensões ($n = 10$) coincidia com uma mudança no modo de fratura, de intergranular para transgranular. No presente caso, foi possível identificar 3 regiões distintas na curva da Figura 4.19, no qual foram determinados os parâmetros da equação geral da fluência correspondentes, conforme apresentado na Tabela 4.4.

No caso de ligas complexas, a taxa de fluência resultante pode envolver relações complexas envolvendo efeitos de precipitação, coalescimento de partículas, transformação de fase ou acúmulo de dano, de modo que os mecanismos controladores propostos para materiais mais simples não se aplicam diretamente. Alguns autores sugerem que o valor de n varia continuamente com a tensão e a temperatura e que a deformação ocorre sob o efeito de uma tensão efetiva, dada pela diferença entre a tensão aplicada e uma tensão interna, ou tensão de fricção, que depende do estado microestrutural e da subestrutura de deformação durante a fluência [59].

Independente das incertezas quanto às causas que levam a variações de n e Q_f , a equação geral de fluência (Equação 2.2) tem sido empregada de forma simplificada na determinação de valores discretos de n e Q_f . Como as variações

de n e Q_f estão geralmente inter-relacionadas e são auto compensatórias, não há grandes discrepâncias na determinação desses valores na prática industrial [94].

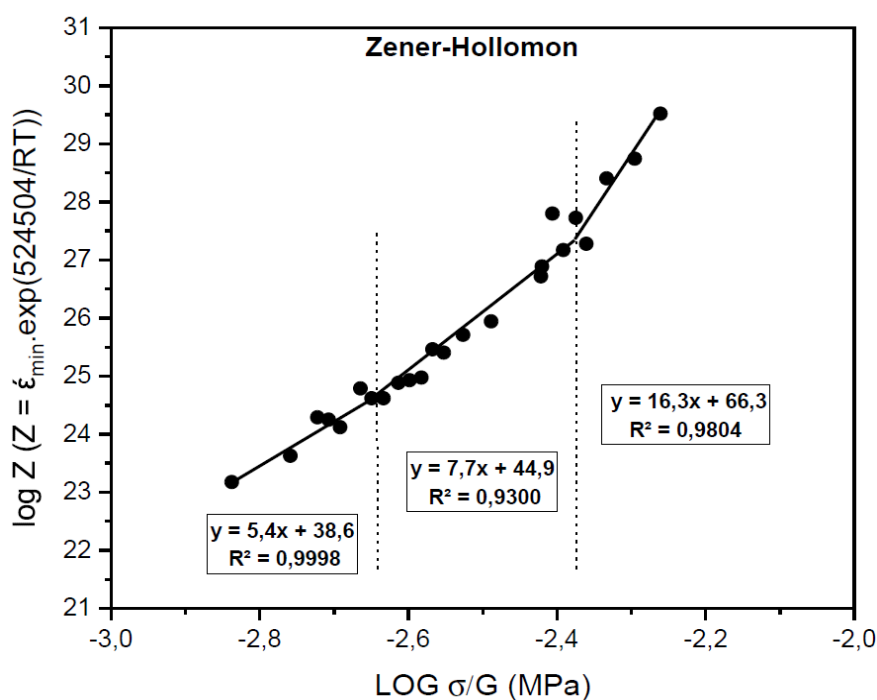


Figura 4.19 – Diagrama de Zener-Hollomon.

Tabela 4.4 - Parâmetros obtidos e Equação Geral de Fluência para as respectivas condições.

n	A	σ (MPa)	T (°C)	Equação Geral
5,4	$3,7 \times 10^{38}$	$\sigma < 105$	800	$\dot{\epsilon} = 3,7_x 10^{38,6} \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^{5,4} \cdot \exp\left(\frac{524504}{RT}\right)$
7,7	$9,6 \times 10^{44}$	$105 < \sigma < 210$	700 ~ 800	$\dot{\epsilon} = 9,6_x 10^{44,9} \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^{7,7} \cdot \exp\left(\frac{524504}{RT}\right)$
16,3	$2,0 \times 10^{66}$	$\sigma > 210$	600 ~ 700	$\dot{\epsilon} = 2,0_x 10^{66,3} \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^{16,3} \cdot \exp\left(\frac{524504}{RT}\right)$

A Figura 4.20 apresenta em escala logarítmica os dados obtidos da $\dot{\epsilon}_{\min}$ em função do t_R . Os dados se ajustaram muito bem a relação de M-G; o valor da constante K obtida foi igual a 0,26 e o valor do expoente m obtido foi igual a 1,07.

A relação de M-G se torna válida quando o deslizamento dos contornos de grãos não tem uma contribuição significativa na deformação total, sendo a

taxa de deformação controlada pela matriz. A validade do modelo de M-G estabelece uma relação direta entre a taxa de deformação do estado estacionário e o tempo total até a ruptura, independentemente das diferentes combinações de tensão e temperatura de teste que possam resultar em determinada taxa [96]. No caso presente, todos os dados se ajustaram bem à relação de M-G, o que indica que, no intervalo de condições estudadas, os mecanismos de deformação predominantes no estágio secundário foram determinantes no tempo de ruptura.

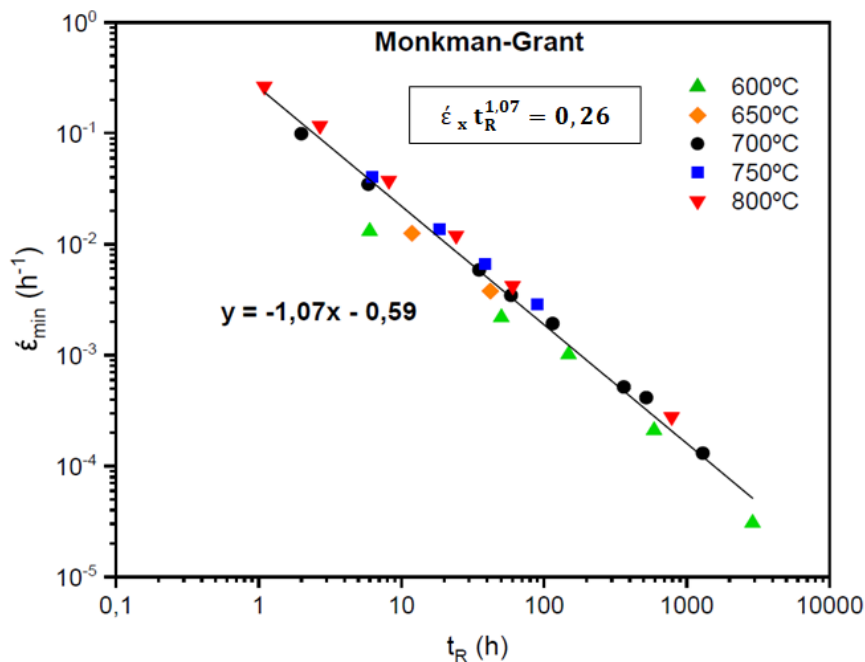


Figura 4.20 – Variação da taxa mínima de fluência com o tempo de ruptura.

Em última análise, a busca pelo desenvolvimento de equações constitutivas capazes de descrever o comportamento de fluência, numa ampla faixa de tensão e temperatura, tem como objetivo a parametrização da resposta mecânica obtida em teste de curta / média duração visando sua extrapolação para condições reais de serviço. Diversas são as técnicas que podem ser utilizadas na parametrização e extrapolação de dados de fluência. Dentre elas, a mais difundida, inclusive indicada pela norma ASTM E139, é a de Larson-Miller. Conforme observado na Figura 4.21, os dados se comportaram de modo

muito satisfatório e obedeceram a parametrização. A constante (C) obtida para o AISI 201LN foi igual a 22,5, conforme metodologia apresentada anteriormente na Figura 2.19. KIM W. G.; YOON S. N.; RYU W. S. [82] obtiveram a constante $C = 23$ para o AISI 316LN. Eles chegaram neste valor após utilizar grande quantidade de dados disponíveis na literatura para este material (345 pontos), na faixa de temperatura de 500°C a 800°C e o teor de N na faixa de 0,06 a 0,15%.

Uma extrapolação segura das curvas só pode ser realizada se houver certeza da inexistência de mudanças estruturais no material sob longos tempos de exposição. Dessa forma, apesar do resultado satisfatório, recomenda-se a realização de ensaios mais longos que os realizados no presente trabalho para extrapolações mais seguras [42, 68].

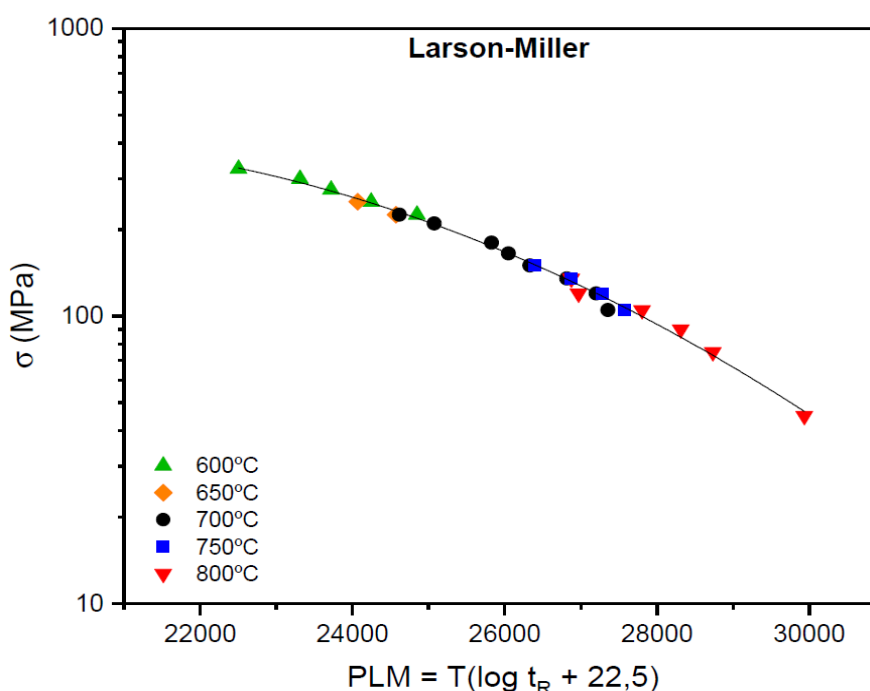


Figura 4.21 - Curva paramétrica de Larson Miller. $C = 22,5$.

O deslizamento cruzado é um mecanismo importante para que as discordâncias possam superar obstáculos. Dessa forma, os metais com baixa EFE possuem maior resistência à fluência, porque torna-se difícil a recombinação das parciais necessária ao deslizamento cruzado. Além disso, a adição de elementos liga, formadores de solução sólida, constitui a maneira mais

efetiva de aumentar a resistência à fluência pois alguns deles podem produzir uma grande diminuição da EFE [42].

A influência da adição de N nos valores da EFE e no comportamento mecânico a quente já foi objeto de estudo em diferentes séries de AIA's, no qual foi observado redução da EFE com adições de N [97, 98]. ZACKAY, V. F. et al [99, 100], citado em [101], estudaram a influência de diferentes teores de N (elevados teores, que chegavam até 0,75%) em AIA's Cr-Ni-Mn e obtiveram propriedades de tração a quente e fluência superiores aos AIA's da série 300.

GOODELL P. D.; CULLEN T. M.; FREEMAN J. W. [102] avaliaram a influência dos elementos N, C e outros elementos na resistência à fluência a 649°C em AIA's 304. Dentre os elementos analisados, o N e C foram os mais efetivos em melhorar as propriedades de resistência a fluência nas condições estudadas. Teores crescentes de C até um máximo de 0,1% aumentaram a resistência, enquanto que de 0,1% a 0,14% não houve melhora. O aumento na resistência foi mais pronunciado com o aumento dos teores de N (0,01% a 0,22%) e assim os autores obtiveram uma relação empírica do efeito endurecedor destes dois elementos: $(\%C) + 1,25x (\%N)$.

