

EFEITO DA TAXA DE CARREGAMENTO SOBRE O MODO DE FRATURA DE UM INTERMETÁLICO Fe₃Al¹

Artur Mariano de Sousa Malafaia²

Marcelo Tadeu Milan³

José Ricardo Tarpani⁴

Marcelo Falcão de Oliveira⁴

Resumo

O principal objetivo desse trabalho foi avaliar os efeitos de diferentes taxas de carregamento, impostas pelos ensaios de tração e impacto Charpy, sob o modo de fratura de um intermetálico Fe₃Al com 1% de carbono. Além disso, o possível efeito de fragilização por hidrogênio também foi investigado. Os ensaios de impacto e tração foram realizados em temperatura ambiente e alta temperatura, e, o modo de fratura, em cada uma das condições, foi analisado utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV). Tratamento térmico, para avaliação de possível efeito de fragilização por hidrogênio, foi utilizado de modo a verificar a fonte do hidrogênio. Diferentes modos de fratura foram identificados pelo microscópio eletrônico de varredura. Para o material ensaiado em tração a fratura apresentou clivagem como modo preferencial de fratura. Porém, para os ensaios de impacto foram observadas nucleações de microvazios, demonstrando menor fragilidade nessa condição. O tratamento térmico resultou em maior resistência em impacto, demonstrando a diminuição do efeito da fragilização por hidrogênio.

Palavras-chave: Fe₃Al; Modo de fratura; Taxa de carregamento; Fragilização por hidrogênio.

LOAD RATE EFFECT ON THE FRACTURE MODE OF A Fe₃Al INTERMETALLIC

Abstract

The main aim of this work was the different load rate effect evaluation, caused by tensile and Charpy impact tests, on the fracture mode in a Fe₃Al with 1% of carbon intermetallic. Furthermore, the possible hydrogen embrittlement effect was also investigated. The tensile and impact tests were performed in ambient and high temperatures, and, the fracture mode, in each case, was analyzed using scanning electron microscope (SEM). Heat treatment, for possible embrittlement effect evaluation, was performed in a way to verify the hydrogen source. Different fracture modes were identified by the scanning electron microscope. For the tensile tested material, the fracture showed cleavage as the preferential fracture mode. But, for the impact test were observed microvoids nucleation, showing less brittleness in this condition. The heat treatment resulted in more tensile resistance, demonstrating the hydrogen embrittlement effect decrease.

Key words: Fe₃Al; Fracture mode; Load rate; Hydrogen embrittlement.

¹ *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Mestre – Universidade de São Paulo*

³ *Doutor – MIB – Instituto de Materiais Tecnológicos do Brasil.*

⁴ *Doutor – Prof. Dr. da Universidade de São Paulo*

1 INTRODUÇÃO

Intermetálicos Fe_3Al são compostos ordenados com boa resistência à corrosão e oxidação e baixo custo. Além disso, apresentam menor densidade e maior resistência que aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos.^(1,2) Porém, sua maior desvantagem é a baixa ductilidade à temperatura ambiente. Esta é uma característica não inerente ao material, porém é induzida por reação com vapor d'água presente na atmosfera, ocasionando a formação de hidrogênio atômico, que age como concentrador de tensão que se difunde rapidamente na rede cristalina; se concentra em regiões tipicamente propensas (vazios, poros, pontas de trincas); e se associa para dar origem ao hidrogênio molecular devido à alta disponibilidade local de elétrons livres (elementos metálicos). Na forma molecular, o hidrogênio intensifica significativamente o efeito de concentração de tensão daquelas descontinuidades geométricas (ou microestruturais), dada a pressurização interna causada pelo mesmo.⁽²⁾

