

ENVELHECIMENTO ESTÁTICO NO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO 316*

Sérgio Neves Monteiro¹
Matheus Pereira Ribeiro²
Fabio da Costa Garcia Filho³
Fernanda Santos da Luz⁴
Artur Camposo Pereira⁵

Resumo

Foram investigados os possíveis mecanismos responsáveis pelo envelhecimento estático (EE) em um aço inoxidável austenítico do tipo AISI 316. Ensaios de tração interrompidos por um tempo determinado em diferentes níveis de pré-deformação revelaram, após recarregamento, o aparecimento de picos de escoamento descontínuo característicos do EE. Estes ensaios foram realizados a temperaturas no intervalo de 100 a 300° C, exclusivo para o EE nos aços inoxidáveis austeníticos. Os resultados obtidos em gráfico dos logaritmos da intensidade dos picos ($\ln \Delta\sigma_o$) versus o logaritmo do tempo ($\ln t$) permitiram calcular um expoente $n = 0,40$ associado à inclinação das retas do gráfico. Este valor relativamente baixo de n foi atribuído ao mecanismo de migração de bi-lacunas para átomos solutos intersticiais formando pares de lacunas com carbono ou nitrogênio em posição substitucional. A posterior interação destes pares com as discordâncias gera os picos de EE.

Palavras-chave: Envelhecimento estático; picos de escoamento; mecanismo de interação com discordância; aço inoxidável 316.

STATIC STRAIN AGING IN 316 AUSTENITIC STAINLESS STEEL

Abstract

Possible mechanisms responsible for the static strain aging (SSA) in type AISI 316 austenitic stainless steel were investigated. Tensile tests were interrupted for a certain determined time at different levels of pre-deformation. After reloading, peaks associated with discontinuous yielding typical of SSA were revealed. These tensile tests were conducted at temperatures in the SSA exclusive interval of 100 to 300° C for austenitic stainless steels. Results obtained in double-logarithm graphs for the variation of yielding peaks intensity ($\ln \Delta\sigma_o$) versus time ($\ln t$) allowed the calculation of an exponent $n = 0,40$ by the linear slope of the graphs. This relatively low value of n was attributed to the mechanism of divacancies migration to solute interstitial atoms forming pairs of vacancy together with either carbon or nitrogen in substitutional position. The further interaction of these pairs with dislocation causes the SSA yielding peaks.

Keywords: Static strain aging; yielding peaks; mechanisms of dislocation interaction; 316 stainless steel.

¹ Engenheiro Metalúrgico, Master e PhD em Ciência dos Materiais, Departamento de Materiais, Instituto Militar de Engenharia (IME), Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Engenheiro Civil, Mestrando em Ciência dos Materiais.

³ Engenheiro de Materiais, Mestre em Ciência dos Materiais, Doutorando em Ciência dos Materiais.

⁴ Engenheira dos Materiais, Mestre em Ciência dos Materiais, Doutora em Ciência dos Materiais.

⁵ Engenheiro de Materiais, Mestre em Ciência dos Materiais, Doutorando em Ciência dos Materiais.

1 INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis austeníticos estão entre os materiais mais utilizados em sistemas industriais que operam em condições que exigem desempenho mecânico e resistência à corrosão tanto a baixas temperaturas, como no processamento de alimentos [1], quanto a altas temperaturas, como em reatores nucleares [2,3]. Em particular, o aço inoxidável austenítico tipo AISI 316 (aqui referido simplesmente como aço 316) vem sendo investigado por seu superior comportamento a altas temperaturas associado ao efeito do envelhecimento dinâmico [4-13]. Embora o envelhecimento dinâmico já esteja bem caracterizado no aço 316, um outro envelhecimento, o estático, é pouco investigado.

O envelhecimento dinâmico em corpos de prova de aço 316, tracionados à uma taxa de deformação de $3,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, estende-se de 200 até 650° C [4]. Por outro lado, manifestações do envelhecimento estático no aço 316 aparentemente limitam-se a um intervalo inicial de 200 a 300° C. Para o leitor é importante distinguir entre os dois tipos de envelhecimento: estático (EE) e dinâmico (ED).

