

ESTUDO DOS EFEITOS DE REDUÇÕES DE TENSÃO NO COMPORTAMENTO  
EM FLUÊNCIA DO AÇO AISI-316

Roberto Villavicencio Alegria



*Beth*

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de "Mestre na Área de Concentração em Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear".

Orientador: Dr. Paulo Iris Ferreira

SÃO PAULO

1984

## AGRADECIMENTOS

Ao Dr. Paulo Iris Ferreira pela orientação recebida.

Ao Dr. Durvaldo Gonçalves, Superintendente do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares pela oportunidade de pesquisa e pelas facilidades oferecidas, sem as quais este trabalho não poderia ter sido realizado.

Ao Dr. Ivan de Aquino Viana, Chefe do Departamento de Metalurgia Nuclear pelo apoio.

As equipes técnicas do IPEN pela desinteressada ajuda que nos prestaram.

A minha esposa Anna Lucia pelo constante apoio.

A todos os colegas do Departamento de Metalurgia Nuclear que contribuíram, direta ou indiretamente, para a realização deste trabalho.

Estudo dos efeitos de reduções de tensão no comportamento em fluência do aço AISI-316

Roberto Villavicencio Alegria

Resumo

Foi projetada e construída uma máquina de ensaios de fluência que opera em condições de tensão aplicada constante, constituindo-se no equipamento utilizado para a realização dos ensaios deste trabalho.

Ensaio de fluência foram realizados no aço AISI-316 à temperatura de 1006 K em corpos de prova solubilizados e em corpos de prova previamente submetidos a uma deformação de 15% na temperatura de ensaio. Os resultados obtidos para os corpos de prova solubilizados, ensaiados em tensões aplicadas na faixa 109,30-215, 21 MPa, mostram que a taxa de fluência estacionária  $\dot{\xi}_e$  obedece à equação

$$\dot{\xi}_e = K_1 \sigma^{(5,2 \pm 0,1)}$$

onde  $\sigma$  é a tensão aplicada e  $K_1$  é uma constante.

A subestrutura de discordâncias no estado estacionário foi analisada para as tensões aplicadas de 109,30 MPa e 208,23 MPa. Para a tensão de 109,30 MPa a subestrutura de discordâncias observada caracteriza-se pela presença de subgrãos equiaxiais e é independente da direção da tensão local aplicada. Para a tensão de 208,23 MPa observa-se uma subestrutura dependente da direção da tensão local: emaranhado de discordâncias quando a tensão local atua na direção  $\langle 001 \rangle$  e presença de subgrãos ligeiramente alongados quando a tensão local atua segundo outras orientações.

Corpos de prova solubilizados foram submetidos a ensaio

de fluência com tensão aplicada de 208,23 MPa até ser atingido o estado estacionário. Quando a deformação total atingiu 15%, a tensão aplicada foi reduzida para valores de 109,30 a 190 MPa e acompanhou-se o comportamento da deformação. Neste caso a dependência da taxa de fluência estacionária, após a redução de tensão, com a tensão reduzida obedece à expressão

$$\dot{\epsilon}_R \Big|_{\sigma = 208,23 \text{ MPa inicial}} = K_2 \sigma^{(10 \pm 0,5)} ;$$

onde  $K_2$  é uma constante, indicando que o material pré-deformado oferece uma maior resistência à fluência.

Outra série de ensaios foi realizada para verificar a influência das condições de pré-deformação. Corpos de prova foram deformados sob tensões aplicadas de 175 a 250 MPa até deformações de 15% e a tensão aplicada foi reduzida para o valor 150 MPa. A taxa de fluência estacionária à tensão  $\sigma_R = 150$  MPa depende da tensão inicial segundo a equação

$$\dot{\epsilon} \Big|_{\sigma_R} = K_3 \left( \frac{1}{\sigma} \right)^{(2,7 \pm 0,3)}$$

onde  $K_3$  é uma constante.

As modificações subestruturais que acontecem após uma redução na tensão, foram analisadas em ensaios em que se reduziu a tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa. Estes ensaios foram interrompidos após vários tempos decorridos da redução na tensão (de zero a 300 horas). Observa-se, após a redução na tensão, um decréscimo na densidade de discordâncias, a constância no tamanho médio de subgrão, um aumento no tamanho médio de carbonetos e diminuição da distância média interpartícula.

A análise dos resultados mostra que o aumento na resistência à fluência introduzido pela pré-deformação de 15%, é devido principalmente à presença de uma subestrutura de subgrãos e de carbonetos que atuam como obstáculo ao movimento de discordâncias.

Study of stress-reduction effects on creep behaviour of AISI-316 stainless steel

Roberto Villavicencio Alegria

Abstract

A constant stress creep machine was designed and constructed. This equipment was used to perform all the creep tests of the present work.

Creep tests were performed in 316 austenitic stainless steel at 1006 K in both solution treated and in 15% pre-deformed samples. The steady state creep rate of solution treated samples, tested at applied stresses in the range 109.30-215.21 MPa follows the equation

$$\dot{\epsilon}_e = K_1 \sigma^{(5.2 \pm 0.1)}$$

where  $\sigma$  is the applied stress and  $K_1$  is a constant.

The dislocation substructure in the steady state stage was analysed for the applied stresses 109.30 MPa and 208.23 MPa. The observed dislocation substructure for the 109.30 MPa test is characterized by the presence of equiaxial subgrains and is independent of the local applied stress. For the stress 208.23 MPa, the observed substructure is dependent on the local applied stress, that is, dislocation tangles, when the local stress acts in the direction  $\langle 001 \rangle$  and elongated subgrains when the local stress acts in other orientations.

Solution treated samples were creep tested under an applied stress of 208.23 MPa until a total strain of 15% was obtained. At this point the applied stress was reduced to values in

the range 109.30-190 MPa and the behaviour of the creep strain was recorded. The steady state creep rate after the stress reduction depends on the applied stress according to the equation

$$\dot{\epsilon}_R \Big|_{\sigma = 208.23 \text{ MPa}} = K_2 \sigma^{(10 \pm 0.5)}$$

where  $K_2$  is a constant. The results show that the prestrained samples are more creep resistant than the solution treated ones.

The influence of the prestraining conditions was verified by deforming the specimens under an initial applied stresses in the range 175-250 MPa followed by reduction of the applied stress to a value of 150 MPa when the creep strain reached 15%. The steady state creep rate after the stress reduction depends on the initial applied stress according to the equation

$$\dot{\epsilon} \Big|_{\sigma_R = 150 \text{ MPa}} = K_3 \left( \frac{1}{\sigma} \right)^{(2.7 \pm 0.3)}$$

where  $K_3$  is a constant.

The structural modifications occurring after a stress reduction were analysed in stress reduction tests in which the stress was reduced from 208.23 MPa to 109.30 MPa. These tests were interrupted after several times (from zero to 300 hours) following the initial reduction in the stress. The results show that after the stress reduction, there is a decrease in the dislocation density and the subgrain size maintains a nearly constant value. Also, an increase in the size of carbide particles and a decrease of the mean interparticle distance occurs.

The results are discussed in terms of current ideas and it is shown that the increase in creep resistance, introduced by a 15% prestrain, is due to the presence of a subgrain structure and carbides which act as obstacles to dislocation motion.



# ÍNDICE

## Página

### CAPÍTULO I - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1.1	Introdução.....	1
1.2	Fenomenologia do processo de fluência.....	2
1.2.1	Dependência da taxa de fluência com a temperatura .....	4
1.2.2	Dependência da taxa de fluência com a tensão....	5
1.3	Aspectos gerais da subestrutura de discordâncias.....	6
1.4	Objetivos do presente trabalho.....	10

### CAPÍTULO II - MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

2.1	Construção do equipamento.....	12
2.1.1	Sistema de aplicação de carga - Construção do contorno do braço de alavanca - Fixação do corpo de prova e aquecimento.....	12
2.1.2	Sistema de medida de deformação .....	25
2.1.3	Calibração da expansão elástica do conjunto. Material e preparação de amostras.....	28
2.2	Material utilizado e procedimentos de ensaio.....	30
2.3	Análise da subestrutura .....	32

**CAPÍTULO III - RESULTADOS E DISCUSSÃO**

<b>3.1 Estado estacionário.....</b>	<b>35</b>
<b>3.1.1 Resultados experimentais .....</b>	<b>35</b>
<b>3.2 Ensaio de redução da tensão.....</b>	<b>47</b>
<b>3.2.1 Resultados experimentais e discussão.....</b>	<b>48</b>
<b>3.2.1.1 Modificações microestruturais após</b> <b>a redução na tensão.....</b>	<b>57</b>
<b>3.2.1.2 Densidade de discordâncias.....</b>	<b>57</b>
<b>3.2.1.3 Tamanho médio de subgrão.....</b>	<b>59</b>
<b>3.2.1.4 Carbonetos.....</b>	<b>59</b>
<b>CAPÍTULO IV - CONCLUSÕES.....</b>	<b>77</b>
<b>BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>80</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

### Figura Nº

- 1 Curva típica de fluência de um material metálico bem recozido
- 2 Representação esquemática do braço de alavanca
- 3 Representação esquemática do braço de alavanca a pós uma rotação de um determinado ângulo
- 4 Representação esquemática do princípio utilizado na construção do braço de alavanca
- 5 Representação esquemática do procedimento analítico usado na construção do braço de alavanca
- 6 Curva de calibração do sistema de aplicação de carga da máquina de fluência ( $Q = 10,970 \text{ kg}$ )
- 7 Representação esquemática do sistema de fixação do corpo de prova à máquina de fluência
- 8 Diagrama esquemático do dispositivo de medida de deformação
- 9 Curva de calibração do dispositivo de medida de deformação
- 10 Fotografia do aparato experimental construído
- 11 Representação esquemática da geometria dos corpos de prova utilizados
- 12 Curvas de fluência obtidas (material solubilizado) à temperatura de  $1006 \text{ K}$  ( $733^\circ \text{ C}$ ) sob várias tensões aplicadas

Figura Nº

- 13 Efeito da tensão aplicada na velocidade de fluência no estado estacionário ( $T = 1006 \text{ K}$ )
- 14 Micrografias da amostra tratada termicamente a  $1100^\circ\text{C}$ : (a) Ótica; (b) Eletrônica de transmissão, (c) Figura de difração evidenciando a presença de  $\text{M}_{23}\text{C}_6$
- 15 Micrografias eletrônicas de transmissão de uma amostra deformada até 15% no estado estacionário à temperatura de  $1006 \text{ K}$  e tensão aplicada de  $109,30 \text{ MPa}$ . (a) Morfologia típica de subgrãos equiaxiais e precipitados de carbonetos, (b) precipitados dentro de subgrãos.
- 16 Micrografias eletrônicas de transmissão típica de uma amostra deformada até 15% no estado estacionário à temperatura de  $1006 \text{ K}$  e tensão aplicada de  $208,23 \text{ MPa}$ . (a) Discordâncias livres, quando a direção da tensão aplicada é  $\langle 001 \rangle$ , (b) e (c) subgrãos alongados quando a direção da tensão aplicada é  $\langle 123 \rangle$  e  $\langle 111 \rangle$  respectivamente
- 17 Micrografias eletrônicas de transmissão de uma amostra deformada até 15% no estado estacionário à temperatura de  $1006 \text{ K}$  e tensão aplicada de  $208,23 \text{ MPa}$ . (a) Subgrãos alongados quando a direção da tensão aplicada é  $\langle 112 \rangle$
- 18 Variação do tamanho médio de subgrão no estado estacionário com a tensão aplicada

Figura Nº

- 19 Curvas de fluência ilustrando o comportamento típico da deformação após uma redução de tensão de valor 208,23 MPa para os valores 190, 170, 150 e 138 MPa. (T = 1006 K)
- 20 Curva de fluência ilustrando o comportamento típico após redução da tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa (T = 1006 K)
- 21 Efeito da tensão aplicada na velocidade de fluência estacionária
- 22 Curvas de fluência ilustrando o comportamento típico após reduções de tensão de valores iniciais 250 MPa, 225 MPa, 208,23 MPa e 170 MPa para o valor 150 MPa. Em cada caso a tensão foi reduzida após 15% de deformação
- 23 Efeito da tensão de pré-deformação na velocidade de fluência, em tensão aplicada de 150 MPa. A velocidade de fluência foi medida a deformações de 10% após a redução de tensão
- 24 Variação da densidade de discordâncias após uma redução de tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa
- 25 Micrografias eletrônicas de transmissão ilustrando a estrutura de subgrãos, obtida no ensaio interrompido em 6 horas após a redução da tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa
- 26 Micrografias eletrônicas de transmissão ilustrando a estrutura de subgrãos quando a tensão é re

Figura Nº

- duzida de 208,23 MPa para 190,30 MPa. (a) 90 horas após a redução da tensão e (b) 172 horas apos a redução da tensão
- 27 Micrografias eletrônicas de transmissão ilustrando a estrutura de subgrãos, obtida no ensaio interrompido em 300 horas após a redução da tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa
- 28 Variação do tamanho médio de subgrão com o tempo quando a tensão é reduzida de 208,23 MPa para 109,30 MPa
- 29 Micrografias eletrônicas de transmissão ilustrando o comportamento dos precipitados após a redução de tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa. (a) 6 horas após a redução da tensão e (b) 90 horas após a redução da tensão
- 30 Micrografias eletrônicas de transmissão ilustrando o comportamento dos precipitados após a redução de tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa. (a) 132 horas após a redução da tensão e (b) 172 horas após a redução da tensão
- 31 Micrografias eletrônicas de transmissão ilustrando o comportamento dos precipitados após a redução de tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa. (a) e (b) 300 horas após a redução da tensão
- 32 Evolução temporal do tamanho médio dos precipitados intragranulares após a redução de tensão de

Figura Nº

208,23 MPa para 109,30 MPa

33      Variação da distância média entre partículas a  
pós a redução de tensão de 208 MPa para 109,30  
MPa.

# CAPÍTULO I

## REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 1.1 INTRODUÇÃO

O presente déficit de energia causado pela redução das reservas mundiais de óleo, gás e outros combustíveis torna imperativa a redução no uso desses materiais. Energia pode ser economizada por intermédio da otimização da eficiência térmica de sistemas que consomem esses combustíveis ou no desenvolvimento de sistemas alternativos. No que concerne à otimização de sistemas que operam em temperaturas elevadas, um dos problemas a ser enfrentado é o da fluência de materiais.

Os aços inoxidáveis austeníticos contendo molibdênio, do tipo AISI-316, vem sendo há longo tempo usados nestas aplicações, em tubulações de instalações geradoras de vapor. Mais recentemente, esse material tem sido também utilizado como material estrutural e de revestimento de elementos combustíveis de reatores nucleares avançados face ao seu excelente comportamento mecânico em temperaturas elevadas, associado à boa usinabilidade e resistência à corrosão.

Os resultados de numerosas investigações do comportamento mecânico do aço inoxidável em função do tempo de exposição, tanto em ambientes de geradores de vapor como em ambientes de reator, têm sido publicados. A influência da microestrutura, nesse comportamento do material, apesar de ter sido analisada em um grande número de trabalhos é ainda um aspecto do problema que requer uma maior preocupação. A intenção desse trabalho será a de estudar alguns aspectos do processo de fluência com ênfase nas alterações microestruturais associadas.



Neste capítulo será apresentada uma revisão geral do processo de fluência em temperaturas elevadas de modo a fornecer ao leitor as informações pertinentes ao entendimento do assunto discutido neste trabalho. Inicialmente, os aspectos gerais da fenomenologia do processo de fluência, como influenciada pela tensão, temperatura e variáveis microestruturais serão apresentados. Em seguida, alguns aspectos microestruturais importantes e atuais serão analisados visando situar claramente os objetivos do trabalho a ser desenvolvido.

## 1.2 FENOMENOLOGIA DO PROCESSO DE FLUÊNCIA

Fluência é a contínua deformação plástica dos materiais que ocorre principalmente em temperaturas elevadas quando ao material é aplicada uma carga ou tensão constante. Na figura 1 é apresentada uma curva típica de fluência para um material metálico bem recozido. A curva de fluência é usualmente dividida em três estágios: estágio primário ou transiente, estágio secundário ou estacionário e estágio terciário.

Uma deformação instantânea da amostra  $\epsilon_0$  ocorre quando a tensão é aplicada ao material no instante  $t = 0$ . À medida que a deformação prossegue, a taxa de fluência,  $\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt}$  diminui com tempo até um valor mínimo  $\dot{\epsilon}_e$  correspondente ao início do estágio estacionário. Durante o estágio estacionário, a taxa de fluência se mantém constante até que instabilidades microestruturais provocam a redução da seção transversal da amostra ocorrendo a aceleração da taxa de deformação. No estágio terciário, a taxa de deformação cresce continuamente até a ruptura do material.

Em geral, a taxa de fluência,  $\dot{\epsilon}$ , pode ser descrita fenomenologicamente por uma relação do tipo:

$$\dot{\epsilon} = f(T, \sigma, S) \quad (1)$$

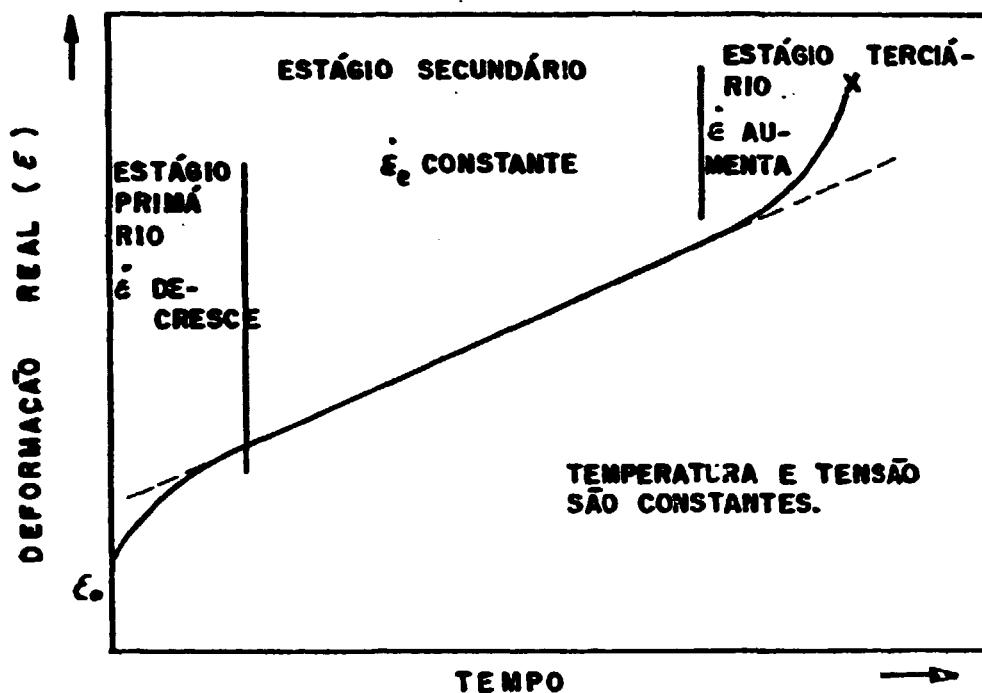


Figura 1 - Curva típica de fluência de um material metálico bem recozido

onde  $T$  é a temperatura absoluta,  $\sigma$  é a tensão aplicada e  $S$  representa variáveis estruturais (27). Na variável  $S$  podem estar incluídos o módulo de elasticidade, o parâmetro da rede cristalina, a energia de falha de empilhamento e outras variáveis que dependem da história termomecânica do material, como o tamanho médio de grão, a densidade de discordâncias, etc. A variável  $S$  é, em geral, uma função fraca da temperatura mas é fortemente dependente da tensão. Em condições de temperatura e tensão constantes, o estágio primário é associado às modificações microestruturais que estão ocorrendo no material. Essa microestrutura evolui até que no estágio estacionário uma situação de equilíbrio dinâmico da microestrutura é atingida. Durante o estágio estacionário, a taxa de fluência estacionária  $\dot{\epsilon}_e$ , é descrita pela relação:

$$\dot{\epsilon}_e = f(T, \sigma, S_e) \quad (2)$$

onde  $S_e$  caracteriza a estrutura interna do material em condições de equilíbrio dinâmico. Num grande número de estudos realizados nos últimos trinta anos, a dependência da taxa de deformação no estágio estacionário com a tensão e temperatura foi exaustivamente analisada. Os resultados obtidos nesses estudos são em seguida apresentados.

### 1.2.1 Dependência da taxa de fluência com a temperatura

A fluência de materiais é um processo termicamente estimulado(21); conseqüentemente, a taxa de fluência no estágio estacionário pode ser descrita por uma equação do tipo:

$$\dot{\epsilon}_e \Big|_{\sigma} = A \exp \left( - \frac{Q_c}{k_B T} \right) \quad (3)$$

onde  $Q_c$  é a energia de ativação aparente para o processo,  $k_B$  é a constante de Boltzmann e  $A$  é uma quantidade ligeiramente dependente da temperatura. Para temperaturas homólogas superiores a 0.5 a energia de ativação é praticamente insensível à temperatura, e observa-se para metais puros que a taxa de fluência é proporcional ao coeficiente de autodifusão (44), isto é,

$$\dot{\epsilon}_e \Big|_{\sigma} = BD = B \left[ D_0 \exp - \left( \frac{Q_{sd}}{k_B T} \right) \right] \quad (4)$$

onde  $B$  é uma quantidade ligeiramente dependente da temperatura,  $D$  é o coeficiente de autodifusão,  $D_0$  é uma constante e  $Q_{sd}$  é a ener

gia de ativação para a autodifusão. Um grande número de estudos, (44, 46) evidenciou que nesse caso a energia de ativação aparente para o processo de fluência é praticamente igual à energia de autodifusão, isto é,  $Q_c = Q_{sd}$ . Neste caso, admite-se que o mecanismo controlador da taxa de fluência é a escalagem de discordância cunha (50) ou o movimento não conservativo de "jogs" em discordância helicoidais (6).

