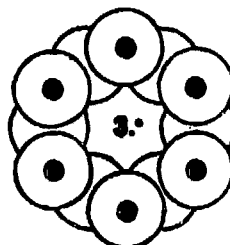


**ANAIS**

do

**3º Congresso Brasileiro  
de Engenharia e  
Ciência dos Materiais**



**CBECIMAT**

**COPPE / UFRJ  
Dezembro de 1978**

**CNT**

**CONSELHO NACIONAL  
DE DESENVOLVIMENTO  
CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO**

**PREMESU**

**ABM**

**ESTUDO DA MICROESTRUTURA E DA VARIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DE MICRODUREZA DE UMA LIGA AUSTENÍTICA Ni-Fe-Cr POR ADIÇÕES DE NIÓBIO\***

Marcos U.deC.e Camargo\*\*  
Georgi Lucki\*\*

**Resumo**

Os mecanismos de endurecimento e aumento da resistência à corrosão dos aços inoxidáveis austeníticos Ni-Fe-Cr por adições de Nb, são propriedades de interesse na Tecnologia Nuclear. Para este trabalho, adições de Nb foram feitas num aço inoxidável tipo 321, para estudos de microdureza, resistividade elétrica e metalografia. Neste trabalho, mostram-se resultados de medidas experimentais, onde se procurou analisar o efeito das adições de Nb como elemento micro-ligante, e dos processos térmicos e mecânicos (trabalho a frio em particular) na microestrutura e propriedades de microdureza da liga austenítica 11%Ni-70%Fe-17%Cr estudada.

## 1. Introdução

Nos aços inoxidáveis a base Ni-Fe-Cr, sabemos ser a austenita uma fase metaestável que se decompõe após seguidos tratamentos térmicos ou mecânicos. À temperatura crítica de  $600^{\circ}\text{C}$ , a decomposição da austenita se dá preferencialmente nos contornos de grão, possibilitando a corrosão intergranular que prossegue como processo eletroquímico nas interfaces entre a austenita e a nova fase precipitada<sup>(1)</sup>.

São numerosos os trabalhos sobre aplicações destes aços em temperaturas elevadas (usinas elétricas, reatores de potência, etc.)<sup>(2,3)</sup> contudo, pouco se fala de mudanças microestruturais e consequentes alterações nas propriedades mecânicas destes materiais<sup>(4)</sup>.

Após a fusão, o C e demais impurezas presentes no material, vão para os contornos de grão do Fe-delta, estrutura que se forma imediatamente abaixo do ponto de fusão, no processo de resfriamento. A não ser que a velocidade de resfriamento seja muito pequena, a difusão a longa distância no estado sólido é insignificante e, portanto, um esqueleto de átomos de impurezas se forma nas regiões onde originalmente estavam os contornos de grão do Fe-delta<sup>(5)</sup>. A austenita terá assim, tal como o Fe-delta, uma distribuição intergranular de impurezas.

Sendo o Nb um forte formador de carbonetos, suas adições nestes tipos de aços podem representar uma melhora de propriedades de dureza, resistência à corrosão, resistência ao inchaço (sob irradiação) e outras propriedades mecânicas. Tal como o Ti, Mo e Cr; o Nb tende a se concentrar na cementsita (precipitado  $\text{Fe}_3\text{C}$ ), substituindo o Fe que sairia da matriz. Todavia, a influência do Nb nas propriedades mecânicas é função da composição química e do processamento termo-mecânico do aço; sendo sua temperatura de solubilidade na austenita, fortemente dependente dos teores de C e N<sup>(6)</sup>.

