

## COMPORTAMENTO EM FLUÊNCIA-FADIGA DO AÇO 9CR COM ADIÇÃO DE W E TA \*

Maria Luiza Wedderhoff Brasileiro<sup>1</sup>  
Julianna Magalhães Garcia<sup>2</sup>  
Marvin do Nascimento<sup>3</sup>  
Talita Gama de Sousa<sup>4</sup>  
Luiz Paulo Brandao<sup>5</sup>

### Resumo

Com o incremento da necessidade industrial de uso de materiais com propriedades mecânicas cada vez melhores, torna-se importante o estudo do comportamento de ligas modificadas em diferentes condições de ensaio, uma vez que é indispensável a compreensão do comportamento desses diferentes materiais em determinados ambientes de aplicação. O presente artigo teve como objetivo analisar o aço 9Cr modificado com a adição de W e Ta quando submetido à fluência-fadiga. A partir do estudo foi possível perceber características dúcteis e frágeis nas amostras, mesmo com diferentes tempos de exposição às condições de fluência. Com as imagens produzidas por um instrumento de microscopia eletrônica de varredura, fez-se a análise da superfície de fratura das amostras, de forma a constatar a existência de trincas secundárias e as variações no modo de fratura. Foi verificada uma fragilização do material com o aumento do tempo de exposição e do tempo de retenção da carga, porém com a manutenção de certo grau de ductilidade.

**Palavras-chave:** 9Cr; W; Ta; Fluência-fadiga

### CREEP- FATIGUE BEHAVIOR OF THE 9CR STEEL WITH W AND TA ADDITION

#### Abstract

With the increasing industrial need for materials with improved mechanical properties, it becomes important to study the behavior of modified alloys under different testing conditions, as understanding the behavior of these different materials in specific application environments is essential. This article aimed to analyze 9Cr steel modified with the addition of W and Ta when subjected to creep-fatigue. From the study, it was possible to observe both ductile and brittle characteristics in the samples, even with different exposure times to creep conditions. Using images produced by a scanning electron microscope, the fracture surface of the samples was analyzed to confirm the existence of secondary cracks and variations in the fracture mode. It was found that the material became more brittle with increased exposure time and load hold time, although it maintained a certain degree of ductility.

**Keywords:** 9Cr; W; Ta; Creep-fatigue

<sup>1</sup> *Graduanda do curso de Engenharia de Materiais, Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ e Brasil.*

<sup>2</sup> *Engenheira Civil, M.Sc., D.Sc., Pós-doutoranda do Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ e Brasil.*

<sup>3</sup> *Cirurgião Dentista, M.Sc., Doutorando do Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ e Brasil.*

<sup>4</sup> *Bacharel em Química, M.Sc., D.Sc., Pesquisadora do Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ e Brasil.*

<sup>5</sup> *Engenheiro Metalurgista, D.Sc., Professor Titular, no Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ e Brasil.*

## 1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis são, há décadas, utilizados no ramo industrial por suas variadas áreas de atuação, principalmente em ambientes de altas temperaturas e pressões e extremamente corrosivos [1]. A característica de suportar ambientes extremos é um dos principais diferenciais desse material em relação aos aços comuns. A capacidade de resistir a corrosão se dá pela presença de cromo como constituinte, sendo essa a grande diferença em composição para classificar um determinado aço como inoxidável [2].

Dentro do grupo de aços inoxidáveis encontra-se a família do aço P91. Pertencente à classe das ligas ferríticas-martensíticas. Sendo enriquecido com 9% de cromo, é classificado como aço de cromo-molibdênio [3]. Na liga, o cromo atua como estabilizador da ferrita, o que aumenta a resistência à fratura e a dureza ao formar precipitados que restringem os movimentos das discordâncias [4]. O P91 é extremamente utilizado para aplicações em temperaturas muito altas devido a sua capacidade de resistir à formação de trincas, obtendo um alto desempenho térmico [5,6].

Esse tipo de aço, por atender a diversos requisitos e especificações necessários, é amplamente empregado na indústria energética, principalmente na área nuclear e termoeletrica [5]. Nos ambientes fornecidos por esse setor industrial, as condições de fluência-fadiga são bastantes expressivas, principalmente devido às variações de temperatura e pressão gerada no interior das tubulações [7]. Dessa forma, a escolha do material é muito importante para evitar a ocorrência de acidentes e viabilizar a produção de cada vez mais energia, de forma a atender à crescente demanda mundial. Sendo esse apenas um exemplo de aplicação desse material, já é visível a necessidade do aperfeiçoamento das características que o permitem resistir a situações de fluência-fadiga.