MATHEW, M. D. et al (1991) [60] avaliaram a influência dos elementos N e C em dois AIA's: 316 e 316LN. Ambos materiais apresentavam os elementos principais muito próximos, com exceção do N e C. O tamanho médio de grão também era muito semelhante e dessa forma foi possível observar a influência exclusivamente dos dois elementos. Os ensaios foram realizados a 600°C, na faixa de tensão de 215 – 335MPa, sob carga constante. O AIA 316LN apresentou maiores tempo de ruptura, menores taxa mínima de fluência e maiores deformações na ruptura em todas as condições de ensaio. A melhora nas propriedades de fluência do 316LN foi atribuída a dois fatores combinados, causados diretamente pelos dois elementos estudados; a precipitação intergranular e intragranular de finos carbonetos e o endurecimento por solução sólida causada pelo N. A precipitação intergranular de finos carbonetos dificulta/reduz o mecanismo de escorregamento dos contornos de grão e a intragranular dificulta/reduz a escalagem e escorregamento das discordâncias.

MATSUO, T. et al [103], citado em [104], estudaram o efeito do endurecimento por solução sólida do N na resistência à fluência do aço 25Cr-28Ni com diferentes teores de C (0,008%, 0,03% e 0,07%), na faixa de temperatura de 700°C a 1000°C. Eles observaram que no aço com menor teor de C, o aumento no teor de N resultou na queda da taxa mínima de fluência (Figura 4.22) e conseqüentemente maior tempo de ruptura. Nos aços com 0,03%C e 0,07%C, apesar da precipitação de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$, o aumento do teor de N também reduziu a taxa mínima de fluência. Eles concluíram que o efeito de endurecimento por solução sólida do N foi determinante para a melhora na resistência a fluência e o teor de C, no material estudado, não foi um fator determinante.

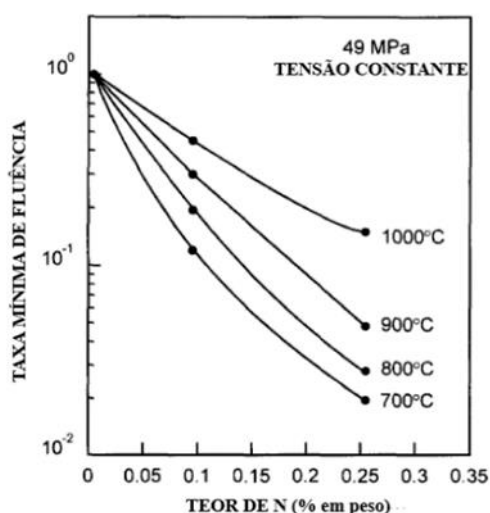


Figura 4.22 – Taxa mínima de fluência em função do teor de N para o AIA 25Cr 28Ni. Adaptado de [104].

SOLBERG J. K. [105] estudou a influência dos elementos C e N, sob fluência a 700°C, 800°C e 900°C, para duas ligas com diferentes teores destes elementos: AISI 316 e AISI 316LN. Na menor temperatura estudada, 700°C, o AISI316LN apresentou melhores resultados (maior tempo de ruptura), devido ao efeito endurecedor causado pelo N. A diferença nos resultados obtidos diminuiu a 800°C, e a 900°C foi observado uma mudança de comportamento: o tempo de ruptura foi menor para o AISI 316LN. Nos ensaios a 700°C e 800°C foram observados grosseiros carbonetos nos contornos de grão do AISI 316, onde

atuaram como concentradores de tensão e aceleraram a fratura intergranular. Já os carbonetos observados na outra liga eram mais finos e em menor quantidade, devido ao controlado (baixo) teor de C. Já sob a temperatura mais elevada, 900°C, o poder de endurecimento por solução sólida do N foi afetado, e o tempo de ruptura do AISI316LN, nesta condição, foi menor. Tal comportamento foi atribuído ao aumento da mobilidade de solutos (como o N) e a formação de grosseiros carbonitretos, que removeram N da solução sólida.

Portanto, diferentemente aos AIA's estabilizados com Mn, onde a perda de resistência em altas temperaturas é associada à instabilidade microestrutural [36, 106-108], neste material – AISI 201LN, além da baixa EFE, o considerável teor de N contribuiu para a maior estabilidade e manutenção da resistência em tempos prolongados de exposição, obtendo assim propriedades de fluência (e tração a quente) comparáveis com alguns AIA's tradicionais em temperaturas relativamente elevadas.

4.5 Análise Microestrutural Após os Ensaio

4.5.1 Análise Microestrutural Após os Ensaio de Tração

A Figura 4.23 apresenta o espectro de difração de raios X obtido após um ensaio realizado a temperatura ambiente, da região da parte útil do CP. Conforme observado, há a presença de picos referentes à martensita α' , assim como a redução da intensidade dos picos referentes à austenita, devido a transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$, induzida pela deformação (efeito TRIP). Importante ressaltar que além da presença da fase α' , há uma pequena contribuição do teor residual da fase ferrita δ .

A Figura 4.24 apresenta a MO do CP após o ensaio de tração e tem o objetivo de correlacionar com o resultado obtido no DRX. A região observada é

a da parte útil, local onde ocorreu severa deformação. Conforme observado, a microestrutura é de característica majoritariamente martensítica.

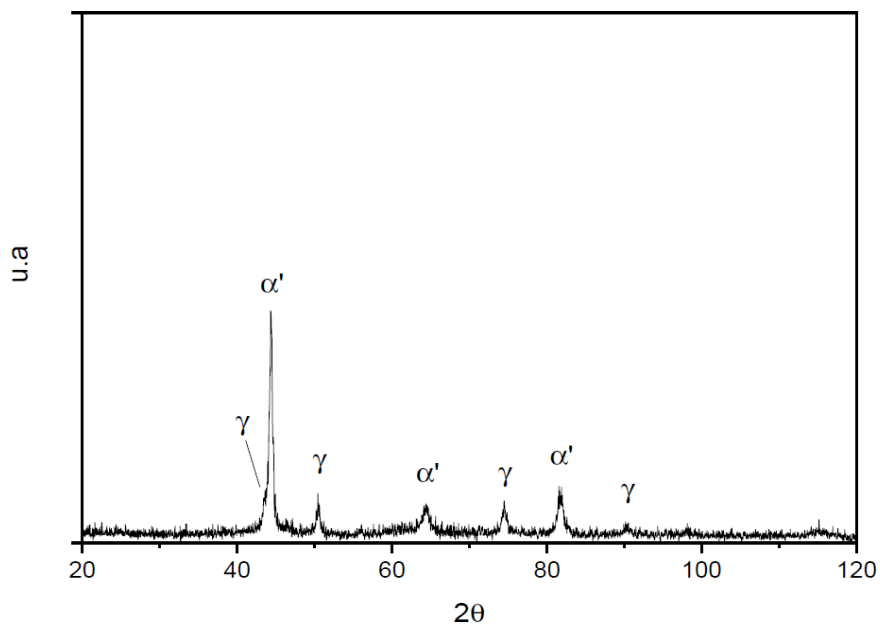


Figura 4.23 – Espectro de difração de raios X após ensaio de tração em temperatura ambiente.

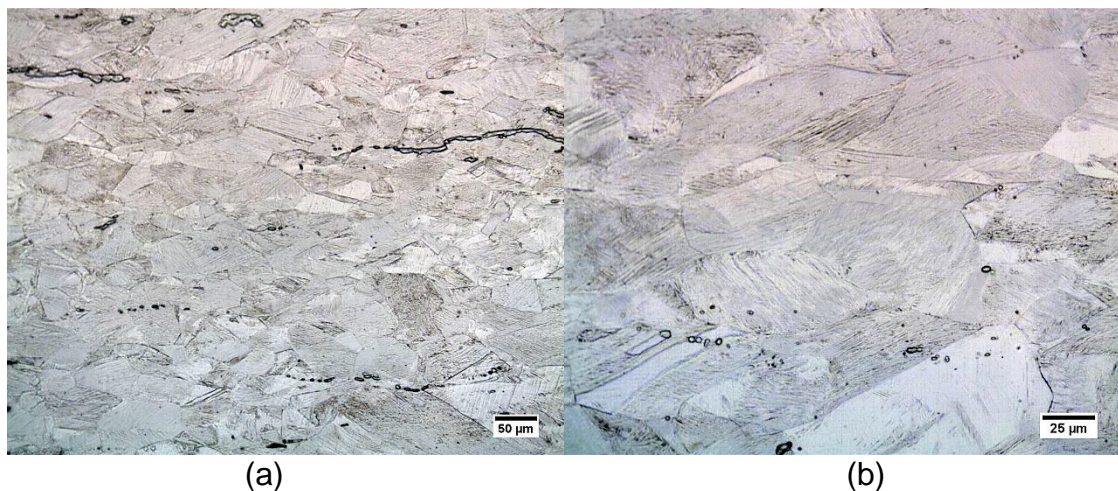


Figura 4.24 – MO após os ensaios de tração a temperatura ambiente. 200x (a), 500x (b). Corte longitudinal do CP.

A Figura 4.25 apresenta MO das secções longitudinais da região de fratura dos CP's, após os ensaios de tração a 600°C e 800°C. Aparentemente a fratura ocorreu preferencialmente ao longo dos contornos de grão nas duas

temperaturas, sendo que a 800°C (b) os grãos aparentaram estar muito mais alongados, com a presença de trincas e vazios entre eles, o que é característico de deterioração da microestrutura devido aos efeitos da elevada temperatura. Esta diferença na magnitude do alongamento dos grãos, refletiu-se nos valores obtidos da deformação na ruptura, conforme observado anteriormente no tópico 4.3.

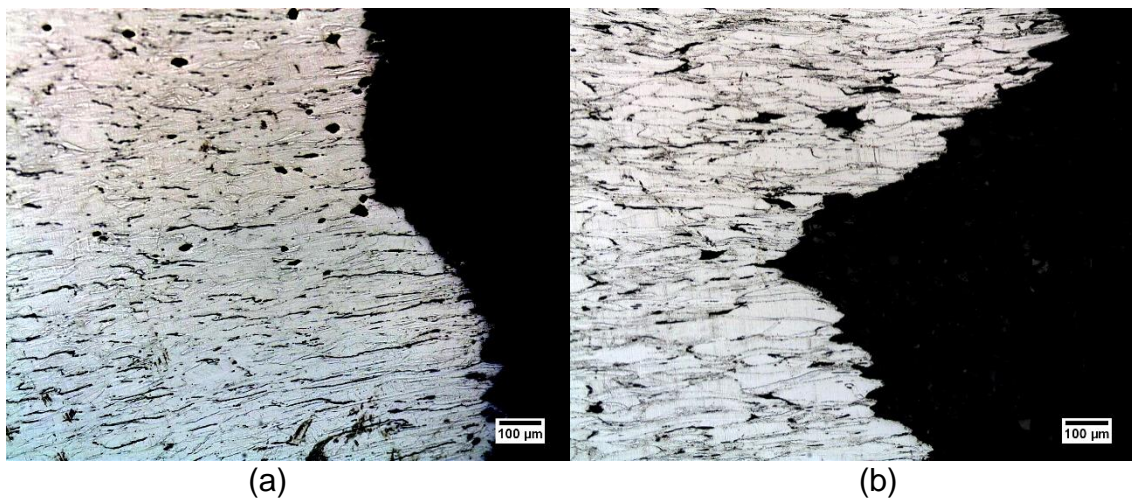


Figura 4.25 - MO após os ensaios de tração a 600°C (a) e 800°C (b).