De um modo geral o envelhecimento é atribuído ao bloqueio do movimento das discordâncias por interação com defeitos pontuais na rede cristalina do metal. Este bloqueio acarreta importantes alterações no comportamento mecânico tais como aumento na resistência, decréscimo na ductilidade e instabilidade no escoamento plástico. Dentro de certos limites de temperatura e taxa de deformação, essas alterações serão mais efetivas quanto mais tempo tiverem os defeitos pontuais de se difundirem para as discordâncias.

Assim, a dependência em relação ao tempo torna essas alterações conhecidas como envelhecimento do metal. Talvez a primeira ocorrência de envelhecimento tenha sido registrada em 1837 por Savart [14] investigando o que ele chamou de “vibrações” durante a deformação mecânica em um aço. Isto seria a primeira observação de “serrilhações”, uma manifestação típica de ED no escoamento plástico. Por sua vez os primeiros registros de EE foram feitos por Piobert [15] em 1842 e Lüders [16] em 1860 indicando o aparecimento de limites de escoamento superior e inferior em aço de baixo carbono.

Desde então o EE, associado a descontinuidades no limite de escoamento com propagação da banda de Lüders, é um fenômeno característico bastante estudado nos aços comuns juntamente com o ED [17,18]. A Fig. 1 apresenta esquematicamente o típico efeito do EE em um aço comum nas suas curvas de tração obtidas em diferentes tempos.

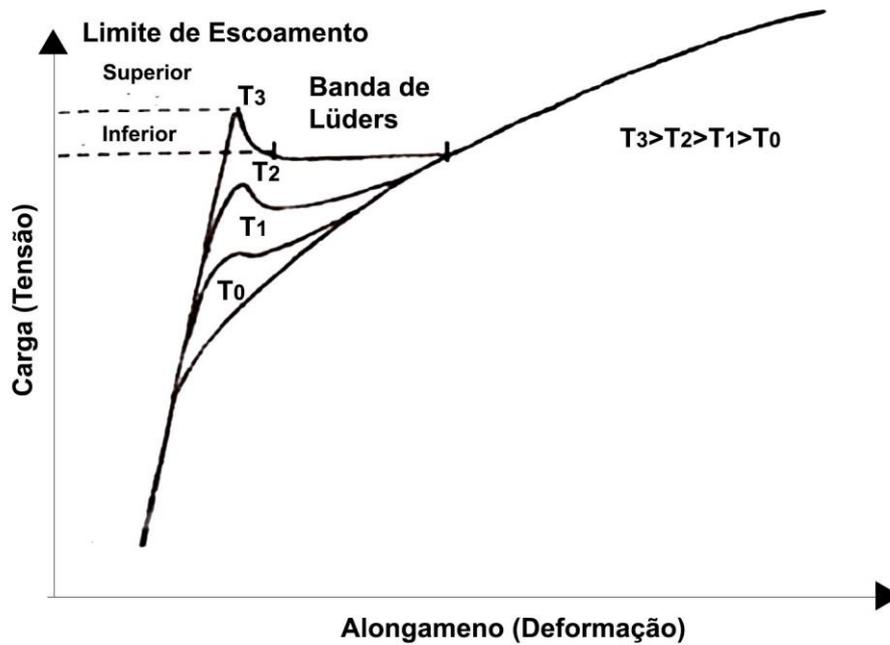


Figura 1. Representação esquemática do envelhecimento estático obtido em aço comum tracionado após diferentes tempos.

Como mostrado na Fig. 1, a característica básica do EE é a existência de um pico no escoamento que tende a aumentar com o tempo. A intensidade destes picos permite que se investigue a cinética do envelhecimento e a natureza de interação carbono-discordância [19]. A determinação da intensidade do pico de escoamento será feita baseada no reaparecimento do pico após uma parada no ensaio de tração, a uma dada deformação plástica, seguindo-se o recarregamento após um tempo determinado como esquematizado na Fig. 2.