A adição de elementos de liga na composição dos aços já é um método bem conhecido de melhorar as propriedades mecânicas dos materiais, dependendo da aplicação que se quer dar a ele. Com isso, surge a nova liga de aço P91 com adição de tântalo (Ta) e tungstênio (W). O W-9Cr torna-se, então, objeto de estudo ao possuir características que podem proporcionar um desempenho muito melhor para suas aplicações, atuais e futuras. A incorporação de W e Ta provocam alterações microestruturais que resultam em significativas melhorias, tanto na resistência quanto na estabilidade da fase ferrita [8,9]. Além disso, são responsáveis por refinar os grãos e tornar a microestrutura do aço mais homogênea, cooperando para a melhora da dureza e da resistência.

A adição de tungstênio ao aço P91 melhora significativamente a resistência ao calor e ao desgaste. O tungstênio aumenta a resistência ao crescimento de grão a altas temperaturas, melhorando a estabilidade térmica e a resistência ao escoamento [8]. Além disso, o tungstênio contribui para a formação de carbonetos duros, que aumentam a dureza e a resistência ao desgaste do material.

O tântalo, por sua vez, é adicionado para aumentar a resistência à corrosão e à oxidação. O tântalo forma uma camada passiva na superfície do aço, que protege o material contra a ação de agentes corrosivos. Além disso, o tântalo contribui para a resistência à fadiga térmica, um fator crítico para materiais utilizados em ambientes com variações térmicas extremas [9].

As diversas variações de composição dos aços inoxidáveis geraram grupos de aços baseados nos principais componentes de liga, que se diferenciam pela adição secundária específica de outros elementos para melhorar características

como a resistência ao desgaste, à corrosão ou à fadiga [10]. Desse modo, para cada liga com diferente composição, sobretudo para uma microestrutura complexa, é muito importante que um estudo das interações do material com o tipo de esforço que se deseja submetê-la seja feito.

Dessa forma, o presente estudo se propõe a analisar o comportamento do aço 9Cr com adição de W e Ta quando submetido a condições de fadiga de modo a identificar os mecanismos atuantes no seu processo de propagação de trinca, e não só poder aprimorar os métodos para prolongamento da sua vida útil, mas também estimar sua vida de trabalho de maneira mais eficiente.

## 2 DESENVOLVIMENTO

### 2.1 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 2.1.1 Amostras

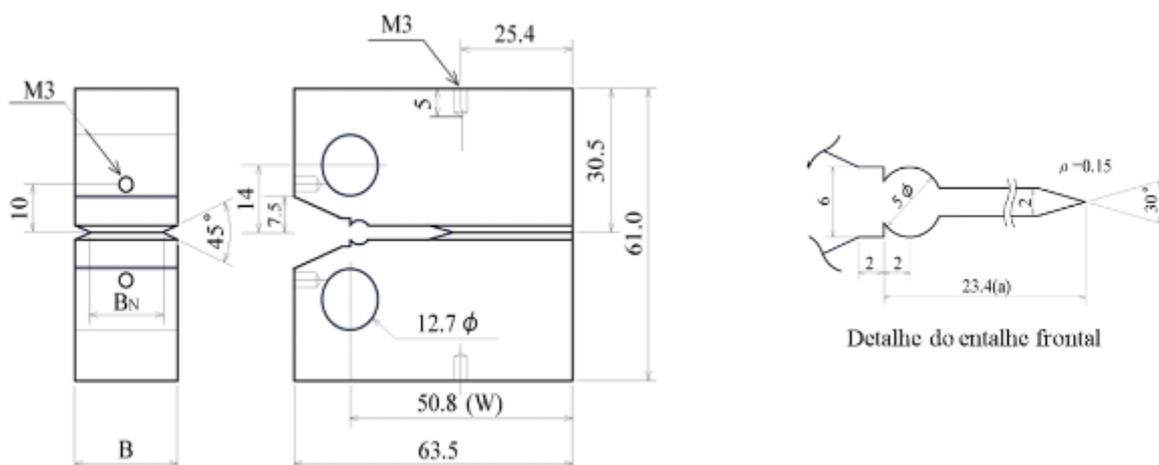
Para o desenvolvimento deste trabalho foram confeccionados corpos de provas a partir de barras como recebidas, de mesma composição química, fornecidos pela Villares, do aço ferrítico-martensítico 9-12 Cr, ASTM A213 Gr K91 [11], com adição de W e Ta (W-9Cr). A composição química do aço está listada na tabela 1.