A fragilização por hidrogênio foi detectada através da comparação de ensaios de tração em ar ambiente, vácuo e oxigênio seco, onde o alongamento variou de 4% para ensaio ao ar para 12% e 13% para ensaios em oxigênio seco e vácuo, respectivamente.⁽³⁾ Além disso, ensaios em vapor d'água resultaram em 2,1% de alongamento, o que comprova que a concentração de hidrogênio (ou umidade) no meio afeta o material.⁽³⁾ Kasul e Heldt,⁽⁴⁾ também avaliaram a influência da atmosfera de ensaio na fragilidade de ligas Fe-24,6Al . Eles realizaram ensaios de tração ao ar, a vácuo e em oxigênio e obtiveram alongamentos de 4% ao ar e de 6% para os demais meios, comprovando estudos anteriores. Além disso, os pesquisadores adicionaram hidrogênio, por meio de eletrólise, em vários corpos de prova verificando decréscimo de alongamento de acordo com o tempo de pré-carga de hidrogênio. Por exemplo, concluíram que 5 minutos são suficientes para diminuir o alongamento para menos de 2%, e 1 hora reduz o alongamento para cerca de 1%. Algumas dessas amostras carregadas com hidrogênio foram tratadas termicamente para verificação da possibilidade de recuperação do material. Concluiu-se que um tratamento a 200°C ao ar por 24 horas recuperou 65% da ductilidade e de 48 horas recuperou entre 90% e 100%. Para uma amostra armazenada à temperatura ambiente e sob vácuo não foi observada qualquer melhora. Finalmente, para a temperatura de 800°C , 1 hora foi suficiente para recuperar 100% de alongamento.

Schneider et al.,⁽⁵⁾ avaliaram o efeito de diferentes porcentagens atômica de carbono (1%, 2% e 3%) em ligas ternárias Fe-Al-C , constituídas das fases Fe_3Al e Fe_3AlC_x , e também o efeito de um tratamento térmico a 1.200°C por 24h nas propriedades mecânicas. Verificaram que, tanto para as amostras como-fundidas como para as tratadas, o aumento do teor de carbono na liga aumentou sua ductilidade da liga, ainda que esta tenha se mantido no intervalo de valores de 0 a 1,6% de alongamento. Os autores verificaram que o tratamento térmico ocasionou aumento do tamanho de grão, levando à diminuição da ductilidade comparativamente ao material como-fundido. O modo de falha observado em todos os casos foi clivagem transgranular, porém com menores facetas para as ligas mais dúteis (i.e., com maior teor de C). Comparando com o estudo conduzido por Baligdad, que utilizou ligas similares com ductilidades razoavelmente maiores, em torno de 4%, Schneider et al.⁽⁵⁾ sugeriram que essa discrepância tenha se originado por diferenças no processamento da liga, mas, principalmente, como decorrência da taxa de carregamento, visto que Baligdad utilizou uma taxa de 10^{-3} s^{-1} contra apenas 10^{-4} s^{-1} empregada por Schneider et al.⁽⁵⁾