### 1.2.2 Dependência de $\dot{\epsilon}_e$ com a tensão

A taxa de fluência no estágio estacionário em temperaturas homólogas maiores que 0.5 é fortemente dependente da tensão aplicada. Estudos realizados por vários autores evidenciaram que nessa faixa de temperatura a taxa de fluência pode ser descrita por uma equação do tipo (6, 20, 9):

$$\dot{\epsilon}_e \Big|_T = C \sinh (\beta \sigma)^n \quad (5)$$

onde  $C$ ,  $n$  e  $\beta$  são constantes. Para tensões na faixa  $10^{-5} < \frac{\sigma}{G} < 10^{-3}$ ,  $G$  módulo cisalhante, a equação 5 se reduz a:

$$\dot{\epsilon}_e \Big|_T = K_1 \sigma^n \quad (6)$$

onde  $K_1$  e  $n$  são constantes e esse comportamento é conhecido por fluência potencial. Para a maioria de metais puros e algumas ligas, como o aço inoxidável,  $n = 5$ . Para tensões altas tais que  $\frac{\sigma}{G} > 10^{-3}$  a equação 5 pode ser expressa por:

$$\dot{\epsilon}_e \Big|_T = K_2 \exp (\beta \sigma) \quad (7)$$

onde  $K_2$  e  $\beta$  são constantes. Nessa faixa de tensões a fluência é usualmente conhecida como fluência exponencial.

Os aspectos gerais do processo de fluência resumidamente descritos acima, foram revistos e analisados em grande detalhe

por Sherby e Burke (44), Bird e outros (9) em 1969 e mais recentemente por Takeuchi e Argon (48) (1976). Como resultado dessas análises foi possível se mostrar que a taxa de fluência no estágio estacionário, na região de fluência potencial, pode ser expressa pela equação:

$$\dot{\epsilon}_e = A_0 \frac{D G b}{k_B T} \left( \frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (8)$$

onde  $G$  é o módulo cisalhante,  $b$  é o vetor de Burgers,  $D$  é o coeficiente de autodifusão e  $A_0$  e  $n$  são constantes adimensionais. Bird e outros (9) utilizando grande número de resultados experimentais obtidos para vários materiais observaram que a equação 8 é ainda incompleta para uma descrição final do processo de fluência potencial de metais puros. Esses autores sugeriram a introdução de outras variáveis de forma a obter uma melhor correlação. Os estudos que presentemente estão sendo desenvolvidos visam o conhecimento mais aprofundado das modificações microestruturais que ocorrem durante o processo de fluência de forma a melhor entender o papel desempenhado pelas variáveis de estrutura.

### 1.3 ASPECTOS GERAIS DA SUBESTRUTURA DE DISCORDÂNCIAS

Os aspectos gerais do desenvolvimento da subestrutura de discordâncias durante o processo de fluência podem ser sumarizados (48):

- a estrutura de discordâncias no início do estágio primário é bastante heterogênea;
- à medida que a deformação prossegue, subgrãos começam a se formar de modo não homogêneo: regiões com subgrãos paralelos e pequenos, regiões com subgrãos grandes e regiões sem subcontornos de grãos são distribuídos alternadamente;

a região de subestrutura densa gradualmente se torna menos densa e o inverso ocorre na região com subgrãos grandes, de modo que a estrutura evolui para uma estrutura homogênea no estado estacionário. Nesse ponto, a subestrutura de discordâncias é composta das discordâncias nos subcontornos de grão e das discordâncias no interior dos subgrãos e se mantém em equilíbrio dinâmico durante todo o estágio secundário (9, 48).

O tamanho médio dos subgrãos,  $\lambda$ , e a densidade de discordâncias no interior dos subgrãos,  $\rho$ , são fortemente dependentes da tensão aplicada e praticamente insensíveis à temperatura quando em temperaturas homólogas superiores a 0.5.

Observa-se em geral que o tamanho médio de subgrãos e a densidade de discordâncias no interior dos subgrãos podem ser expressos por

$$\lambda = K_3 \sigma^{-m} \quad (9)$$

e

$$\rho = K_4 \sigma^p \quad (10)$$

onde  $K_3$ ,  $K_4$ ,  $m$  e  $p$  são constantes e  $\sigma$  é a tensão aplicada. Os valores encontrados para  $m$  e  $p$  são, em geral,  $m = 1$  e  $p = 2$ . Embora esses aspectos do problema já sejam bem conhecidos, a formulação do processo de fluência em termos dessas variáveis microestruturais é ainda um ponto a ser aprofundado (37).

A presença de uma estrutura de subgrãos num material deformado altera seu comportamento em fluência. Investigações realizadas por vários autores evidenciaram que a introdução prévia de uma subestrutura provoca um aumento na resistência à temperatura ambiente (24, 34), indicando que os contornos de subgrão podem agir como barreiras ao deslizamento de discordâncias.

A importância dos subgrãos no processo de fluência foi sugerida a partir de observações do comportamento da taxa de fluência em experiências envolvendo a mudança na tensão durante o ensaio. Observa-se que um material contendo subgrãos pequenos se mostra mais resistente à fluência do que material contendo subgrãos grandes (45).

Estudos realizados em tungstênio (43) evidenciaram que a taxa de fluência  $\dot{\epsilon}_e$  pode ser correlacionada explicitamente com o tamanho médio de subgrãos. Uma análise feita por Sherby e colaboradores (45), envolvendo um grande número de resultados, publicados para o alumínio, mostrou que é possível se exprimir a taxa de fluência por:

$$\dot{\epsilon}_e = \alpha \left( \frac{D}{b^2} \right) \left( \frac{\lambda}{b} \right)^p \left( \frac{\sigma}{E} \right)^N \quad (11)$$

onde  $p = 3$ ,  $N = 8$  e  $\alpha$  é uma constante igual a  $1.5 \times 10^9$ .

O procedimento usado por Sherby e colaboradores envolve implicitamente a idéia de que o tamanho médio de subgrãos cresce após reduções na tensão aplicada. Pontikis e Poirier (42) e Parker e Wilshire (40) criticaram as idéias de Sherby e colaboradores. Aqueles autores, não observaram alterações no tamanho médio de subgrãos após reduções na tensão aplicada. Recentemente, experiências realizadas no alumínio evidenciaram não só o aumento de tamanho médio dos subgrãos após reduções na tensão aplicada (46) - como também a pertinência da equação 11 (17). Entretanto, de forma a assegurar a generalidade da equação proposta por Sherby e colaboradores, outros sistemas devem ser analisados.

O aço inoxidável austenítico AISI-316 teve sua subestrutura de fluência bastante estudada. Estudos realizados por Barnby (5) e Challenger e Motoff (11) evidenciaram que para tempo

raturas de ensaio inferiores a 650°C, subgrãos são pouco frequentes e a subestrutura se caracteriza essencialmente por uma distribuição uniforme de discordâncias. Em temperaturas superiores a 700°C, entretanto, a subestrutura se caracteriza principalmente pela presença de subgrãos uniformes. Esses autores sugerem que em temperaturas inferiores a 600°C, a forte precipitação de carbonetos do tipo  $(Cr, Fe)_{23}C_6$  preferencialmente nas discordâncias, acaba por impedir a formação de subgrãos. Esses autores alertam, entretanto, para o fato de que a inibição da formação de subgrãos deve ser uma função dos elementos disponíveis para a precipitação dos carbonetos assim como da taxa com que os carbonetos se aglomeram. De fato, em ensaios realizados nesse aço, em temperaturas da ordem de 600°C e cargas baixas, Hopkin e Taylor (26) observam a presença de subgrãos.

Kestenbach et. al. (29) baseados em testes a 600°C e 800°C com tensões relativamente altas sugeriram que é o nível da tensão que controla a subestrutura. Segundo eles, mesmo na ausência de precipitados intragranulares, a alta tensão favorece principalmente uma distribuição homogênea de discordância se a tensão aplicada durante o ensaio atuava segundo a direção  $\langle 100 \rangle$  e de subgrãos alongados para as orientações  $\langle 110 \rangle$  e  $\langle 211 \rangle$ . Por outro lado, em baixas tensões não se observou a influência da orientação da tensão e a subestrutura se caracterizava fundamentalmente por subgrãos equiaxiais.

Dorn e Mote (14) e Robinson e Sherby (43) mostraram que após o estabelecimento do estágio estacionário, se a tensão aplicada for rapidamente diminuída, a subestrutura presente, antes da redução de tensão, não muda instantaneamente e a taxa de fluência obtida imediatamente após a redução de tensão é em geral inferior ao valor da taxa de fluência correspondente ao estágio esta-



cionário à tensão reduzida. Esses ensaios têm sido costumeiramente utilizados por inúmeros autores por se constituir numa ferramenta experimental importante no entendimento da influência de variáveis subestruturais no processo de fluência (9, 43, 45, 16, 35, 12).

Embora a subestrutura de discordâncias desenvolvida no aço inoxidável austenítico AISI-316, durante ensaios de fluência, tenha sido analisada em grande número de trabalhos (5, 11, 26, 29), sua evolução, após reduções na tensão aplicada durante o ensaio de fluência não foi, até o presente, investigada.

Através de ensaios de redução de tensão é possível se verificar o efeito de uma subestrutura de discordâncias introduzida previamente no material (antes da redução) no comportamento em fluência sob tensões mais baixas.

No presente trabalho, ensaios de redução de tensão são realizados no aço inoxidável AISI-316 e a evolução da subestrutura é analisada visando o entendimento dos seus efeitos no processo de fluência.

#### 1.4 OBJETIVOS DO PRESENTE TRABALHO

Em vista das considerações acima, este trabalho foi desenvolvido visando verificar a influência da subestrutura de discordâncias no processo de fluência do aço inoxidável austenítico AISI-316.

De modo a atingir este objetivo, as diversas etapas envolvidas foram:

- . projeto e construção de um equipamento para ensaios de fluência em condições de tensão constante;

- . ensaios de fluência na temperatura de 733°C sob várias tensões aplicadas visando a qualificação do equipamento construído. A temperatura de 733°C foi escolhida de modo a que os tempos envolvidos nas experiências fossem compatíveis com os limites de uma dissertação de mestrado e também por se dispor de muitos dados publicados em temperaturas compreendidas entre 700°C e 800°C;
  
- . ensaios de redução de tensão no estágio estacionário à temperatura de 733°C com o subsequente acompanhamento da evolução da taxa de fluência e da microestrutura após a redução na tensão. Com relação a microestrutura acompanhar-se-á a evolução da precipitação de carbonetos, da densidade de discordâncias, e do tamanho médio de subgrão. Procurar-se-á em seguida correlacionar as modificações macroscópicas da taxa de fluência com as modificações da microestrutura.

## CAPÍTULO II

### MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

#### 2.1 CONSTRUÇÃO DO EQUIPAMENTO

##### 2.1.1 Sistema de aplicação de carga

Um equipamento para medida de fluência sob tensão constante foi projetado e construído durante este trabalho. O sistema consiste de um braço de alavanca, com contorno especial de tipo similar ao originalmente proposto por Andrade e Chalmers (4).

Na figura 2 é apresentada uma ilustração esquemática do sistema de aplicação de carga para manter a tensão constante durante um ensaio de fluência em tração. Um fio flexível de aço acompanha o contorno do braço de alavanca e suporta a carga  $Q$ , enquanto que este gira em torno de um fulcro, ponto por onde passa o eixo de rotação do sistema. Desta maneira, a carga aplicada age sempre num ponto tangente ao braço. A distância  $r$  permanece constante durante a deformação em fluência do corpo de prova.

A carga  $L$ , aplicada à amostra, para uma determinada deflexão do braço, é dada por:

$$L = \frac{Q R (\theta)}{r} \quad (12)$$

onde  $r$  é o raio do círculo com centro no fulcro,  $Q$  é a massa aplicada,  $R (\theta)$  é o braço de alavanca para um valor do ângulo de deflexão.

O princípio básico de operação do braço de alavanca é o seguinte: à medida que o corpo de prova se alonga devido a uma

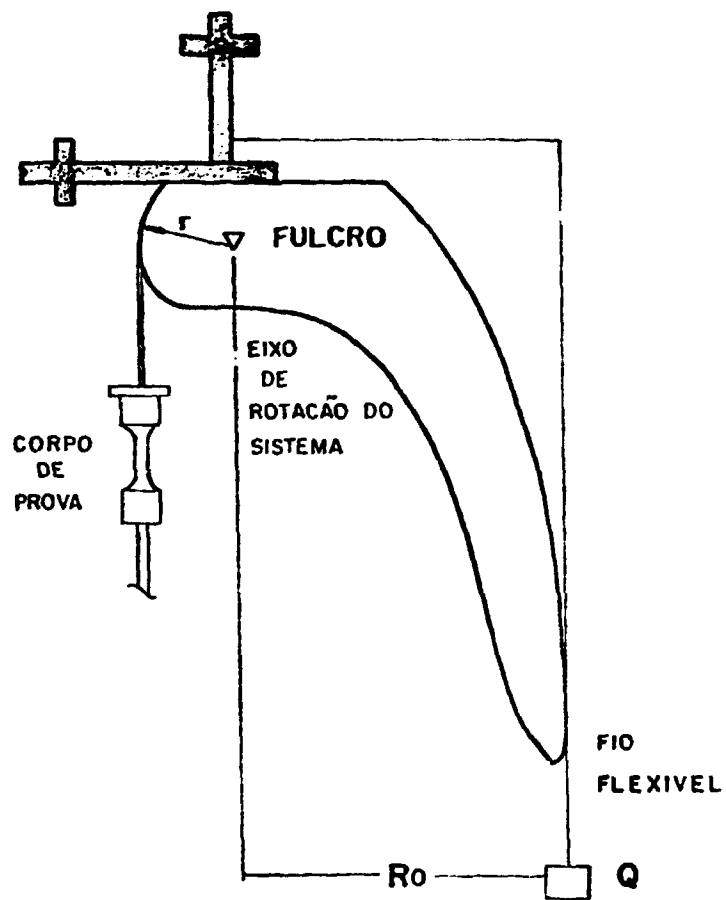


Figura 2 - Representação esquemática do braço da alavanca

deformação plástica  $\xi$ , a área da seção transversal no seu comprimento útil decresce. Simultaneamente ao alongamento do corpo de prova, o braço de alavanca move-se para uma nova posição como indicado na figura 3. Nessa nova posição  $R(\theta)$  decresce e em consequência da diminuição do raio  $R(\theta)$ , a carga aplicada à amostra também decresce.  $R(\theta)$  é então calculado de forma a que o decréscimo da área da seção transversal do comprimento útil do corpo de prova seja acompanhado de um decréscimo tal de  $R$ , que implique na manutenção de uma tensão constante aplicada durante o ensaio.

A tensão aplicada ao corpo de prova em cada instante  $t$  é dada por:

$$\sigma(t) = \frac{L(t)}{A(t)} \quad (13)$$

onde  $L(t)$  é a carga aplicada ao corpo de prova no instante  $t$  e  $A(t)$  é a área da seção transversal do comprimento útil do corpo de prova no instante  $(t)$ .

A deformação real sofrida pela amostra é dada por:

$$\xi = \ln \frac{l(t)}{l_0} \quad (14)$$

onde  $l(t)$  é o comprimento útil do corpo de prova no instante  $t$  e  $l_0$  o comprimento útil no início do ensaio ( $t = 0$ ).

Assumindo que o volume do comprimento útil do corpo de prova se mantém constante durante o ensaio e que a deformação é uniforme, pode-se escrever:

$$A_0 l_0 = A(t) l(t) \quad (15)$$

onde  $A$  é a área da seção transversal do corpo de prova no instante  $t = 0$ .

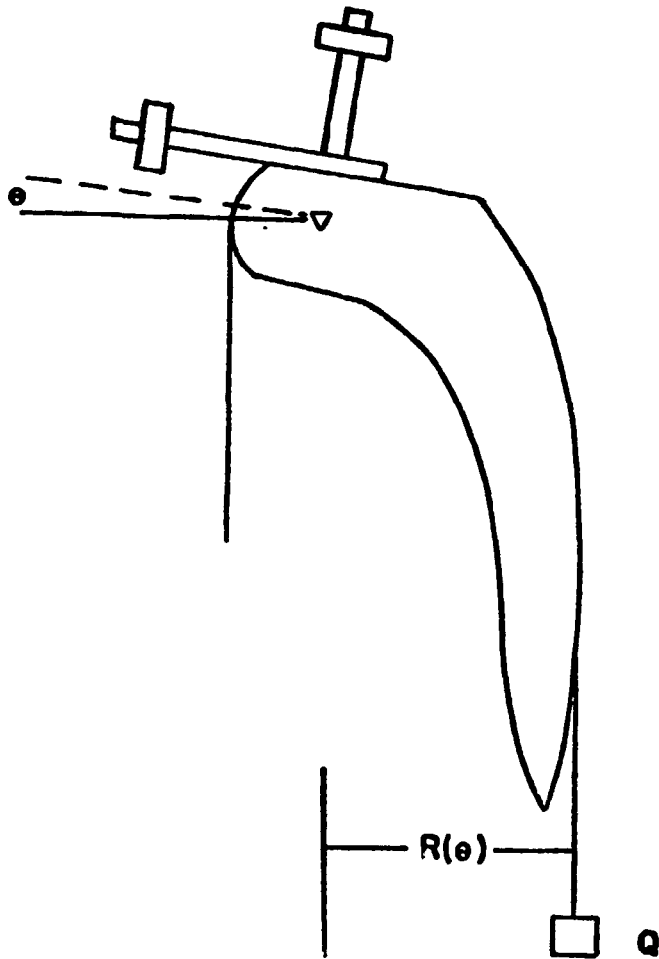


Figura 3 - Representação esquemática do braço de alavanca após uma rotação de um determinado ângulo

Levando (15) em (14) obtém-se:

$$\xi(t) = \frac{l(t)}{l_0} = \ln \frac{A_0}{A(t)} \quad (16)$$

onde

$$A(t) = A_0 \exp(-\xi(t)) \quad (17)$$

Combinando as equações (14), (15) e (16) obtém-se:

$$\sigma(t) = \frac{Q R(\theta(t))}{A_0 \exp(-\xi(t))} \quad (18)$$

onde  $\theta$  é ângulo de rotação do braço no instante  $t$ .

No instante  $t = 0$ , início do ensaio, tem-se:

$$\sigma(t=0) = \frac{Q R_0}{A_0} \quad (19)$$

onde  $R_0 = R(\theta = 0)$ .

Impondo a condição  $\sigma(t) = \text{constante}$  em qualquer instante  $t$ , obtém-se de (18) e (19):

$$\frac{Q R_0}{A_0} = \frac{Q R(\theta(t))}{A_0 \exp(-\xi(t))} \quad (20)$$

ou

$$R(\theta) = R_0 \exp(-\xi) \quad (21)$$

A equação (21) indica como deve variar o raio de curvatura do braço de alavanca para cada valor da deformação.

O procedimento utilizado para se construir graficamente o contorno do braço de alavanca é o seguinte:

- a.- Traça-se em  $\theta = 0$  o segmento de reta  $R = R_0$  como indicado na figura 4. No ponto  $P_0$  (extremidade do segmento  $R_0$ ) traça-se a reta  $T_0$  perpendicular a  $R_0$ .
- b.- Em  $\theta = \theta_1$ , construção do segmento de reta  $R(\theta_1)$  correspondente a este ângulo. No ponto  $P_1$  extremo do segmento, construção da reta  $T_1$ , perpendicular a  $R(\theta_1)$ .
- c.- O procedimento acima é repetido para  $\theta_2, \theta_3, \theta_4, \dots, \theta_n$ , etc.
- d.- O contorno procurado é a curva tangente de todas as retas  $T_i$ .

#### Construção do Contorno do Braço de Alavanca

O contorno do braço de alavanca foi obtido graficamente através do seguinte procedimento:

- a.- Define-se um comprimento útil,  $l_0$ , para o corpo de prova.
- b.- Assume-se um valor para o raio primário  $r$  ( $T$  é constante e não depende de  $\theta$ ).
- c.- Assume-se um valor inicial para  $R_0$ .

É conveniente a escolha do  $R_0$  de forma que ele seja um múltiplo inteiro do raio primário  $r$ , isto é,  $R_0 = n.r$  onde  $n$  é um número inteiro ( $n$  é o fator de amplificação de carga do sistema).



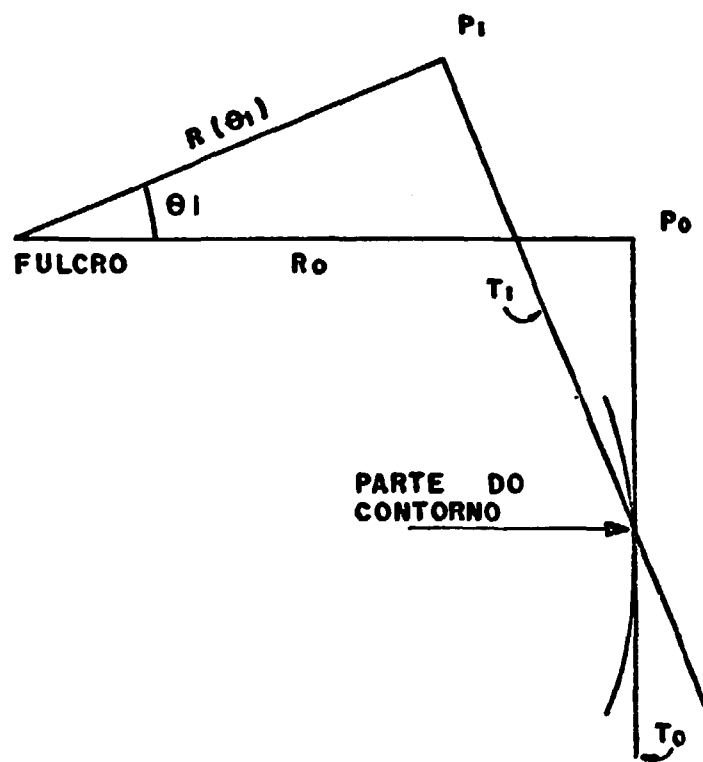


Figura 4 - Representação esquemática do princípio utilizado na construção do braço de alavanca

d.- Assumem-se pequenos incrementos  $\Delta l$  de comprimento do corpo de prova.