Com este trabalho, estamos visando o desenvolvimento de técnicas de fabricação e caracterização de aços especiais microligados ao Nb, por estudos de metalografia, propriedades de microdureza e resistividade elétrica; propriedades estas, sensíveis às mudanças microestruturais decorrentes de pré-tratamentos térmicos, mecânicos e irradiações. Nos aços inoxidáveis, as variações de composição que resultam no decréscimo do inchaço, durante a irradiação neutrônica<sup>(7)</sup>, são aquelas que tendem a produzir precipitados dispersos, tais como NbC ou TiC. Comparações<sup>(8)</sup> de vários aços inoxidáveis mostraram que maior resistência ao inchaço

### I 4.3

se desenvolveu nos tipos 347 e 321, ambos contendo precipitados, do que nos tipos 316 e 304. O tipo 304 estabilizado com Ti, incha menos que o não estabilizado<sup>(9)</sup> e, o tipo FY548 incha menos que o tipo M316, sendo o principal motivo da diferença, um alto teor de Nb<sup>(10)</sup>. Uma redução no inchaço devida aos precipitados NbC no aço tipo 348 foi notada<sup>(11)</sup>. Nem todos os precipitados são benéficos, contudo; e quando os  $M_{23}C_6$  estão presentes, cavidades tendem a ser formadas em associação a eles<sup>(10,12)</sup>.

Os resultados finais serão discutidos no sentido de contribuir ao estudo de danos de radiações em metais e ligas (especialmente aços inoxidáveis) durante irradiações com partículas de alta energia no IEAR-1

## 2. Técnicas Experimentais

Usamos para o presente estudo, um aço inoxidável austenítico de composição seguinte:

Cr 17,88% - Ni 11,02% - Ti 0,39% - C 0,08%

De fabricação Brasileira, o material foi recebido em forma de barra com  $\emptyset$  de 3/8". Antes do tratamento de solubilização, o material foi trefilado a frio para secção quadrada de 8,0 mm.

O Nb, também de origem nacional, foi recebido com as seguintes características:

- a- Reação alumino-térmica do óxido de Nb ( $Nb_2O_5$ ) CBMM
- b- 6 fusões E.B. com vácuo de  $10^{-5}$  torr na última fusão
- c- Análise

Ag	3ppm	Al	40ppm	Pb	5ppm
Mo	35 "	Si	35 "	B	5 "
Fe	10 "	S	4 "	W	50 "
Co	40 "	Ti	5 "	H <sub>2</sub>	8 "
Ni	10 "	Ta	800 "	O <sub>2</sub>	105 "
Mg	3 "	Sn	3 "	C	80 "

Os tratamentos de solubilização e austenitização iniciais foram feitos num forno de indução Politron de 25 kW de potência. Para isso foram utilizados cadinhos metálicos refrigerados a água, com o que garantimos a não contaminação das amostras na fusão ou recozimento. Os cadinhos foram confinados em tubos de quartzo, sendo todos os tratamentos feitos sob atmosfera inerte de argônio, após pré-vácuo da ordem de  $10^{-2}$

torr.

A microscopia óptica, metalografia e microdureza foram feitas num fotomicroscópio Zeiss modelo III com equipamento de microdureza.

Todas as amostras sofreram tratamento inicial a 1300°C, entendendo-se como tratamento de solubilização para aqueles lotes que tiveram inclusão de Nb, e equalização de condições iniciais para aqueles lotes do material original. De cada lote foram retiradas amostras para estudos de metalografia, microdureza, danos de radiações, resistividade elétrica e envelhecimento antes e após trabalhos a frio e recozimentos.

Para microscopia, metalografia e microdureza; usou-se como reativo água régia diluída de composição seguinte:

15 ml de HCl  
5 ml de HNO<sub>3</sub>  
100 ml de H<sub>2</sub>O destil.

### 3. Resultados Preliminares

#### 3.1. Metalografia

Após o tratamento de solubilização e homogenização a 1300°C se guido de resfriamento lento (100°C/min), as amostras assim tratadas mostraram claramente a transformação da fase austenítica acompanhada de precipitação intergranular de carbonetos em certas regiões dos corpos de prova. Estas primeiras amostras foram, em seguida, laminadas a frio e, com a deformação, a aparentemente homogênea estrutura que se desenvolveu nos contornos de grão da austenita (ver fig.1), revelou um aspecto lamelar típico da perlita; isto é, um arranjo lamelar da nova fase precipitada e carbonetos. Examinadas numa microsonda eletrônica, foi detetada a presença de Cr e Ti nessas regiões intergranulares, certamente formando carbonetos. Não foi possível, todavia, detetar o Nb, por tratar-se de adições muito pequenas (fig.2).