Esse comportamento de diminuição da ductilidade com redução da taxa de carregamento foi estudado por Chen et al.⁽⁶⁾ Nesse estudo, ensaios de tração e de impacto instrumentado foram realizados em taxas de carregamento entre 10^{-4} s^{-1} e 1300 s^{-1} , sendo os de tração de 10^{-4} a 10^{-1} s^{-1} , e em impacto de 90 s^{-1} a 1300 s^{-1} . Os autores objetivavam relacionar a influência da taxa de carregamento à fragilização decorrente da presença de hidrogênio, bem como analisar os modos de fratura gerados e também avaliar a influência da umidade em altas taxas de carregamento. Através dos ensaios perceberam o contínuo aumento da ductilidade, do limite de escoamento e do limite de ruptura com o incremento da taxa de carregamento no intervalo estudado. Os modos de fratura também foram analisados por meio de microscópio eletrônico de varredura (MEV), revelando fraturas transgranulares por clivagem com áreas planas para taxas lentas de deformação (10^{-4} s^{-1}). Sob taxas mais elevadas, observaram que o modo de fratura começava a apresentar parcelas cada vez maiores de fratura intergranular, chegando a aproximadamente 50% em ensaios a 1.300 s^{-1} . E, além disso, as regiões de fratura transgranular apresentam maior rugosidade com o aumento de taxa de carregamento, demonstrando maior ductilidade, e, para o caso extremo de 1300 s^{-1} , apresentam microvazios, quase-clivagem e rugosidade, ainda maior que nos outros casos. Além disso, o estudo avaliou a diferença de propriedades do material ensaiado ao ar e em água, sob taxa de carregamento de 300 s^{-1} , verificando-se que, apesar da relativamente alta velocidade imposta, a água ainda agia no sentido de diminuir a ductilidade pelo efeito da fragilização por hidrogênio, diminuindo, desta forma, o alongamento de 2,2% para 1,6%, e observando-se a redução do limite de ruptura, porém com a manutenção do limite de escoamento. O principal objetivo do presente estudo é o de avaliar o desempenho mecânico de uma liga Fe₃Al-C por intermédio de ensaios de tração e de impacto. As superfícies geradas de fratura serão analisadas por MEV, e o possível efeito de fragilização da liga por hidrogênio será verificado através da realização de tratamento térmico.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A liga utilizada foi fundida e refundida em forno de indução de acordo com a composição prevista: Fe - 15,24%Al - 1,1%C, porcentagem em peso. Na primeira fusão o alumínio foi adicionado no banho metálico, após preaquecimento, e na segunda fusão o material foi vazado em moldes de areia (blocos Y), utilizando o método “bico-de-chaleira” devido à sua viscosidade e à formação de óxido na superfície. Amostras para análise microestrutural, medidas de micro e macrodureza, e envelhecimento a 600°C foram retiradas. E corpos de prova para ensaios de tração e impacto foram usinados.

Para a análise e caracterização microestrutural, amostras foram embutidas em baquelite, e, após lixamento e polimento, Nital 10% foi utilizado como ataque químico. As medidas de microdureza Vickers de cada fase foram executadas com carga de 10gf para identificação da microdureza de cada fase e as medidas de macrodureza foram realizadas na escala Rockwell C, inclusive para o estudo do envelhecimento do material, que foi efetuado a 600°C por um período de 180 horas. Os ensaios de impacto Charpy foram realizados, em corpos de prova sem entalhe, nas temperaturas ambiente, de 300°C e 600°C, com martelo de 150 J, enquanto os de tração foram conduzidos, também nas mesmas temperaturas, sob controle de deslocamento, com taxa de deformação aplicada de $3,3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Algumas amostras para ensaios de impacto e tração à temperatura ambiente foram previamente

tratadas por aquecimento a 600°C por uma hora, para avaliação da possível influência da fragilização por hidrogênio em seu comportamento mecânico. Para identificação das amostras sem e com tratamento foram utilizados os codigos Amostra-1 e Amostra-2 respectivamente.

Para avaliação dos modos de fratura e verificação dos efeitos da taxa de carregamento e do tratamento térmico foram realizadas análises fratógráficas em microscópio eletrônico de varredura.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta a microestrutura da liga Fe₃Al. Sob baixo aumento, Fig.1a, observa-se a estrutura dendrítica característica dos materiais brutos de fusão. Uma maior ampliação, Fig.1b, permite a clara identificação das duas fases do material, sendo a mais clara a fase matriz ordenada Fe₃Al e a mais escura a fase rica em carbono Fe₃AlC_x.