**Tabela 1.** Composição química P91 (p.%)

MATERIAL	C	Si	Mn	Cr	W	Ni	V	Ta
W-9Cr	0,09	0,04	0,4	9	1,1	0,06	0,2	0,07

#### 2.1.2 Ensaio de fluência-fadiga

Para avaliação da fratura foram utilizados corpos de prova previamente ensaiados por fluência-fadiga, com geometria do tipo compacto de tração C(T) com entalhe nas laterais no formato de V, com abertura de 30° e raio da ponta do entalhe de 0,15 mm, adaptado da ASTM E 2760 [12], conforme a figura 1.



**Figura 1.** Dimensões e geometria do corpo de prova usado no ensaio de fluência-fadiga. Unidade mm.

#### 2.1.3 Caracterização

O microscópio eletrônico de varredura (MEV-FEG) modelo Quanta FEG 250 foi utilizado para obter micrografias com o auxílio dos detectores de elétrons secundários (ETD - *Everhart-Thornley Detector*) e elétrons retro espalhados (BSED - *Back-Scattered Electrons Detector*). Com a utilização dos acessórios da espectroscopia de energia dispersiva (EDS). As amostras foram previamente lixadas e polidas, passando por ataque químico em solução de  $\text{FeCl}_3$  por 30 s.

## 2.2 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 2.2.1 Tamanho de grão

Utilizando-se da norma ASTM E112 [13] foi obtido um tamanho de grão médio de austenita prévia foi de  $15,7 \mu\text{m}$ , através de EBSD. A Figura 2, representa a microestrutura do material.

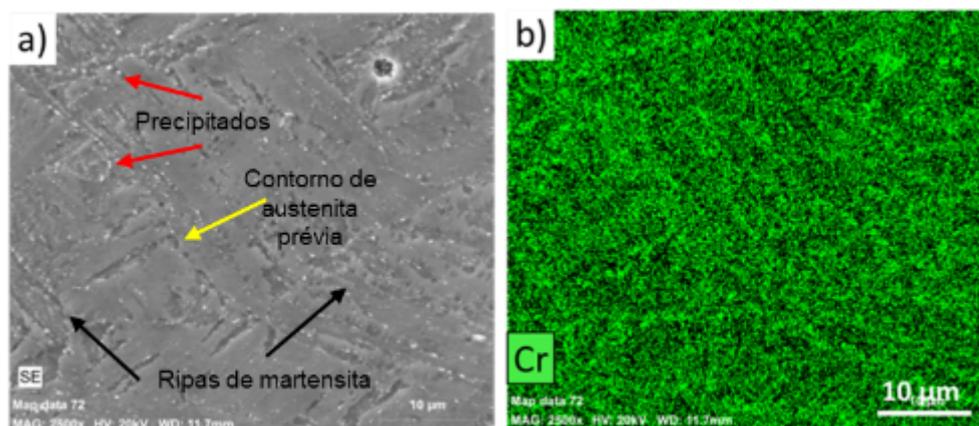


Figura 2. Microestrutura da amostra de P91 com adição de Ta e W.

### 2.2.2 Ensaio de fluência-fadiga

#### 2.2.2.1 Condições de ensaio

Quatro amostras de aço W-9Cr, enriquecidas com vanádio (V) e tântalo (Ta), foram submetidas a testes de fadiga e fluência-fadiga a uma temperatura de  $625^\circ\text{C}$ , com uma taxa de tensão (R) de 0,1. Cada ensaio foi conduzido com diferentes períodos de retenção. O primeiro ensaio, utilizado como linha de base, foi um teste de fadiga realizado a 1 Hz, sem período de retenção (0 s). Os ensaios subsequentes envolveram condições de fluência-fadiga a 1 Hz, com períodos de retenção de carga (th) de 5 s, 60 s e 600 s, os quais submetem as amostras a mecanismos de fluência.