A nucleação e crescimento de novas fases, bem como a formação de carbonetos nos contornos de grão, foram estudadas com diferentes tratamentos térmicos, velocidades e condições de resfriamento. Pode-se fotografar em algumas amostras, diferentes fases, embriões em crescimento e regiões fronteiriças de transformação devidas a diferentes velocidades de resfriamento impostas nos lingotes (fig.4). Já o desenvolvimento da



Figura 1. Região de transformação de fase e precipitação intergranular de carbonetos na amostra recozida a 1300°C e resfriada lentamente. Amostra com adição de 0,1% de Nb em peso, aumento 500X



Figura 2. Região observada na figura 1, num corpo de prova laminado a frio. Amostra com 0,1% de Nb em peso, ataque água régia e reativo Murakami, aumento 200X



**Figura 3. Nucleação e crescimento da nova fase observada nos contornos de grão da austenita, preferencialmente. Borda do corpo de prova contendo 0.1% de Nb, aumento 100X**



**Figura 4. Região fronteira em que a nova fase avança para a estrutura austenítica numa amostra heterogeneamente resfriada. Amostra com 0.1% de Nb em peso, aumento 100X**

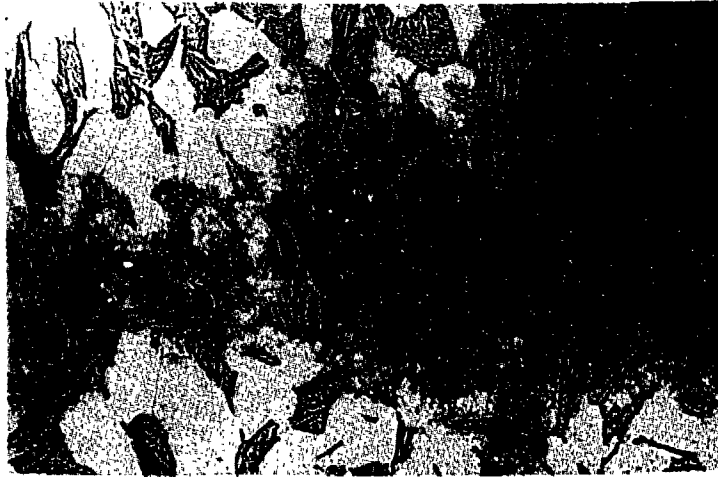


Figura 5. Centro de desenvolvimento da estrutura perlítica intergranularmente à austenita. Amostra do material original após recozimento de equalização a 1300°C, aumento 100X

perlita, se verificou em alguns poucos centros distribuídos ao acaso na amostra (fig.5). Percebe-se pelas micrografias que esta estrutura se origina nos contornos de grão da fase austenítica, progredindo para seu interior, pois, os compostos ali precipitados bem como a nova fase, crescem em detrimento da matriz austenítica. A precipitação intergranular pode também ser vista nas figuras 3 e 4.

### 3.2. Medidas de Microdureza

Mostraremos em seguida, resultados de medidas de microdureza realizadas nas amostras da liga austenítica estudada. Para essas medidas, todas as amostras foram polidas e atacadas quimicamente para observação da microestrutura a ser estudada.

A primeira etapa de medidas se constituiu na aplicação de carga uniforme (25g) em toda a extensão das amostras, para avaliação da homogeneidade destas. Os resultados obtidos mostraram grande regularidade o que nos permitiu passar para a etapa seguinte de medidas que consistiu na aplicação de cargas de 10g a 100g em pontos quaisquer das amostras.

Nas figuras 6 e 7 que seguem, temos as linhas de dureza das amostras estudadas, onde se pode observar a variação da microdureza com a adição de Nb e tratamentos térmicos e mecânicos. Observa-se nas figuras, o aumento da microdureza das amostras contendo Nb, notadamente a amostra laminada e recozida. Vale salientar que as amostras ditas normalizadas (tratamento inicial imposto a todas) sofreram recozimento de austenitização a  $1100^{\circ}\text{C}$ ; enquanto aquelas laminadas, após normalização, sofreram recozimento a  $1000^{\circ}\text{C}$ , sempre seguidos de resfriamento ao fluxo de argônio. Note-se o aumento da variação da microdureza nas amostras laminadas em relação às outras; pois, as deslocamentos introduzidos mecanicamente aliadas a processos térmicos, através da recristalização, criam condições favoráveis para a precipitação de partículas de Nb na austenita.