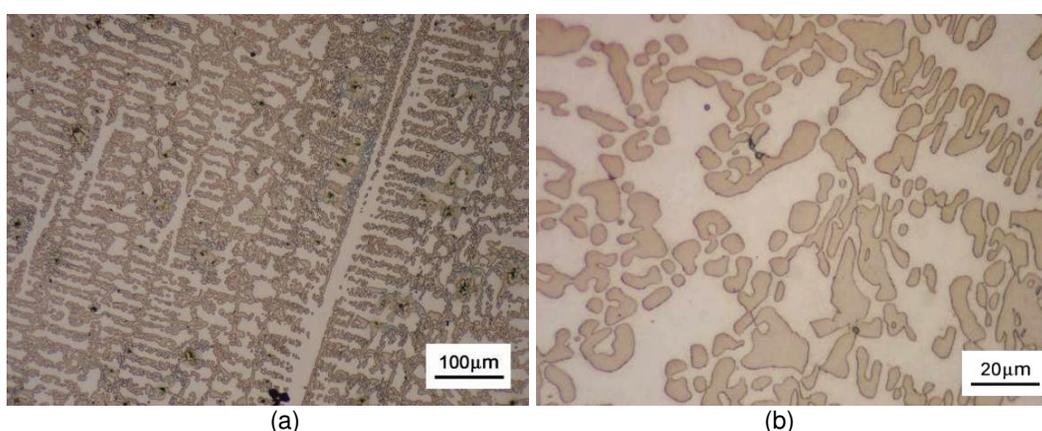


Figura 1. (a) e (b) Micrografias da liga Fe₃Al obtidas por ataque com Nital a 10%.

3.1 Análise de Microdureza

Os ensaios de microdureza permitiram determinar a dureza das diferentes fases dos materiais. A **Tabela 1** lista os resultados obtidos, em que se verifica que a matriz de Fe₃Al possui menor dureza que a fase contendo carbono. As medidas foram feitas com carga de 10gf.

Tabela 1. Microdureza Vickers (HV_{10gf}) das fases presentes na liga estudada

Medidas	Fase Fe ₃ Al	Fase Fe ₃ AlC _x
1	329,7	613,0
2	289,8	474,7
3	308,8	560,9
4	289,8	515,1
5	308,8	560,9
Média	305,4	544,9

3.2 Análise de Macrodureza

A **Tabela 2** apresenta os resultados de macrodureza para a liga Fe₃Al. Uma curva de variação da dureza do material com o tempo de tratamento térmico a 600°C foi levantada (Figura 2). Nota-se que, no intervalo

avaliado de aproximadamente 180 horas, não houve variação substancial na dureza da liga, demonstrando a boa estabilidade térmica da mesma e ausência de alterações da estrutura cristalina, a despeito do fato de o Fe_3Al estequiométrico sofrer transição B2-DO3 a 540°C .

Tabela 2. Dureza Rockwell C do material Fe_3Al

Medidas	MIB-08-145-19 (Fe_3Al)
1	41
2	41
3	42
4	42
5	41
Média HRC	41,4

Dureza vs. Tempo

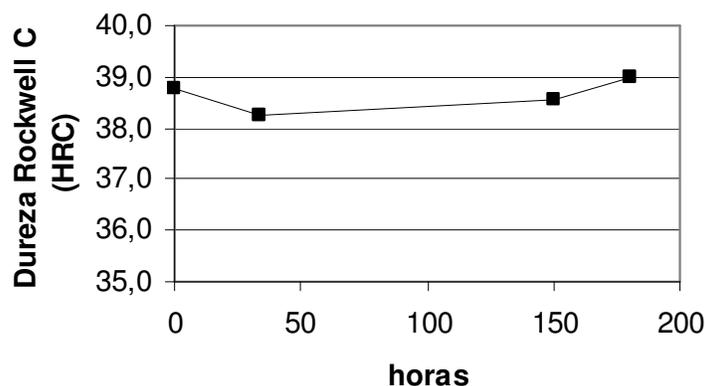


Figura 2. Curva de dureza vs. tempo envelhecimento da liga na temperatura de 600°C .

3.3 Ensaio de Impacto

A

Tabela 3 lista as condições do material e em que foram conduzidos os ensaios, além dos resultados em termos de energia absorvida. Os ensaios em temperatura ambiente foram realizados nas duas ligas propostas (sem tratamento térmico (Amostra 1) e com tratamento térmico (Amostra 2)). Conclui-se, portanto, que o tratamento térmico não causou melhora nos resultados, com o material tratado apresentando valor de energia absorvida inferior ao do material não-tratado. No entanto, o tratamento proposto visava avaliar a presença de fragilização por hidrogênio no material, e o ensaio de impacto não é usual para a caracterização desse fenômeno.

Os ensaios em alta temperatura foram realizados a 300°C e 600°C . Na temperatura de 300°C , o material não demonstrou ganho de tenacidade em relação à temperatura ambiente. Porém, os ensaios à 600°C apresentaram o aumento de

tenacidade característico do aumento de temperatura, praticamente triplicando o valor de energia absorvida obtido à temperatura ambiente.