4.5.2 Análise Microestrutural após os Ensaios de Ruptura por Fluência

A Figura 4.26 apresenta um registro de três diferentes CP's. A imagem tem o objetivo de apresentar o aspecto visual dos mesmos após ensaios em três diferentes temperaturas. São também apresentadas as respectivas condições dos ensaios, o tempo de ruptura e o comprimento final obtido para cada CP.

É importante ressaltar que a medição do comprimento útil inicial e final foram realizados em um mesmo ponto. Este ponto foi inserido (suavemente) antes dos ensaios, com o auxílio de um punção afiado e localizado na transição do raio do CP / parte útil, conforme observado nas extremidades da legenda que indica o comprimento útil final. Este procedimento, além de não interferir nos

ensaios, tornou a medição mais precisa e confiável, pois é difícil diferenciar o início da parte útil e o fim do raio do CP após os ensaios, o que pode tornar o procedimento de medição impreciso. Foi observado que esta técnica funcionou muito bem, pois o último valor de deformação para cada curva, obtidos com o sistema de extensometria, correspondeu ao valor calculado do comprimento final, medido manualmente com o auxílio de um paquímetro.

Quanto maior a temperatura dos ensaios, maior foi o caráter dúctil de fratura, caracterizado pela intensa deformação final do CP e visível “pescoço” formado na região de fratura.



Figura 4.26 – Fotografia de três CP's após ensaios de ruptura por fluência.

A Figura 4.27 apresenta a MO da secção longitudinal da cabeça dos CP's, após os três ensaios de fluência mais longos, nas temperaturas de 600°C, 700°C e 800°C. A cabeça do CP é isenta de deformação durante os ensaios e dessa forma, é possível observar apenas a influência do tempo e da temperatura na microestrutura do material.

Foi observado nas temperaturas de 600°C e 700°C o fenômeno da sensitização; presença de precipitados ricos em Cr nos contornos de grão, muito comum quando os AIA's são submetidos nesta faixa de temperatura [11].

O controlado e baixo teor de C contribuiu para que os carbonetos não crescessem com o tempo de exposição. Carbonetos finos como os encontrados, melhoram a resistência a fluência pois dificultam o mecanismo de escorregamento dos contornos de grão. Quando o teor de C não é

suficientemente baixo, os carbonetos crescem com o tempo de exposição e tornam-se grosseiros. Diferentemente da presença de carbonetos finos nos contornos de grão, os grosseiros apresentam efeito oposto, pois atuam como concentradores de tensão, no qual vazios e trincas surgem mais facilmente nestas regiões [11]. Já a 800°C, no tempo de exposição apresentado, não foram observados precipitados nos contornos de grão.

Sob elevados tempos de exposição nas temperaturas indicadas, houve decomposição da ferrita δ , melhor evidenciada nas imagens com maiores ampliações, Figura 4.27 (b, d, f). Estudos já evidenciaram que ilhas de ferrita δ em AIA's atuam como sítios para formação da fase sigma, no qual é precedido pela precipitação de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ [11, 35, 109]. Esta transformação é dependente do tempo de exposição, temperatura e composição química. O início da transformação acontece na interface da fase austenita/ferrita δ com a precipitação de carbonetos geralmente do tipo $M_{23}C_6$, ricos em Cr, devido ao maior teor de Cr da fase ferrita δ e a elevada difusividade do Cr nesta fase (aproximadamente 100x mais rápido que na fase austenítica [110]). Em alguns casos, uma estrutura celular composta por precipitados do tipo $M_{23}C_6$ /nova austenita pode ser formada, pois o Cr difunde a partir da ferrita para os precipitados e a região vizinha fica empobrecida deste elemento, transformando-a em austenita. Com o prolongado período de exposição, estes precipitados enriquecem ainda mais com Cr (e outros elementos, por exemplo, Mo), e transformam-se na fase sigma. A formação da fase sigma nestes casos pode levar de poucas horas a milhares de horas, dependendo da composição química e temperatura, e uma representação esquemática é apresentada na Figura 4.28.

No AISI 201LN, foi observado através da Figura 4.29 uma morfologia bastante semelhante aos mecanismos citados da decomposição da ferrita δ . Precipitados escuros presentes na ferrita delta e próximos a interface com a fase austenítica, indicam a presença de carbonetos possivelmente do tipo $M_{23}C_6$. A Figura 4.29 apresenta um baixo teor de Cr no centro da ferrita δ (~10% em peso), o que pode indicar uma migração deste elemento para a interface com regiões mais escuras. A Figura 4.30 apresenta precipitados ricos em Cr na interface ferrita δ/γ .

Foi realizada análise de DRX para detecção dos carbonetos/possível fase sigma, porém a técnica não foi capaz de detectar os sinais devido a limitada sensibilidade do equipamento para obter sinais de pequenas frações de precipitados e/ou devido a radiação de Cu utilizada. Uma outra técnica em que os precipitados são extraídos da matriz, filtrados, lavados e secos e posteriormente analisados via DRX é a mais indicada neste caso, e será realizada em trabalhos futuros para publicações.

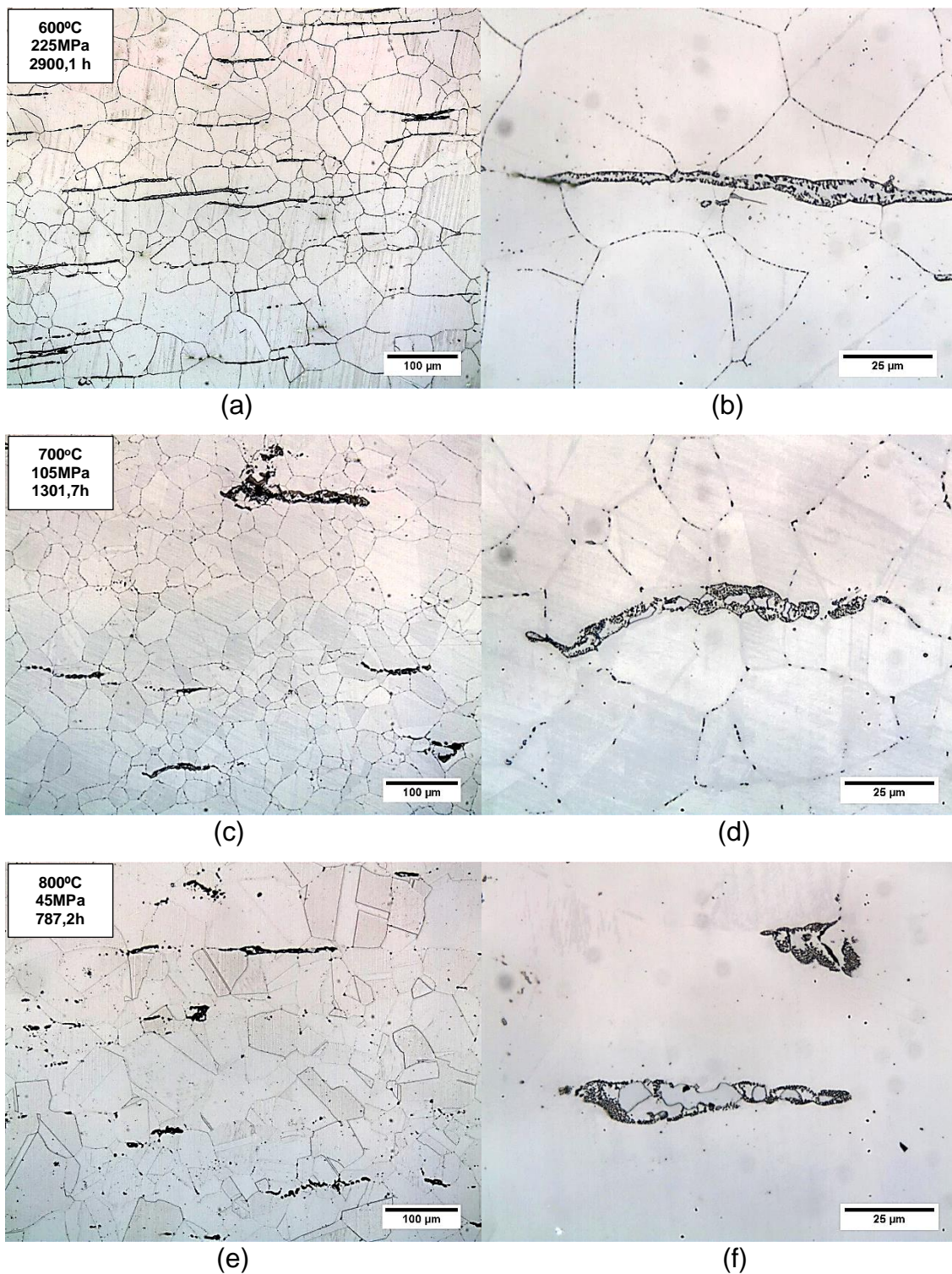


Figura 4.27 – Análise em MO dos três ensaios de fluência com maior tempo de ruptura dentre os realizados. $T = 600^{\circ}\text{C}$ e $t_{\text{ruptura}} = 2900,1\text{h}$ (a, b), $T = 700^{\circ}\text{C}$ e $t_{\text{ruptura}} = 1301,7\text{h}$ (c, d), $T = 800^{\circ}\text{C}$ e $t_{\text{ruptura}} = 787,2\text{h}$ (e, f). Aumento de 200x (a, c, e). Aumento de 1000x (b, d, f).

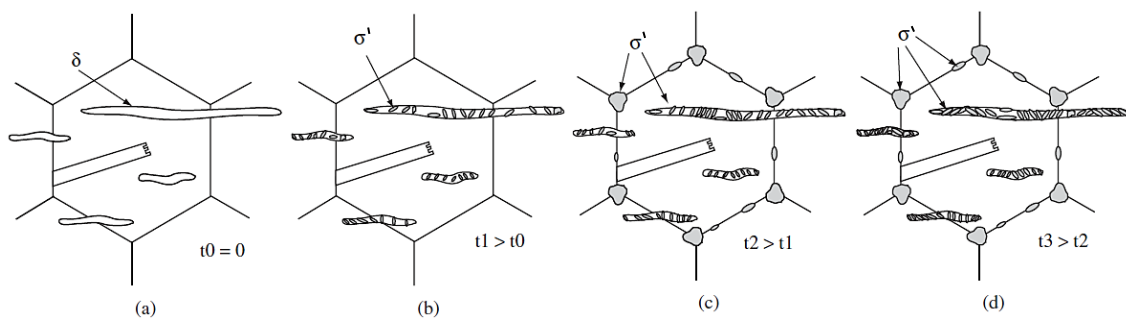


Figura 4.28 – Representação esquemática da formação da fase sigma no AIA 316LN a 550°C e 600°C [108].



Figura 4.29 – Análise de EDS por pontos indicou uma composição aproximada de ~10%Cr após 2900,1 horas a 600°C.

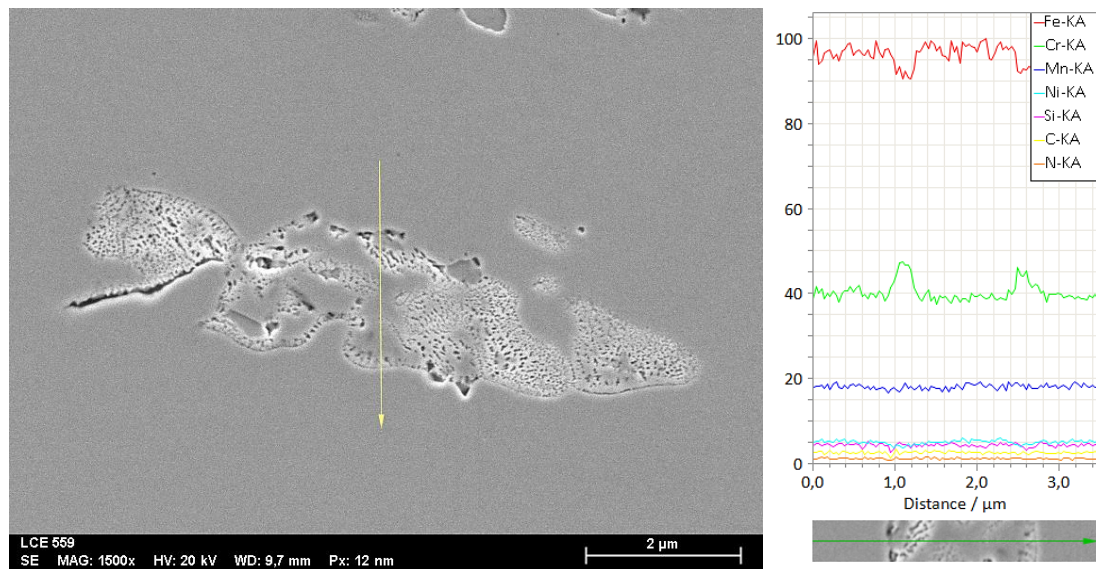


Figura 4.30 - Análise via EDS indicando precipitados ricos em Cr, após 787,2 horas a 800°C.

