# ENVELHECIMENTO DINÂMICO EM UM AÇO ESTRUTURAL Nb – Mn – Cr - Mo<sup>1</sup>

Cynthia Serra Batista Castro<sup>2</sup> Berenice Mendonça Gonzalez<sup>3</sup> Ronaldo Barbosa<sup>3</sup>

#### Resumo

A determinação da susceptibilidade ao envelhecimento dinâmico do aço resistente ao fogo estudado e do mecanismo responsável pelo processo foi feita através da variação das propriedades mecânicas em tração com a temperatura, T, e a taxa de deformação,  $\dot{\varepsilon}$ . Os testes foram feitos para T variando entre 25 e 600°C e para valores de  $\epsilon$  iguais a 10<sup>-1</sup>, 10<sup>-2</sup> e 10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup>. As energias de ativação aparentes associadas ao início do serrilhado nas curvas tensão-deformação e ao máximo na variação do limite de resistência com a temperatura, foram calculadas através da relação entre os valores de è e de T para os quais esses efeitos foram observados. O aço estudado apresentou manifestações típicas relacionadas ao DSA, como a presença de *plateaux* e de máximos na variação do limite de escoamento,  $\sigma_{e}$ , e do limite de resistência,  $\sigma_r$ , com a temperatura, respectivamente, e a presença de mínimos na variação do alongamento com a temperatura, bem como serrilhados nas curvas tensão-deformação (efeito PLC) para certas combinações de taxas de deformação e temperaturas. Os resultados indicaram que o envelhecimento dinâmico do aço resistente ao fogo considerado, provavelmente associado à interação dinâmica entre deslocações e dipolos C-elemento de liga, é um importante fator na manutenção da resistência mecânica a alta temperatura.

**Palavras-chave**: Envelhecimento dinâmico; Aços resistentes ao fogo; Aços estruturais

# STRUCTURAL STEEL NB-MN-CR-MO DYNAMIC STRAIN AGING

#### Abstract

The dynamic strain aging susceptibility of the fire steel considered and the mechanism responsible for the process were determined by mean of tensile tests performed at different temperatures and strain rates. The tests were done in temperatures between 25 and 600°C and strain rates of  $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$  e  $10^{-3}s^{-1}$ . The values of the activation energies related to the appearance of the Portevin LeChatelier effect and to maxima on the tensile strength *versus* temperature. Typical features of DSA were observed as the presence of plateaux and of maximum in yield strength,  $\sigma_{e}$ , and ultimate tensile strength,  $\sigma_{r}$ , and a minimum elongation *versus* temperature curves (the Portevin-LeChatelier – PLC effect), at some conditions of strain rates and temperatures. The results indicated also that dynamic strain aging of the steel fire considered probably associated to the dynamic interaction of dislocations interstitials-substitutional dipoles, is an important contribution to its mechanical resistance in high temperature.

Key words: Dynamic strain aging; Fire resistant steels; Structural steels.

<sup>3</sup> Professor - Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – UFMG.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Contribuição técnica ao 62° Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Pesquisador em Ciência e Tecnologia – Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais - CETEC

# INTRODUÇÃO

Em aços estruturais microligados, o envelhecimento dinâmico (dynamic strain aging, DSA) já foi apontado, desde o início dos anos 70, como um mecanismo efetivo de resistência à deformação em altas temperaturas, e, portanto, de resistência à fluência. A manutenção da resistência mecânica em temperaturas elevadas, associada ao envelhecimento dinâmico, deve-se ao efeito conhecido como ISSH (interaction solid-solution hardening) relacionado à interação dinâmica entre clusters de substitucionais-intersticiais e deslocações. Em aços estruturais microligados ao Nb, a presença dos efeitos de DSA em temperaturas mais elevadas, entre 250 e 600°C, do que aquelas observadas para os aços carbono, de 150 a 400°C, foi atribuída a *clusters* de.Mn-C e Mn-N<sup>(1,2)</sup> e em aços microligados com vanádio, a clusters de V-C.<sup>(3)</sup> Klueh<sup>(4)</sup> relata que os efeitos de envelhecimento são decorrentes de interações entre átomos substitucionais e/ou intersticiais com as deslocações. No caso dos átomos intersticiais possuírem uma maior interação com os átomos substitucionais do que com as deslocações, haverá um forte efeito de endurecimento por solução sólida da ferrita pelos intersticiais, que poderá se prolongar até elevadas temperaturas. Na situação contrária, se a interação entre os átomos intersticiais com as deslocações for alta, ocorrerá também a manutenção das propriedades mecânicas a altas temperaturas devido aos efeitos do envelhecimento dinâmico, em conseqüência da redução da mobilidade das deslocações pelas atmosferas de Cottrell. De acordo com Leslie,<sup>(1)</sup> os dipolos provocam efeito de endurecimento por solução sólida, mas também interagem com as deslocações acarretando os efeitos de envelhecimento dinâmico. No que se refere aos aços resistentes ao fogo, o endurecimento por solução sólida e a presença de precipitados estáveis e finamente dispersos têm sido uma importante contribuição para a manutenção da resistência mecânica em temperaturas elevadas.<sup>(5,6)</sup> Sendo assim, o objetivo desse trabalho foi a caracterização do envelhecimento dinâmico em um aço resistente ao fogo a base de Nb-Mn-Cr-Mo de forma a identificar a contribuição deste processo como mecanismo de aumento de resistência em altas temperaturas.