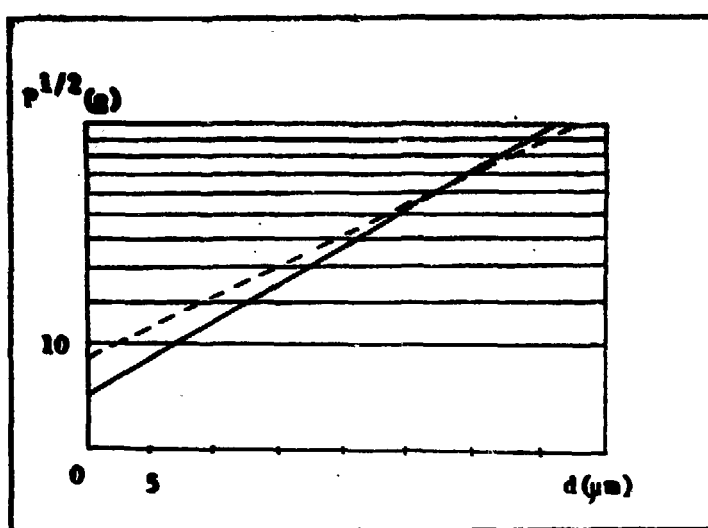


Figura 6. Linha de dureza do aço tipo 321 normalizado com e sem adição de Nb

-----	Material Original	HV= 76.2Kg/mm <sup>2</sup>
—————	Material Original+0.1% Nb	HV=100.4Kg/mm <sup>2</sup>

É importante notar nas figuras 6 e 7 que o aumento da microdureza das amostras contendo Nb é acompanhado por uma redução do coeficiente de relaxação elástica. Este fato, que poderá implicar em prejuízo de outras propriedades também desejáveis nestes materiais, justifica o emprego dos diversos métodos de caracterização aqui mencionados, a busca de otimização do uso do Nb como elemento microligante.