TSENG C. C. e colaboradores [109] estudaram a decomposição da fase ferrita δ residual em um AIA AISI 304L na faixa de temperatura de 600°C a 900°C. Inicialmente foi observada a formação de uma estrutura lamelar de carbonetos do tipo $M_{23}C_6/\gamma$ na interface das fases ferrita δ/γ , no qual os carbonetos formados eram bastante finos pois foram limitados pelo baixo teor de C. A decomposição ocorreu segundo a reação eutetóide: $\delta \leftrightarrow M_{23}C_6 + \gamma$. Posteriormente, o restante da ferrita δ transformou segundo a reação eutetóide: $\delta \leftrightarrow \text{sigma} + \gamma$. Também observaram que a taxa mais rápida de decomposição foi a 720°C.

A Figura 4.31 apresenta MO da região de fratura (pescoço) dos CP's após os ensaios de fluência. Na Figura 4.31 (a), que mostra o material submetido a 600°C (sob 325MPa) e resistiu por 6 horas, a microestrutura apresentou grãos intensamente alongados na direção da tensão. Conforme observado, o aumento progressivo do tempo de ruptura e a temperatura, intensificaram a deterioração da microestrutura e contribuíram para o surgimento de um número maior de trincas e vazios. Na Figura 4.31 (f), que mostra o material submetido a 800°C (sob 45MPa) e resistiu por 787,2 horas, a microestrutura apresentou intensa deterioração e com grande quantidade de vazios entre os grãos, devido ao efeito do tempo prolongado em condição extrema. De fato, a temperatura de 800°C é

muito elevada para este material [81], devido ao teor relativamente baixo de Cr (16 ~ 19% em peso) e Ni (3,5 ~ 6% em peso) para esta condição.

Conforme já observado, o longo tempo de exposição dos CP's em temperaturas elevadas causou significativa deterioração na microestrutura do material. A Figura 4.32 apresenta alguns detalhes relevantes observados na microestrutura. Em ambos os casos, 2900,1 horas a 600°C (a, b) e 787,2 horas a 800°C (c, d) houve intenso avanço de trincas para o interior da amostra, afetando a vida útil do material em fluência. Após o término do ensaio a 800°C, observou-se intenso desprendimento de camadas de óxido da superfície do CP (carepa), e a superfície apresentou uma microestrutura (c, d) diferente da matriz austenítica do material, com precipitados em formato de agulhas. Segundo LO, K.H. [1] quando AIA Cr-Ni-Mn-N é envelhecido na faixa de temperatura de 700°C a 1000°C, a austenita (γ) se transforma segundo a reação: $\gamma \rightarrow \gamma' + \text{Cr}_2\text{N}$, no qual γ' é a austenita lamelar formada dentro do grão e Cr_2N é o nitreto lamelar também formado dentro do grão. Microestrutura similar à encontrada para o AISI 201LN já foi observado em outros AIA's após ensaios de fluência, que também indicaram precipitados de Cr_2N [111, 112]. Análises complementares via EDS confirmaram a presença de precipitados ricos em Cr e N, no qual o percentual atômico encontrado quando realizada análise em pontos (Figura 4.33) sobre os precipitados apontaram para ~42at% de Cr e ~20at% de N.

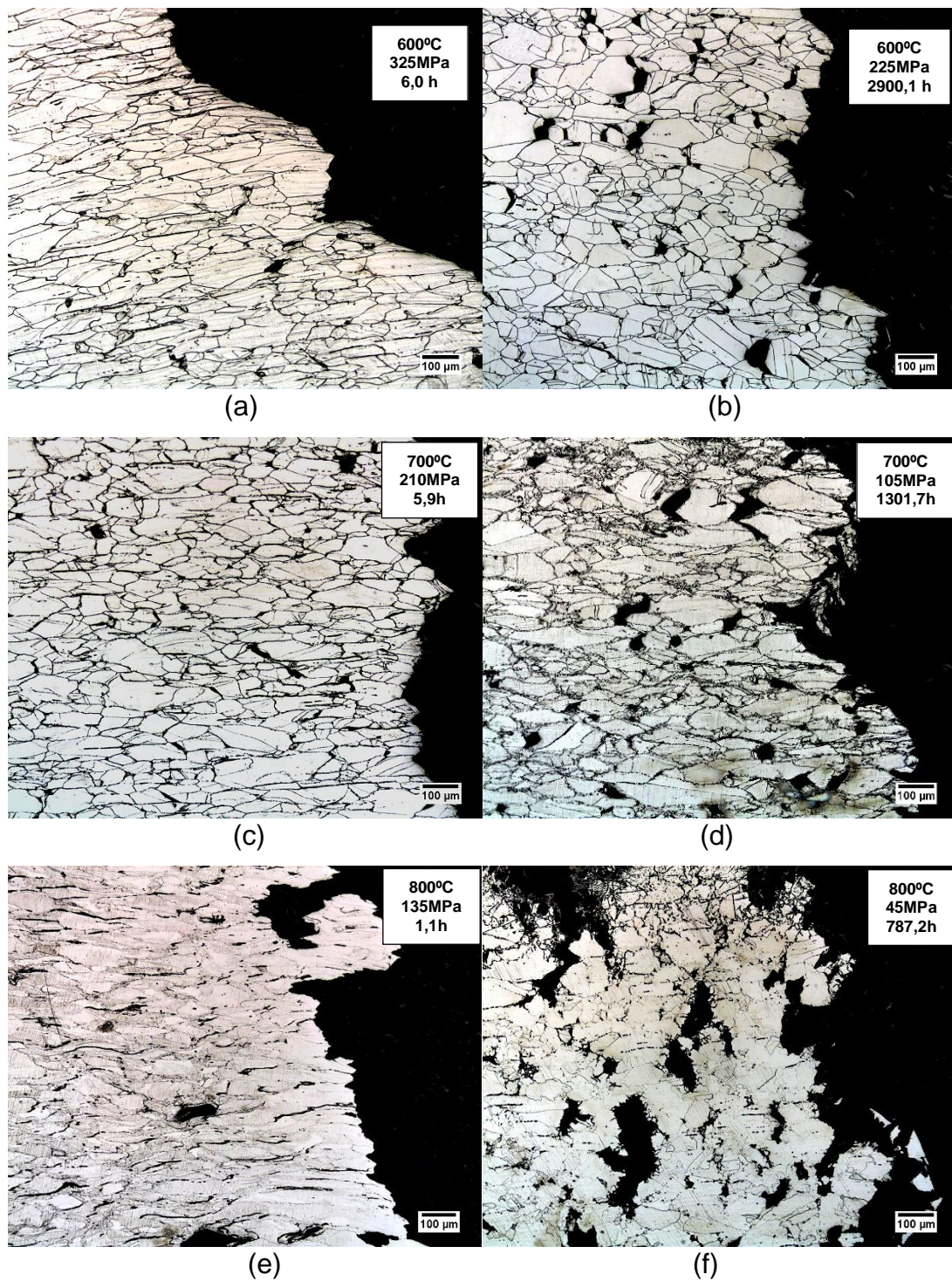


Figura 4.31 – Análise em MO das regiões de fratura: $T = 600^{\circ}\text{C}$ e $\sigma = 325\text{MPa}$ (a), $T = 600^{\circ}\text{C}$ e $\sigma = 225\text{MPa}$ (b), $T = 700^{\circ}\text{C}$ e $\sigma = 210\text{MPa}$ (c), $T = 700^{\circ}\text{C}$ e $\sigma = 105\text{MPa}$ (d), $T = 800^{\circ}\text{C}$ e $\sigma = 135\text{MPa}$ (e) e $T = 800^{\circ}\text{C}$ e $\sigma = 45\text{MPa}$ (f).

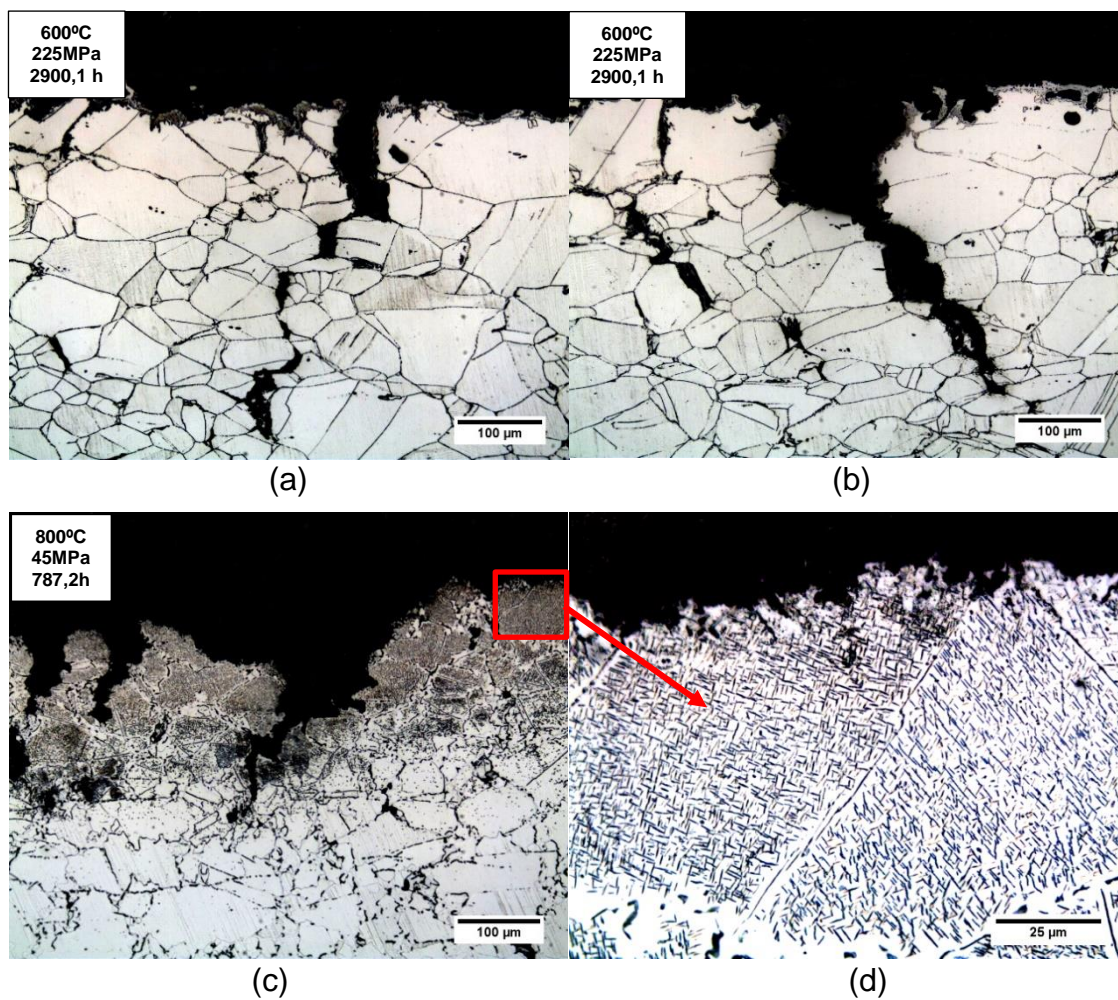


Figura 4.32 - MO de detalhes observados após ensaios de fluência. Considerável avanço de trincas internas após 2900,1 horas a 600°C (a, b) e alteração microestrutural na superfície do CP após 787,2 horas a 800°C (c, d). Cortes longitudinais dos CP's.