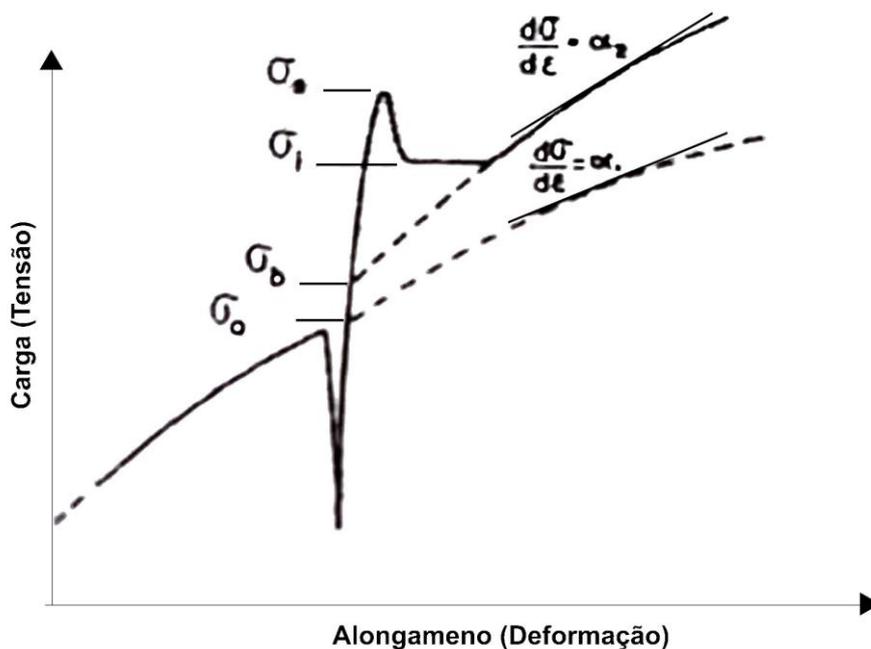


Figura 2. Esquema de reaparecimento do pico de escoamento à uma dada deformação plástica por um tempo determinado.

No caso dos aços inoxidáveis, do conhecimento dos autores do presente trabalho, ainda não houve um estudo quantitativo sobre a cinética do EE. Neste trabalho serão consideradas as intensidades do pico superior de maneira idêntica à empregada por Rose e Glover [19].

$$\Delta\sigma = \sigma_s - \sigma_b \quad (1)$$

Relacionando-se à intensidade do pico, $\Delta\sigma$, com o logaritmo do tempo de envelhecimento, t , pode-se acompanhar a cinética do processamento de EE através de:

$$\Delta\sigma = \Delta\sigma_0 + k \cdot t^n \quad (2)$$

Onde $\Delta\sigma_0$ representa um incremento inicial do pico independente do tempo como mostrado na Fig. 2. Além disto, k é uma constante e n um expoente característico do mecanismo responsável pelo EE no aço 316.

O expoente n , em particular, está associado ao possível mecanismo controlador da interação entre átomos de ferro da rede do aço e átomos solutos como o carbono e o nitrogênio. Caso o envelhecimento seja devido à atmosfera de átomos solutos, o valor do expoente $n = 0,67$ [20,21]. Entretanto se envelhecimento for devido à interação por diferença de módulo de elasticidade entre soluto e ferro, $n = 0,50$ [22]. Outra possibilidade ainda seria os átomos solutos transformarem em precipitados na linha de discordância, o que pode acontecer após um tempo relativamente. Neste caso, tem-se $n = 1,50$ [22].

Resta comentar sobre o fato da reta $\ln \Delta\sigma$ versus $\ln t$ apresentar diferentes inclinações associadas à distintos mecanismos de envelhecimento com o passar do tempo. Estes aspectos fazem parte do objetivo do presente trabalho sobre EE no aço 316.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O aço inoxidável austenítico tipo AISI 316 foi adquirido da firma Villares, Brasil, na forma de barras laminadas com 10 mm de diâmetro. A composição química do aço 316 está apresentada na tabela 1 juntamente com as especificações do padrão AISI.

Tabela 1. Composição química (%p) do aço 316 investigado e a correspondente especificação AISI.

C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	P	S	N
0,05	18,0	12,8	2,64	1,58	0,51	0,0022	0,013	0,32
0,08 máx.	16 a 18	10 a 14	2 a 3	2 máx.	1 máx.	0,045 máx.	0,03 máx.	AISI N*

* Não especificado pela AISI.

As barras de aço como recebidas sofreram tratamento térmico de solubilização de carbonetos a 1100° C por 30 minutos. Isto produziu uma estrutura plenamente recozida com tamanho de grão médio de 34±5 µm.