Para um dado  $\Delta l$  a deformação real do corpo de prova será:

$$\xi = l_n \left( \frac{l_o + \Delta l}{l_o} \right) \quad (22)$$

Conhecido  $\Delta l$ , o ângulo de rotação do sistema é dado, em ra  
dianos, por:

$$\theta = \frac{\Delta l}{r}$$

e.- Calcula-se para cada  $\xi$ , o valor de  $R(\theta)$  utilizando a equação 21.

f.- Constroi-se uma tabela dos valores  $\Delta l$ ,  $\xi$ ,  $\theta$ ,  $R(\theta)$  sendo que agora é possível se construir o contorno do braço.

Na construção do contorno do braço de alavanca utili  
zou-se um procedimento analítico, o qual segue os mesmos passos do método acima descrito. Basicamente, o que se pretende nesse caso é encontrar analiticamente os pontos A e B que permitam a constru  
ção da reta tangente ao contorno num determinado ponto P como é mostrado na Figura 5.

As coordenadas dos pontos A e B foram determinadas ana  
liticamente obtendo-se:

Ponto A =  $(X_A, 0)$  onde

$$X_A = \frac{R_o}{1 + \frac{r\theta}{l_o}} \cdot \frac{1}{\cos \theta}$$

Ponto B =  $(R_0, Y_B)$  onde

$$Y_B = \frac{R_0}{\text{sen } \theta} \left[ \frac{1}{1 + \frac{r\theta}{l_0}} - \cos \theta \right]$$

ou

$$Y_B = \frac{X_A - R_0}{\text{tg } \theta}$$

Conhecidas as coordenadas A e B, para cada valor do ângulo de rotação do sistema, isto é, para cada  $\Delta l$  de deformação da amostra, traçam-se as retas tangentes ao contorno. Quanto menores os  $\Delta l$  escolhidos, melhor definido será o contorno.

Foram utilizados os seguintes valores para os parâmetros:

- .  $l_0 = 18 \text{ mm}$
- .  $R_0 = 500 \text{ mm}$
- .  $r = 50 \text{ mm}$

e incrementos de  $\Delta l$  de 0,1 mm.

O braço de alavanca assim desenhado em verdadeira magnitude foi construído em aço 1010 e montado numa máquina que antes operava sob carga constante.

Uma escala graduada em mm foi montada na parte inferior do eixo que fixa o corpo de prova. Sua utilidade é determinar a posição inicial do braço  $R_0$  e o raio  $R(\theta)$  pode ser obtido observando a posição do fio de aço que segura a carga  $Q$  com relação à escala.

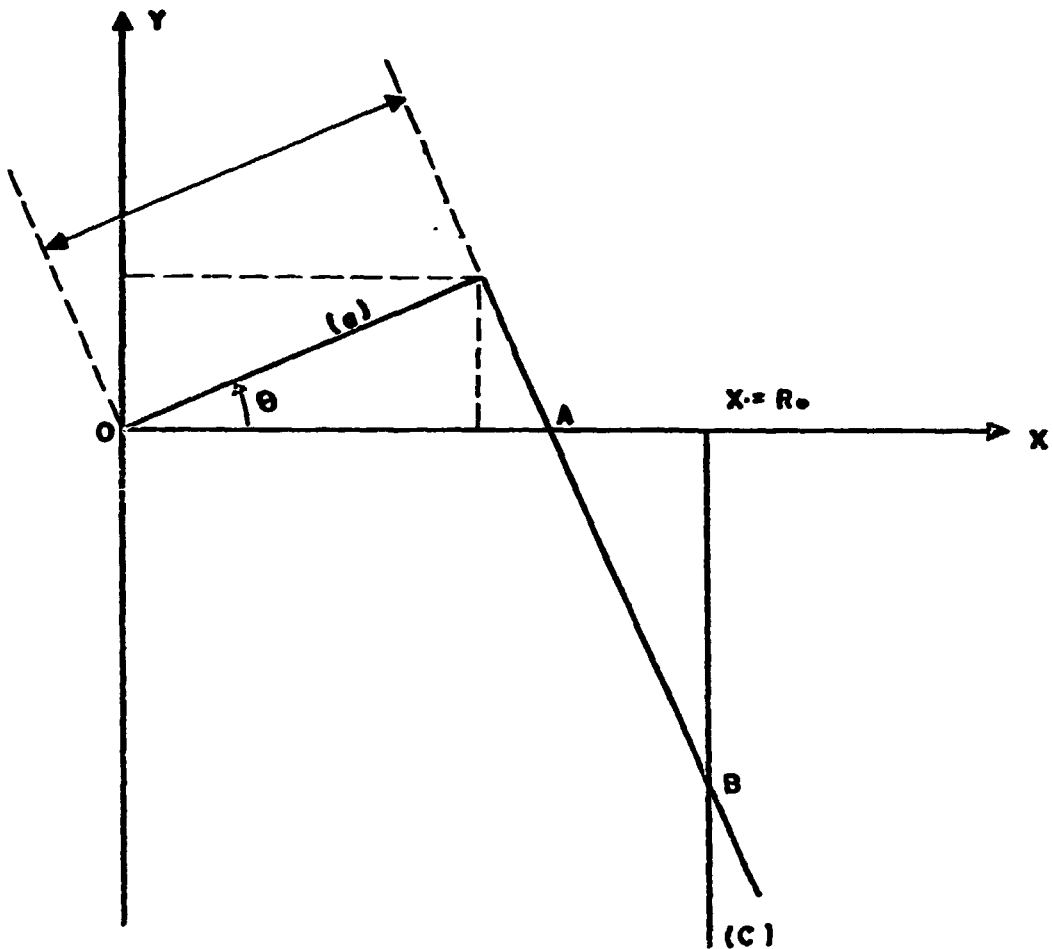


Figura 5 - Representação esquemática do procedimento analítico usado na construção do braço de alavanca

O sistema de aplicação de carga foi aferido, utilizando-se uma célula de carga de 500 kg em substituição à amostra e simulando sua deformação e medindo-se o valor de (R ).

Com este valor calcula-se a intensidade de carga L segundo a equação (12) (a massa Q utilizada foi de 10.97 kg). Este valor é comparado com o valor real da carga medido pelo painel de controle de uma máquina de ensaios Instron, modelo 1125. (Fig. 6).

#### . Fixação do corpo de prova e aquecimento

As garras utilizadas para a fixação do corpo de prova à máquina são mostradas esquematicamente na Figura 7.

Todas as partes deste sistema foram construídas em Inconel 600. Para eliminar a possibilidade de flexão da amostra durante o carregamento e também para manter a tensão uniaxial durante o ensaio, duas juntas universais estão presentes no sistema em cada lado do corpo de prova.

O forno utilizado é do tipo tubular com três zonas de aquecimento controladas independentemente por um regulador de temperatura marca Instron, modelo 3112. Utilizou-se três termopares Chromel-Alumel, fixados ao longo do comprimento útil do corpo de prova, para o ajuste da temperatura do forno. Após os diversos ajustes de potência de cada uma das zonas do forno, obteve-se a situação em que a temperatura no centro do corpo de prova não oscila mais do que  $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$  e a variação de temperatura ao longo da amostra não é superior a  $\pm 1^{\circ}\text{C}$ . O forno foi montado verticalmente e com possibilidade de movimento quando necessário.

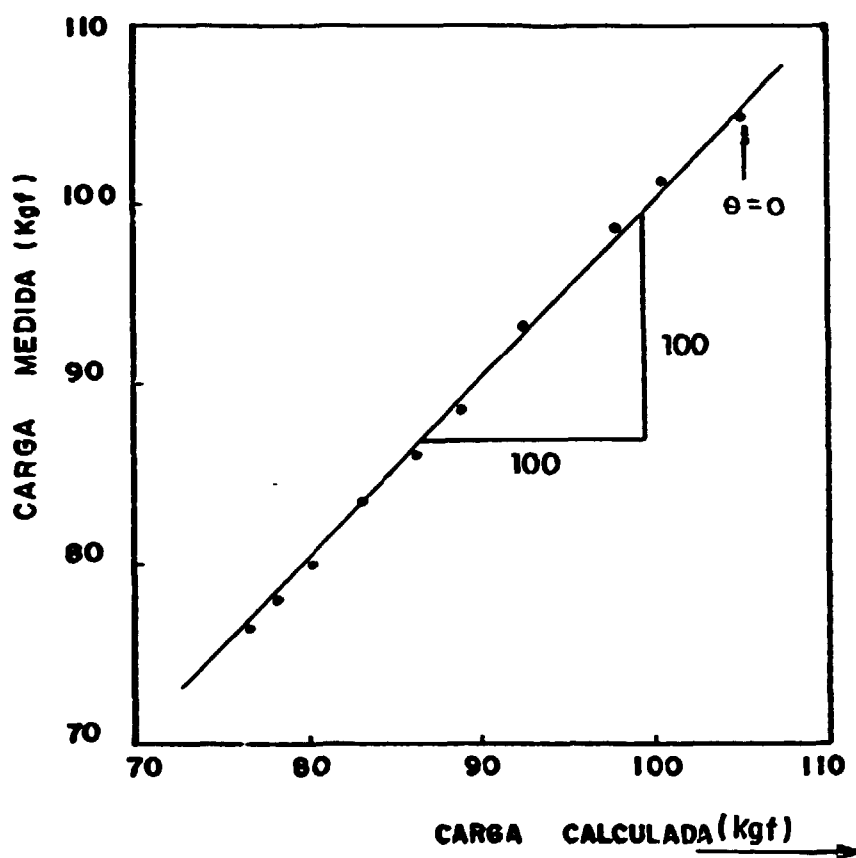


Figura 6 - Curva de calibração do sistema de aplicação de carga da máquina de fluência ( $Q = 10,970 \text{ kg}$ )

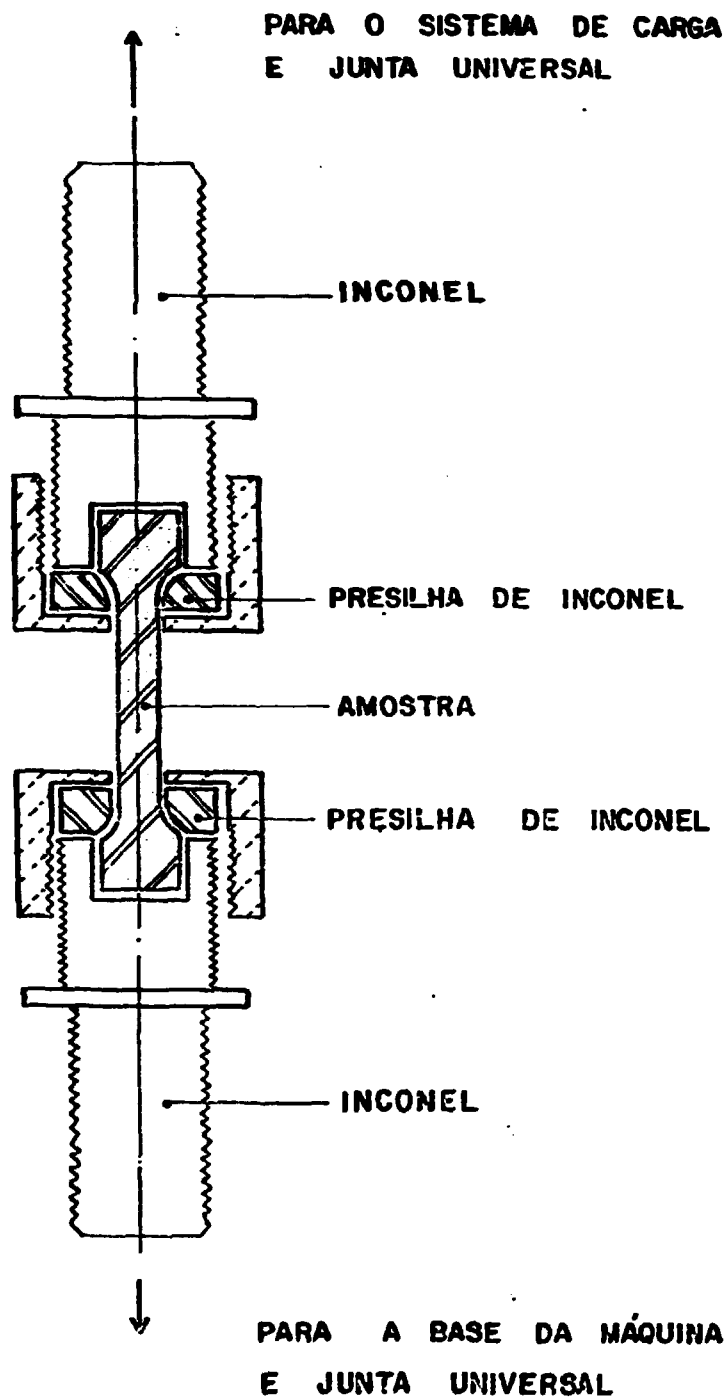


Figura 7 - Representação esquemática do sistema de fixação do corpo de prova à máquina de fluência

### 2.1.2 Sistema de medida de deformação

A medida de deformação é feita utilizando-se um transformador linear diferencial (Schaevitz, modelo 100 HR) (LVDT - linear variable differential transformer).

O núcleo de LVDT é montado na barra de tração superior da máquina de fluência e o transformador é preso na parte fixa da máquina como mostrado na Figura 8. O enrolamento primário do LVDT é energizado com uma tensão senoidal de 6 Volts AC e frequência de 2,5 kHz utilizando um gerador de funções. O sinal de saída do LVDT é retificado e o sinal obtido após retificação é registrado.

O gerador de funções e o circuito retificador foram construídos no IPEN com o auxílio da Divisão de Oficinas (IEO/OE).

O sistema construído foi calibrado deslocando-se o núcleo do LVDT em distâncias conhecidas por intermédio de um micrômetro e medindo-se a tensão de saída do circuito com um multímetro digital marca Keithley (modelo 179 TR.MS). A voltagem obtida na saída do circuito é linear para um deslocamento de  $\pm 1$  cm do núcleo com desvio de linearidade inferior a 0.1%. A constante de calibração do LVDT para as condições utilizadas foi de  $219 \frac{mV}{mm}$  como se pode ver na Figura 9.

Para o registro das curvas de fluência, o sinal de saída do LVDT, após retificação, foi injetado num registrador potenciométrico, marca E.C.B. (modelo 101) utilizando um fundo de escala conveniente. Um dispositivo de supressão de sinal foi construído de modo a se registrar o sinal de deformação sempre em uma mesma escala (sensibilidade).



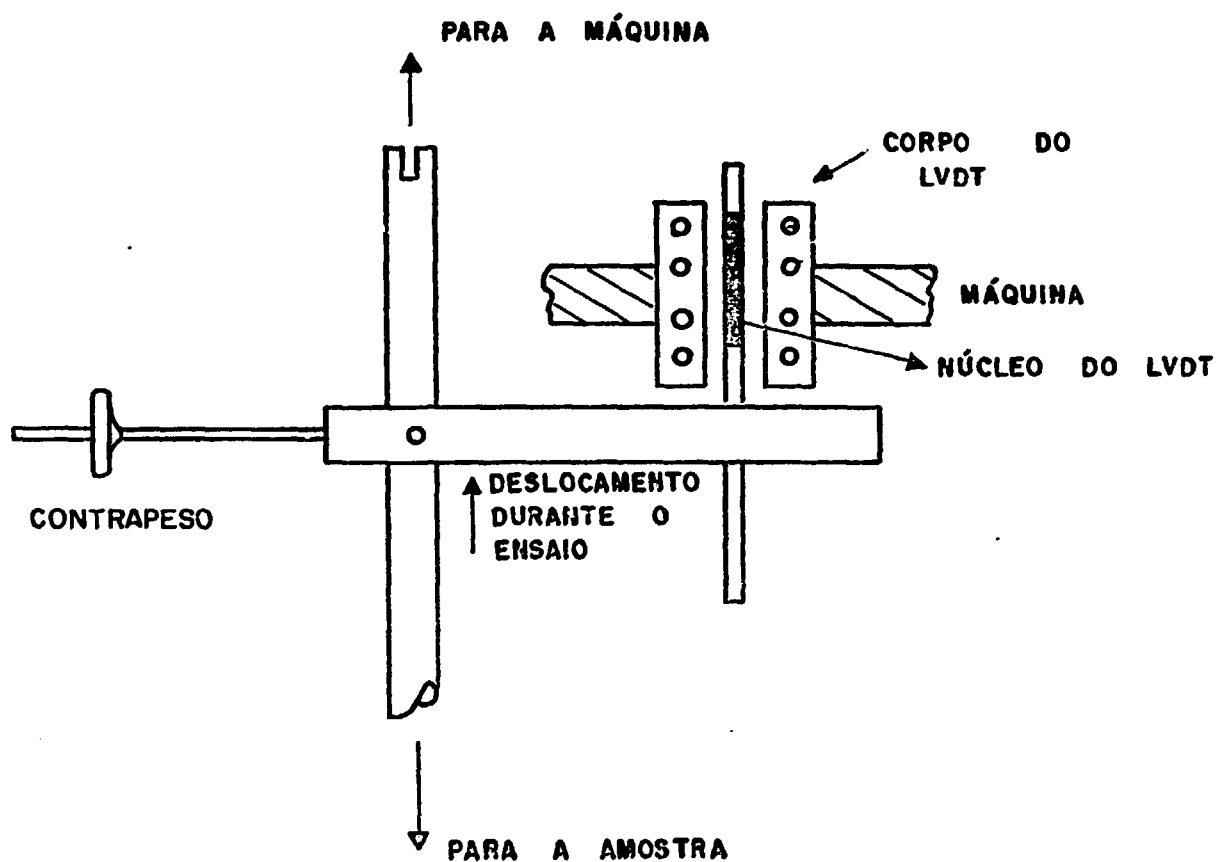


Figura 8 - Diagrama esquemático do dispositivo de medida de deformação

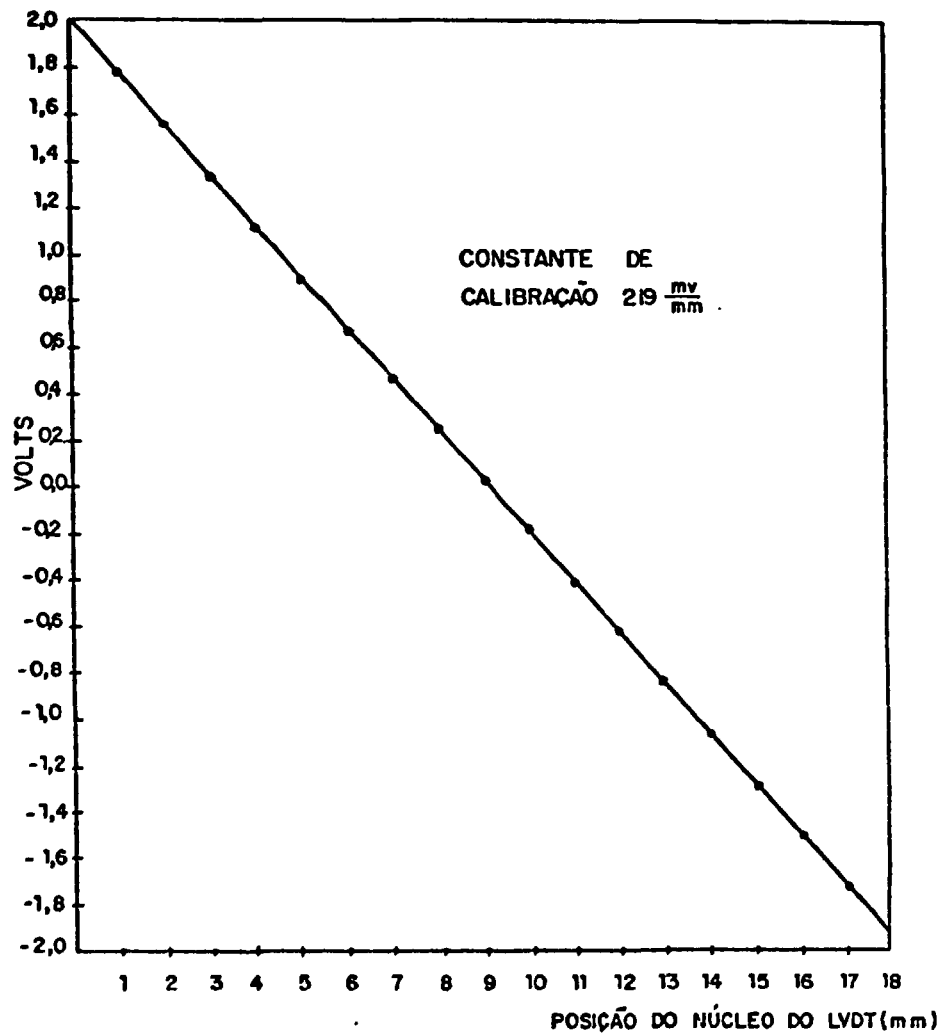


Figura 9 - Curva de calibração do dispositivo de medida de deformação

A sensibilidade do sistema de medida de deformação construído é de  $1 \times 10^{-4}$ .

### 2.1.3 Calibração da expansão elástica do conjunto

Devido à expansão elástica do conjunto, quando é aplicada a carga, é necessário se conhecer qual deve ser a posição inicial (sem carga) em que deve estar o braço, de tal maneira que quando a carga é aplicada, o conjunto relaxe instantaneamente para a posição  $R = R_0$ . O valor da expansão elástica ( $\Delta R$ ) foi calibrado através da régua horizontal fixada na base da máquina, utilizando-se o seguinte procedimento:

- 1.- Colocou-se uma amostra com área de secção bem grande,  $\varnothing = 10$  mm, de modo a evitar ocorrência de deformação plástica.
- 2.- Aqueceu-se a amostra à  $733^\circ\text{C}$ , que é a temperatura de ensaio neste trabalho.
- 3.- Colocou-se a massa  $M$  e ajustou-se a posição do braço em  $R_0$ .
- 4.- Retirou-se a massa  $M$  e registrou-se a nova posição ( $R_0 + \Delta R$ ) do braço de alavanca após relaxamento.