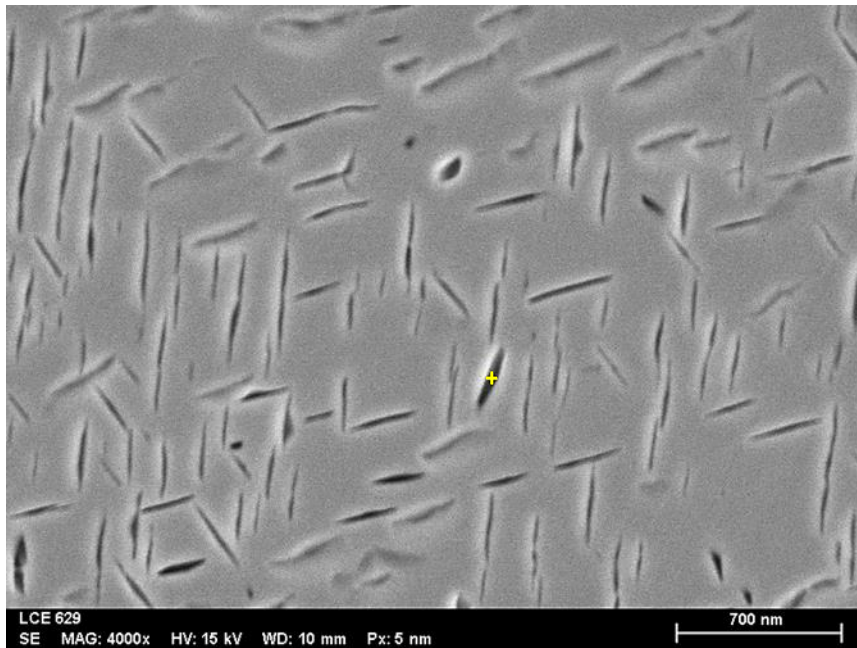


Figura 4.33 – Análise via EDS (em pontos) da composição química dos precipitados formados após 787,2 horas a 800°C, observados na Figura 4.32 (c, d).

Para fins de comparação, imagens da literatura mostrando a influência do teor de N na microestrutura final após ensaios de fluência no AISI 316LN são apresentadas na Figura 4.34, e a microestrutura resultante se assemelha bastante com a encontrada para o AISI 201LN. Neste estudo, MATHEW M. D., LAHA K., GANESAN V. [97] realizaram ensaios de fluência a 650°C sob vários níveis de tensão e com tempos de ruptura variados, chegando até 16000 horas. Concluíram que a resistência à fluência do material aumentou quase 10x quando o teor de N passa de 0,07% (a) para 0,22% (d) e que o dano interno e superficial da microestrutura foi reduzido progressivamente com os sucessivos aumentos nos teores de N.

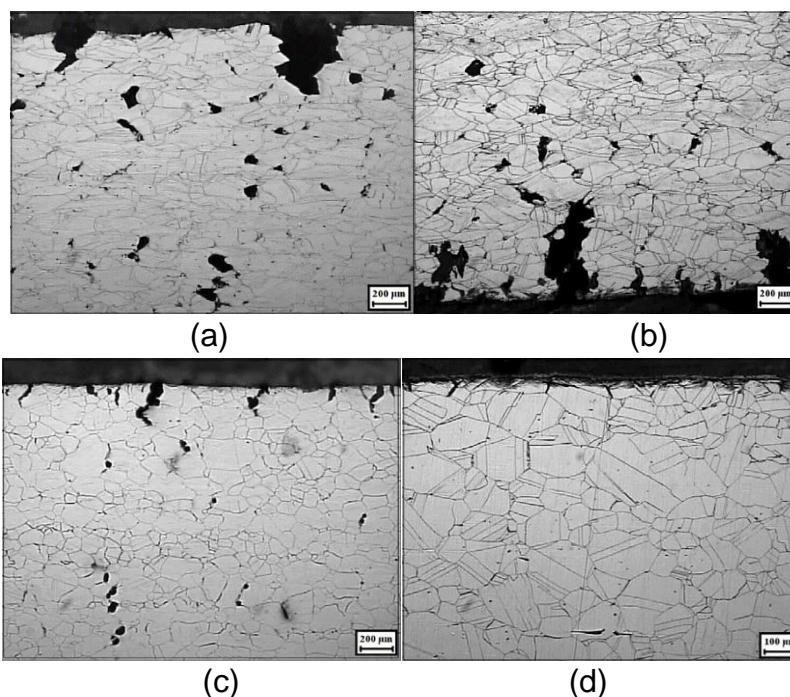


Figura 4.34 – Efeito do teor de N na microestrutura do AISI 316LN após ensaios de fluência a 650°C e 225MPa. Teores de N: 0,07% (a), 0,11% (b), 0,14% (c) e 0,22% (d) [97].

A Figura 4.35 apresenta imagens obtidas via MEV da superfície de fratura dos dois CP's testados a 600°C e em condições distintas, 225MPa (a, b) e 325MPa (c, d). Em ambos os casos se observou uma superfície de fratura mista, com certa predominância frágil, caracterizada principalmente pela fratura intergranular (*clivagem*). Comparado aos outros ensaios, esta é a menor temperatura de teste e apresenta tensões muito elevadas, o que contribui com este tipo característico de fratura. O ensaio a 225MPa (a, b), apresentou $\epsilon_R = 22,6\%$ enquanto que o ensaio a 325MPa (c, d), apresentou $\epsilon_R = 33,1\%$. O nível de deformação obtido na ruptura pode ser relacionado com as características de fratura observadas na Figura 4.35, pois é observado maior predominância frágil no CP com menor ϵ_R .

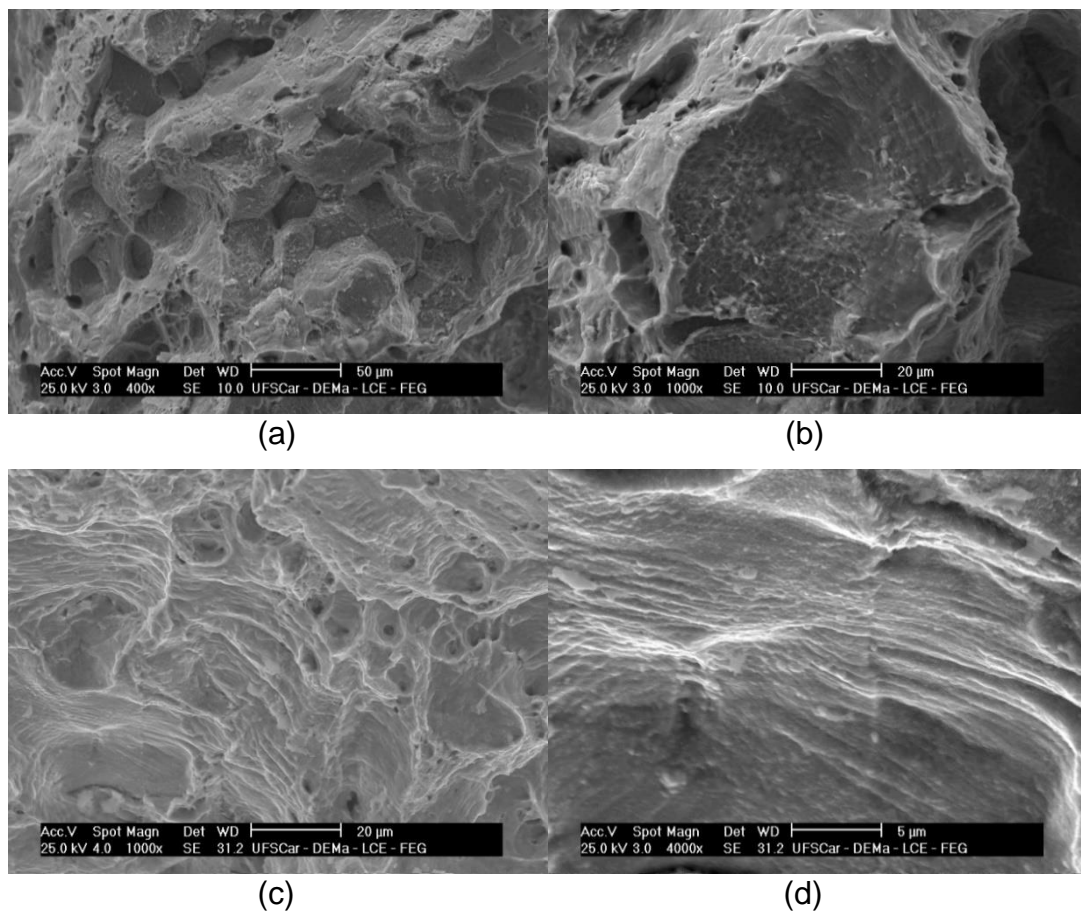


Figura 4.35 - Análise via MEV da superfície de fratura de dois ensaios realizados a 600°C, 225MPa (a, b), 325MPa (c, d).

A Figura 4.36 apresenta imagens obtidas via MEV da superfície de fratura dos dois CP's testados a 700°C e em condições distintas, 210MPa (a, b) e 105MPa (c, d). Em (a, b) observou-se uma superfície de fratura bastante irregular, predominantemente dúctil com grande quantidade de deformação plástica caracterizada pela presença de *dimples*, indicados pelas setas vermelhas. Regiões com aparência de fratura frágil, indicadas pelas setas amarelas, correspondem aos vazios (buracos) de fluência, onde houve a separação dos contornos dos grãos. Em (c, d) observou-se também uma superfície de fratura mista, ainda com predominância dúctil, porém com menores sinais de deterioração por oxidação, devido ao menor tempo de exposição nesta temperatura. O ensaio a 105MPa (a, b), apresentou $\epsilon_R = 51,5\%$ enquanto que o ensaio a 210MPa (c, d), apresentou $\epsilon_R = 40,1\%$. O nível de deformação obtido

na ruptura pode ser relacionado com as características de fratura observadas na Figura 4.36, pois é observado maior predominância dúctil no CP com maior ϵ_R .