Para os ensaios de tração, corpos de prova padrão ASTM com 24 mm de comprimento útil e 4 mm de diâmetro foram usinados das barras tratadas termicamente e tiveram sua superfície polida eletricamente. As extremidades com

diâmetro de 9 mm foram rosqueadas para acoplamento com as garras da máquina Instron modelo 1125. Todos os ensaios de tração foram conduzidos a uma taxa de deformação de $3,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ correspondente à uma velocidade do travessão da máquina de 0,5 mm/min. As temperaturas do ensaio de 150, 200, 250 e 300° C foram escolhidas por corresponderem ao intervalo em que se observa EE nos aços 316 [4]. Pré-deformações de 5, 10 e 15% e tempos até 100s foram escolhidos para calcular a intensidade dos picos de escoamento de acordo com o esquema da Fig. 2.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A variação do pico de EE (Fig. 2), $\Delta\sigma$ superior com o nível de pré-deformação está mostrado na Fig. 3 para diferentes temperaturas e um tempo de 50s. Nesta figura observa-se um certo comportamento linear até por volta de $\epsilon = 10\%$. Isto pode ser atribuído ao fato de serem criadas lacunas resultantes da deformação plástica (10%). Por outro lado, nestas condições a densidade de discordâncias aumentou de $10^{10}/\text{m}^{-2}$ para $10^{13}/\text{m}^{-2}$. A presença de uma supersaturação de lacunas é indispensável ao aparecimento do fenômeno de envelhecimento nos aços. De fato, não são observados picos para $\epsilon = 0\%$ [23].

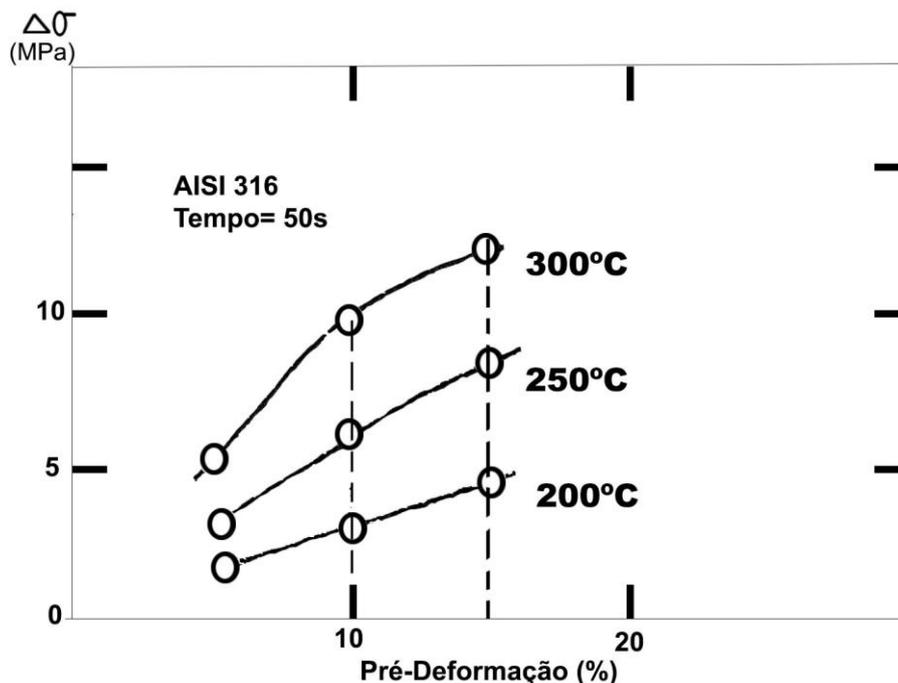


Figura 3. Dependência da intensidade do pico de escoamento com o nível de pré-deformação para algumas temperaturas estudadas no aço 316.

Outro fator importante no EE do aço 316 é a influência da temperatura. No presente trabalho foram escolhidas temperaturas de 100 a 300° C e as razões para esta escolha foram as seguintes: De baixas temperaturas até 100° C os aços inoxidáveis austeníticos podem apresentar transformação martensítica com a deformação, o que mudaria a rede cristalina cúbica de face centrada (CFC) para tetragonal de corpo centrado (TCC). Acima de 300° C passa efetivamente a ocorrer ED [4]. Neste caso, o valor de $\Delta\sigma$ contém uma parcela indeterminada de efeito devido ao ED. Embora manifestação do EE continuem existindo acima de 300° C, não seria mais possível avaliar seu mecanismo exclusivo. A Fig. 4 exemplifica a

dependência de $\Delta\sigma$ com a temperatura no aço 316 entre 100° e 300° C. Acima de 300° C as curvas são pontilhadas para lembrar que não houve interesse na precisão de resultados adicionais devido à forte influência do ED.