Tabela 2. Condições de ensaio de fluência-fadiga.

Nomenclatur	th (s)	CFCG (horas)
P1	0	19:46
P2	5	88:35
P3	60	14:886

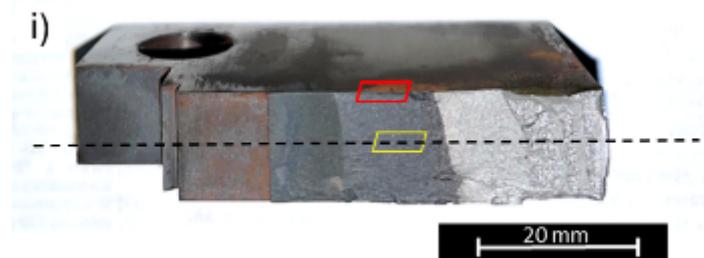
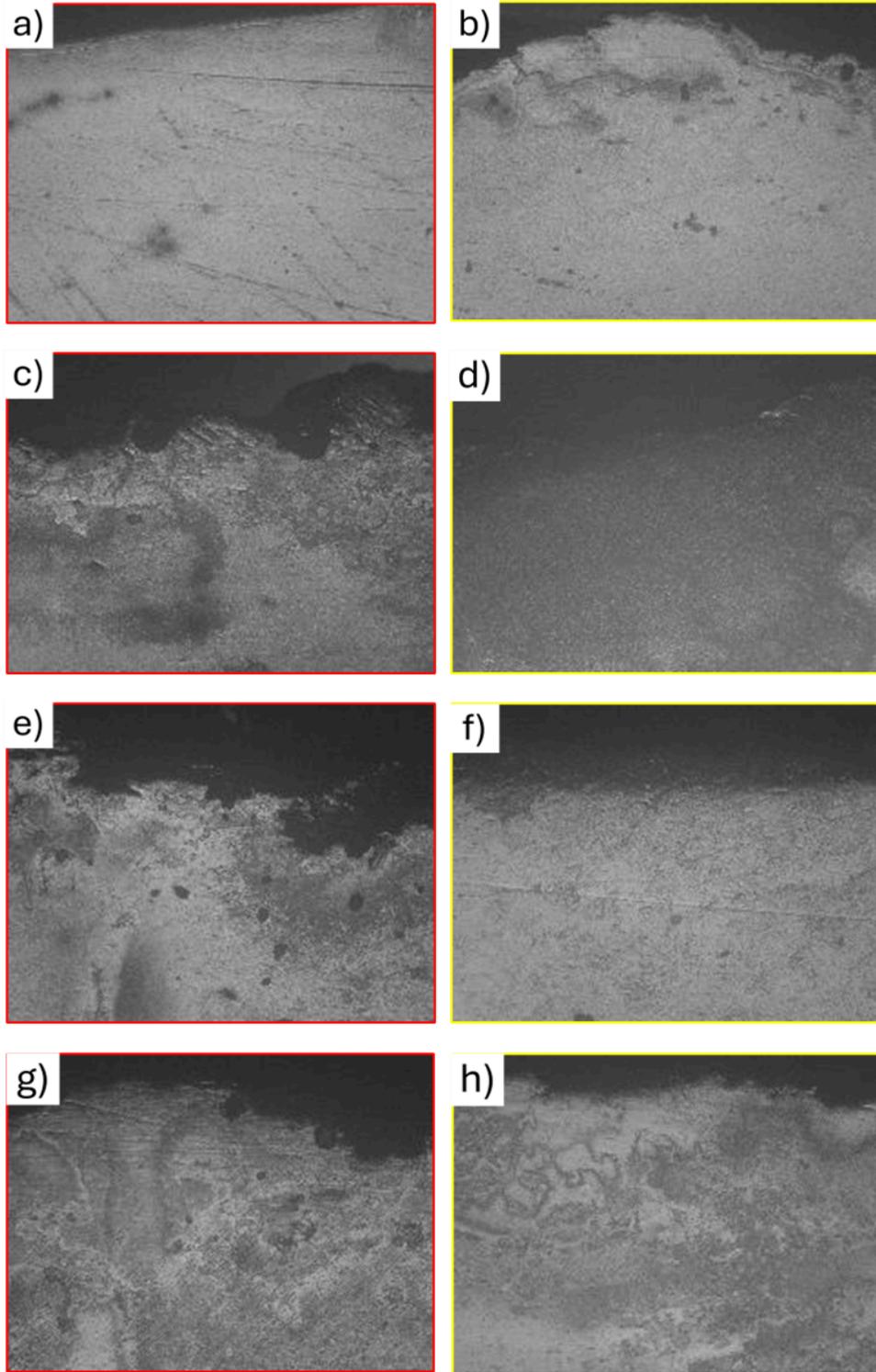
P4	60	406:00
	0	