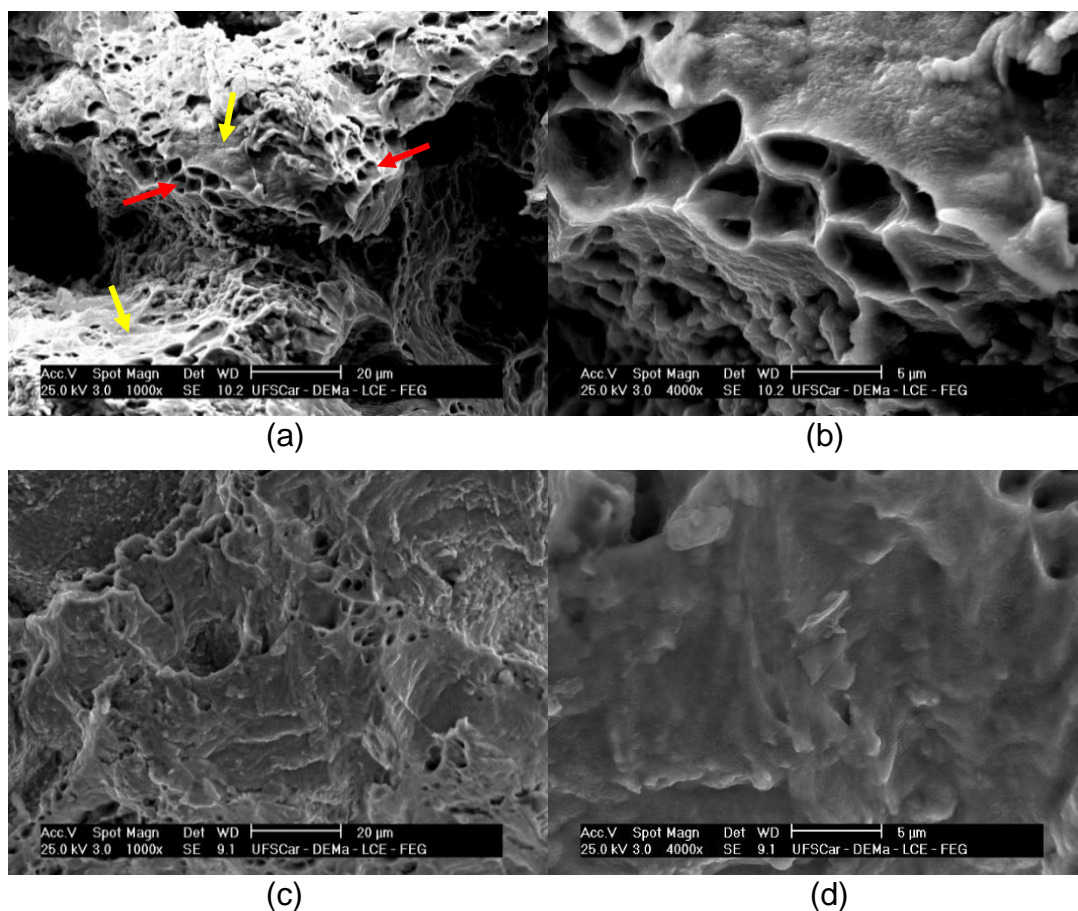


Figura 4.36 - Análise via MEV da superfície de fratura de dois ensaios realizados a 700°C, 105MPa (a, b), 210MPa (c, d).

A Figura 4.37 apresenta imagens obtidas via MEV da superfície de fratura dos dois CP's testados a 800°C e em condições distintas, 45MPa (a, b) e 135MPa (c, d). Em ambos os casos se observa uma superfície de fratura predominantemente dúctil, com grande quantidade de deformação plástica caracterizada pela presença de *dimples*, mesmo no ensaio de mais alta tensão (c, d). O ensaio a 45MPa (a, b), apresentou $\epsilon_R = 45,7\%$ enquanto que o ensaio a 135MPa (c, d), apresentou $\epsilon_R = 61,8\%$.

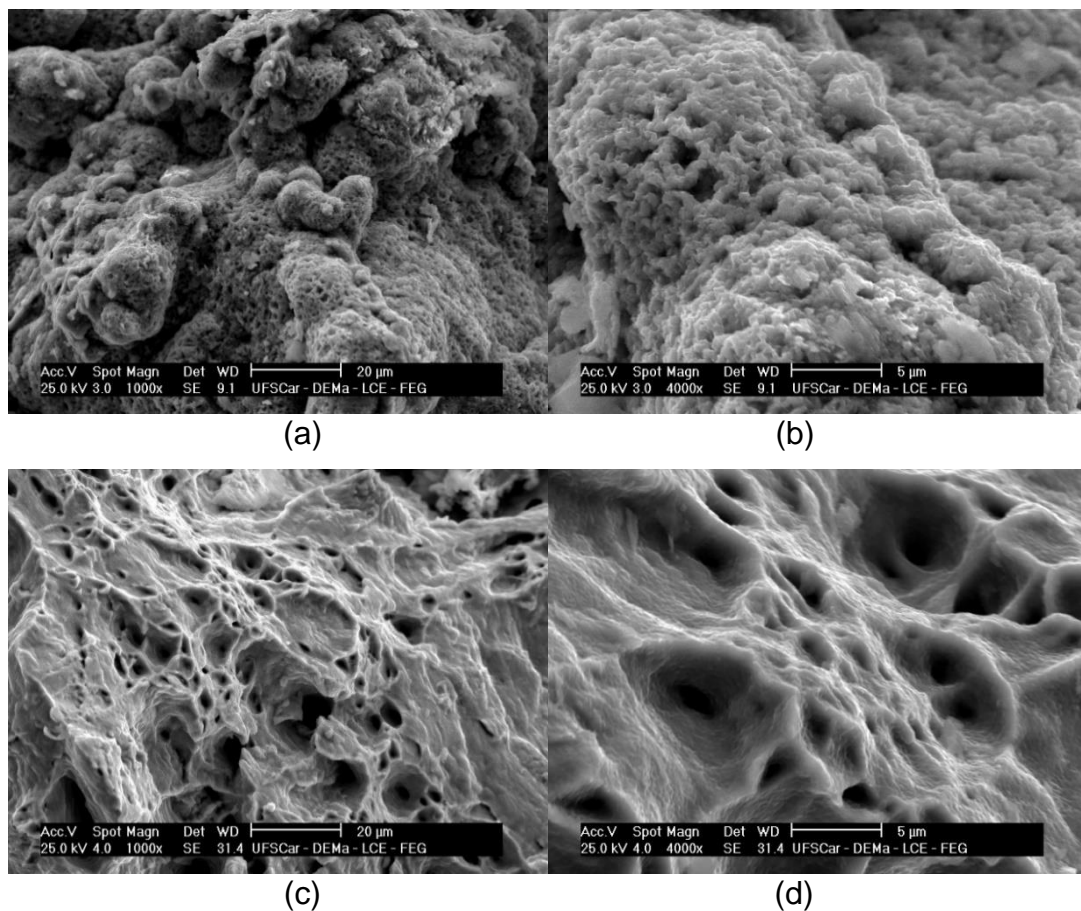


Figura 4.37 - Análise via MEV da superfície de fratura de dois ensaios realizados a 800°C, 45MPa (a, b), 135MPa (c, d).

Foi observado na Figura 4.35, Figura 4.36 e Figura 4.37, diferentes características de fratura para as diferentes condições de testes. Em 600°C, nos ensaios mais curtos, foi registrado maior ϵ_R , enquanto que no ensaio mais longo, considerável redução da ductilidade. A 700°C, foi observado o oposto; maiores ϵ_R nos ensaios mais longos. Já a 800°C, valeu a mesma observação realizada na temperatura de 600°C.

Acredita-se que as alterações microestruturais (fases deletérias nos contornos de grão e dissolução da ferrita δ) observadas (Figura 4.27) nos ensaios mais longos a 600°C podem ter contribuído para a redução do ϵ_R nesta temperatura. Já a 800°C, nos ensaios com maiores tempos de exposição nesta temperatura, foi observado crescentes danos por oxidação na microestrutura (Figura 4.31). Além disso, precipitados ricos em N observados na superfície do

CP (Figura 4.33), também contribuíram para redução do ϵ_R , pois, conforme já apresentado, estes reduzem a ductilidade do material.

5 CONCLUSÕES

- O AISI 201LN apresentou alta capacidade de encruamento nos ensaios de tração em temperatura ambiente, atribuído ao efeito TRIP.
- Apresentou elevado expoente de encruamento (n') nos ensaios de tração, e que reduziu com o aumento da temperatura.
- Apresentou boa relação resistência-ductilidade na faixa de temperatura de 500°C ~ 700°C. A 800°C o material sofreu com o efeito da temperatura e apresentou considerável queda na resistência e formação de carepas na superfície.
- Após ensaios de tração a temperatura ambiente, foi observado via DRX e MO uma microestrutura majoritariamente martensítica. Nos ensaios de tração em temperaturas elevadas, foi observado na temperatura mais elevada (800°C) sinais de deterioração da microestrutura devido a exposição em elevadas temperaturas.
- Com a correlação de Norton, após os ensaios de fluência, obteve-se valores do expoente n que variaram de 6 a 16, no qual podem indicar que nas condições estudadas houve mecanismos complexos de deformação, como interação de discordâncias com fases dispersas ou precipitados, subestruturas de discordâncias ou formação de emaranhados de discordâncias.
- A relação de Mokman-Grant apresentou baixa dispersão dos dados e foi possível obter o valor da constante $m = 1,07$, próximo da unidade, conforme reportado para a maioria dos materiais metálicos.
- Na correlação dos dados segundo a relação de Arrhenius, obteve-se o valor da energia de ativação aparente de fluência $Q_f = 524\text{kJ/mol}$, valor compatível para os AIA's, quando medidos por meio de ensaios de fluência independentes.
- No diagrama de Zener-Hollomon, obteve-se ótima concordância dos dados e o expoente de Norton (n) variou para diferentes níveis de tensão. Foi

possível identificar três regiões distintas, no qual foram determinados os parâmetros da equação geral da fluência correspondentes.

- Na parametrização de Larson-Miller os dados se comportaram de modo satisfatório. Obteve-se a constante $C = 22,5$.
- Após os ensaios de fluência, foi observado precipitação de carbonetos de Cr nos contornos de grão em alguns CP's.
- O longo período de exposição em elevadas temperaturas, alterou a morfologia das ilhas de ferrita δ , indicando decomposição desta fase.
- Nos ensaios de fluência a 800°C , foi observado formação de precipitados ricos em N na superfície da parte útil dos CP's, além da intensa deterioração da microestrutura.
- Análises da superfície de fratura de alguns CP's, indicaram de modo geral, gradativamente maior predominância de fratura dúctil nos ensaios em maiores temperaturas.
- A comparação dos resultados obtidos do AISI 201LN nos ensaios de tração e fluência com alguns materiais tradicionais da série 300 indicou valores muito próximos.
- A instrumentação projetada para a execução dos ensaios de ruptura por fluência foi eficiente, pois durante os testes não houve instabilidade nos sinais de deformação e de temperatura, e o sistema de extensometria construído foi capaz de captar a deformação dos CP's durante os testes e transmitir para o sistema de registro de dados. Além disso, a concordância entre os dados obtidos de alguns ensaios realizados na empresa STM e os dados obtidos dos ensaios após a reforma do aparato instrumental, detalhado neste estudo, confirmaram a eficácia e confiabilidade das novas máquinas do Laboratório de Fluência do DEMa/UFSCar.