Determinou-se a variação  $R$  em função da carga aplicada de modo a se eliminar dos resultados a contribuição elástica da máquina. Assim, antes de cada ensaio posicionou-se cuidadosamente o braço de alavanca de forma a compensar a expansão elástica da máquina. Na Figura 10 é apresentada uma fotografia do equipamento experimental construído.

### . Material e Preparação de Amostras

Foram utilizadas amostras de aço inoxidável austenítico AISI-316 fornecida pelas Indústrias Villares, São Paulo, sob a forma de barras de 12.7 mm de diâmetro. A análise química do material utilizado, fornecida pelo fabricante é mostrada na Tabela nº1

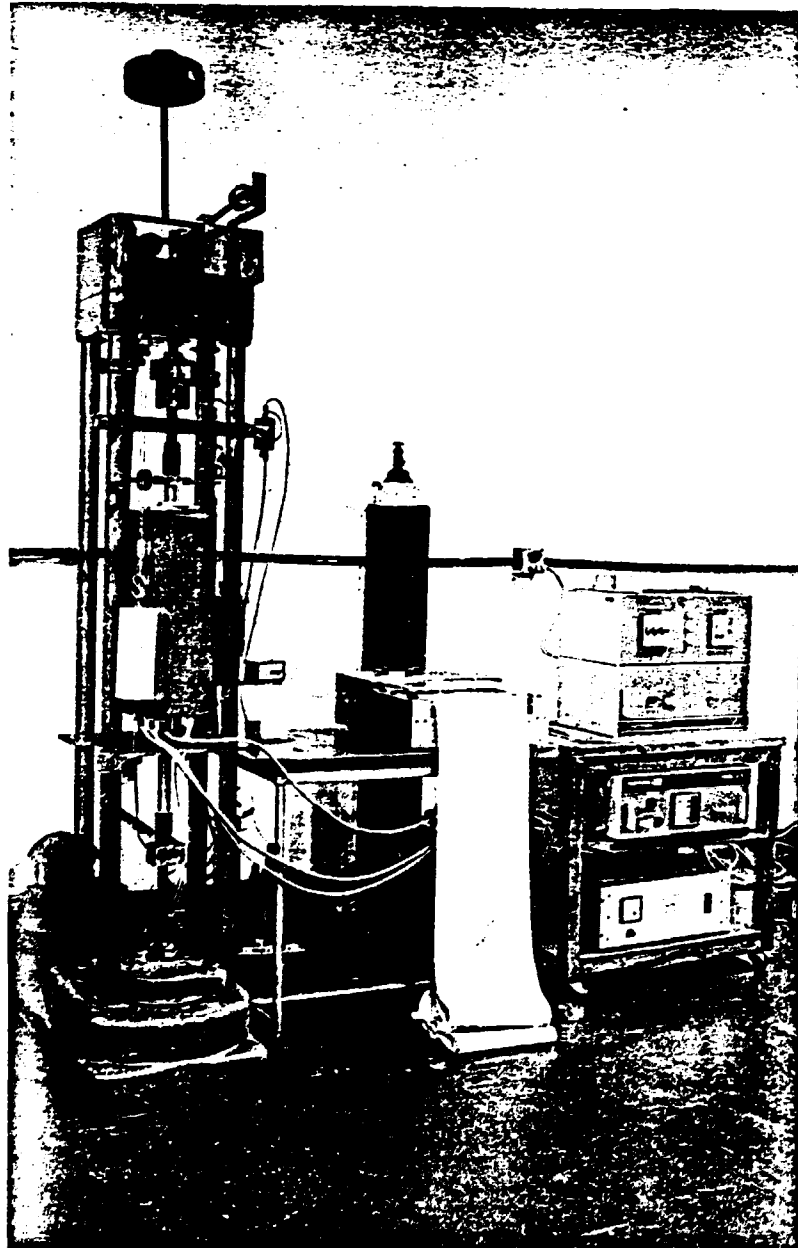


Figura 10 - Fotografia do aparato experimental construído

(vide página seguinte) em comparação com a composição estabelecida pela AISI para esse aço.

## 2.2 MATERIAL UTILIZADO E PROCEDIMENTOS DE ENSAIO

O material adquirido foi usinado para confecção de corpos de prova cilíndricos, segundo a geometria mostrada na Figura 11.

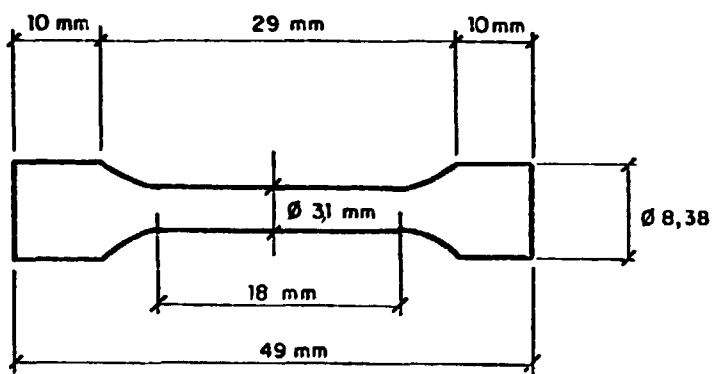


Figura 11 - Representação esquemática da geometria dos corpos de prova utilizados

Os corpos de prova foram submetidos a um tratamento térmico a 1.100°C por meia hora em atmosfera de argônio e resfriados em água. Este tratamento térmico elimina as tensões residuais, recristaliza o material e solubiliza o carbono (6).

Medidas de tamanho de grão foram efetuadas no material assim tratado, obtendo-se um tamanho médio de grão de  $39 \pm 9 \mu\text{m}$  utilizando-se o método de intersecção de linha (método Heyns) (3).

O procedimento utilizado na execução de cada ensaio de fluência foi o seguinte:

TABELA Nº 1

MATERIAL	COMPOSIÇÃO QUÍMICA (% EM PESO)											
	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	P	S	Cu	Al	Co	V
Aço 316 Villares	0.07	1.41	0.58	17.0	12.6	2.46	0.031	0.030	0.43	0.017	0.14	0.050
Composição Padrão AISI-316	0.08	2.00	1.0	16.0	10.0	2.0	0.045	0.03	-	-	-	-

- a.- Medida da área da seção transversal do corpo de prova. Foram tomadas oito medidas do diâmetro da parte efetiva, calculando-se a média aritmética.
- b.- Verificação do equilíbrio do sistema de aplicação de carga.
- c.- Montagem do corpo de prova na máquina. Para prevenir que as garras e o corpo de prova se sinterizassem durante o teste, as superfícies em contato foram cobertas com leite de magnésia.
- d.- Fixação do termopar para a medida da temperatura.
- e.- Posicionamento do forno verticalmente até que o corpo de prova esteja na parte central do mesmo. Para evitar a convecção térmica, as aberturas superior e inferior do forno foram fechadas com lâ de vidro.

Uma pré-carga de 1 kg foi aplicada ao sistema antes do teste de modo a mantê-lo alinhado.

Antes do início de cada teste permitiu-se que todo o sistema estabilizasse durante uma hora. Após a estabilização da temperatura aplicou-se a carga. Nos ensaios em que a tensão foi reduzida, a carga total a ser aplicada ao corpo de prova foi dividida em duas partes e conectadas por um fio fino. A redução na tensão era feita cortando-se o fio de ligação entre as partes.

### 2.3 ANÁLISE DA SUBESTRUTURA

Ao término de cada ensaio de fluência o corpo de prova foi resfriado rapidamente em presença da tensão aplicada, através do deslocamento vertical do forno. Esse resfriamento sob carga - foi feito visando-se preservar a microestrutura introduzida no corpo de prova durante a deformação.

Os corpos de prova ensaiados foram inicialmente seccionados transversalmente através de eletro-erosão para a obtenção de discos de espessura da ordem de 300  $\mu\text{m}$ .

Os discos obtidos foram subsequentemente polidos em lixa de carbeto de silício de grana 600 de modo a eliminar rebarbas do corte inicial. Extremo cuidado foi tomado nessa fase de modo a evitar a perturbação da subestrutura presente na amostra.

Os discos, uma vez polidos mecanicamente, foram polidos eletroliticamente, utilizando-se o sistema de jato duplo tipo Tenupol fabricado por Struers. Como eletrólito, utilizou-se uma solução constituída de 90% de álcool etílico e 10% de ácido perclórico (% em volume). O polimento eletrolítico foi feito à temperatura de  $-10^{\circ}\text{C}$  e tensão de 25 V.

As lâminas finas obtidas foram observadas no microscópio Eletrônico de Transmissão JEOL-200C à tensão de 200 kV.

O tamanho médio dos subgrãos foi determinado pelo método de intersecção de linha (Método de Heyns) de acordo com os procedimentos sugeridos pelo ASTM para medida de tamanho de grão (3).

O tamanho médio de subgrão é dado por:

$$\lambda = \frac{1}{N_L} \quad (23)$$

onde  $N_L$  é o número de interceptos na unidade de comprimento.

Embora a forma dos subgrãos fosse aproximadamente equiaxial nas estruturas estudadas, utilizou-se um círculo para a contagem dos pontos em linha  $N_L$  (número de intersecções do círculo com os contornos de subgrão) de modo a minimizar a influência de orientações preferenciais localizadas. Em geral, três a quatro lâ



minas finas foram preparadas para cada corpo de prova e na média ' um mínimo de 10 áreas diferentes foram utilizadas para cada amostra para a determinação do tamanho de subgrão.

A densidade de discordâncias foi medida usando micrografias de áreas representativas para cada amostra. A densidade ' de discordâncias  $\rho$  é dado por (23, 25):

$$\rho = \frac{2 N M}{L t} \quad (24)$$

onde N é o número de intersecções que a linha de teste faz com as discordâncias quando é colocada sobre uma micrografia obtida no Microscópio Eletrônico de Transmissão, L é o comprimento total da linha de teste, t é a espessura da amostra e M é a magnificação da micrografia. A espessura da lâmina foi determinada contando o número de contornos de extinção tal como é descrito por Hirsch (25).

Os tamanhos dos precipitados foram medidos diretamente das micrografias.

## CAPÍTULO III

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 ESTADO ESTACIONÁRIO

O principal objetivo desta parte do trabalho foi o de reproduzir ensaios já realizados no aço austenítico AISI-316 de modo a se verificar a confiabilidade do aparato experimental construído. Nesta seção são apresentadas as curvas de fluência obtidas em ensaios à tensão constante e é analisado o comportamento da taxa de fluência no estado estacionário em função da tensão aplicada. Os resultados de observações da microestrutura de amostras deformadas são apresentados e é analisada a dependência do tamanho médio de subgrão com relação a tensão aplicada. Os dados apresentados nesta seção serão utilizados para especificar as condições a serem usadas adiante nos ensaios de redução de tensão.

##### 3.1.1 Resultados Experimentais

Ensaio de fluência de amostras solubilizadas foram realizadas à temperatura de 1006 K (733°C) ao ar, sob tensões aplicadas de 109,30 MPa (11,13 kg/mm<sup>2</sup>), 140 MPa (14,30 kg/mm<sup>2</sup>), 171,63 MPa (17,49 kg/mm<sup>2</sup>), 208,23 MPa (21,22 kg/mm<sup>2</sup>), e 215,21 MPa (21,93 kg/mm<sup>2</sup>), interrompidas em deformações em torno de 15%. Os resultados obtidos nesses ensaios são apresentados na fig. 12. A curva do ensaio realizado a 109,30 MPa é mostrada somente até 6% de deformação. Pode-se observar nitidamente nas curvas de fluência desta figura a ocorrência dos estágios primário (taxa de deformação decrescente) e secundário (taxa de deformação constante); o estágio primário é precedido de uma deformação inicial instantânea

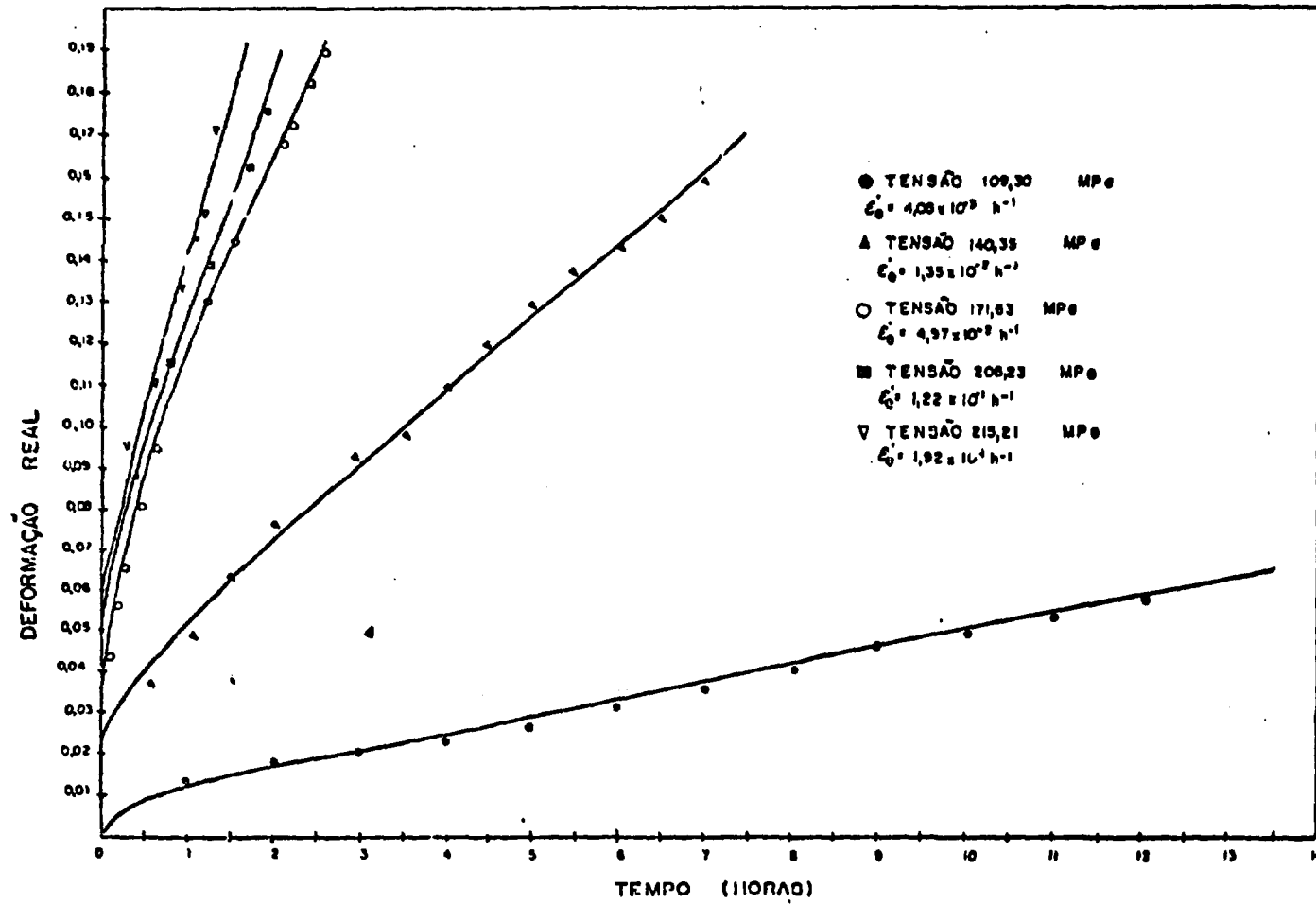


Figura 12 - Curvas de fluência obtidas (material solubilizado) à temperatura de 1006 K (733°C) sob várias tensões aplicadas

que envolve deformação elástica e plástica (21,35). Observa-se nesta figura que tanto a taxa de fluência no estágio estacionário como a deformação inicial instantânea aumentam com o aumento da tensão aplicada.

Para todos os ensaios realizados, as taxas de fluência no estado estacionário foram determinadas a partir da inclinação das curvas de fluência registradas. A reprodutibilidade das taxas de fluência neste estágio foi usualmente melhor que  $\pm 15\%$ .

A determinação da dependência da taxa de fluência no estado estacionário com a tensão aplicada é feita através da aplicação da equação 6 aos dados experimentais obtidos neste estágio. Para se obter o coeficiente de sensibilidade à tensão,  $n$ , a equação 6 é reescrita, à temperatura constante, como sendo:

$$n = \left. \frac{\partial (\ln \dot{\epsilon}_e)}{\partial (\ln \sigma)} \right|_T \quad (25)$$

Um gráfico de  $\ln \dot{\epsilon}_e$  versus  $\ln \sigma$  permite então a determinação de  $n$ . Na figura 13 os valores do logaritmo natural da taxa de fluência no estágio estacionário são apresentados em função do logaritmo natural da tensão aplicada. Resultados obtidos para o mesmo material por Challenger e Moteff (11) às temperaturas de 977 K (704°C), 1005 K (732°C) e 1089 K (816°C) e por Krause (31) às temperaturas de 973 K (700°C) e 1023 K (750°C) em ensaios sob carga constante são incluídos na figura de modo a permitir uma melhor comparação. Os resultados experimentais obtidos no presente trabalho concordam bem com os obtidos pelos autores citados acima, indicando a confiabilidade do aparato experimental construído.

Utilizando-se o procedimento expresso na equação 24 determinou-se o valor do parâmetro  $n$  como sendo  $n = 5,2 \pm 0,1$ . Esse

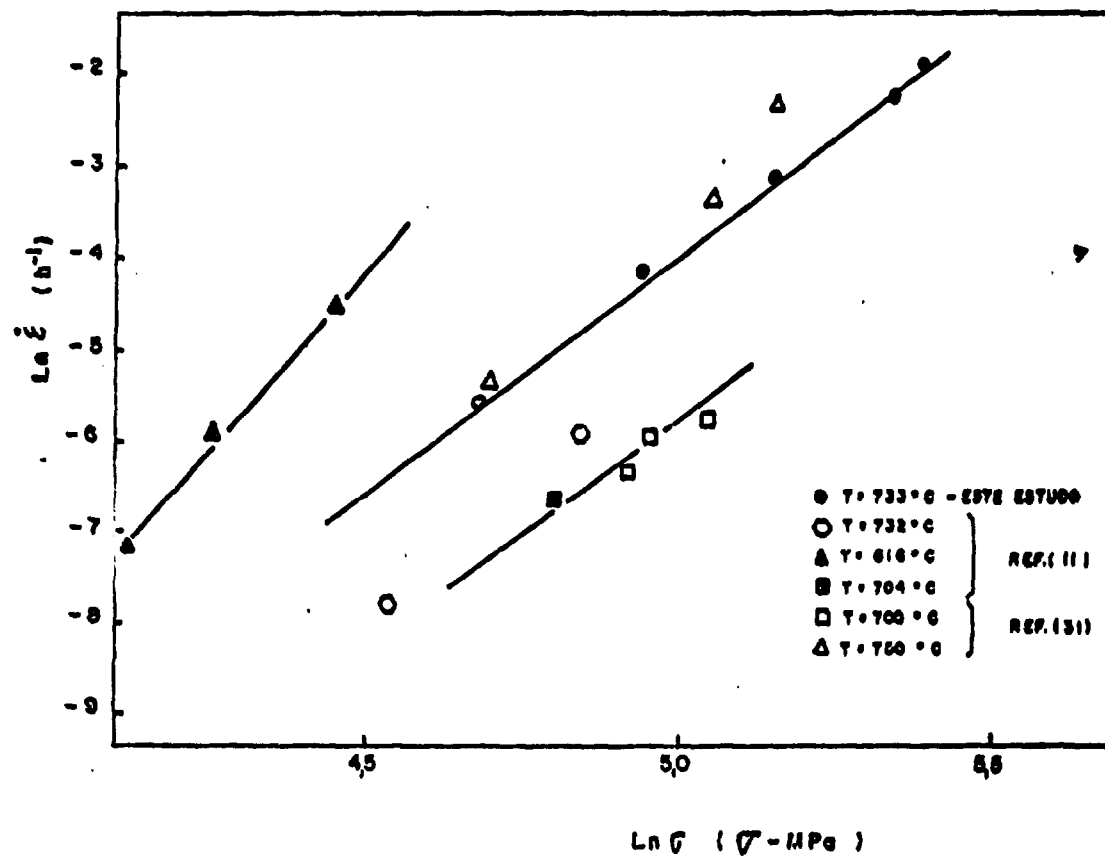


Figura 13 - Efeito da tensão aplicada na velocidade de fluência no estado estacionário (T = 1006 K)

valor de  $n$  indica que o mecanismo controlador da taxa de fluência' no intervalo de tensões utilizado é possivelmente o da escalagem ' de discordâncias (43, 9, 47, 36).

Na figura 14 são apresentadas micrografias ótica e eletrônica de transmissão obtidas para uma amostra tratada termicamente a 1373 K (1100°C) por 30 minutos; pode-se observar desta figura, que a amostra apresenta uma microestrutura típica da liga bem recristalizada, isto é, grãos uniformes e baixa densidade de discordâncias. Precipitação de carbonetos do tipo  $M_{23}C_6$  em contorno de grão foi ocasionalmente observada indicando a eficiência do tratamento térmico na solubilização do carbono.

Nas figuras 15 e 16 são apresentadas micrografias ilustrativas da microestrutura, no estado estacionário, em amostras obtidas de corpos de prova ensaiados às tensões aplicadas de 109,30 MPa e 208,23 MPa, respectivamente.

A microestrutura observada para o ensaio realizado à tensão de 109,30 MPa caracteriza-se basicamente pela presença de subgrãos equiaxiais e por intensa precipitação intragranular de carbonetos do tipo  $M_{23}C_6$ . Carbonetos precipitados em contorno de grão são também observados. A densidade de discordâncias no interior dos subgrãos foi medida obtendo-se o valor  $(1,6 \pm 0,3) \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ . Uma análise mais cuidadosa foi feita em que se determinou a orientação dos grãos com relação à tensão aplicada durante o ensaio. Os resultados obtidos não evidenciaram nenhuma influência da orientação cristalográfica da tensão aplicada, na subestrutura de discordâncias.