### 2.2.2.2 Trincas secundárias

Após o ensaio de fluência-fadiga, foi possível observar, por meio de imagens laterais de cada um dos quatro corpos de prova, o aparecimento de trincas secundárias. Na Figura 3, estão expostos o meio (0,5 da espessura) e a borda (superfície externa do corpo de prova), respectivamente, de cada amostra, sendo cada conjunto horizontal pertencente a um mesmo corpo de prova. Na Figura 3b, pertencentes ao primeiro corpo de prova (P1), pode-se observar com certa clareza a existência das trincas secundárias mencionadas, uma vez que a imagem que mostra uma expressiva trinca seguindo pela superfície em destaque.

O aparecimento desse tipo de trinca está intimamente ligado a existência de elementos de liga na amostra. Apesar dessas inclusões serem muito bem-vindas quando é desejável uma mudança de propriedades em determinado material, ao mesmo tempo influenciam de forma indesejada o crescimento da trinca [14]. As localidades em que se alojam as inclusões possuem alta deformação e falhas muito próximas umas às outras, o que ocasiona a formação de cavidades devido à corrosão ao seu redor [15].

Assim, a iniciação e propagação de trincas fica facilitada nessas regiões de matriz já enfraquecida. Por fim, esses pontos de concentração de tensões, com alta incidência de imperfeições, permitem o aparecimento de trincas secundárias e afetam o comportamento de fadiga do material [16].