6 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

- Estudo do comportamento sob tração em uma maior faixa de temperatura, abrangendo desde temperaturas criogênicas a elevadas temperaturas.
- Emprego de outros métodos de análise em tração, como por exemplo o método de Kocks – Mecking [113].
- Emprego de outros métodos paramétricos de análise das propriedades sob fluência, como por exemplo o método de correlação tração – fluência [114].
- Realização de ensaios de fluência com tempo de ruptura superiores aos tempos obtidos neste trabalho, atingindo tempos da ordem de 10.000 horas.
- Estudo comparativo do comportamento do material submetido a ensaios de fluência ao ar e vácuo.
- Estudo do comportamento mecânico sob elevadas temperaturas submetido a outros tipos de ensaios: torção, dobramento, compressão.
- Análise mais detalhada da evolução microestrutural e resistência à oxidação após envelhecimento em elevadas temperaturas, através de diferentes técnicas de análise.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. Recent Developments in Stainless Steels. **Materials Science and Engineering: R: Reports**, v. 65, n. 4, p. 39-104, 2009.
- [2] FORUM, I. S. S. 200 Series Stainless Steel - CrMn Grades. 2006. Acesso em: Acessado em 15/07/2019.
- [3] CHARLES, J. The New 200-series: An Alternative Answer to Ni Surcharge - Risks or Opportunities? **La Revue de Metallurgie - CIT**, p. 308-317, 2007.
- [4] CHARLES, J.; KRAUTSCHICK, J.; SUUTALA, N.; SIMÓN, J. A.; HECKE, B. V.; PAULY, T. A New European 200 Series Standard To Substitute 304 Austenitics. **Rev. Met. Paris**, v. 106, n. 2, p. 90-98, 2009.
- [5] FORUM, I. S. S. **Stainless Steel in Figures 2020**. 2020. Acesso em: Acessado em 25/05/2020.
- [6] VASHISHTHA, H.; TAIWADE, R. V.; KHATIRKAR, R. K.; INGLE, A. V.; DAYAL, R. K. Welding Behaviour of Low Nickel Chrome-Manganese Stainless Steel. **ISIJ International**, v. 54, n. 6, p. 1361-1367, 2014.
- [7] COBB, H. M. **The History of Stainless Steel**. Material Park, Ohio: 2010. v. 1.
- [8] PECKNER, D.; BERNSTEIN, I. M. **Handbook of Stainless Steel**. New York: McGraw-Hill, 1977. v. 1.
- [9] PARR, J. G.; HANSON, A. **An Introduction to Stainless Steel**. Metals Park, Ohio: ASM International, 1966. v. 1.
- [10] OLSSON, C. O. A.; LANDOLT, D. Passive Films on Stainless Steels - Chemistry, Structure and Growth. **Electrochimica Acta**, v. 48, p. 1093-1104, 2003.
- [11] PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. **Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades**. Curitiba: Hemus, 2004. v. 1.
- [12] SILVA, A. L. V. C.; MEI, P. R. **Aços e Ligas Especiais**. São Paulo: Blucher, 2010. v. 3.
- [13] COLPAERT, H. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**. São Paulo: Blucher, 2008. v. 4.

- [14] BRUSSELS, A. K. Stainless Steels at High Temperatures. **Materials and Applications Series**, v. 18, 2012.
- [15] IKEGAMI, Y.; NEMOTO, R. Effect of Thermo - Mechanical Treatment on Mechanical Properties of High - Nitrogen Containing Cr-Mn-Ni Austenitic Stainless Steels. **ISIJ International**, v. 36, p. 855-861, 1996.
- [16] PADILHA, A.; RIOS, P. Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels. **ISIJ International - ISIJ INT**, v. 42, p. 325-327, 2002.
- [17] BAKER, H.; AL., E. **ASM Handbook - Alloy Phase Diagrams**. Metals Park, Ohio.: ASM International, 1992. v. 3.
- [18] CARBÓ, H. M. **Aços Inoxidáveis: Aplicações e Especificações**. 2008.
- [19] OUTOKUMPU. **Handbook of Stainless Steel**. Espoo, Finland: 2013.
- [20] OSHIMA, T.; HABARA, Y.; KURODA, K. Efforts to Save Nickel in Austenitic Stainless Steels. **ISIJ International**, v. 47, n. 3, p. 359-364, 2007.
- [21] CHARLES, J.; KOSMAC, A.; KRAUTSCHICK, J.; SIMÓN, J. A.; SUUTALA, N.; TAULAVUORI, T. Austenitic Chromium - Manganese Stainless Steels - A European Approach. **Materials and Applications Series**, v. 12, 2012.
- [22] INTERNATIONAL, A. **Stainless Steels - ASM Specialty Handbook**. 1994.
- [23] MITTAL, A. **Grade 16-5MnL: AcelorMittal - Stainless Europe**.
- [24] SAEEDIPOUR, S.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; ABBASI, M. The Effects of Martensite Thermomechanical Parameters on the Formation of Nano/Ultrafine Grained Structure in 201LN Stainless Steel. **International Journal of Iron & Steel Society of Iran**, v. 9, p. 20-25, 2012.
- [25] CRUZ, R. B. **Influência do Tratamento Termomecânico de Reversão Martensítica nas Propriedades de um Aço Inoxidável Austenítico 201LN Deformado via ECAP**. 2019. Tese de doutorado – Instituto Militar de Engenharia - IME Rio de Janeiro - RJ,
- [26] REZAEI, A.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; MOALLEMI, M.; SAMAEI BAGHBADORANI, H. Investigation of Cold Rolling Variables on The Formation of Strain-Induced Martensite in 201L Stainless Steel. **Materials & Design**, v. 46, p. 49-53, 2013.

- [27] HAMADA, A. S.; KARJALAINEN, L. P.; MISRA, R. D. K.; TALONEN, J. Contribution Of Deformation Mechanisms To Strength And Ductility In Two Cr–Mn Grade Austenitic Stainless Steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 559, p. 336-344, 2013.
- [28] ALTURK, R.; LUECKE, W. E.; MATES, S.; ARAUJO, A.; RAGHAVAN, K. S.; ABU-FARHA, F. Rate Effects on Transformation Kinetics in a Metastable Austenitic Stainless Steel. **Procedia Engineering**, v. 207, p. 2006-2011, 2017.
- [29] MOALLEMI, M.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; REZAEI, A.; BAGHBADORANI, H. S.; NEZHADFAR, P. D. Deformation Induced Martensitic Transformation In A 201 Austenitic Steel: The Synergy Of Stacking Fault Energy And Chemical Driving Force. **Materials Science and Engineering: A**, v. 653, p. 147-152, 2016.
- [30] MOALLEMI, M.; NAJAFIZADEH, A.; KERMANPUR, A.; REZAEI, A. Effect of Reversion Annealing On The Formation Of Nano/ultrafine Grained Structure In 201 Austenitic Stainless Steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 530, p. 378-381, 2011.
- [31] SILVA, C. S. **Formação e Reversão Da Martensita Induzida Por Deformação Nos Aços Inoxidáveis Austeníticos 304L e 201LN**. 2017. Dissertação – IME - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro,
- [32] WISNIEWSKI, A. A. **Effect of Serrated Grain Boundaries on The Creep of 21-4N Manganese Austenitic Stainless Steel**. 2007. Thesis – Carleton University, Ottawa,
- [33] CORDEIRO, L. C. A.; ALVES, Y. M. S.; SILVA, C. S.; SOUZA, C. O.; MORAES, N. C.; PAULA, A. S.; BRANDÃO, L. P. M. **Avaliação dos Métodos para Quantificação da Fração Volumétrica de Martensita Formada Durante o Processo de Laminação a Frio do Aço ASTM 201LN**. 2019.
- [34] ALVES, Y. M. S.; OLIVEIRA, M. Q.; SILVA, C. S.; FERRÃO, T. H. F. D.; RODRIGUES, P. F.; PAULA, A. S. **Evolução Estrutural Durante a Deformação de Aços Inoxidáveis Austeníticos 304L e 201LN Investigada por Difração de Raios X com Radiação de Síncrotron**. 2019.
- [35] RUEDL, E.; SASAKI, T. Phase Instability of Thermally Aged Cr-Mn Austenitic Steels. **Journal of Nuclear Materials**, v. 122, p. 794-798, 1984.
- [36] GESMUNDO, F.; ASMUNDIS; BATTILANA, G.; RUEDL, E. High Temperature Oxidation of a Commercial Cr-Mn Austenitic Steel in Air. **Werkstoffe und Korrosion**, v. 38, p. 367-375, 1987.

- [37] PÉREZ, F. J.; CRISTÓBAL, M. J.; ARNAU, G.; HIERRO, M. P.; SAURA, J. J. High Temperature Oxidation Studies of Low-Nickel Austenitic Stainless Steel. Part I: Isothermal Oxidation. **Oxidation of Metals**, v. 55, p. 105-118, 2001.
- [38] PÉREZ, F. J.; CRISTÓBAL, M. J.; ARNAU, G.; HIERRO, M. P.; SAURA, J. J. High Temperature Oxidation Studies of Low Nickel Austenitic Stainless Steel. Part II - Cyclic Oxidation. **Oxidation of Metals**, v. 55, p. 165-175, 2001.
- [39] RUEDL, E.; MATERRA, R.; VALDRÉ, G. Microstructural Evolution in Long Duration Creep Specimens of a Mn-Cr Austenitic Steel. **Journal of Nuclear Materials**, v. 151, p. 238-244, 1988.
- [40] RUEDL, E.; MATERRA, R. Oxidation of a Mn-Cr Austenitic Steel During Creep Testing and its Interaction With the Fracture. **Werkstoffe und Korrosion**, v. 40, p. 206-213, 1989.
- [41] BEDDOES, J.; WISNIEWSKI, A. Influence of Heat Treatment on Creep of a Mn-N Stabilised Austenitic Stainless Steel. **J. Mater Sci**, v. 43, p. 5350-5357, 2008.
- [42] DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica**. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1981. v. 2.
- [43] MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Princípios de Metalurgia Mecânica**. São Paulo: Edgard Blucher LTDA., 1982.
- [44] SOUZA, S. A. **Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos: Fundamentos Teóricos e Práticos**. São Paulo: Edgard Blucher LTDA., 1982.
- [45] KASSNER, M. E.; PRADO, M. T. P. **Fundamentals of Creep In Metals And Alloys**. Oxford: Elsevier Ltd., 2004.
- [46] BOYER, H. E. **Atlas of Creep and Stress Rupture Curves**. Metals Park, Ohio: ASM International, 1988.
- [47] GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. **Ensaio dos Materiais**. Rio de Janeiro: LTC, 2012. v. 2.
- [48] CALLISTER, W. D. J.; RETHWISCH, D. G. **Materials Science and Engineering: An Introduction**. U.S.A: WileyPLUS, 2015. v. 9.
- [49] ASHBY, M. F.; SCHERCLIFF, H.; CEBON, D. **Materials - Engineering, Science, Processing and Design**. U.K.: Elsevier, 2007. v. 1.

- [50] NASSOUR, A. C. **Caracterização Das Propriedades Mecânicas De Fluência De Cordões De Solda Inoxidáveis Tipos 316L e 347 Depositados Pelo Processo De Soldagem a Arco Submerso**. 1995. Tese de Doutorado – USP - Universidade de São Paulo, São Paulo,
- [51] ASHBY, M. F.; RAJ, R. On Grain Boundary Sliding and Diffusional Creep. **Metallurgical Transactions**, v. 2, p. 1113-1127, 1971.
- [52] PELLEG, J. **Mechanical Properties of Materials**. U.S.A: Springer, 2013.
- [53] ASHBY, M. F. **A First Report On Deformation Mechanism Maps**. **Acta Metallurgica**, v. 20, p. 887 - 897, 1972.
- [54] GITTUS, J. Creep, **Viscoelasticity and Creep Fracture In Solids**. New York: Halsted Press, 1975.
- [55] MOHAMED, F. A.; LANGDON, T. G. Deformation Mechanism Maps Based on Grain Size. **Metallurgical Transactions**, v. 5, n., p. 2339-2345, 1974.
- [56] HAROLD, J. F.; MICHAEL, F. A. **Deformation-mechanism maps - The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics**. Acesso em: 23/08/2019.
- [57] SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos Materiais**. São Paulo: Pearson Education Hall, 2008. v. 6.
- [58] MUKHERJE, A. K.; BIRD, J. E.; DORN, J. E. Experimental Correlations for High-Temperature Creep. **ASM Transactions Quarterly**, v. 62, 1969.
- [59] WILLIAMS, K. R.; WILSHIRE, B. On the Stress and Temperature Dependence of Creep of Nimonic 80A. **Metal Science Journal**, v. 7, p. 176 - 179, 1973.
- [60] MATHEW, M. D.; SASIKALA, G.; RAO, K. B. S.; MANNAN, S. L. Influence of Carbon and Nitrogen on the Creep Properties of Type 316 Stainless Steel at 873K. **Materials Science and Engineering**, v. 148, p. 253-260, 1991.
- [61] MORETO, J. A.; CASTRO, D. B. V.; BUENO, I. O.; PONTE, H. A. Correlação de Dados de Tração a Quente e Fluência Para a Liga Kanthal A1. **REM: R. Esc. Minas**, v. 64, p. 181-186, 2011.
- [62] LARSON, F. R.; MILLER, J. Time Temperature Relationship for Rupture and Creep Stresses. **Transactions of ASME**, v. 74, 1952.
- [63] ASTM E407-15: **Standard Practice for Microetching Metals and Alloys**. U.S.A: ASTM- International, 2015.