No caso do ensaio feito a 208,23 MPa além da presença de precipitação intra e intergranular (figura 16) observa-se uma



a) 200 X



b) 15000 X



c)

Figura 14 - Micrografias da amostra tratada termicamente a 1100°C:  
(a) ótica, (b) eletrônica de transmissão, (c) figura de difração evidenciando a presença de  $M_{23}C_6$



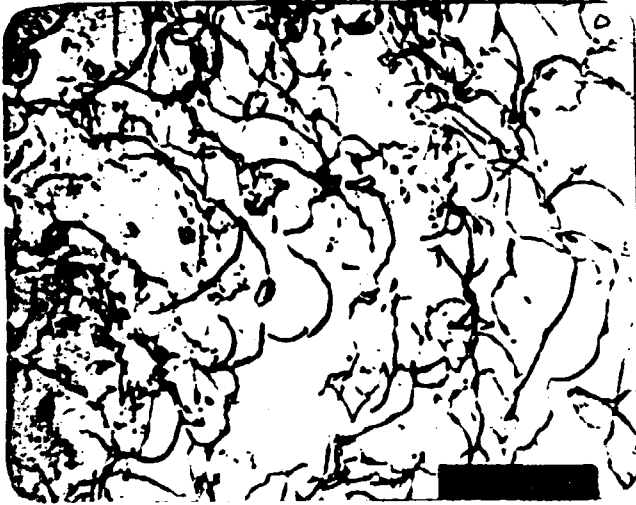
(a) 8000 X



(b) 8000 X

Figura 15 - Micrografias eletrônicas de transmissão de uma amostra deformada até 15% no estado estacionário à temperatura de 1006 K e tensão aplicada de 109,30 MPa. (a) Morfologia típica de subgrãos equiaxiais e precipitados de carbonetos, (b) precipitados dentro de subgrãos





(a) 40.000 X



(b) 15.000 X



(c) 25.000 X

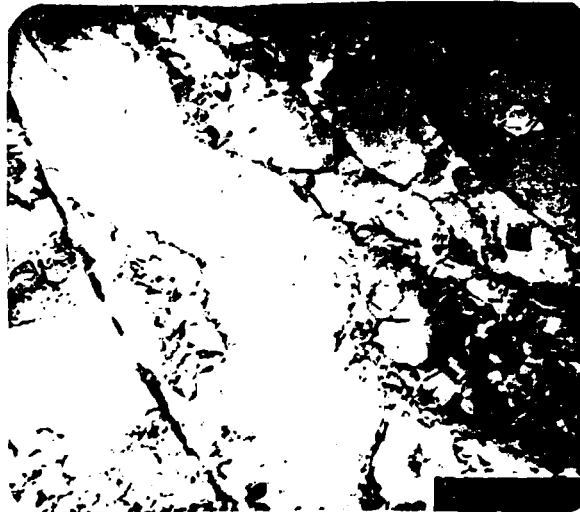
Figura 16 - Micrografias eletrônicas de transmissão típica de uma amostra deformada até 15% no estado estacionário à temperatura de 1006 K e tensão aplicada de 208,23 MPa. (a) Discordâncias livres, quando a direção da tensão aplicada é,  $\langle 001 \rangle$ , (b) e (c) subgrãos alongados quando a direção da tensão aplicada é  $\langle 123 \rangle$  e  $\langle 111 \rangle$  respectivamente

subestrutura de discordâncias que depende da orientação cristalográfica da tensão aplicada. Quando a tensão aplicada atua na direção  $\langle 001 \rangle$  a subestrutura de discordâncias se caracteriza pela ausência de subgrãos constituindo-se basicamente de uma distribuição homogênea de discordâncias (fig. 16a). Para situações em que a tensão aplicada atua em direções diferentes de  $\langle 001 \rangle$ , como ' por exemplo  $\langle 123 \rangle$  e  $\langle 111 \rangle$  (figuras 16b e 16c)  $\langle 113 \rangle$  e '  $\langle 112 \rangle$  (figuras 17a e 17b), observa-se a presença de subgrãos ligeiramente alongados e precipitação intragranular e intergranular' de carbonetos, porém com densidade de precipitados menor do que observada em tensões mais baixas. Este último aspecto é devido, provavelmente, ao curto espaço de tempo envolvido nos ensaios à tensão de 208,23 MPa. O tamanho médio de subgrão no estágio estacionário foi determinado para estes dois ensaios, de acordo com os procedimentos citados na seção 23. Assim, para os ensaios de fluência feitos às tensões aplicadas de 109,30 MPa e 208,23 MPa foram encontrados os valores de  $(1,9 \pm 0,20) \mu\text{m}$  e  $(0,80 \pm 0,12) \mu\text{m}$ , respectivamente.

Na figura 18 os valores do logarítmo natural do tamanho médio de subgrão obtidos nesta etapa do trabalho são apresentados em função do logarítmo natural da tensão aplicada durante o ensaio. Nesta figura são também incluídos os valores obtidos por Challenger e Moteff (11) e por Krause (31), para permitir uma melhor comparação. Estes resultados evidenciam que o tamanho médio de subgrão, desenvolvido no estágio estacionário, é determinado pela magnitude da tensão aplicada diminuindo marcadamente com o incremento desta. Pode-se verificar também, a partir da inclinação' da reta da figura 18 que a dependência do tamanho médio de subgrão, no estado estacionário, com a tensão aplicada durante o ensaio é aquela expressa pela equação 9, com um valor do parâmetro  $m$  da orde



(a) 15.000 X



(b) 15.000 X

Figura 17 - Micrografias eletrônicas de transmissão de uma amostra deformada até 15% no estado estacionário à temperatura de 1006 K e tensão aplicada de 208,23 MPa. (a) Subgrãos alongados quando a direção da tensão aplicada é  $\langle 113 \rangle$ , (b) subgrãos alongados quando a direção da tensão aplicada é  $\langle 112 \rangle$ .

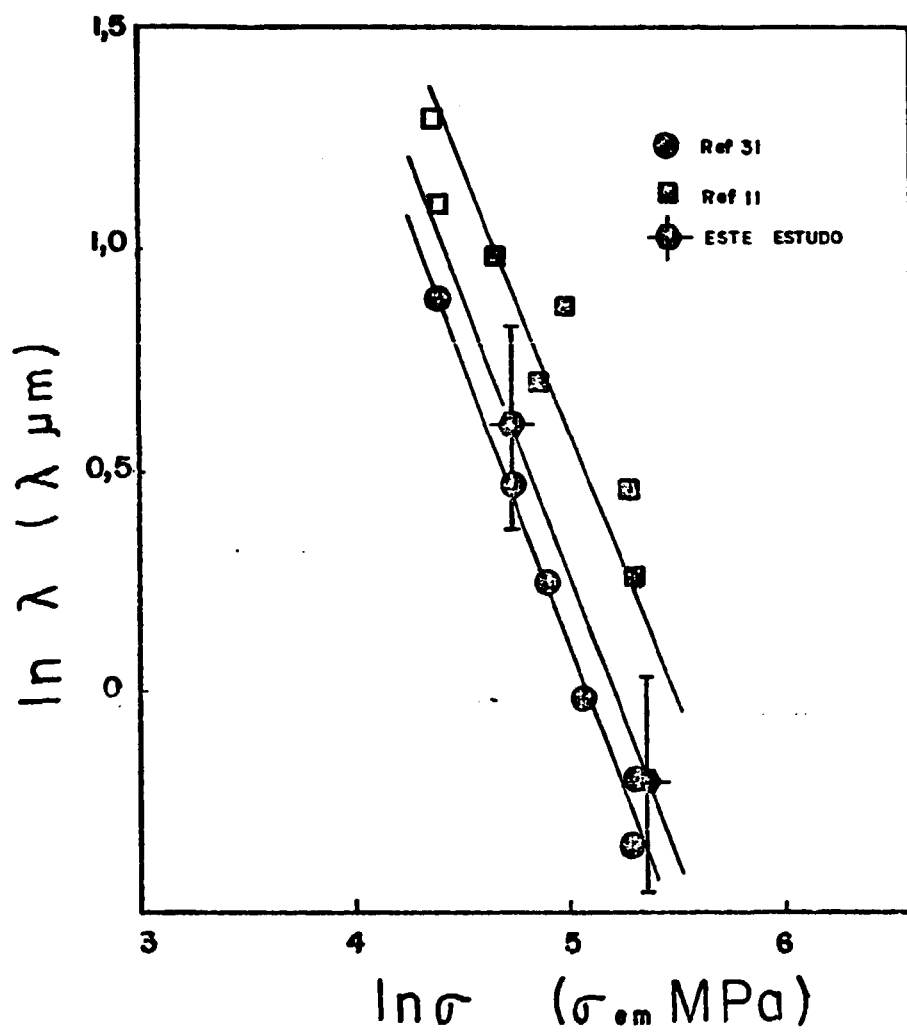


Figura 18 - Variação do tamanho médio de subgrão no estado estacionário com a tensão aplicada

dem da unidade.

Krause (31) investigou a microestrutura de amostras fraturadas em ensaios de fluência na faixa de tensão compreendida entre 58,88 e 372,91 MPa (6 e 38 kgf/mm<sup>2</sup>) e temperaturas entre 873 K (600°C) e 1073 K (800°C). Os resultados obtidos por Krause (31) podem ser sumarizados:

- . na faixa de tensões compreendida entre 58,88 a 157,01 MPa (6 e 16 kgf/mm<sup>2</sup>) ou "baixas tensões", observa-se a presença de uma estrutura poligonizada de subgrãos não sendo observadas mudanças morfológicas da subestrutura em função da orientação cristalográfica da tensão aplicada.
- . em ensaios feitos na faixa de tensões compreendida entre 157,01 a 372,91 MPa (16 e 38 kgf/mm<sup>2</sup>) ou "altas tensões", verificou-se que além de não haver indícios de formação de subgrãos equiaxiais, a subestrutura depende da orientação cristalográfica da tensão aplicada. Neste caso a subestrutura de discordâncias se caracteriza por uma distribuição homogênea de discordâncias quando a tensão de teste atua na direção  $\langle 001 \rangle$ , e por subgrãos fortemente desenvolvidos e alinhados, quando a direção da tensão aplicada atua em direções diferentes de  $\langle 001 \rangle$ .
- . em "tensões intermediárias", em torno de 157,01 MPa (16,00 kgf/mm<sup>2</sup>) observou-se um comportamento transitório da subestrutura: às vezes assemelha-se às das baixas tensões, exibindo subgrãos equiaxiais e às vezes corresponde às das altas tensões, isto é, uma distribuição homogênea de discordâncias ou subgrãos fortemente alongados.

Assim, em linhas gerais, há concordância entre os resultados das observações de subestrutura obtidos neste trabalho,

para os ensaios feitos às tensões de 109,30 e 208,23 MPa, e aqueles obtidos por Krause.

Sherby e Burke (44) observaram que para tensões aplicadas tais que  $\frac{\dot{\epsilon}_e}{D} = 10^9 \text{ cm}^{-2}$  (D é coeficiente de autodifusão na temperatura de ensaio) ocorre uma transição de um comportamento potencial (power law creep) para um comportamento exponencial (exponential creep) para a maioria dos metais puros. Os resultados de análises subestruturais obtidos por Krause (31) evidenciaram que esta transição de um comportamento potencial (baixas tensões) para um comportamento exponencial (altas tensões) é acompanhada por sensível modificação na subestrutura de discordâncias do aço AISI-316. Os subgrãos observados neste trabalho para o ensaio realizado sob tensão aplicada de 208,23 MPa, são ligeiramente diferentes dos ben alongados citados por Krause (31). Esta ligeira diferença pode ser explicada pelo fato do ensaio a 208,23 MPa se situar no início da região de transição entre a fluência potencial e a fluência exponencial pois, para este ensaio  $\frac{\dot{\epsilon}_e}{D} = 1 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ , onde  $D = 0,58 \exp(-67100/RT)$  é a difusividade do ferro no aço inoxidável AISI-316 (33).

### 3.2 ENSAIOS DE REDUÇÃO DA TENSÃO

Um grande número de investigações têm sido realizadas visando verificar a influência da subestrutura de discordâncias, introduzidas por uma deformação prévia, na fluência de metais puros. Nestes estudos tem sido dada especial atenção aos efeitos do grau de deformação (40, 1, 37), da temperatura de deformação e do método de deformação utilizado. Entretanto o entendimento dos efeitos da deformação prévia na fluência dos metais é dificultado principalmente devido as diferenças observadas quando diferentes

métodos de pré-deformação são utilizados. Assim por exemplo quando Parker e Wilshire (41) estudaram o efeito de pré-deformações à temperatura ambiente no Cobre verificaram que o aumento no grau de pré-deformação provoca modificações na curva de fluência e decréscimo na taxa de fluência no estado estacionário, Adelus e Guttman (1) analisaram o efeito de pré-deformação na fluência do aço inoxidável austenítico AISI-314 a 900°C e concluíram que a resistência à fluência é aumentada para deformações de até 14% decrescendo para deformações maiores devido à recristalização e recuperação dinâmica do material.

Os efeitos da pré-deformação na temperatura de ensaio, utilizando ensaios de redução de tensão, foram estudados para um grande número de materiais (41, 1, 10, 42, 13, 49). Entretanto dificuldades foram encontradas na interpretação dos resultados devido ao número reduzido de informações disponíveis na literatura, referentes à evolução da subestrutura de discordâncias após a redução na tensão. Pretende-se, então, nesta secção analisar a evolução da subestrutura de discordâncias após pré-deformações realizadas na temperatura de ensaio por intermédio de ensaios de redução de tensão.

### 3.2.1 Resultados experimentais e discussão

Ensaio de fluência foram realizados à temperatura de 1006 K (733°C) sob tensão inicial aplicada de 208,23 MPa até ser atingido o estágio estacionário de fluência. Quando a deformação total atingiu o valor de 15%, a tensão aplicada foi reduzida para os valores de 190, 170, 150, 138 e 109,30 MPa e o comportamento da deformação em função do tempo foi registrado em escala com alta sensibilidade (deformação da ordem de  $2 \times 10^{-4}$ ).

Nas figuras 19 e 20 são apresentadas as curvas de de formação em fluência em função do tempo decorrido após a redução de tensão, para os ensaios em que a tensão foi reduzida de 208,23 MPa para os valores citados no parágrafo anterior. Observa-se que para pequenas reduções de tensão (tensão reduzida = 190 MPa) a ta xa de fluência cresce continuamente após a redução na tensão, atin g indo um valor aparentemente estacionário para deformações da or dem de 0,05. Este comportamento pode ser considerado normal e é semelhante ao observado por Sherby e colaboradores (51) e Ahlquist et alli (2) para o Al puro em ensaios em que pequenas reduções de tensão foram utilizadas ( $\Delta \sigma / \sigma \leq 15\%$ ,  $\Delta \sigma =$  decréscimo na tensão, tensão inicial). Para as tensões reduzidas de 170,0, 150,0, 138,0 e 109,3 MPa, ( $\Delta \sigma / \sigma > 15\%$ ) observou-se que a taxa de fluên cia após a redução na tensão, cresce inicialmente de um valor pe queno, passando por um valor máximo e decrescendo em seguida até que um novo estado aparentemente estacionário é atingido em defor mações da ordem de 0,05. Esta nova taxa de fluência aparentemente estacionária, se mantém até as vizinhanças da ruptura do material. Em linhas gerais, estas observações concordam com os resultados ob tidos por Blum et alli (32) para a liga Al-Zn, Ferreira (16) para o Al puro e por Cuddy (12) para o aço AISI-304, em ensaios nos quais fortes reduções de tensão foram utilizadas.

Na figura 21 são apresentados os valores obtidos para o logarítmo natural da taxa de fluência após a redução de tensão,  $\dot{\epsilon}_r \Big|_{\epsilon} = 0,05$ , em função do logarítmo natural da tensão reduzida. São também incluídos nesta figura os resultados obtidos para o es tado estacionário de fluência (secção 3.1) de modo a permitir uma melhor comparação. Observa-se que após a redução na tensão a taxa de fluência estacionária medida em uma deformação de 5%, não retor



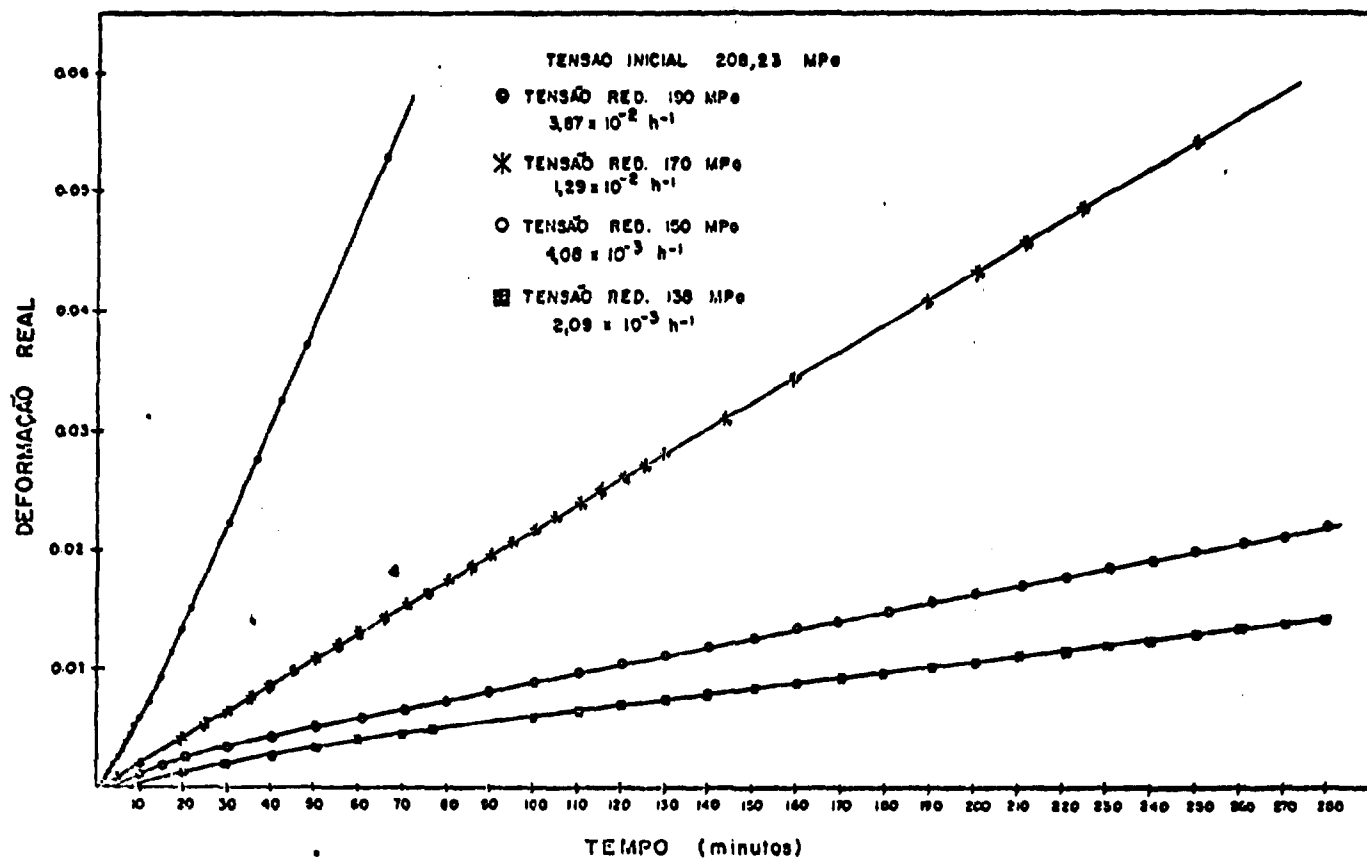


Figura 19 - Curvas de fluência ilustrando o comportamento típico da deformação após uma redução de tensão de valor 208,23 MPa para os valores 190, 170, 150 e 138 MPa. (T = 1006 K)

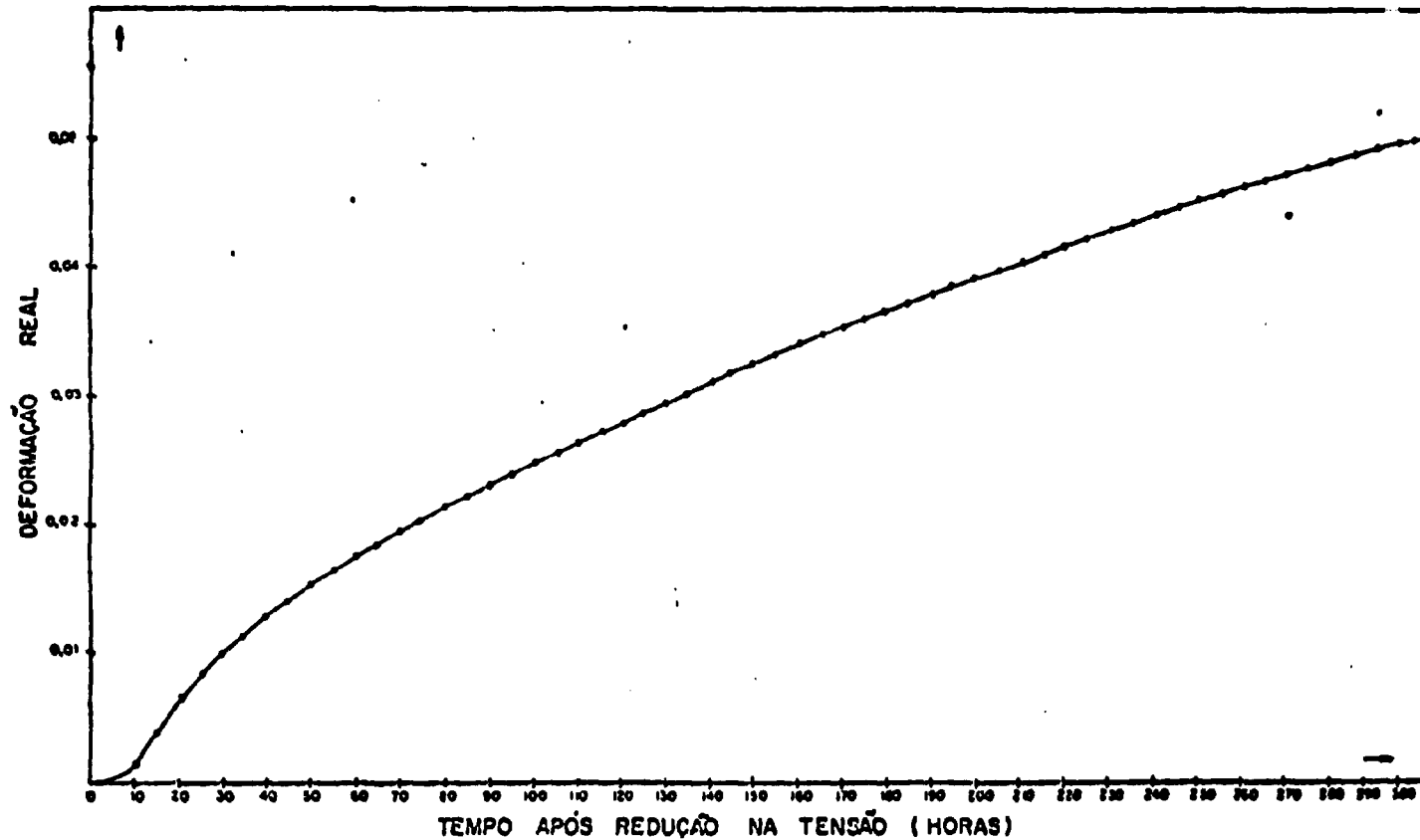


Figura 20 - Curva de fluência ilustrando o comportamento típico após redução da tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa. (T = 1006 K)