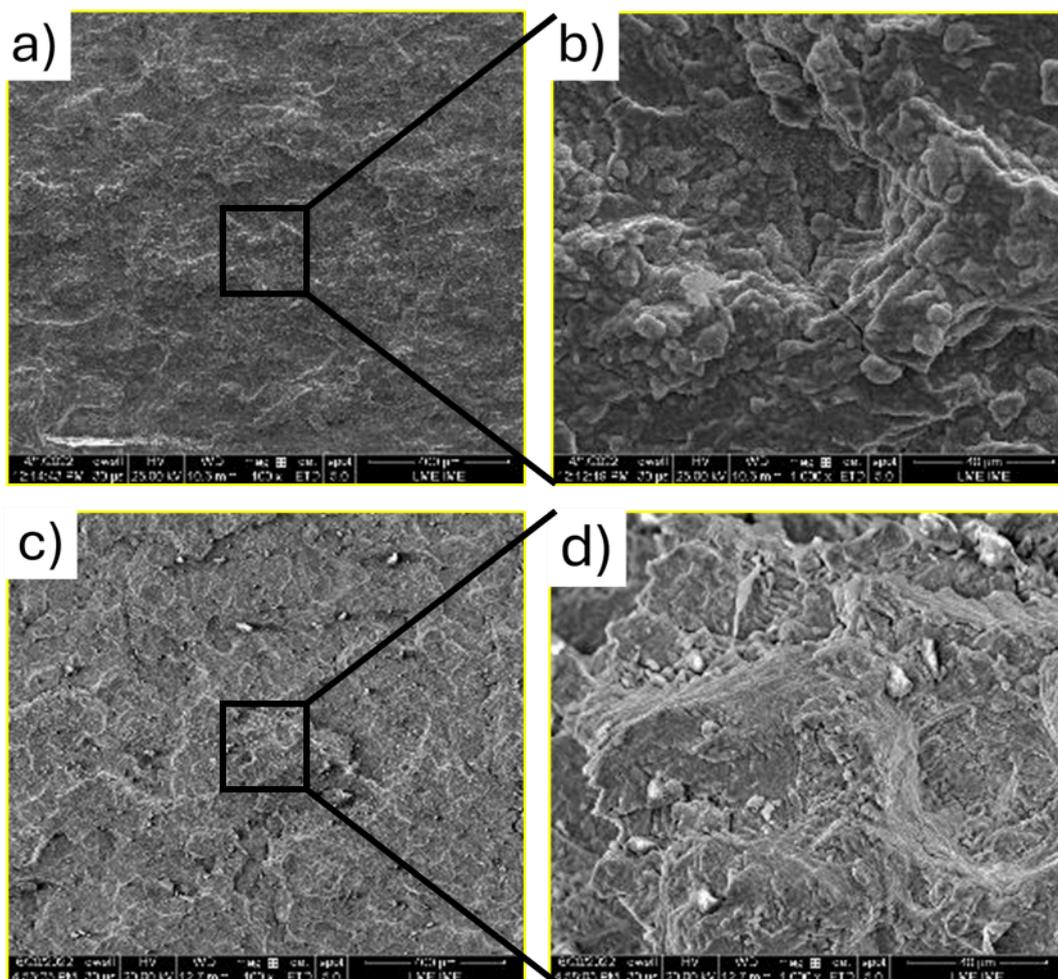


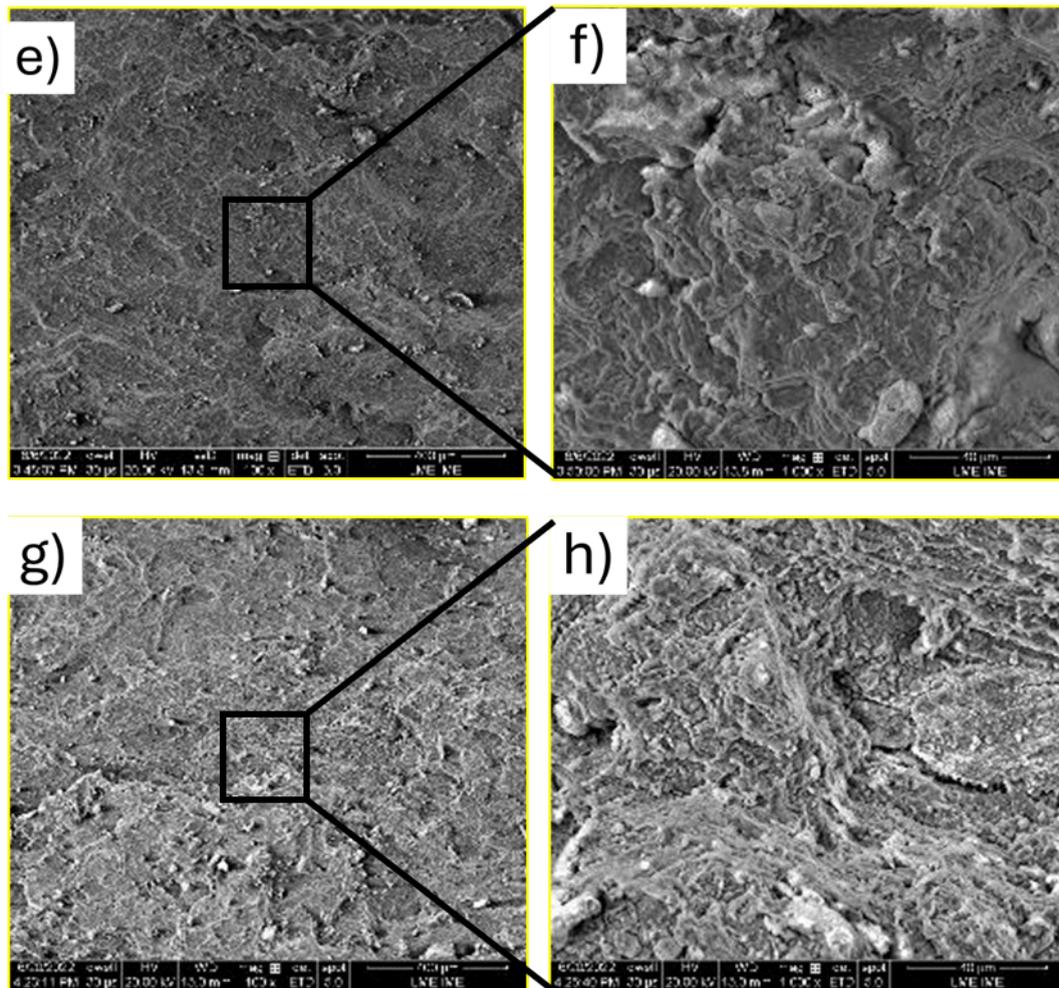
**Figura 3.** Imagens laterais de cada corpo de prova: a, b) P1; c, d) P2; e, f) P3; g, h) P4; i) representação da região de amostragem.