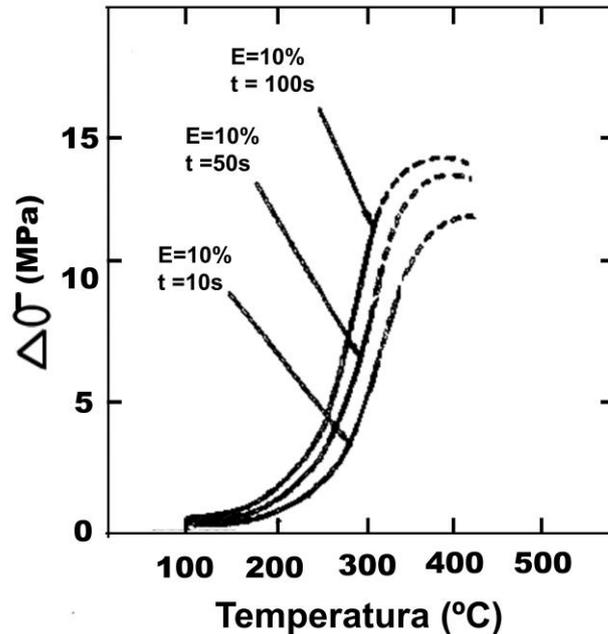


Figura 4. Variação da intensidade do pico de EE com a temperatura para diferentes pré-deformações após um tempo de 50s.

As curvas da Fig. 5 mostram o efeito do tempo de envelhecimento, após recarregar o corpo de prova, previamente descarregado na pré-deformação de 10%. Nesta figura deve ser notado a maior variação em $\Delta\sigma$ para 300° C.

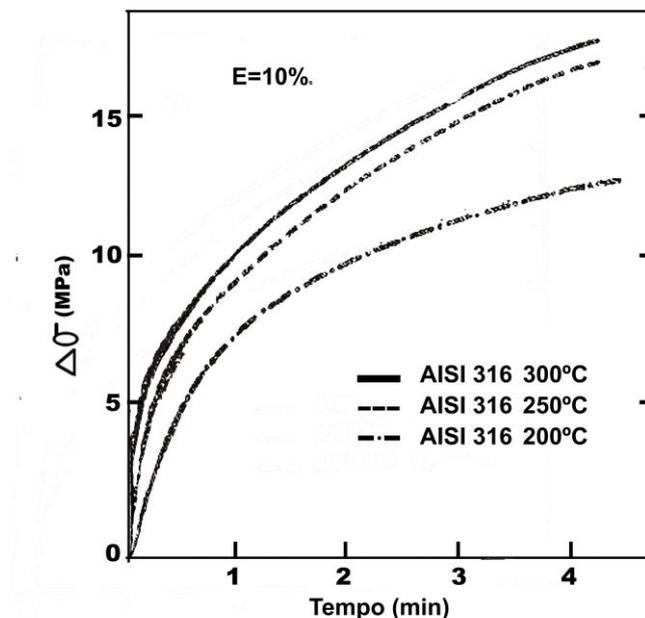


Figura 5. Variação da intensidade do pico de EE com o tempo para diversas temperaturas na pré-deformação de 10%.

Para caracterizar o possível mecanismo associado ao EE no aço 316, a Fig. 6 apresenta em dupla escala logarítmica, a variação de $\Delta\sigma$ com o tempo, de acordo com a Eq. (2). As retas obtidas na Fig. 6 estão de acordo com o fato de praticamente não existir $\Delta\sigma_0$, ou seja, um pico de envelhecimento para o tempo $t = 0$, coerente com as curvas da Fig. 5.