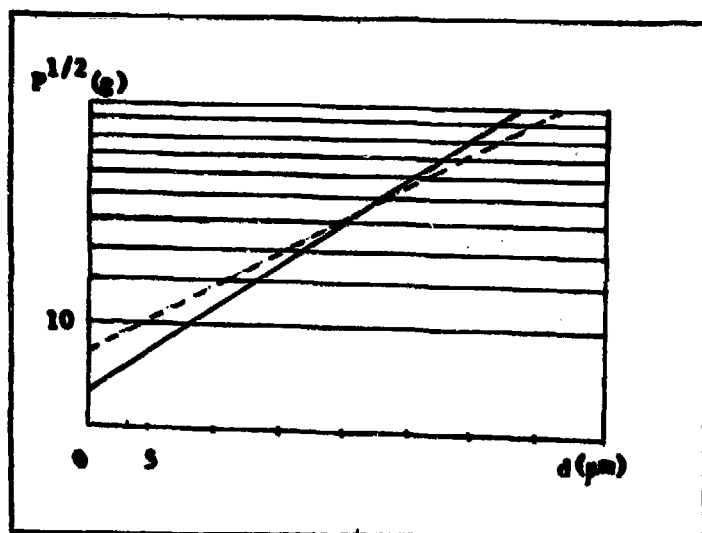


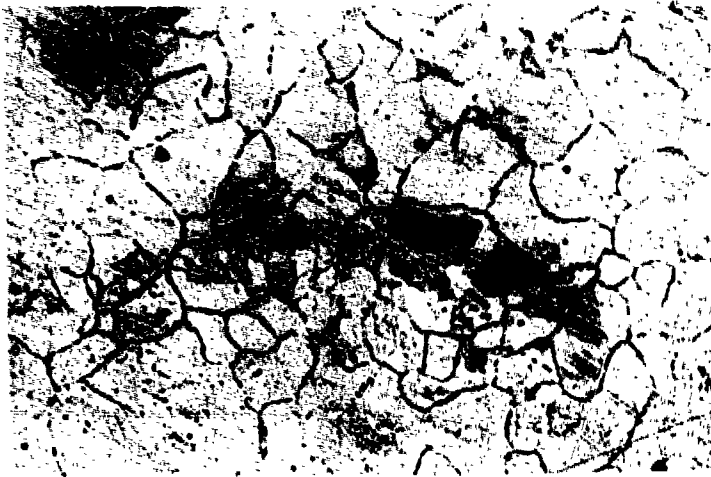
Figura 7. Linha de dureza de amostras do aço tipo 321 laminadas 20% a frio após normalização e recozidas a 1000°C com e sem adição de Nb.

- - - -	Material Original	HV= 88.8Kg/mm <sup>2</sup>
————	Material Original+0.1% Nb	HV=128.5Kg/mm <sup>2</sup>

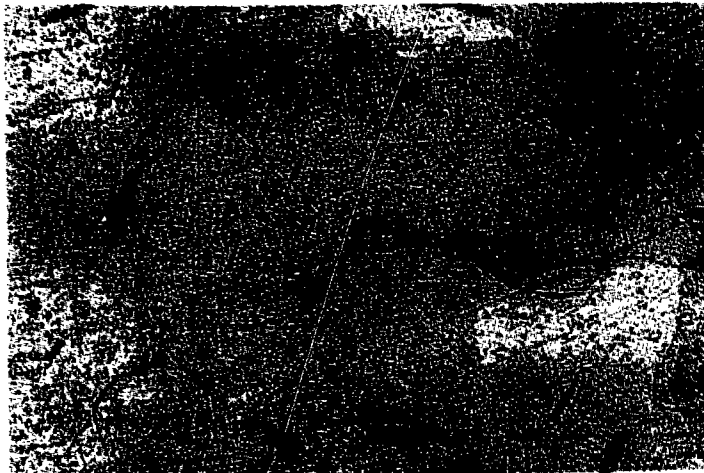
### 3.3. Envelhecimento a 700°C

Os corpos de prova submetidos ao tratamento de envelhecimento a 700°C, foram laminados 20% a frio, encapsulados em vácuo e recozidos durante 207 horas. Nestes corpos de prova, observou-se uma distribuição preferencialmente intergranular de precipitados, evidenciando uma decomposição da austenita nesta região como se previa (vide fig.8).

Procurou-se com a deformação plástica, introduzir outros centros de nucleação no interior dos grãos da austenita. O motivo da criação destes centros é uma possível melhora das propriedades do material na presença de carbonetos precipitados, pois, os precipitados intergranulares podem agir como obstáculos ao movimento das deslocções durante uma deformação subsequente<sup>(13)</sup> (fig.9).



**Figura 8.** A austenita em decomposição na amostra do aço inox tipo 321 com adição de 0.1% de Nb, trabalhado a frio 20% e recozido a 700°C durante 207 horas. 500X



**Figura 9.** Precipitação no interior do grão da austenita, produzida por deslocamentos mecanicamente introduzidas na amostra do aço tipo 321 com adição de 0.1% Nb trabalhada a frio 20% e recozida a 700°C durante 207 horas. 200X

#### 4. Discussão

Embora não possamos diretamente observar o efeito das adições de Nb nas propriedades do material, estamos buscando nos estudos de propriedades como microdureza e resistividade elétrica, com o auxílio da microscopia e metalografia, melhor compreensão dos mecanismos de precipitação em amostras pré-tratadas térmica e mecanicamente, que serão estudadas antes, durante e após irradiações com neutrons rápidos. Por ocasião da conclusão dos dados experimentais que estão sendo coletados, procuraremos num quadro geral, aquilatar a aplicabilidade deste e de outros materiais em ambientes nucleares, com o que esperamos contribuir ao estudo de danos de radiações em metais e ligas.