### 2.2.2.3 Superfície de fratura

A superfície de fratura das amostras do aço W-9Cr com diferentes tempos de retenção de carga, submetidas ao ensaio de fluência-fadiga, foi analisado pelo MEV (Figura 4). Com a aplicação de carga em conjunto com as elevadas temperaturas a que foram submetidos os corpos de prova, é possível notar pelas imagens indícios tanto de fratura dúctil quanto frágil ao longo da região da trinca. A presença de cristas ou cumes de plasticidade sugerem certa ductilidade na fratura predominantemente frágil, o que se faz coerente com os conhecimentos já existentes de que esse tipo de aço apresenta plasticidade quando em fluência [17].

Outro fenômeno perceptível ao longo das amostras é a transição de uma fratura transgranular para uma predominantemente intergranular, conseqüente do aumento dos tempos de retenção de carga e de exposição à situação de fluência. Essa mudança indica uma fragilização do aço, visto que a fratura intergranular é característica da perda de resistência de um material submetido a processos desgastantes [18]. Além disso, é possível perceber uma intensificação dos atributos frágeis da fratura intergranular em determinadas regiões, porém ainda há incidência de cumes de plasticidade.





**Figura 4.** Imagens superficiais de cada corpo de prova: a, b) P1; c, d) P2; e, f) P3; g, h) P4.

A superfície de fratura do primeiro corpo de prova (P1), com tempo de espera de 0 s, é característico de fratura transgranular (Figura 4a e b). Essa caracterização é possível por conta do aspecto granulado e facetado da fratura, além do fato de a propagação da trinca através dos grãos dificultar a visibilidade dos contornos de grão. É possível, também, determinar a direção de propagação da trinca por meio das marcas de estria, que indicam falha por fadiga.

Ao analisar as imagens da segunda amostra (P2), Figuras 4c e d, com tempo de espera de 5 s, passam a ser mais visíveis os contornos de grão da fratura, sugerindo uma fratura do tipo intergranular. Além disso, fica evidente a deposição de inclusões na superfície. As marcas de estria ainda são identificáveis, caracterizando a falha por fadiga.

Na terceira amostra (P3), Figuras 4e e f, com tempo de retenção de 60 s, os cumes de ruptura estão bem nítidos, indicando áreas lisas misturadas com áreas mais rugosas. Pode-se perceber, então, um padrão misto de fragilidade e ductilidade, característico de fraturas por quase-clivagem. Por fim, no corpo de prova com tempo de retenção de 600 s, Figuras 4g e h, há incidência de trincas secundárias e suas ramificações. Uma causa para esse fenômeno é a existência de inclusões no aço, que, como já explicado anteriormente, são concentradores de tensão, facilitando a iniciação de trincas.

### 3. CONCLUSÃO

O presente estudo demonstrou o comportamento do aço P91 com adição de W e Ta, no que se pode observar:

- A adição dos elementos de liga pode resultar no aparecimento de trincas secundárias, o que demonstra uma maior facilidade no crescimento das trincas nas regiões com inclusões presentes;
- Pelos ensaios de fluência realizados, foi possível constatar que, com maiores tempos de retenção de carga e exposição às condições do teste, as características dúcteis continuam presentes, formando uma mistura de áreas de fratura frágil e áreas de fratura dúctil;
- Também com o aumento do tempo de retenção e exposição ao ambiente de fluência, pôde-se constatar uma maior fragilização do aço, com mudança do tipo de fratura de transgranular para intergranular.

### Agradecimentos

Os autores desse trabalho agradecem a FAPERJ, CAPES, CNPq por meio das bolsas e pelo financiamento da pesquisa.