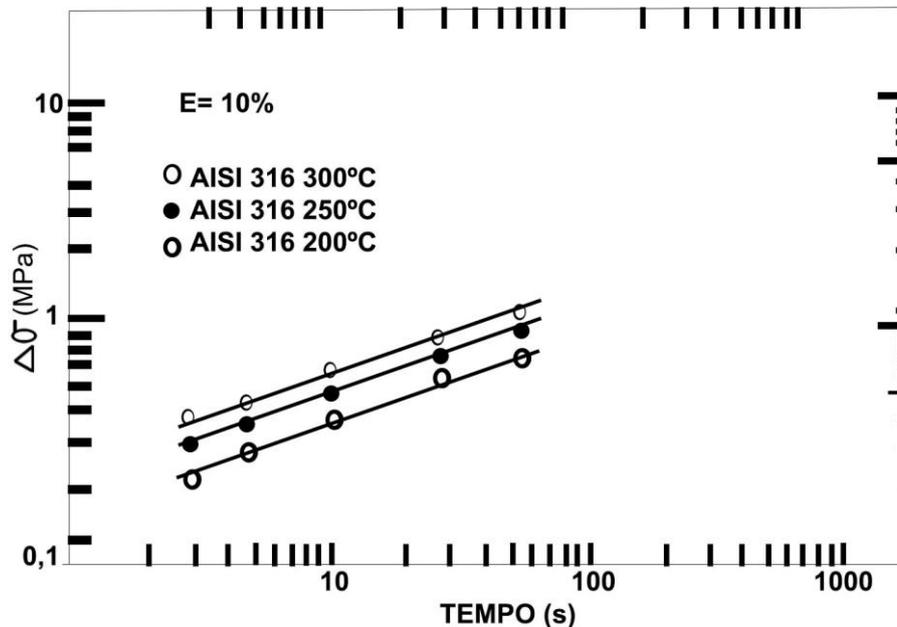


Figura 6. Variação do $\ln \Delta\sigma$ com o $\ln t$ para diferentes temperaturas e pré-deformação de 10%.

O expoente n da Eq. (2) foi calculado pela inclinação das retas na Fig. 6 obtendo-se $n = 0,40 \pm 0,05$. Este valor é distinto do teórico ($n = 0,67$) associado a simples interação de átomos de carbono e nitrogênio com as discordâncias [20,21]. Também difere da interação por diferença de módulos de elasticidade ($n=0,50$) ou formação de precipitados nas linhas das discordâncias ($n = 1,50$) [22]. Rose e Glover [19] também eliminam a possibilidade de átomos substitucionais como o Cr e o Ni serem responsável pelo EE nos aços inoxidáveis.

Com base em fundamentos tanto práticos [19] quanto teórico [24], sugere-se que o EE no aço 316 seja devido à interação de pares de defeitos pontuais (lacuna/carbono ou nitrogênio) com as discordâncias. Estes defeitos na rede CFC do ferro γ (aços inoxidáveis austeníticos) seriam formados pela associação de uma bi-lacuna com um átomo intersticial (C ou N) criando um par energeticamente mais estável constituído de uma lacuna e o átomo intersticial em posição substitucional. Além disto, a cinética com um n menor (0,40), seria controlada não pela interação com as discordâncias, mas pela energia de migração das bi-lacunas formando o par estável.

4 CONCLUSÕES

- Nos aços inoxidáveis austeníticos do tipo AISI 316 o efeito exclusivo de envelhecimento estático, sem interferência de transformação martensítica de

rede CFC para TCC ou do envelhecimento dinâmico, ocorre no intervalo de temperatura de 100 a 300° C.

- A influência da pré-deformação e do tempo, t , sobre a intensidade do pico de envelhecimento, $\Delta\sigma$, indicam que podem ocorrer mudanças no mecanismo exclusivo do envelhecimento estático acima de 10% de pré-deformação e 100s no tempo.
- Tendo em vista o expoente $n = 0,40$ obtido para a cinética do envelhecimento estático e associado à inclinação das retas $\ln \Delta\sigma$ versus $\ln t$, sugere-se que o mecanismo exclusivo seja a migração de bi-lacunas para átomos intersticiais de carbono ou nitrogênio. Essa migração acarretaria pares energeticamente mais estáveis de lacuna com átomos de carbonos ou nitrogênio em posição substitucional. Estes pares é que iriam interagir com as das discordâncias acarretando um menor valor de n do que aquele da atmosfera de Cottrell com $n = 0,67$.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio das agências de financiamento à pesquisa no Brasil: CAPES, CNPq e FAPERJ pelos recursos e bolsas concedidas ao Instituto Militar de Engenharia para realização deste trabalho