#### 5. Conclusões

5.1. A adição de Nb em pequenas quantidades nas ligas austeníticas, aumenta a microdureza destas, notadamente nas amostras submetidas a tratamentos térmicos e mecânicos subsequentes.

5.2. As deslocações introduzidas mecanicamente aliadas a processos térmicos, através da recristalização, criam condições favoráveis para a precipitação de partículas de Nb na austenita, melhorando o desempenho da quantidade adicionada e seu efeito nas propriedades do material.

5.3. Dos resultados experimentais apresentados, observa-se que o aumento da microdureza é acompanhado por uma redução do coeficiente de relaxação elástica que deverá implicar em prejuízo de outras propriedades também desejáveis nestes materiais; portanto, adições em diferentes quantidades serão estudadas, a busca de otimização do uso do Nb como microli-gante.

5.4. Não obstante o aço 321 usado já seja um material estabilizado com Ti, ainda assim o Nb aparece como microligante eficiente, mesmo em quantidades muito pequenas em relação à quantidade de Ti presente, sugerindo que no uso exclusivo entre um e outro, iguais resultados se pode alcançar com quantidades de Nb menores em relação ao Ti.

---

\* Trabalho a ser apresentado na V Conferência Interamericana de Tecnologia de Materiais de 6 a 10 de novembro de 1978 - São Paulo, SP - Brasil

\*\* CARREI-Área de Danos de Radiação-I.E.A.-São Paulo, SP

- (1) Stickler, R.; Vinckier, A. - Trans. ASM, 54, 362 (1961)
- (2) Garofalo, F.; Von Gemmingen, F.; Domis, W.F. - Trans. ASM, 54 430. (1961)
- (3) Battele Mem. Inst. Reactor Mater. 12, 25. (1969)
- (4) Weiss, B.; Stickler, R. - Met. Trans. 3, 851. (1972)
- (5) Rothery, W.H.; - "The structures of alloys of iron". Pergamon Press Ltd. Headington Hill Hall. Oxford Copyright by Pergamon Press Ltd. (1966)
- (6) Cryderman, R.L.; Coldren, A.P.; Smith, Y.E.; Milich - "The development of a high strength hot rolled Mn-Mo-Cb steel". Climax Molybdenum Company.
- (7) Bagley, K.O.; Bramman, J.I.; Cawthorne, C. - ref 16. p1.
- (8) Comprelli, F.A.; Oldberg, S. and Sandusky - Report GEAP-13517. (1969)
- (9) Bloom, E.E. and Stiegler, J.O. - J. Nucl. Mater. 35. 244. (1970)
- (10) Bramman, J.I.; Cawthorne, C.; Fulton, E.J. and Sinclair, W.D.J. ref 16. p27.
- (11) Laidler, J.J. - ref 17.
- (12) Cawthorne, C.; Fulton, E.J.; Bramman, J.I.; Linekar, G.A.B. and Sharpe, R.M. - ref 16 . p27.
- (13) Kestenbach, H.J. - "Micro-estrutura em aço inoxidável do tipo 316 deformado e envelhecido". Contribuição Técnica nº 1.159 Apresentada ao XXVIII Congresso Anual da ABM em Salvador Ba. junho de 1973.
- (14) Norris, D.I.R. - "Voids in Irradiated Metals". Rad. Effects vol 15. pp 1-22. (1972)
- (15) Suszczyński, E.F.; Cabral, U.O. - "Danos por Irradiação Provocados por prótons de 5 MeV em aço inoxidável austenítico AISI 316". Contribuição Técnica nº 1.155 Apresentada ao XXVIII Congresso Anual da ABM em Salvador Ba. junho de 1973.
- (16) Pugh, S.F.; Loretto, M.H. and Norris, D.I.R. (editors) - "Voids Formed by irradiation of Reactor materials". Reading U.K. march. 24-25. British Nuclear Energy Soc. (1971)
- (17) Corbett, J.W. and Ianniello, L.C. (editors) - "Radiation Induced Voids in Metals". Albany, N.Y.-USA. June 9-11. AEC Symposium series (Conf-710601). (1971).