### REFERÊNCIAS

- 1 Costa, E. M., Dedavid, B. A., Santos, C. A., Lopes, N. F., Fraccaro, C., Pagartanidis, T., & Lovatto, L. P. (2023). Crevice corrosion on stainless steels in oil and gas industry: A review of techniques for evaluation, critical environmental factors and dissolved oxygen. *Engineering Failure Analysis*, 144, 106955.
- 2 MARSHALL, P. *Austenitic stainless steels: microstructure and mechanical properties*. Springer Science & Business Media, 1984.
- 3 Bharasi, N. S., Toppo, A., Paul, V. T., George, R. P., & Philip, J. (2020). Studies on the susceptibility of modified 9Cr-1Mo steel to stress corrosion cracking in sodium hydroxide using slow strain rate testing technique. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 29, 2172-2184.
- 4 PANDEY, C. et al. Some studies on p91 steel and their weldments. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 743, p. 332–364, 2018.
- 5 Prajapati, B. A., & Penso, J. A. (2020, August). Fabrication of Grade 91 Materials Experience in Oil and Gas Applications. In *Pressure Vessels and Piping Conference* (Vol. 83860, p. V006T06A060). American Society of Mechanical Engineers.
- 6 Chandra, C., Kiranchand, G. R., Teja, C. K., Srinivasarao, B., Babu, M. N., & Narasaiah, N. (2024). Crack growth behaviour of P91 steel under trapezoidal loading at high temperature. *Procedia Structural Integrity*, 60, 165-176.
- 7 Okuno, K., Arai, M., Ito, K., & Nishida, H. (2023). Creep-fatigue life property of P91 welded piping subjected to bending and torsional moments at high temperature. *Journal of Pressure Vessel Technology*, 1-47.
- 8 Chakraborty, P., & Tewari, R. (2024). Understanding the Effect of W and Mo on the Liquid Metal Compatibility of Ferritic/Martensitic Steels: A Predictive Study. *Journal of Fusion Energy*, 43(1), 8.
- 9 Mythili, R., Kirana, R., Singh, L. H., Govindaraj, R., Sinha, A. K., Singh, M. N., ... & Deb, S. K. (2022). Identification of Retained Austenite in 9Cr-1.4 W-0.06 Ta-0.12 C Reduced Activation Ferritic Martensitic Steel. *Symmetry*, 14(2), 196.
- 10 Touhami, R. C., Mechachti, S., Bouhamla, K., Hadji, A., & Khettache, A. (2023). Wear behavior and microstructure changes of a high chromium cast Iron: the combined effect of heat treatment and alloying elements. *Metallography, Microstructure, and Analysis*, 12(4), 580-590.

- 11 ASTM International. ASTM A213/A213M - 19, Standard Specification for Seamless Ferritic and Austenitic Alloy-Steel Boiler, Superheater, and Heat-Exchanger Tubes. West Conshohocken, PA: ASTM International.
- 12 ASTM E2760-19e1 Standard Test Method for Creep-Fatigue Crack Growth Testing, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2024.
- 13 ASTM E112-13 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013.
- 14 Zhu, C., Yang, L., Zhao, L., Ma, Y., Wang, Y., Shen, X., & Wang, H. (2023). Research and Application of the Original Position Statistical Distribution Analysis Method for Non-Metallic Inclusions in P91 Steel. *Metals*, 13(4), 793.
- 15 Nnoka, M., Jack, T. A., & Szpunar, J. (2024). Effects of different microstructural parameters on the corrosion and cracking resistance of pipeline steels: A review. *Engineering Failure Analysis*, 108065.
- 16 O'Hara, E. M., Harrison, N. M., Polomski, B. K., Barrett, R. A., & Leen, S. B. (2018). The effect of inclusions on the high-temperature low-cycle fatigue performance of cast MarBN: Experimental characterisation and computational modelling. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 41(11), 2288-2304.
- 17 Ravindran, G., Mahesh, V., & Kassem, M. M. (Eds.). (2023). *Failure Analysis: Structural Health Monitoring of Structure and Infrastructure Components*. BoD—Books on Demand.
- 18 Zhang, W., Zhang, X., Zhang, K., Liang, F., Xia, X., Chang, L., & Zhou, C. (2023). Multiaxial non-proportional fatigue behaviour and microstructural deformation mechanisms of 9% Cr steel at elevated temperature. *Materials Characterization*, 203, 113158.