Tabela 3. Resultados dos ensaios de impacto Charpy, sem entalhamento dos espécimes

Amostras	Condição	Temperatura (°C)	Energia (J)
Amostra 1-16		25	5
Amostra 1-17	Como-fundido	25	4
		Média	4,5
Amostra 2-01		25	4
Amostra 2-02	Tratado 600°C	25	3
		Média	3,5
Amostra 1-18		300	6
Amostra 1-19	Como-fundido	300	4
		Média	5,0
Amostra 1-20		600	13
Amostra 1-21	Como-fundido	600	15
		Média	14,0

3.4 Ensaios de Tração

Os resultados dos ensaios de tração são apresentados na Tabela 4. Como anteriormente citado, o tratamento térmico visava eliminar a presença de possível hidrogênio atômico (H^+), proveniente do processo de fabricação, e evitar o seu efeito de fragilização da liga. Analisando os resultados das duas condições propostas, percebe-se o efeito positivo do tratamento térmico nesse material, aumentando drasticamente sua resistência mecânica (~38%), sugerindo, portanto, a eliminação de hidrogênio, porém sem qualquer influência na ductilidade do material. O efeito de revenimento poderia também ser considerado como uma das causas da melhora do desempenho do material, mas, em geral, esse efeito também seria observado nos ensaios de impacto, gerando aumento da tenacidade e da ductilidade do material.

Tabela 4. Resultados dos ensaios de tração para a liga Fe_3Al

Amostras	Condição	T (°C)	Se (MPa)	Sr (MPa)
Amostra 1-13		25	-	316,6
Amostra 1-14	Como-fundido	25	-	309,9
		Média	-	313,3
Amostra 2-03		25	-	437,3
Amostra 2-05	Tratado 600°C	25	-	427,9
		Média	-	432,6
Amostra 1-10		500	506,8	528
Amostra 1-11	Como-fundido	500	500,8	574,5
		Média	503,8	551,3
Amostra 1-12	Como-fundido	600	495,9	593,4
		Média	495,9	593,4

3.5 Análise Fratográfica por MEV

Os espécimes ensaiados em tração e impacto foram analisados ao MEV. A Figura 3 apresenta um comparativo do modo de fratura ocorrido à temperatura ambiente durante os dois tipos de carregamento mecânico. Observa-se claramente um aspecto de fratura mais frágil em tração que sob impacto.

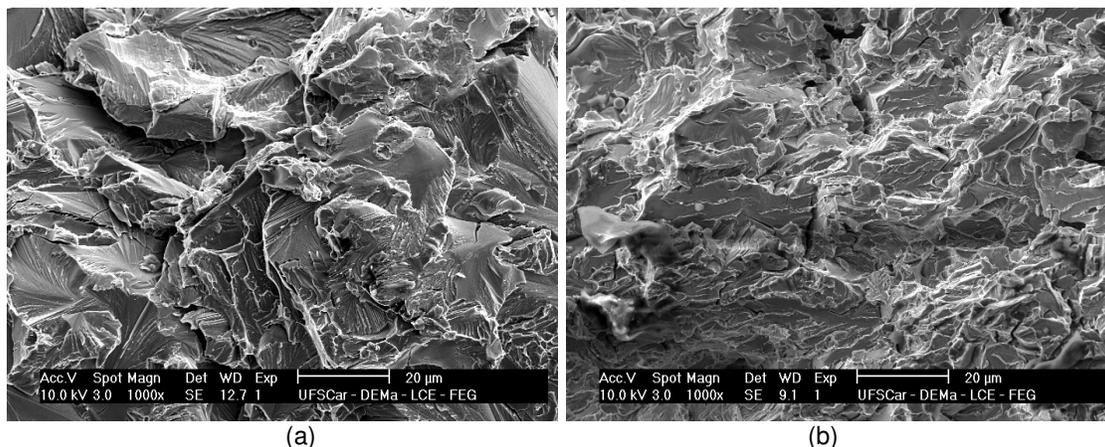


Figura 3. Comparação entre os modos de falha por fratura dos corpos de prova ensaiados em tração (a), e em impacto (b) à temperatura ambiente