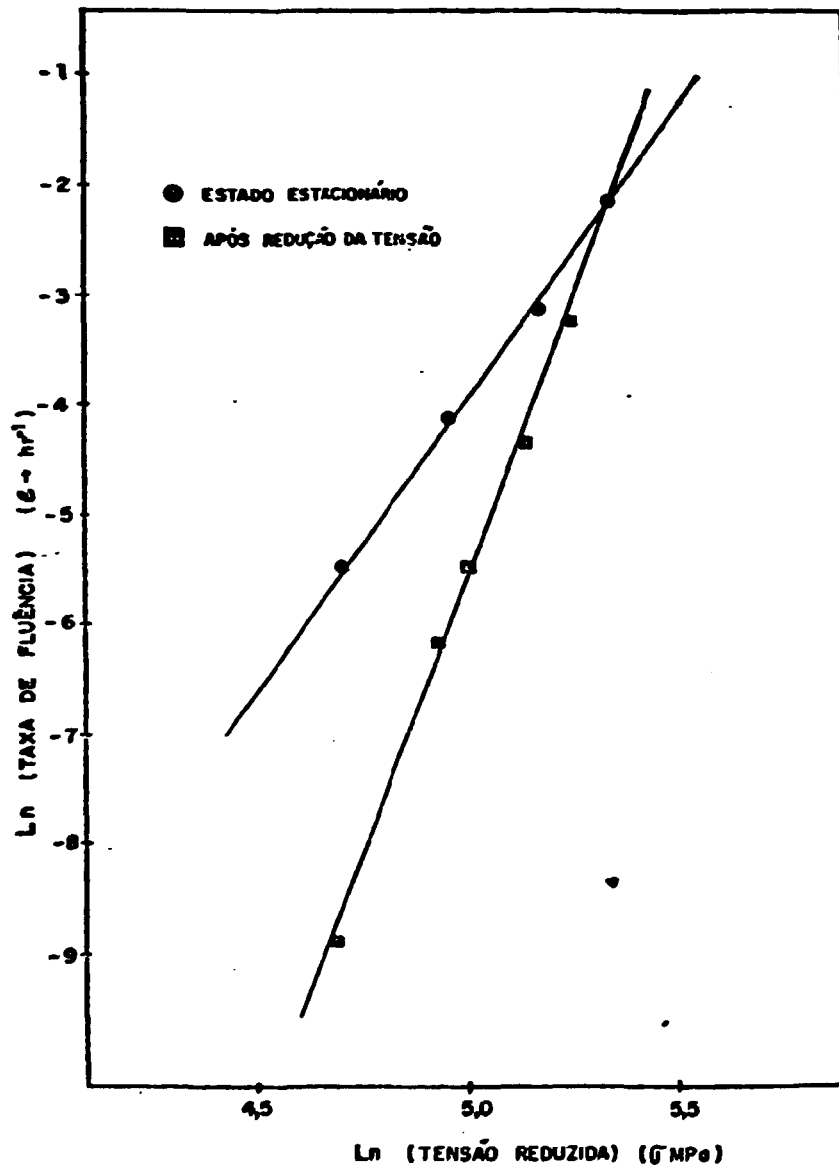


Figura 21 - Efeito da tensão aplicada na velocidade de fluência estacionária

na ao valor que se obtém para o estágio estacionário num ensaio i ninterrupto realizado à tensão reduzida, indicando um aumento na resistência à fluência do material. A taxa de fluência  $\dot{\epsilon}_r \Big|_{\epsilon=0,05}$  depende potencialmente da tensão reduzida segundo uma expressão do tipo da equação 6, porém com o valor de  $N = 10 \pm 0,5$ . Comportamento semelhante foi encontrado por diversos autores em diferentes materiais como pode ser visto na Tabela 2.

Uma série de ensaios foi realizada visando verificar a influência das condições de pré-deformação. Assim, corpos de prova foram deformados a 1006 K (733°C) sob tensões aplicadas de 250, 225, 190 e 175 MPa, até deformações de 15% serem atingidas (estado estacionário). Neste ponto, a tensão aplicada foi reduzida, em todos os ensaios, para o valor de 150 MPa e se acompanhou a evolução da deformação após a redução na tensão. As curvas de fluência, após a redução na tensão, obtidas nestes ensaios são apresentadas na figura 22. Pode-se verificar nesta figura que após a redução na tensão ocorre na região de deformações baixas, um transiente no qual a taxa de fluência varia, seguido de um intervalo com taxa de fluência estacionária, para deformações superiores a 0,05. Este comportamento estacionário mantém-se constante até as vizinhanças da ruptura do corpo de prova. A taxa de fluência estacionária à tensão reduzida (150 MPa) decresce com o aumento na tensão de pré-deformação.

Esta observação é melhor ilustrada na figura 23 onde o logaritmo natural da taxa de fluência estacionária é apresentado em função do logaritmo natural do inverso da tensão de pré-deformação,  $\sigma_p$ . Estes resultados podem ser descritos pela expressão:

$$\dot{\epsilon} = K_3 \left( \frac{1}{\sigma} \right)^{2,6 \pm 0,5} \quad (26)$$

TABELA Nº 2

Valores da sensibilidade da tensão n e m

<u>Material</u>	<u>m(*)</u>	<u>n(**)</u>	<u>Autores</u>
W	7	5	Robinson e Sherby (43)
Al	7	4,5	Robinson, Young e Sherby (51)
Al	9,5	5	Pointikis e Poirier (42)
Al	11,5	4,6	Mitra e McLean (35)
Ni	10	4,7	Mitra e McLean (35)
Al	$6,8 \pm 0,2$	4,7	Ferreira e Stang (18)
Aço 304	6 a 13	-	L. J. Cuddy (12)
Aço 314	11,12	8,33	Murty e McDonald (38)
Aço 316	$10 \pm 0,5$	5	Este estudo

---

(\*) m expoente da tensão reduzida.

(\*\*) n expoente da tensão no estado estacionário.

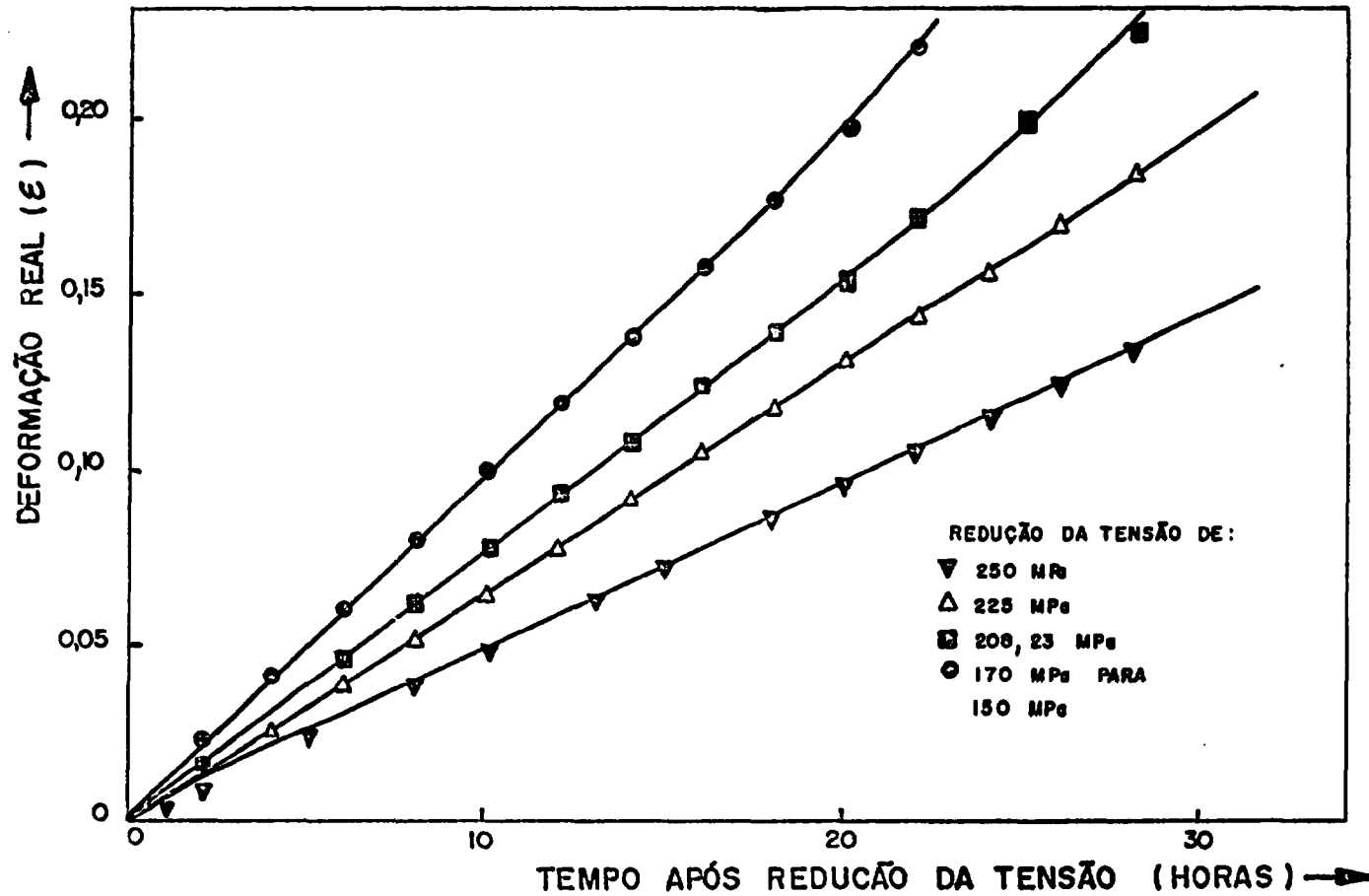


Figura 22 - Curvas de fluência ilustrando o comportamento típico após reduções de tensão de valores iniciais 250 MPa, 225 MPa, 208,23 MPa e 170 MPa para o valor 150 MPa. Em cada caso a tensão foi reduzida após 15% de deformação

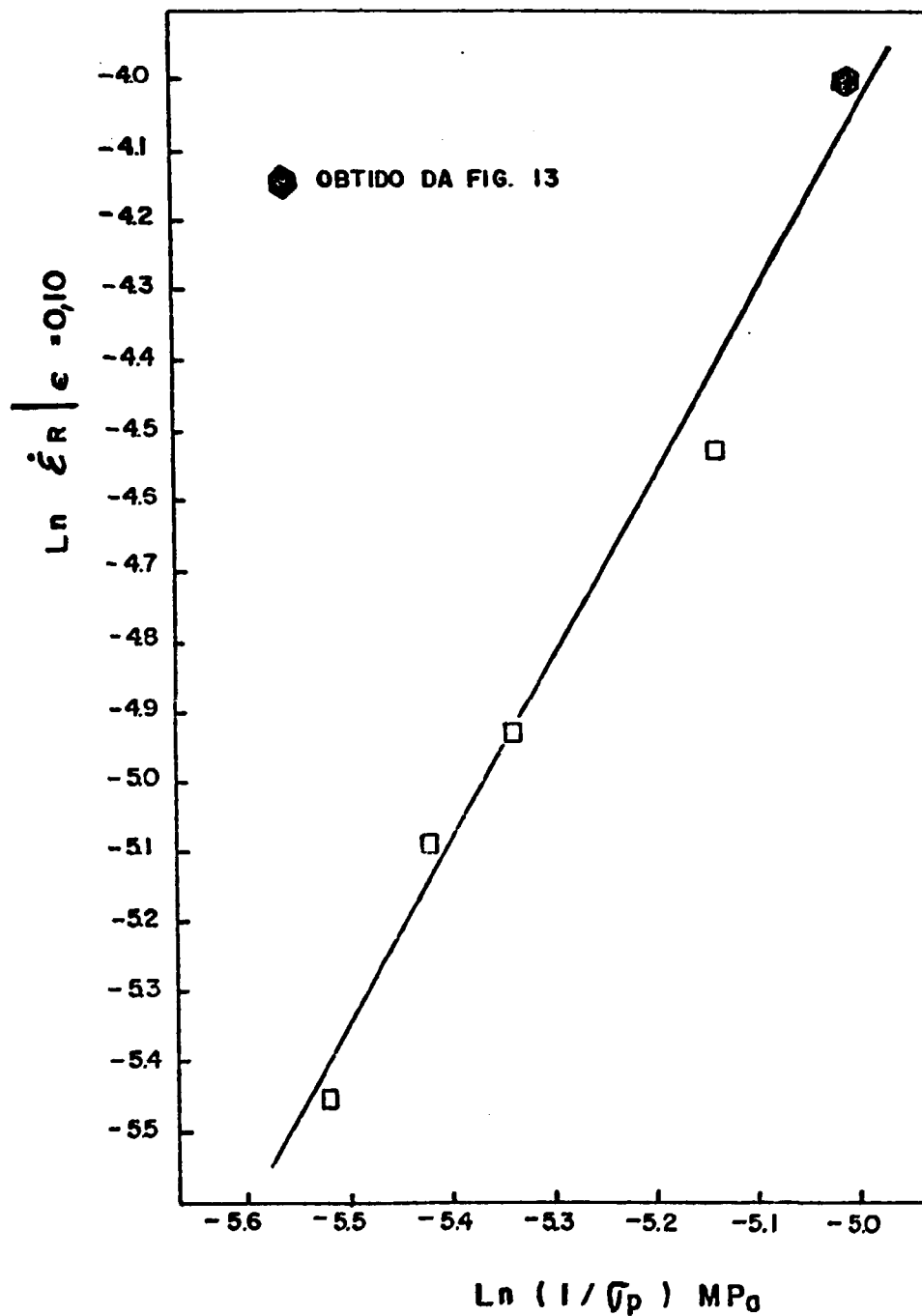


Figura 23 - Efeito da tensão de pré-deformação na velocidade de fluência, em tensão aplicada de 150 MPa. A velocidade de fluência foi medida a deformações de 10% após a redução de tensão

onde  $K_3$  é uma constante.

De modo a permitir um melhor entendimento destes fatos, foi realizada uma análise aprofundada das modificações subestruturais que acontecem após uma redução na tensão. Assim, foi realizada uma série de ensaios em que após uma deformação de 15%, à tensão de 208,23 MPa, a tensão foi reduzida para 109,30 MPa. Estes ensaios foram então interrompidos após diferentes tempos decorridos da redução na tensão (de zero a 300 horas) e a microestrutura, nessas condições, foi analisada. Os resultados obtidos nessas observações microestruturais são descritos em seguida.

### 3.2.1.1 Modificações microestruturais após a redução na tensão

As modificações na subestrutura de discordâncias decorrentes da redução na tensão foram analisadas através de microscopia eletrônica de transmissão. Os seguintes aspectos da subestrutura de discordâncias e dos carbonetos foram analisados:

- . densidade de discordâncias no interior dos grãos orientados segundo  $\langle 001 \rangle$  ;
- . evolução do tamanho médio de subgrão nas outras orientações;
- . tamanho médio dos carbonetos e distância média entre carbonetos.

### 3.2.1.2 Densidade de discordâncias

A variação da densidade de discordâncias no interior dos grãos orientados segundo  $\langle 001 \rangle$  com o tempo após a redução na tensão é mostrada na figura 24. Observa-se, após a redução na tensão que a densidade de discordâncias decresce rapidamente do valor  $(6,1 \pm 1,4) \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$  correspondente ao estado estacionário à ten



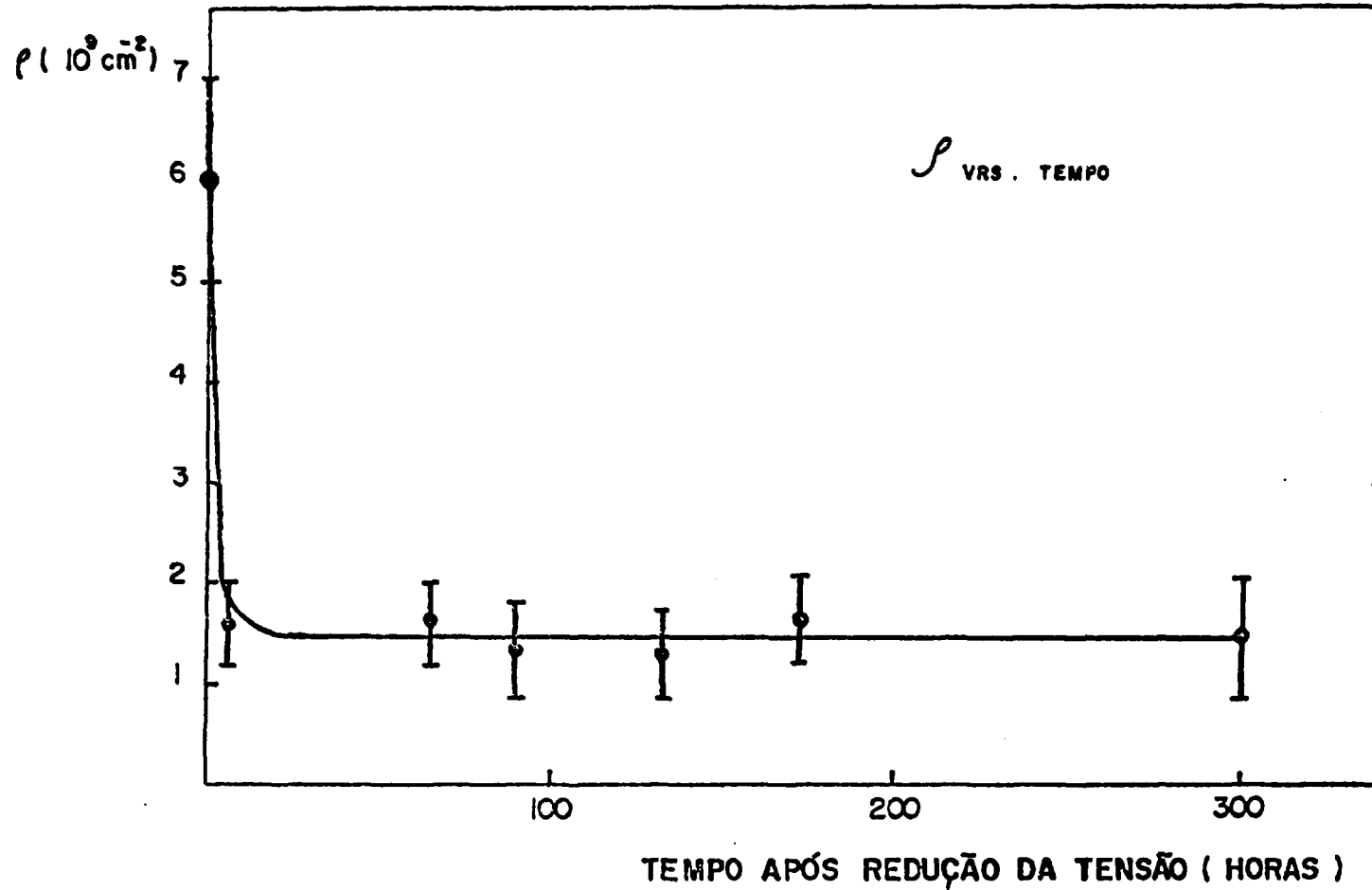


Figura 24 - Variação da densidade de discordâncias após uma redução de tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa

são de 208,23 MPa, para o valor  $(1,6 \pm 0,3) \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$  em apenas 6 horas, mantendo-se constante neste valor mesmo para tempos de até 300 horas após a redução na tensão.