- [64] PLAUT, R. L.; HERRERA, C.; ESCRIBA, D. M.; RIOS, P. R.; PADILHA, A. F. A Short Review On Wrought Austenitic Stainless Steels At High Temperatures: Processing, Microstructure, Properties and Performance. **Materials Research**, v. 10, p. 453-460, 2007.
- [65] ASTM E384-17: **Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials**. U.S.A: ASTM- International, 2017.
- [66] ASTM E8/E8M-13: **Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials**. U.S.A: ASTM- International, 2013.
- [67] ASTM E21-09: **Standard Test Methods for Elevated Temperature Tension Tests of Metallic Materials**. U.S.A: ASTM- International, 2017.
- [68] ASTM E139-11: **Standard Test Method for Conducting Creep, Creep-Rupture and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials**. U.S.A: ASTM- International, 2011.
- [69] BUENO, L. O. P., W. L.; Máquinas-Protótipos para Ensaio de Fluência em Metais a Altas Temperaturas. Parte 1: Detalhes de Construção e Montagem do Equipamento. *In: Anais do II Encontro de Tecnologia e Utilização de Aços Nacionais*, 1987, COPPE / UFRJ - Rio de Janeiro. p. 916-934.
- [70] ASTM E4-16: **Standard Practices for Force Verification of Testing Machines**. U.S.A: ASTM- International, 2016.
- [71] ASTM E112-13: **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**. U.S.A: ASTM- International, 2013.
- [72] HERNÁNDEZ, J. W. C. **Efeito da Temperatura de Solubilização e Da Concentração De Íons Cloreto e Sulfato Sobre a Resistência à Corrosão Por Pite Dos Aços Inoxidáveis Austeníticos 17Cr-6Mn-5Ni e UNS S30403**. 2012. Dissertação – USP - Universidade de São Paulo, São Paulo,
- [73] FILHO, I. R. S. **Estudo da Evolução Microestrutural e Das Propriedades Magnéticas Do Aço Inoxidável Austenítico AISI 201 Laminado a Frio**. 2015. Dissertação – USP - Universidade de São Paulo, Lorena,
- [74] ASTM E975-13: **X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation**. U.S.A: ASTM- International, 2013.
- [75] PASSOS, D. O.; OTUBO, J. A. Influência Da Ferrita Delta Em Aços Inoxidáveis Austeníticos Forjados. **REM: R. Esc. Minas**, v. 63, n. 1, p. 57-63, 2010.

- [76] PESSANHA, E. C. **Quantificação da Ferrita Delta e Avaliação da Relação Microestrutura/Propriedades de um Aço Inoxidável Austenítico 347 Soldado**. 2011. Dissertação – Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campo dos Goytacazes - RJ,
- [77] ASTM E646-16: **Standard Test Method for Tensile Strain-Hardening Exponents (n -Values) of Metallic Sheet Materials**. U.S.A: ASTM-International, 2016.
- [78] TAVARES, S. S. M.; PARDAL, J. M.; DA SILVA, M. J. G.; ABREU, H. F. G.; DA SILVA, M. R. Deformation Induced Martensitic Transformation In a 201 Modified Austenitic Stainless Steel. **Materials Characterization**, v. 60, n. 8, p. 907-911, 2009.
- [79] MORAES, V. L. **Estudo Comparativo da Deformação a Frio e da Resistência à Corrosão nos Aços Inoxidáveis Austeníticos AISI201 e AISI304**. 2010. Dissertação – USP - Universidade de São Paulo, São Paulo,
- [80] PEI, H. X.; ZHANG, H. L.; WANG, L. X.; LI, S. L.; LI, D. Z.; WANG, X. T. Tensile Behaviour of 316LN Stainless Steel at Elevated Temperatures. **Materials at High Temperatures**, v. 31, p. 198-203, 2014.
- [81] AISI. A Designers Handbook Series - Nº 9004 – **High Temperature Characteristics of Stainless Steels**. Washington - EUA: AISI - American Iron and Steel Institute, 1979.
- [82] KIM, W. G.; YOON, S. N.; RYU, W. S. Application and Standard Error Analysis of the Parametric Methods for Predicting the Creep Life of Type 316LN SS. **Key Engineering Materials**, v. 297, p. 2272-2277, 2005.
- [83] PHANIRAJ, C.; SAMUEL, K. G.; MANNAN, S. B.; RODRIGUEZ, P.; **Effect of Environment on Creep Properties of AISI 304 Stainless Steel**. *In*: International Conference on Creep, 1986, Tokyo. p.
- [84] SHEET, N. C. D. **Data Sheets on The Elevated-Temperature Properties of 18Cr-8Ni Stainless Steel For Boiler and Heat Exchanger Seamless Tubes (SUS 304)**. 1986.
- [85] EVANS, R. W.; WILSHIRE, B. **Creep of Metals and Alloys**. London: The Institute of Metals, 1985.
- [86] SANTOS, N. B. **Avaliação de Um Critério de Equivalência Entre Dados de Tração a Quente e Fluência em Aços**. 2007. Dissertação – UFSCar - Universidade de São Carlos, São Carlos/SP,

- [87] HAN, Y.; CHATURVEDI, M. C. Steady State Creep Deformation of Superalloy Inconel 718. **Materials Science and Engineering**, v. 89, p. 25-33, 1987.
- [88] MORRIS, D. G.; HARRIES, D. R. Creep and Rupture in Type 316 Stainless Steel at Temperatures Between 525°C and 900°C. Part I: Creep Rate. **Metal Science**, p. 525-531, 1978.
- [89] MONTEIRO, S. N.; LUZ, F. S.; PINHEIRO, W.; BRANDÃO, L. P. M.; BRAGA, F. O.; ASSIS, F. S. Creep Parameters and Dislocation Substructure in AISI 316 Austenitic Stainless Steel From 600°C to 800°C. **Materials Research**, v. 20, p. 231-235, 2017.
- [90] CONTIN, A.; BUENO, L.; Creep Behavior of Type 310 Stainless Steel. Part 1: Parameters From the Norton, Arrhenius and Monkman-Grant Relations. *In*: Conference: **68th ABM International Annual Congress**, 2013, Belo Horizonte-Brasil. p.
- [91] ZENER, C.; HOLLomon, H. J. **Appl. Phys.** , v. 15, n., p. 22-27, 1944.
- [92] DIAS, C. R. F. **Correlação Entre os Resultados de Tração a Quente e Fluência Para o Cobre Comercialmente Puro**. 2010. Dissertação – UFSCar - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos/SP,
- [93] LANGDON, T. G.; **Strength of metals and alloys (ICSMA 6) In: Proceedings of the 6th International Conference**, 1982, Melbourne, Australia. p. 1105.
- [94] HANDBOOK, A. **Mechanical Testing and Evaluation**. ASM International, 2000. v. 8.
- [95] VISWANATHAN, R. Effect of Stress and Temperature on the Creep and Rupture Behavior of a 1.25 Pct Chromium - 0.5 Pct Molybdenum Steel. **Metallurgical Transactions A** v. 8A, p. 877-884, 1977.
- [96] SORDI, V.; BUENO, L.; **Tensile Strength And Creep Behaviour of Austenitic Stainless Steel Type 18Cr – 12Ni With Niobium Additions at 700°C. In: Journal of Physics: Conference Series**, 2010. p. DOI: 10.1088/1742-6596/240/1/012088.
- [97] MATHEW, M. D.; LAHA, K.; GANESAN, V. Improving Creep Strength of 316L Stainless Steel by Alloying With Nitrogen. **Materials Science and Engineering: A**, v. 535, p. 76-83, 2012.
- [98] SCHRAMM, R. E.; REED, R. P. Stacking Fault Energies of Seven Commercial Austenitic Stainless Steels. **Metallurgical Transactions**, v. 6, p. 1345-1351, 1975.

- [99] ZACKAY, V. F.; CARLSON, F. F.; JACKSON, P. L. High Nitrogen Austenitic Steels. **Tran. Amer. Soc. Met.**, v. 48, p. 509-525, 1956.
- [100] ZACKAY, V. F.; MORGAN, E. R.; SHYNE, J. C. Production of High Nitrogen Steels. **J. Met.**, v. 8, 1956.
- [101] REED, R. P. Overview - Nitrogen in Austenitic Stainless Steels. **JOM**, p. 16-21, 1989.
- [102] GOODELL, P. D.; CULLEN, T. M.; FREEMAN, J. W. The Influence of Nitrogen and Certain Other Elements on the Creep Rupture Properties of Wholly Austenitic Type 304 Steel. **Journal of Basic Engineering**, p. 517-524, 1967.
- [103] MATSUO, T.; MORIOKA, N.; KAISE, S.; KIKUCHI, M.; TANAKA, R. Effect of Nitrogen on Creep Deformation of 25Cr-28Ni Austenitic Steels - Solid Solution Strengthening Due to Nitrogen. **HNS**, v. 88, 1988.
- [104] ABOUZARI, S. **Solid Solution Strengthening Effect on Creep Strength of Austenitic Stainless Steel**. 2012. Master of Science – Royal Institute of Technology, Stockholm,
- [105] SOLBERG, J. K. The Influence of Carbon and Nitrogen on the High Temperature Creep Properties of AISI Type 316 Austenitic Stainless Steel. **Materials Science and Engineering**, v. 55, p. 39-44, 1982.
- [106] SIMMS, H. G. **Oxidation Behaviour of Austenitic Stainless Steels at High Temperature in Supercritical Plant**. 2011. – University of Birmingham
- [107] SMITLL, A. F.; HALES, R. Diffusion of Manganese in Type 316 Austenitic Stainless Steel. **Metal Science**, v. 9, n. 1, p. 181-184, 1975.
- [108] MYUNG, J. M.; GLENN, L. **Structural Stability and Oxidation Resistance of Substitute Alloys with Various Cr and Mn Levels**. 1989.
- [109] TSENG, C. C.; SHEN, Y.; THOMPSON, S. W.; MATAYA, M. C.; KRAUSS, G. Fracture and the Formation of Sigma Phase, M₂₃C₆, and Austenite from Delta Ferrite in an AISI 304L Stainless Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 25A, p. 1147 - 1158, 1994.
- [110] PADILHA, A. F.; ESCRIBA, D. M.; MORRIS, M. E.; RIETH, M.; KLIMENKOV, M. Precipitation in AISI 316LN During Creep Tests at 550°C and 600°C up to 10 years. **Journal of Nuclear Materials** v. 362, p. 132 - 138, 2007.

- [111] BRICKNER, B. K. G.; RATZ, G. A.; DOMAGALA, R. F. Creep Rupture Properties of Stainless Steels At 1600, 1800 and 2000F. **Advances in The Technology of Stainless Steels**, p. 99-111, 1965.
- [112] VANECHO, J. A.; ROACH, D. B.; HALL, A. M. Short Time Tensile and Long Time Creep Rupture Properties of the HK-40 Alloy and Type 310 Stainless Steel at Temperatures to 2000F. **Journal of Basic Engineering**, p. 465-478, 1967.
- [113] MECKING, H.; KOCKS, U. F. Kinetics of Flow and Strain-Hardening. **Acta Metallurgica**, v. 29, p. 1865-1875, 1981.
- [114] BUENO, L. O.; REIS SOBRINHO, J. F. Correlation between creep and hot tensile behaviour for 2.25Cr-1Mo steel from 500°C to 700°C. Part 1: An Assessment According to usual Relations Involving stress, temperature, strain rate and Rupture Time. **Revista Matéria**, v.17, n.3, p.1098 - 1108, 2012.