De modo a avaliar o efeito do tratamento térmico aplicado anteriormente aos ensaios mecânicos, o aspecto da fratura obtida em tração e sob impacto à temperatura ambiente, após a realização do tratamento, é apresentado na Figura 4. Em tração (Figura 4^a), o modo de fratura, apesar de algo similar àquele verificado na Figura 3 (sem tratamento térmico), apresenta-se com aspecto de menor fragilidade, com menor quantidade e também menor tamanho de facetas de fratura plana, justificando os melhores resultados obtidos em termos de ductilidade e de resistência mecânica (Tabela 4). Materiais essencialmente frágeis, tal como o caso em questão, exibem tipicamente ganhos significativos de resistência associados ao incremento de tenacidade ou ductilidade, visto que o efeito da presença de (micro)trincas tem efeito menos deletério na indução do processo de fratura, ou seja, há redução na suscetibilidade do material à presença de trincas. Esse resultado também evidencia a presença de hidrogênio no material sem tratamento, e a eficácia do tratamento térmico em remover hidrogênio, diminuindo a fragilidade do material. Sob impacto (Figura 4^b), o efeito de tenacificação do material parece ser ainda mais acentuado, ainda que os valores de energia tenham sido similares ao do material sem tratamento.

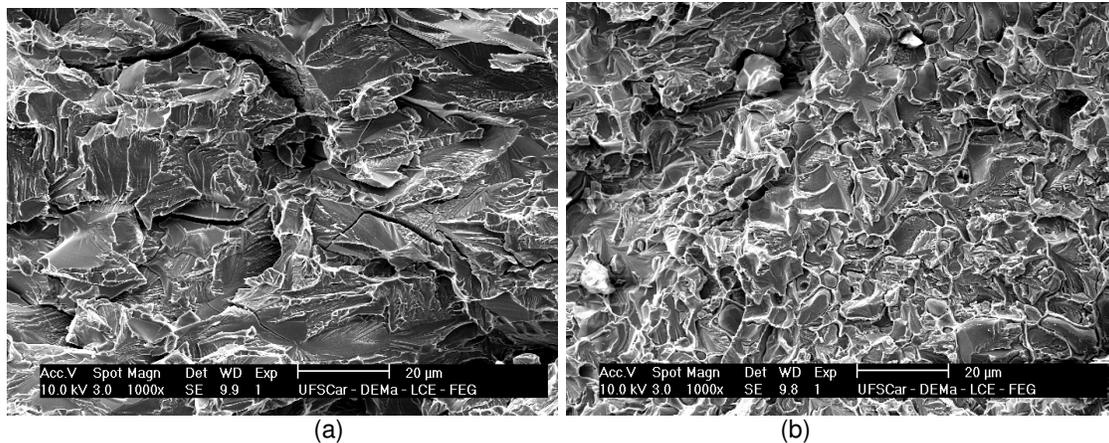


Figura 4. Comparação entre os modos de falha por fratura dos corpos de prova ensaiados em tração (a), e sob impacto (b) à temperatura ambiente após tratamento térmico previamente aplicado.

A Figura 5 mostra a topologia de fratura dos corpos de prova ensaiados, respectivamente, sob tração e impacto a 600°C (sem tratamento térmico anterior, porém com tempo de residência suficiente para efeito análogo na difusão de hidrogênio). Na Figura 5a, obtida do espécime tracionado, a fratura é nitidamente por clivagem transgranular, identicamente ao observado anteriormente em corpos de prova ensaiados sob outras condições, porém se aproximando mais do aspecto exibido pelo material não tratado termicamente (Figura 3a). Todavia, isso é compreensível, uma vez que o material em tração apresentou maior resistência, mas, sem aumentar o alongamento, que foi aproximadamente nulo em todos os casos. Na Figura 5b, relativa à fratura por carregamento dinâmico do material, verificam-se sinais inequívocos de tenacificação do material, plenamente condizentes com os maiores níveis de energia absorvida durante o impacto pelo espécime (Tabela 3), sendo possível mesmo identificarem-se nuances dos mecanismos (de fratura dúctil metálica) de nucleação, crescimento e de coalescimento de microvazios.