### 3.2.1.3 Tamanho médio de subgrão

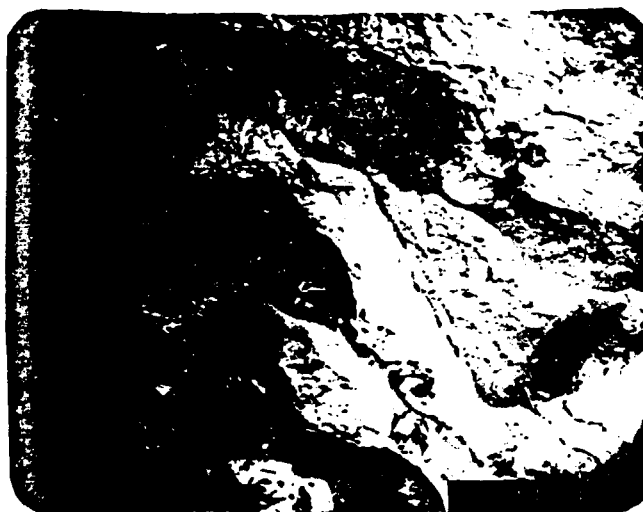
Nas figuras 25, 26 e 27 são apresentadas micrografias típicas da subestrutura de discordâncias observadas para os tempos 06, 90, 172 e 300 horas decorridas da redução de tensão. Da análise destas micrografias pode-se observar que a morfologia dos subgrãos não é alterada de modo sensível após a redução na tensão: os subgrãos parcialmente alongados permanecem parcialmente alongados e os subgrãos equiaxiais também não são alterados. Na figura 28 são apresentados os valores do tamanho médio de subgrão em função do tempo decorrido da redução na tensão. Observa-se que o tamanho médio de subgrão mantém-se inalterado mesmo para tempos de 300 horas após a redução na tensão.

### 3.2.1.4 Carbonetos

A precipitação de carbonetos do tipo  $M_{23}C_6$  foi analisada na maioria das amostras deformadas. De um modo geral, a presença destes carbonetos foi notada em contorno de grão, em contornos de macla coerentes e incoerentes, em contorno de subgrão e em discordâncias isoladas. As partículas observadas na tela do Microscópio Eletrônico de Transmissão (em projeção) apresentam-se, em geral, sob formas de quadrados, retângulos, paralelogramos e ocasionalmente triângulos. Beckitt e Clarck (8), em estudos mais aprofundados da morfologia dos precipitados de carbono na austenita mostraram que os carbonetos  $M_{23}C_6$  no aço 316 têm forma aproximadamente cúbica com faces paralelas aos planos  $\{111\}$  e  $\{110\}$  da ma



(a) 10.000 X



(b) 10.000 X

Figura 25 - Micrografias eletrônicas de transmissão ilustrando a estrutura de subgrãos, obtida no ensaio interrompido em 6 horas após a redução da tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa.



(a) 10.000 X



(b) 8.000 X

Figura 26 - Micrografias eletrônicas de transmissão ilustrando a estrutura de subgrãos quando a tensão é reduzida de 208,23 MPa para 109,30 MPa. (a) 90 horas após a redução da tensão e (b) 172 horas após a redução da tensão



(a) 8.000 X



(b) 8.000 X

Figura 27 - Micrografias eletrônicas de transmissão ilustrando a estrutura de subgrãos, obtida no ensaio interrompido em 300 horas após a redução da tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa

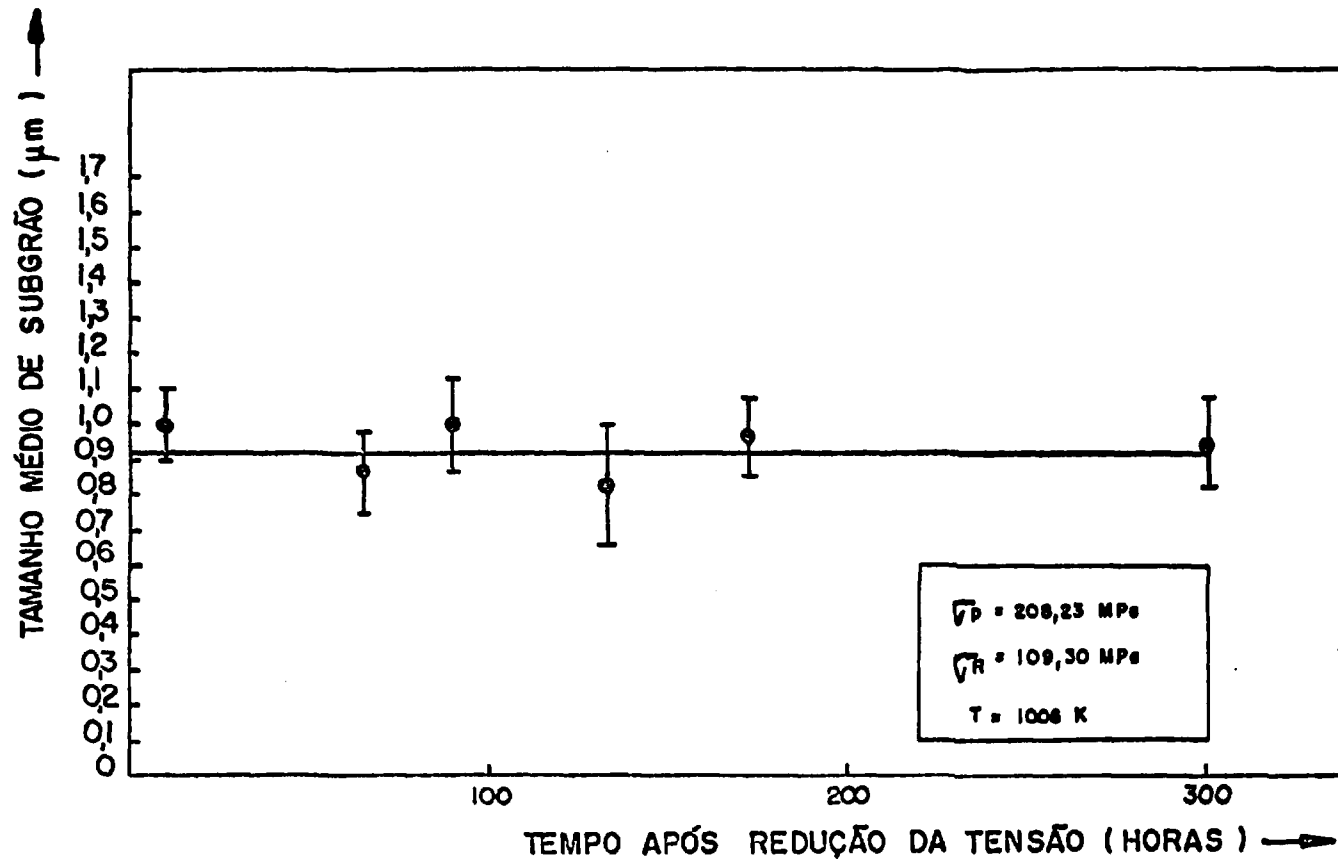


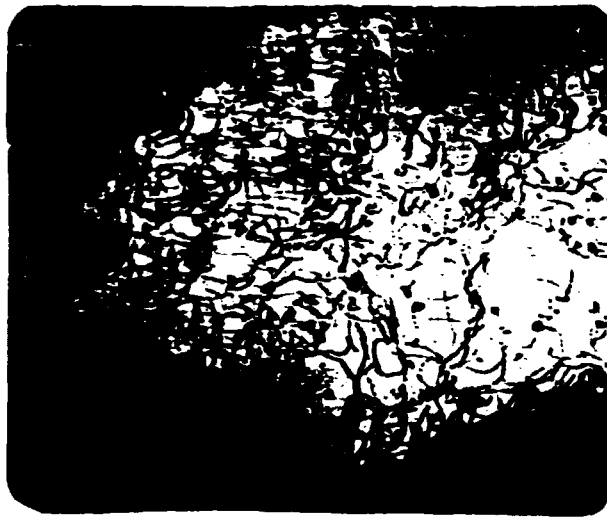
Figura 28 - Variação do tamanho médio de subgrão com o tempo quando a tensão é reduzida de 208,23 MPa para 109,30 MPa

triz e parâmetro de rede de 10,579 Å.

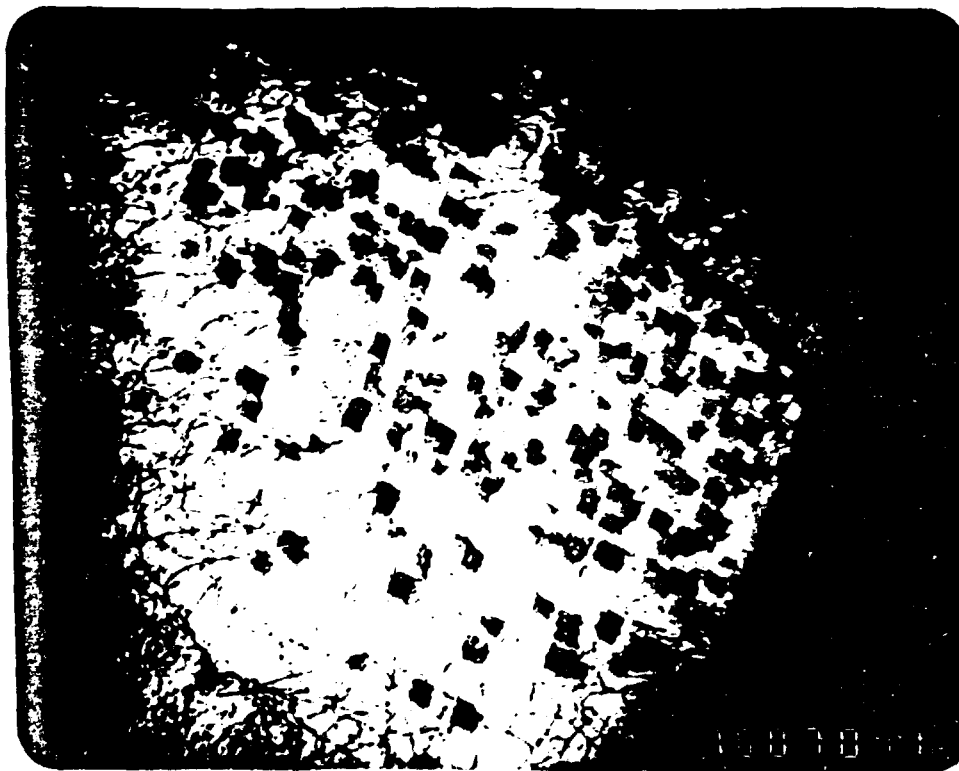
A evolução da precipitação dos carbonetos  $M_{23}C_6$  após a redução na tensão, foi analisada para os tempos de 06, 90, 132, 172 e 300 horas decorridas da mudança na tensão. Micrografias típicas da estrutura observada nessas condições são apresentadas nas figuras 29, 30 e 31.

O tamanho médio dos precipitados intragranulares e a distância média entre eles foi determinado para cada amostra analisada e os resultados obtidos são apresentados nas figuras 32 e 33 respectivamente. As barras associadas a cada ponto nas figuras representam o desvio padrão da média. Observa-se, destas figuras, que o tamanho médio dos carbonetos cresce continuamente com o tempo decorrido da redução na tensão de um valor de  $0,03 \pm 0,01 \mu m$  no instante  $t = 0$  para um valor  $0,31 \pm 0,05 \mu m$  após 300 horas da redução na tensão; a distância média entre os carbonetos decresce continuamente com o tempo após a redução na tensão.

Em experimentos realizados no Al, Ferreira e Stang (18) observaram um comportamento da deformação, após a redução na tensão, em dois estágios: um primeiro estágio em que a taxa de fluência decresce rapidamente até um valor mínimo seguido de um segundo estágio, mais lento, no qual a taxa de fluência cresce continuamente retornando ao valor que seria obtido para o estágio estacionário num ensaio ininterrupto realizado à tensão reduzida. A análise da subestrutura de discordâncias revelou, que o primeiro estágio é caracterizado basicamente por um rápido decréscimo da densidade de discordâncias no interior dos subgrãos. No segundo estágio, a densidade de discordâncias mantém-se constante e a aceleração da taxa de fluência é acompanhada de um crescimento do tamanho médio dos subgrãos até o valor compatível com o estado estacionário.



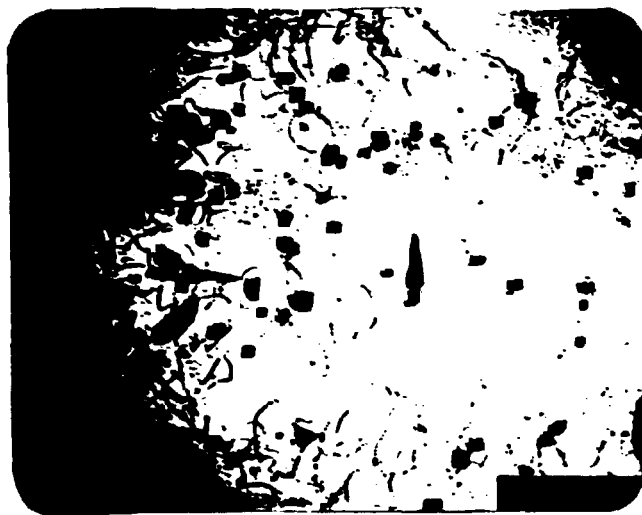
(a) 15.000 X



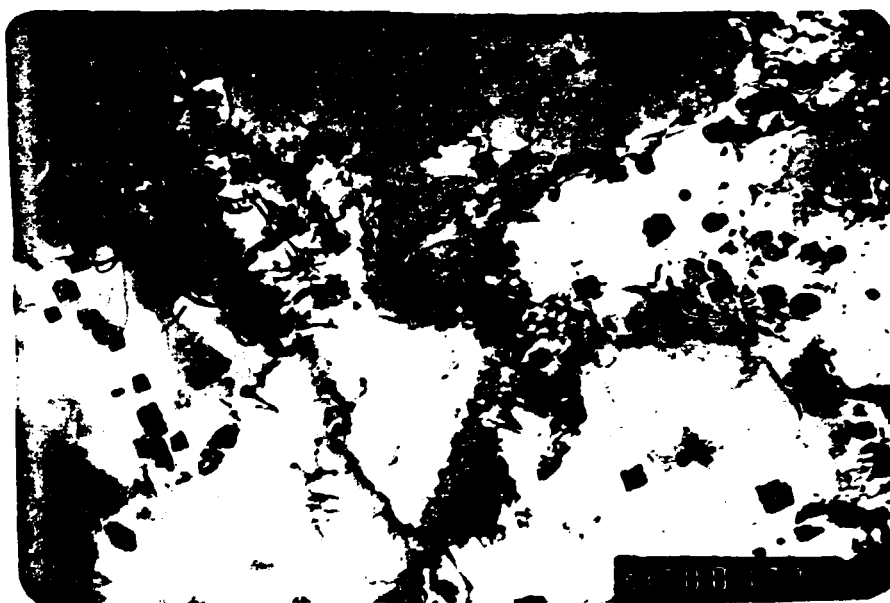
(b) 15.000 X

Figura 29 - Micrografias eletrônicas de transmissão ilustrando o comportamento dos precipitados após a redução de tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa. (a) 6 horas após a redução da tensão e (b) 90 horas após a redução da tensão



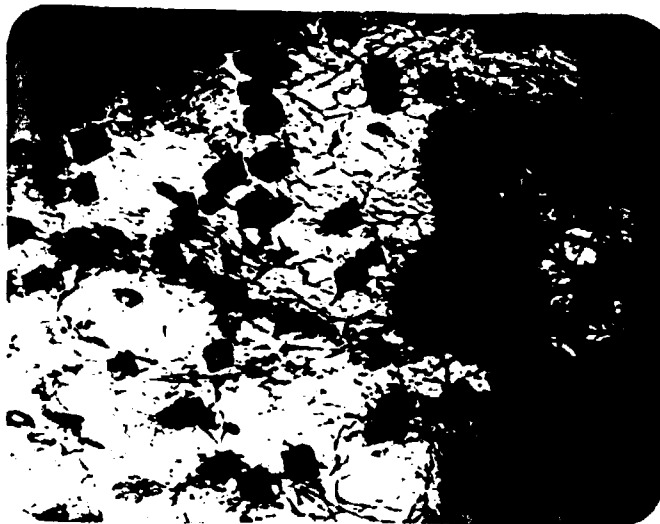


(a) 15.000 X

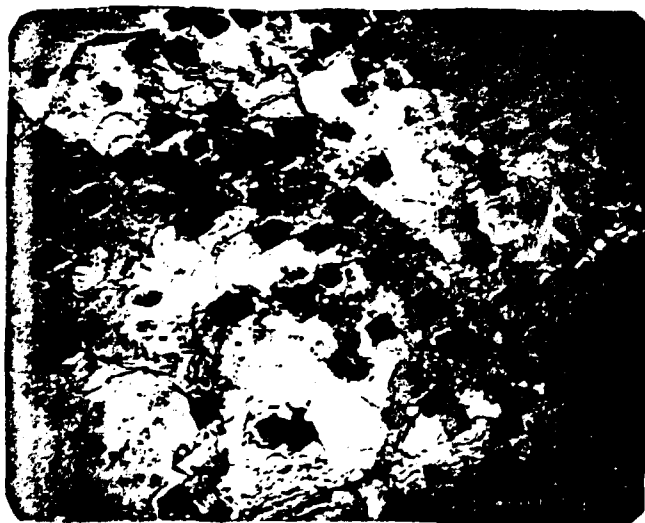


(b) 15.000 X

Figura 30 - Micrografias eletrônicas de transmissão ilustrando o comportamento dos precipitados após a redução de tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa. (a) 132 horas após a redução da tensão e (b) 172 horas após a redução da tensão



(a) 15.000 X



(b) 15.000 X

Figura 31 - Micrografias eletrônicas de transmissão ilustrando o comportamento dos precipitados após a redução de tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa. (a) e (b) 300 horas após a redução da tensão

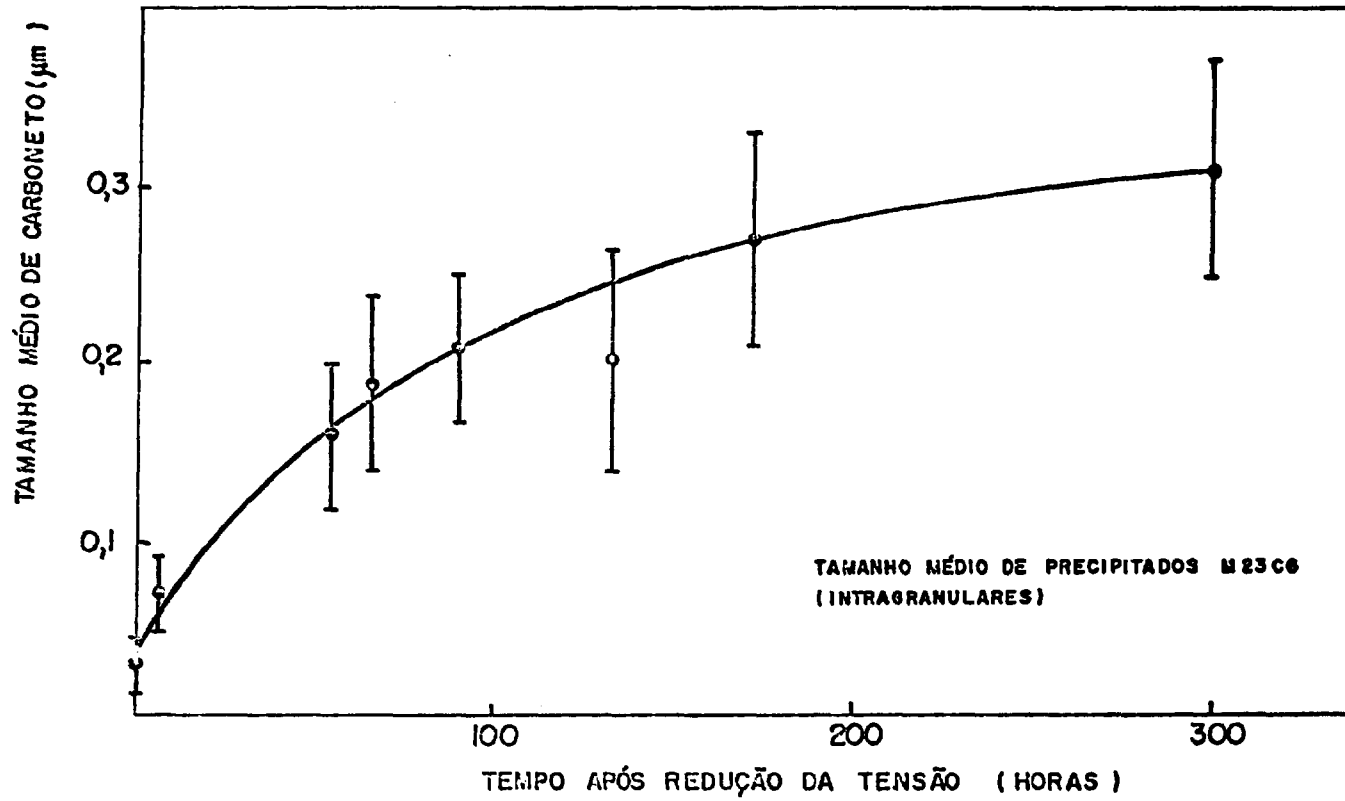


Figura 32 - Evolução temporal do tamanho médio dos precipitados intragranulares após a redução de tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa

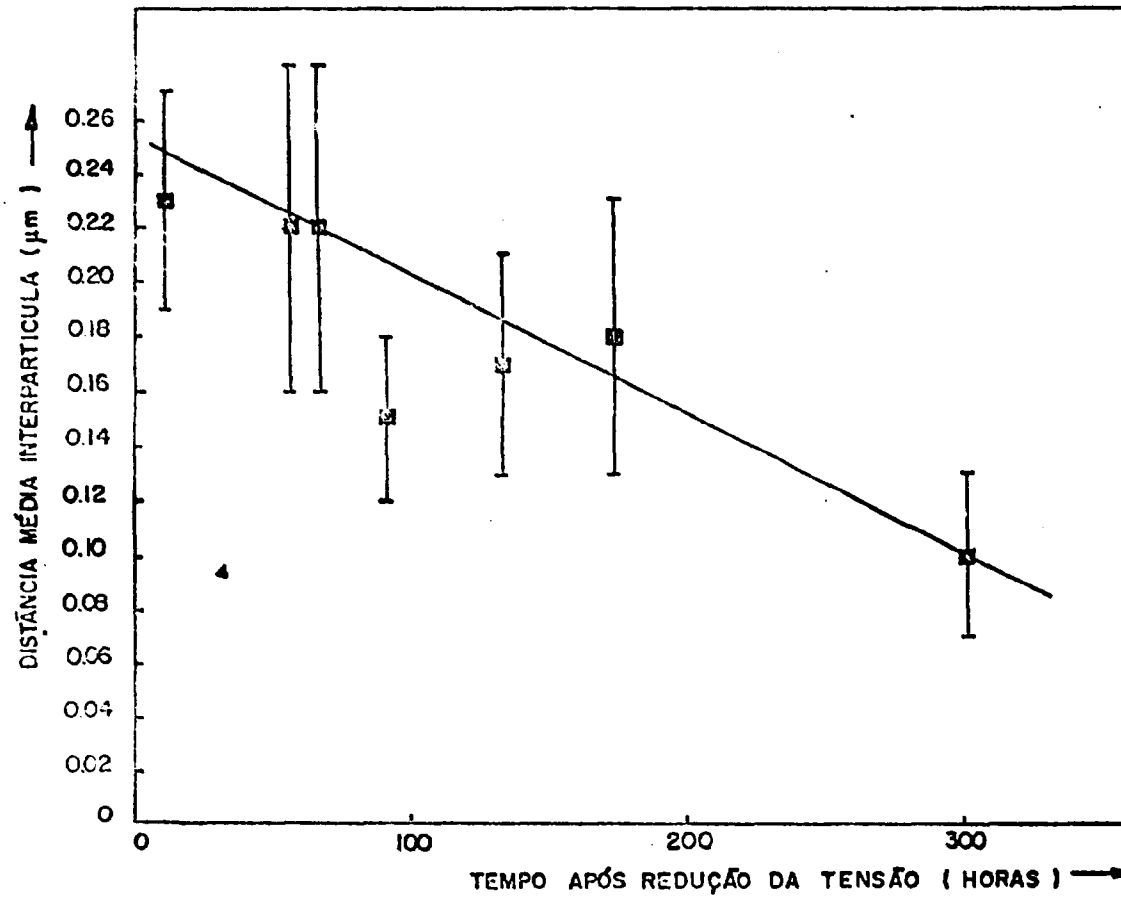


Figura 33 - Variação da distância média entre partículas após a redução de tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa

rio à tensão reduzida. Investigações recentes realizadas por Eggler e Blum (15) no NaCl, por Solliman et alli (47) no Al e por Goel et alli (22) na liga Al-Zn confirmaram as observações de Ferreira e Stang (18).