REFERÊNCIAS

- 1 Source Book on Stainless Steels. American Society for Metals, Metals Park, Ohio, USA; 1976.
- 2 Roberts JTA. Structural Materials in Nuclear Power Systems. Plenum Publishing Company, USA; 1981.
- 3 Ma BM. Nuclear Reactor Materials and Applications. Holland: Van Nostrand Reinhold Company; 1983.
- 4 Monteiro SN, Margem FM, Candido VS, Figueiredo AB-HS. High temperature plastic instability and dynamic strain aging in the tensile behaviour of AISI 316 stainless steel. Mater Res. 2017; 20(2): 506-511.
- 5 Christopher J, Choudhary BK. On the assessment of tensile work hardening behaviour of type 316L(N) austenitic stainless steel in the framework of $\theta\sigma_d$ vs. σ_d using flow stress contribution from dislocations. Int J Pressure Vessel and Piping 2016; 146: 151-160.
- 6 Choudhary BK, Christopher J. Tensile flow and work hardening behaviour of type 316L(N) austenitic stainless steel in the framework of one-internal-variable and two-internal-variable approaches. Mater Sci Eng A. 2015; 636: 269-278.
- 7 Gupta AK, Singh SK, Reddy S, Hariharan G. Prediction of flow stress in dynamic strain aging regime of austenitic stainless steel 316 using artificial neural network. Materials and Design 2012; 35: 589-595.
- 8 Karlsen W, Ivanchenko M, Ehrnstén U, Yagodzinskyy Y, Hänninen H. Microstructural manifestation of dynamic strain aging in AISI 316 stainless steel. J Nuclear Materials 2009; 395: 156-161.
- 9 Hong S-G, Lee S-B, Byun T-S. Temperature effect on the low-cycle fatigue behavior of type 316L stainless steel: Cyclic non-stabilization and an invariable fatigue parameter. Mater Sci Eng A 2007; 457: 139-147.
- 10 Hong S-G, Lee S-B. Mechanism of dynamic strain aging and characterization of its effect on the low-cycle fatigue behavior in type 316L stainless steel. J Nuclear Materials 2005; 340: 307-314.

- 11 Byun T-S, Hashimoto N, Farrel K. Temperature dependence of strain hardening and plastic instability behavior in austenitic stainless steels. *Acta Materialia*. 2004; 52: 3889 – 3899.
- 12 Gerland M, Alain R, Saadi BA, Mendez J. Low cycle fatigue behaviour in vacuum of a 316L – type austenitic stainless steel between 20 and 600° C – Part II: dislocation structure evolution and correlation with cyclic behaviour. *Mater Sci Eng A*. 1997; 229: 68-66.
- 13 Michel DJ, Moteff J, Lovell AJ. Substructure of type 316 stainless steel deformed in low tension at temperatures between 21° and 816° C. *Acta Metallurgica*. 1973; 21: 1269 – 1277.
- 14 Savart F. Researches on longitudinal vibration (in French). *Annales de Chimie et de Physique (second series)*. 1837; 65: 337 – 402.
- 15 Piobert A. Discontinuous yield in mild steel (in French). *Revue de l'Artileries*. 1842; 5: 52 – 70.
- 16 Lüders, W. Propagation of bands after the elastic regime in steel (in Germany) *Dinglers Polytech J*. 18860; 155: 18 – 32.
- 17 Keh AS, Nahada Y, Leslie WC. Dynamic strain aging in iron and steel. pp. 381 – 405. *Dislocation Dynamics*. McGraw-Hill Book Company, Nova York, EUA. 1967.
- 18 Meyers MA, Chawla KK. *Mechanical Behaviour of Materials*. 2^a ed. Nova York: Cambridge University Press; 2009.
- 19 Rose KSB, Glover SG. A study of strain-ageing austenite. *Acta Metallurgica*. 1966; 14: 945-953.
- 20 Cottrell AH, Bilby BA. Dislocation theory of yielding and strain aging of iron. *Proc Phys Soc*. 1948; 62A: 42-62.
- 21 Harper S. Precipitation of carbon and nitrogen in cold-worked alpha-iron. *Phys. Rev*. 1951; 83: 709-712.
- 22 Friedel J. *Les Dislocations (in French)*. Paris: Gauthiers-Villars; 1990.
- 23 Guillot J, Grilhé J. Influence of vacancies in the discontinuous yielding of iron (in French). *Mem Sci. Revue Mét.* 1972; 69: 215-225.
- 24 Hall EO. *Yield Point: Phenomena in Metals and Alloys*. pub. Nova York: Plenum Press; 1970.