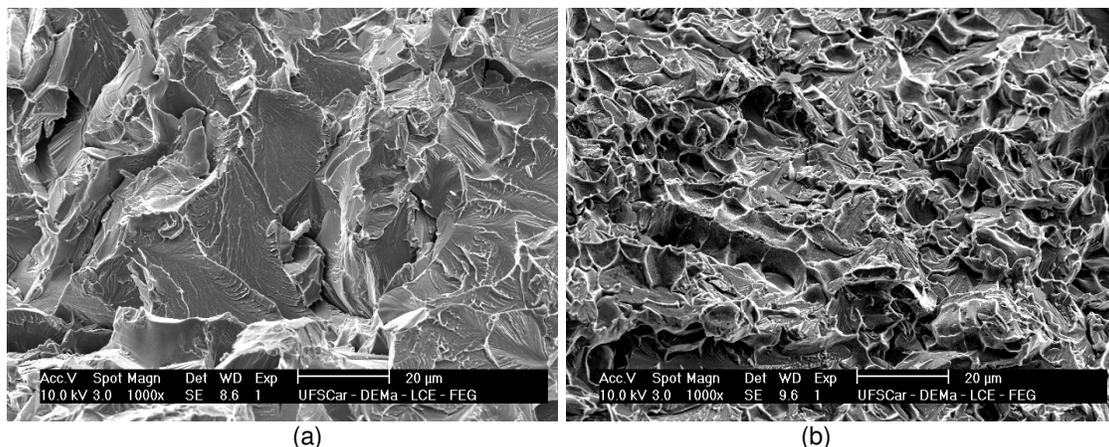


Figura 5. Comparação entre os modos de falha por fratura dos corpos de prova ensaiados em tração (a), e sob impacto (b) à 600°C.

4 CONCLUSÃO

1. A liga de Fe₃Al apresentou baixos valores de ductilidade e de tenacidade ao impacto à temperatura ambiente, associados a altos valores de dureza.
2. A liga de Fe₃Al apresentou bons valores de resistência mecânica tanto à temperatura ambiente (na condição revenida) como a alta temperatura (600°C).
3. O tratamento térmico efetuado a 600°C resultou em uma melhora significativa do desempenho mecânico da liga Fe₃Al devido à eliminação de hidrogênio atômico e molecular, respectivamente absorvido e gerado durante o processamento do material.

Agradecimentos

Ao MIB – Materials Institute of Brazil pela parceria no trabalho e pela utilização de sua infraestrutura.

REFERÊNCIAS

- 1 McKamey, C. G.; Liu, C. T.; Cathcart, J.V.; David, S. A.; Lee, E. H. "Evaluation of mechanical and metallurgical properties of Fe₃Al-based aluminides", Oak Ridge National Laboratory, 1986.
- 2 Liu, C. T.; Sikka, V. K.; McKamey, C. G. "Alloy development of FeAl Aluminide alloys for structural use in corrosive environments", Oak Ridge National Laboratory, 1993.
- 3 ASM Metals Handbook. "Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys", ASM International, v. 1, 10th ed., 1990.
- 4 Kasul, D.B.; Heldt, L.A. "Effect of environment on the mechanical properties of an Fe-24.6Al alloy". Scripta Metallurgica e Materialia. v. 25, pp. 1047-1051, 1991.
- 5 Schneider, A.; Falat, L.; Sauthoff, G.; Frommeyer, G. "Microstructures and mechanical properties of Fe₃Al-based Fe-Al-C alloys", *Intermetallics*, v. 13, p.1322-1331, 2005.
- 6 Chen, M.; Lin, D.; Xia, Y.; Liu, C.T. "Strain rate sensitivity of ductility and fracture behaviors in a Fe-28Al alloy". Materials Science and Engineering A239-240, pp. 317-323, 1997.