#### MATERIAL E MÉTODOS

Estudou-se um aço de procedência comercial, recebido na forma de uma placa laminada com 12,7mm de espessura, cuja composição química é: 0,092%C; 0,80%Mn; 1,21%Si; 0,038%P; 0,0045%S; 0,092%Cu; 0,10%Cr; 0,30%Mo; 0,020%Nb; 0,018%Al; 0,0052%N.

Corpos de prova de tração foram retirados da placa como recebida e usinados na direção de laminação, com dimensões especificadas, conforme a norma ASTM A370-97a para corpos de prova cilíndricos, *sub-size*.

Os ensaios de tração e a determinação das condições de aparecimento e desaparecimento do serrilhado das curvas, foram realizados em uma máquina de ensaios mecânicos MTS, servo-hidráulica, em temperaturas variando de 25 a 600°C, para taxas de deformação de  $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$  e  $10^{-3}$ s<sup>-1</sup>. O tempo de aquecimento foi no máximo de 10 minutos e o sistema de controle da temperatura possibilitou que esta não variasse mais que 1°C. Considerando que a precisão na medida deste parâmetro é de 1°C, a incerteza no valor da temperatura foi de  $\pm$  2°C. As propriedades mecânicas deste aço foram avaliadas em termos de limite de escoamento, $\sigma_{e}$ , limite de resistência,  $\sigma_{R}$ , alongamento total,  $A_{t}$ , considerando uma

média de três ensaios realizados nas mesmas condições. Os erros relativos nos valores das tensões e no alongamento foram inferiores a 3%. A determinação da susceptibilidade ao envelhecimento dinâmico e dos mecanismos envolvidos foi feita a partir das mudanças destas propriedades com a temperatura de envelhecimento.

## RESULTADOS

As curvas tensão-deformação apresentaram mudanças em seus aspectos com o aumento da temperatura em todas as taxas de deformação estudadas, como já observado em trabalhos anteriores.<sup>(7-9)</sup>

Essas curvas obtidas para o aço estudado em temperaturas variando entre 25 e 600°C são mostradas na Figura 1 para uma taxa de deformação de 10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup>.





Pode-se observar a presença de serrilhados em algumas curvas, dependendo da temperatura, caracterizando o escoamento plástico descontínuo (efeito Portevin-LeChatelier, PLC). Este serrilhado ocorre para temperaturas superiores a 150°C. Na verdade, o fluxo plástico descontínuo aparece aproximadamente entre 107 e 110°C sendo que com o aumento da temperatura a sua amplitude e frequência aumentam até uma temperatura de 250°C. Em temperaturas mais elevadas, o serrilhado começa a desaparecer gradativamente até desaparecer por completo por volta de 350°C. O mesmo efeito ocorreu para as outras taxas de deformação estudadas, porém, como pode ser visto na Figura 2, aumentando a taxa de deformação, as temperaturas mais elevadas e a sua freqüência e amplitude diminui, característica típica do efeito PLC em aços baixo carbono.<sup>(7, 8)</sup>



Figura 2 – Curva tensão-deformação para várias temperaturas a uma taxa de deformação de 10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>.

A Figura 3 mostra a variação do limite de resistência,  $\sigma_R$  e do limite de escoamento,  $\sigma_e$ , com a temperatura para as três taxas de deformação consideradas. Esta figura mostra máximos em  $\sigma_R$  com a temperatura cuja posição é deslocada para valores mais altos de temperatura a medida que se aumenta  $\dot{\epsilon}$ . A intensidade desses máximos diminui com o aumento de  $\dot{\epsilon}$ , o que confirma os resultados obtidos por Roesch<sup>(10)</sup> e Tsuzaki et al.<sup>(11)</sup> As curvas de  $\sigma_e$  apresentam um plateaux no intervalo de temperatura no qual se observou um máximo em  $\sigma_R$  A temperatura de início do plateaux aumenta com o aumento da taxa de deformação.

A variação do alongamento total,  $A_t$ , com a temperatura para as três taxas de deformação estudadas é mostrada na Figura 4. Pode-se observar que  $A_t$  diminui com a temperatura passando por um mínimo cuja temperatura aumenta com o aumento da taxa de deformação.

A presença do efeito Portevin-LeChatelier nas curvas  $\sigma$  x e, dos máximos nas curvas de variação das tensões com a temperatura, dos mínimos nas curvas de variação do alongamento total, bem como a variação da intensidade e posição desses máximos na escala de temperaturas com a taxa de deformação, são aspectos clássicos do envelhecimento dinâmico observados nos aços de baixo teor de carbono (BTC),<sup>(13)</sup> o que indica que nos aços resistentes ao fogo o envelhecimento dinâmico tem características semelhantes.



Figura 3 – Variação do limite de resistência e do limite de escoamento com a temperatura para o aço resistente ao fogo para as três taxas de deformação consideradas.



**Figura 4** – Variação do alongamento com a temperatura para o aço resistente ao fogo para as três taxas de deformação consideradas.

De acordo com a literatura,<sup>(7,8)</sup> a energia de ativação associada ao efeito Portevin-LeChatelier pode ser obtida a partir da variação da temperatura em que aparece o serrilhado na curva tensão-deformação, T, com a taxa de deformação  $\dot{\varepsilon}$ , pela equação:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{B\rho_m bI}{T} \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)$$
[1]

onde o termo  $B\rho_m$ bl pode ser considerado constante, Q é a energia de ativação associada ao aparecimento do efeito Portevin-LeChatelier e R é a constante universal dos gases.

A inclinação da reta que representa a variação de  $\ln(\dot{\epsilon}xT)$  com 1/T, figura 5, é igual à -Q/R. O valor de Q obtido é igual a 176 kJ/mol. Este valor é significantemente superior aos valores das energias de ativação para difusão do nitrogênio e carbono na ferrita, 77,9 kJ/mol e 84,2 kJ/mol, respectivamente, o que sugere que no aço resistente ao fogo o efeito Portevin-LeChatelier não é controlado pelo ancoramento das deslocações por átomos de carbono ou nitrogênio em solução sólida na ferrita. Este valor mais alto obtido para a energia de ativação, sugere que o efeito Portevin-LeChatelier, decorre da interação dinâmica entre *clusters* de substitucionaisintersticiais, Mn-C e Mn-N e deslocações.<sup>(2)</sup>



**Figura 5** – Temperaturas e taxas de deformação para as quais o efeito Portevin-LeChatelier e os máximos na tensão de fluxo plástico são observados.

A energia de ativação relacionada ao máximo na variação da tensão de fluxo plástico com a temperatura pode ser obtida a partir da variação da temperatura em que se observa o máximo na tensão, T, com a taxa de deformação,  $\dot{\epsilon}$ .por uma equação semelhante à equação 1:

$$\dot{\varepsilon}.T = K' \exp\left(\frac{-Q'}{RT}\right)$$
[2]

onde K' é uma constante, Q' é a energia de ativação associada ao máximo na tensão de fluxo plástico e R tem o significado anteriormente mencionado.

A variação do ln( $\dot{\epsilon}$ .T) com 1/T para as condições de  $\dot{\epsilon}$  e T relativas ao máximo em  $\sigma_R$  também é mostrada na figura 5 e a energia de ativação determinada a partir da inclinação da reta é igual a 97 kJ/mol. Este valor mais alto, como dito anteriormente está relacionado à formação de clusters de MnC e Mn-N.

Nos aços de baixo teor de carbono, a energia de ativação associada ao máximo nas tensões é igual a soma da energia de ativação para o aparecimento do efeito Portevin-LeChatelier e da energia de ligação intersticial-deslocação. Neste trabalho, a diferença entre a energia de ativação para o efeito Portevin-LeChatelier, 176 kJ/mol, e a energia de ativação relacionada ao máximo em  $\sigma_R$ , 97 kJ/mol, é igual a 79 kJ/mol, ou seja, 0,82 eV, um valor próximo ao da energia da energia de interação carbono-deslocação, 0,75eV,<sup>(2)</sup> indicando que o envelhecimento dinâmico neste aço está relacionado ao ancoramento de deslocações por atmosferas de átomos de C que tem sua mobilidade reduzida devido à interação intersticial-substitucional.

#### CONCLUSÕES

- As manifestações associadas ao envelhecimento dinâmico no aço resistente ao fogo estudado são, de maneira geral, semelhantes àquelas observadas no aço de baixo teor de carbono, porém, estas manifestações ocorrem em temperaturas superiores àquelas observadas nos aços carbono.
- Os valores de energia de ativação para o início do efeito Portevin-LeChatelier e para o máximo nas curvas tensão de fluxo versus temperatura, 176 kJ/mol e 97 kJ/mol, respectivamente, sugerem que o envelhecimento dinâmico no aço resistente ao fogo está associado à interação dinâmica entre deslocações e dipolos C-elemento de liga, o que indica que o envelhecimento dinâmico é um importante fator na manutenção da resistência mecânica a alta temperatura.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPEMIG e ao CNPq pelo apoio financeiro.

# REFERÊNCIAS

- 1 Leslie, W. C. **The Physical Metallurgy of Steels**, (McGraw-Hill Book Company, Tokyo, 1982.
- 2 Gunduz, S. Dynamic Strain Aging Effects in Niobium Mycroalloyed Steel. **Ironmaking and Steelmaking**, Vol. 29,n. 5, pp.341-356, 2002.
- 3 Gunduz S. and Cochrane, R. C.. Effect of Dynamic Strain Aging on Mechanical Properties of Vanadium Microalloyed Steel. **Materials Science and Technology**, Vol. 19,n. 4, pp.422-428, 2003.
- 4 Klueh, R. L. Interaction Solid-Solution Hardening in 2,25C-1Mo Steel. **Materials Science and Engineering**, Vol. 35, p.239-253, 1978.
- 5 Sha, W.; Kelly, F.S.; Browne, P.; Blackmore, S.P.O.; Long, A.E. Development of Structural Steels with Fire Resistant Microstructures. **Materials Science and Techonolgy**, Vol.18, pp.319-325, 2002.
- 6 Sha, W.; Kelly, F.S. Atom Probe Field Ion Microscopy Study of Commercial and Experimental Structural Steels with Fire Resistant Microstructures. **Materials Science and Techonolgy**, Vol. 20, n. 4, pp.449-457, 2004.
- 7 Keh, A. S; Nakadah, Y; Leslie, W. C. in: **Dislocation Dynamics**, edited. by A. R. Rosenfield, G. T. Hahn, A. L. Bement, Jr, and R. I. Jaffee, McGraw Hill, New York, part three, chapter 4 (1968).
- 8 Karimi Taheri, A; Maccagno, T. M; Jonas, J. J. Dynamic Strain Aging and the Wire Drawing of Low Carbon Steel Rods. **ISIJ International**. Vol.35, n. 12, pp.1532-1540, 1995.
- 9 Gonzalez, B. M.; Marchi, L. A.; Fonseca, E. J.; Modenesi, P. J.; Buono, V. T. L. Measurement of Dynamic Strain Aging in Perlitic Steels by Tensile Test. ISIJ International, Vol. 43, n. 3,pp.428.-432, 2003.
- 10 Roesh, L. Developments in the Drawing of Metals, **The Metals Society**, pp.210, 1983.
- 11 Tsuzaki, K.; Matsuzaki, Y.; Maki, T.; Tamura, I. Fatigue deformation Accompanying Dynamic Strain Aging in a Perlitic Eutectoid Steel. **Materials Science Engineering**, Vol. A142,n.1, pp.63-70, 1991.
- 12 Espíndola, M.; Weidig, C.; Rodrigues, P.C.M.; Andrade, M.S.; Gonzalez, B.M. Dynamic Strain Aging in Low Carbon Steel Rods. **Wire Journal International**, Vol.28, n.1, pp.82-85, 1995.