Os resultados obtidos no presente trabalho não evidenciaram no aço inoxidável AISI-316 o segundo estágio observado em outros materiais (15, 18, 40, 22), isto é:

- . a taxa de fluência, após a redução na tensão, não retorna ao valor da taxa estacionária obtido num ensaio ininterrupto realizado à tensão reduzida no material solubilizado;
- . o tamanho médio de subgrão mantém-se constante após a redução na tensão mesmo em deformações nas vizinhanças da ruptura do corpo de prova.

Inicialmente pensou-se que o segundo estágio de deformação, após a redução da tensão, não estivesse sendo observado neste aço inoxidável devido a uma possível fragilização do corpo de prova, associada seja à presença de estabilidades seja à precipitação de carbonetos ou outras fases em contorno de grão. De acordo com este ponto de vista o corpo de prova poderia então estar se rompendo antes que o segundo estágio fosse atingido. Entretanto, ligeiro empescoamento é observado nos corpos de prova quando a taxa de fluência acelera nas vizinhanças da ruptura. Note-se que as deformações envolvidas no primeiro estágio do Al são pequenas, da ordem de 0,5% (18), e que deformações no segundo estágio de aproximadamente 5% são suficientes para o completo crescimento do tamanho médio de subgrão.

Os resultados apresentados nas figuras 20 e 28 mostram que não ocorre crescimento do tamanho médio de subgrão nas amostras

tras analisadas mesmo em deformações de 5% após a redução na ten  
são.

As considerações acima permitem se afirmar que o com  
portamento do aço inoxidável AISI-316 difere do observado pelos au  
tores acima citados, (15, 18, 22).

Uma explicação tentativa para o comportamento do AISI-  
316, após a redução na tensão pode ser avançada:

- . Após a redução na tensão uma recuperação parcial da subestrutu  
ra de discordâncias ocorre, isto é, a densidade de discordân  
cias não associadas aos subgrãos, decresce rapidamente (Fig.  
24).

Esta recuperação ocorre por intermédio da escalagem não sendo  
afetada pela presença de carbonetos. Este decréscimo rápido ' da  
densidade de discordâncias seria o responsável pelo transi-  
ente inicial das curvas de fluência observados (figs. 19 e 20);

- . A recuperação dos subgrãos, por envolver o movimento das pare  
des estaria severamente bloqueado pela intensa precipitação em  
subcontorno. Devido a este fato, a taxa de fluência não retorna  
ao valor compatível com a tensão reduzida, acarretando um au  
mento na resistência à fluência (fig. 21).

De acordo com a explicação proposta acima, o aumento  
na resistência à fluência, obtido após uma pré-deformação realiza  
da na temperatura de ensaio, estaria associado a presença de uma  
estrutura de subgrão mais fina, introduzida pela deformação ini  
cial em tensão mais alta, juntamente com a precipitação nos contor  
nos de subgrão. Nestas considerações assume-se implicitamente que  
as paredes de subgrão funcionam como fortes obstáculos ao desliza

mento de discordâncias (28). Os resultados apresentados na figura 18, resumidos na equação 9, mostram que o tamanho médio dos subgrãos desenvolvidos no estágio estacionário, antes da redução na tensão, é menor quanto maior for a tensão aplicada. Nos ensaios em que a tensão de pré-deformação foi variada (em que se variou o tamanho médio dos subgrãos), ilustrados na figura 23, foi possível correlacionar a taxa de fluência estacionária, após a redução na tensão, com o inverso da tensão de pré-deformação ou seja, a menos de constantes, com o tamanho médio dos subgrãos, através de uma expressão do tipo:

$$\dot{\epsilon} \Big|_{\sigma_R} = (\text{cte}) (\lambda)^m \quad (27)$$

com  $m = 2,7 \pm 0,3$ . O valor encontrado para  $m$  neste trabalho é maior que o valor  $m = 2$  encontrado para o Al (18). Note-se que um expoente de  $\lambda$  maior implica numa maior resistência à fluência. Esta diferença poderia ter sua origem na precipitação de carbonetos no contorno de subgrão, o que aumentaria a eficiência das paredes de subgrão em bloquear o movimento de discordâncias. Este resultado obtido para o aço 316 entretanto concorda com o valor 3,03 obtido para o aço 304 por Klundt, Monma e Sherby em ensaios de tração realizados sob velocidade de deformação constante.

A análise realizada por Sherby e colaboradores (45) evidenciou que, no estado estacionário de fluência a taxa de fluência pode ser expressa em termos da tensão aplicada e do tamanho médio de subgrão, pela equação 11:

$$\dot{\epsilon}_e \propto \lambda^p \sigma^N \propto \sigma^n \quad (28)$$

onde  $n = N - p$  é o coeficiente de sensibilidade à tensão no estado

estacionário de amostras bem recozidas.

Os resultados obtidos neste trabalho mostram:

- para os ensaios nos quais a tensão foi reduzida de 208,23 MPa para 109,30 MPa, isto é, sob condições de tamanho médio de subgrão fixo

$$\dot{\xi} \Big|_{\lambda} \propto \sigma^{(10 \pm 0,5)} \propto \sigma^N \quad (29)$$

- para os ensaios realizados em amostras pré-deformadas em diferentes tensões  $\sigma_p$ , isto é, variando-se o tamanho médio de subgrão, que:

$$\dot{\xi} \Big|_{\sigma_R} \propto \left(\frac{1}{\sigma}\right)^{(2,7 \pm 0,3)} \propto \lambda^{(2,7 \pm 0,3)} \propto \lambda^p \quad (30)$$

- para os ensaios de amostras solubilizadas:

$$\dot{\xi}_e \propto \sigma^{(5,2 \pm 0,1)} \propto \sigma^n \quad (31)$$

Observe-se que, se apenas o tamanho médio de subgrão for a variável microestrutural decisiva, é de se esperar que  $N - p = n$ , o que neste caso não se verifica. Entretanto, pode-se especular que uma outra variável microestrutural  $S$ , dependente da tensão aplicada, pode existir e influir nos resultados experimentais de modo que seja possível se escrever a taxa de fluência:

$$\dot{\xi} \propto \sigma^{10} \lambda^3 s(\sigma)$$

(  $p = 2,7 \pm 0,3$  é tomado, para simplificar a análise como sendo da ordem de 3).



De modo a se obter a coerência dos resultados de redução de tensão com os resultados dos ensaios de amostras solubilizadas é de se esperar que a variável  $S(\sigma) \propto \left(\frac{1}{\sigma}\right)^2$ , isto é, no estado estacionário deve se ter:

$$\dot{\epsilon} \propto \sigma^{10} \lambda^3 S(\sigma) \propto \sigma^{10} \left(\frac{1}{\sigma}\right)^3 \left(\frac{1}{\sigma}\right)^2 \propto \sigma^5$$

Além das modificações na subestrutura de discordância que ocorrem durante a fluência do aço inoxidável AISI-316 outra mudança microestrutural importante é a precipitação intragranular de carbonetos de tipo  $M_{23}C_6$ . Analisaremos em detalhe o que ocorre com a precipitação durante o ensaio.

A microestrutura presente no estado estacionário de fluência, de amostras solubilizadas em uma determinada deformação, é condicionada ao nível da tensão aplicada durante o ensaio, ou seja:

- . a densidade de discordâncias  $\rho_e \propto (\sigma)^2$  e o tamanho médio de subgrão  $\lambda \propto (1/\sigma)$  (11, 36).
- . quanto maior for a tensão aplicada, maior será a taxa de fluência e conseqüentemente menor será o tempo disponível para a precipitação de carbonetos.

Se a densidade de discordâncias cresce com a tensão aplicada, o número de sítios disponíveis para a nucleação de carbonetos intragranulares deve também aumentar com a tensão aplicada. Assim, a distribuição (densidade e tamanho) dos carbonetos precipitados intragranularmente durante o ensaio de amostras solubilizadas deve variar com a tensão aplicada: em tensões mais altas espera-se uma maior densidade de carbonetos, mais finos, enquanto

que em tensões mais baixas a densidade de carbonetos será menor po  
rém o tamanho de partícula será maior.

Os resultados obtidos em ensaios de redução de tensão podem, em princípio, ser afetados pela precipitação de carbonetos pois:

- . quando se reduz a tensão, a partir de uma tensão inicial para várias tensões reduzidas, (fig. 21), o tempo disponível para a precipitação será menor quanto maior for a tensão reduzida.

Neste caso, a microestrutura presente na amostra no instante ' da redução de tensão é a mesma para todos os ensaios, porém, a evolução da precipitação durante o período sob tensão reduzida pode variar dependendo do valor da tensão reduzida;

- . quando se reduz a tensão a partir de vários níveis de tensão ' de pré-deformação (fig. 23) está-se variando a microestrutura ' de partida (subestrutura de discordâncias e distribuição de ' precipitados) no instante da redução. Neste caso a evolução ' da precipitação a uma mesma tensão reduzida poderá também de ' pender da tensão inicial.

As considerações acima sugerem que além da presença ' dos subgrãos, a presença de carbonetos deve ser também considerada. De fato, como pode-se ver das figuras 20, 32 e 33 há um paralelismo entre a curva de fluência obtida após a redução de tensão ' e a curva de tamanho de carbonetos versus tempo, isto é, o decrés  
cimo na taxa de fluência após a redução de tensão é acompanhado pelo crescimento dos precipitados e diminuição da distância média inter  
partícula. Note-se que neste período a densidade de discordân  
cias já decresceu ao valor compatível com a tensão reduzida, permane  
cendo constante, e que o tamanho médio de subgrão não varia (fi

guras 24 e 28).

Partículas precipitadas intergranularmente atuam como obstáculo ao movimento de discordâncias e conseqüentemente diminuem a taxa de fluência. Este efeito de endurecimento das partículas depende de sua distribuição na matriz assim como de sua particular resistência. No caso de carbonetos do tipo  $M_{23}C_6$  o efeito de endurecimento devido às diversas interações discordância-partícula depende da coerência das partículas dispersas. Orlova e colaboradores (39) mostraram que carbonetos maiores que  $0,062 \mu m$  são não-coerentes com a matriz mas têm uma razoável resistência. Estes autores sugerem que, para os carbonetos não coerentes, que o mecanismo de Orowan atua. Nesta situação a tensão necessária para que uma discordância vença o obstáculo (carboneto),  $\sigma^c$ , é inversamente proporcional à distância média interpartícula, isto é, quanto menor a distância interpartícula, maior a tensão necessária para uma discordância ultrapassar as partículas e portanto menor a taxa de fluência.

Embora os resultados não sejam conclusivos neste aspecto, é bem possível que a variável  $S(\sigma)$ , advenha da presença dos carbonetos. Este ponto poderia ser aprofundado em investigações posteriores.

## CAPÍTULO IV

## CONCLUSÕES

Um equipamento de ensaio de fluência que opera em condições de tensão aplicada constante foi construído e utilizado no presente trabalho em estudos de redução de tensão realizados no aço inoxidável AISI-316.

As principais conclusões do presente trabalho são:

- 1.- A velocidade de deformação no estado estacionário  $\dot{\xi}_e$  à temperatura de 1006 K (733°C) depende potencialmente da tensão aplicada  $\sigma$  segundo a equação

$$\dot{\xi}_e = K_1 \sigma^{(5,2 \pm 0,1)}$$

onde  $K_1$  é uma constante.

- 2.- Os resultados das observações das micrografias eletrônicas de transmissão mostram:
- a) em ensaios levados até 15% de deformação no estado estacionário e tensão aplicada de 109,30 MPa ( $T = 1006$  K) a subestrutura não depende da orientação cristalográfica da tensão aplicada e é constituída por subgrãos equiaxiais.
  - b) em ensaios levados até 15% de deformação no estado estacionário e tensão aplicada de 208,23 MPa ( $T = 1006$  K), a subestrutura depende da orientação cristalográfica da tensão aplicada. Assim, quando  $\sigma$  atua na direção  $\langle 001 \rangle$  a subestrutura é constituída de uma distribuição homogênea de discordâncias, e quando  $\sigma$  atua nas direções  $\langle 123 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$ ,

$\langle 113 \rangle$  e  $\langle 112 \rangle$  a subestrutura é constituída por subgrãos ligeiramente alongados.

3.- Após a redução na tensão de 208,23 MPa para 109,30 MPa, a nova velocidade de fluência estacionária medida após uma deformação de 5%, não retorna ao valor que se obtém para o estado estacionário num ensaio ininterrupto realizado à tensão reduzida, indicando um aumento na resistência à fluência do material.

Neste caso

$$\dot{\epsilon}_R \Big|_{\substack{\sigma = 208,23 \text{ MPa} \\ \text{inicial}}} \propto K_2 \sigma^{(10 \pm 0,5)} \propto \sigma^N$$

onde  $K_2$  é uma constante.

4.- Em ensaios realizados para verificar a influência das condições de pré-deformação, a velocidade de fluência estacionária à tensão reduzida (150 MPa) é tanto menor quanto maior é a tensão de pré-deformação (tensão inicialmente aplicada) variando do segundo a equação

$$\dot{\epsilon} \Big|_{\sigma_R} \equiv K_3 \left( \frac{1}{\sigma} \right)^{(2,7 \pm 0,3)}$$

onde  $K_3$  é uma constante.

5.- Após a redução na tensão observa-se:

- a densidade de discordâncias decresce de  $(6,1 \pm 1,4) \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$  correspondente ao estado estacionário à tensão de 208,23 MPa, para o valor de  $(1,6 \pm 0,3) \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$  em 6 horas mantendo-se praticamente constante neste valor até a ruptura do corpo de prova.

- . a morfologia e tamanho médio dos subgrãos não são alterados.
- . o tamanho médio dos carbonetos cresce e a distância média entre eles decresce continuamente.

O comportamento em fluência após a redução na tensão foi analisado em termos das modificações na microestrutura e idéias correntes (16, 22, 39); sugere-se que o aumento da resistência do material à fluência é devido tanto à presença de subgrãos ' finos como à de carbonetos que dificultam o movimento das discordâncias.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ADELUS, J.L. & GUTTMAN, V. Effect of prior cold working on the creep 314 alloy steel. Mat. Sci. Eng., 44:195-204, 1980.
2. ALQUIST, C.N.; NIX, W.O. The measurement of internal stresses during creep of Al and Al-Mg alloys. Acta Metalurgica, 19:373-84, 1971.
3. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Methods for estimating the average grain size of metals. Nov. 1975. (ASTM-E112-74). In: 1975 ANNUAL book of ASTM standards, part. 11: Metallography Nondestructive testing. p.205-37.
4. Andrade, E.N. da C.; Chalmers, B., 1932 apud cit ref. nº 19.
5. BARNBY, J.T. Effect of strain aging on creep of an AISI-316 austenitic stainless steel. J. Iron Steel Inst., 17:23-7, 1966.
6. BARRETT, C.R. & NIX, W.D. A model for steady state based on the motion of jogged screw dislocations. Acta Metall., 13:1247-58, 1965.
7. BARTHOLF, A.V. & BECK, F.H. Metallographic technique for stainless steel casting alloys. In: LYMAN, T. ed. Metallography, structure and phase diagrams. Metals Park, Ohio, ASM, 1973. v.8 p.99.
8. BECKET, F.R. & CLARK, B.R. The shape and mechanism of formation of M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbide in austenitic. Acta Metall., 15:113-29, 1967.

9. BIRD, J.E.; MUKHERJEE, A.K.; DORN, J.E. Quantitative relations between properties and microestruturas. In: BRANDON, D. G. & ROSEN, A. Correlations between high-temperature creep and structure. Israel IPST, 1969. p. 255-342.
10. BLUM, W.; HAUSSELT, J.; KONIG, G. Transient creep and recovery after stress reduction during steady state creep of AlZn. Acta Metall., 24:293-7, 1975.
11. CHALLENGER, K.D. & MOTEFF, J. Quantitative characterization of the substructure of AISI 316 stainless steel resulting from creep. Metall. Trans., 4:749-55, 1973
12. CUDDY, L.J. Internal stress and structures developed during creep. Metall. Trans., 1:395-401, 1970.
13. DAVIES, P.W.; NELMES, G.; WILLIAMS, K.R.; Welshire. Stress-change experiments during high-temperature creep of copper, iron and zinc. Met. Sci. J.; 7:87-92, 1973.
14. DORN, J.E. ed. Mechanical behaviour of materials at elevated temperatures. New York, McGraw-Hill, 1961.
15. EGGLEER, G. & BLUM, W. Coarsening of the dislocation structure after stress reduction during creep of Cl single crystals. Phil. Mag., 44:1065-84, 1981.
16. FERREIRA, I. & STANG, R.G. Effect of stress reductions on the creep behaviour and subgrain size in aluminium deformed at 573K. Mat. Sci. Eng., 38:169-74, 1979.
17. FERREIRA, I. & STANG, R.G. Fluência do alumínio de alta pureza. Efeitos da Mudança na tensão durante o ensaio. Metalurgia, 37:(278):15-8, 1981.



18. FERREIRA, I. & STANG, R.G. The effect of stress and subgrain size on the creep behaviour of high purity aluminium. Acta Metall., 31(4):585-90, 1983.
19. FERREIRA, I. The effect of stress reductions during steady state creep in high purity aluminium. Washington, 1978. (Dissertação de doctorado, Universidade de Washington).
20. GAROFALO, F. An empirical relation defining the stress dependence of minimum creep rate in metals. Trans. Metall. Soc. AIME, 227:351-5, 1962.
21. GAROFALO, F. Fundamentals of creep and creep rupture in metals. New York, MacMillan, 1965, v.1, p. 10-101.
22. GOEL, A.; GINTELL, S.J.; MOHAMED, F.A. Effect of stress reductions on the stress exponent and subgrain size in Al-Zn alloy. Metall. Trans., 14A:2309-18, 1983.
23. HAM, R.K. The determination of dislocation densities in thin films. Phil. Mag., 6:1183-4, 1961.
24. HASEGAWA, T.; KURASHIMA, S.; IKEUCHI, Y. High temperature creep rate and dislocation structure in a dilute copper-aluminium alloy. Acta Metall., 21:887-95, 1973.
25. HIRSCH, P.B.; HOWIE, A.; NICHOLSON, R.B.; PASHLEY, D.W.; WHELAN, M.J. Electron Microscopy of thin crystals. Butterworths, 1965. p. 417-22.
26. HOPKIN, L.M.T. & TAYLOR, L.H. Creep properties of Cr-Ni-Mo austenitic steel in relation to structure. J. Iron Steel Inst., 205(1):17-27, 1967.

27. ILSCHNER, B. Constitutive equations in plasticity. In: ARGON, A.S. Modelling of changes of strain rate and dislocation structure during high temperature creep. Cambridge, Mass., MIT, 1975, p.469-85.
28. KASSNER, M.E.; MELLER, A.K.; SHERBY, O.D. The separate roles of subgrain and forest dislocations in the isotropic hardening of type 304 stainless steel. Metall. Trans., 13A:1972-86, 1982.
29. KESTENBACH, H.J.; KRAUSE, W.; SILVEIRA, T.L. Creep of 316 stainless under high stresses. Acta Metall., 26:661-70, 1978.
30. KLUNDT, B.H.; MONMA, Y.; SHERBY, O.D. Stanford University, CA, 1975, apud opus cit ref. nº 25.
31. KRAUSE, W. Sub-estrutura do aço inox austenítico 316 após ensaios de fluência. Rio de Janeiro, 1977. (Dissertação de mestrado, IME).
32. KONIG, G. & BLUM, W. Stress dependence of the strain rate of Al-11wt% Zn elevated temperature. Acta Metall., 25:1531-8, 1977.
33. LINNENBOM, V.; TETENBAUM, M.; CHEEK, C. Tracer diffusion on iron in stainless steel. J. Appl. Phys., 26(8):932-7, 1955.
34. McELROY, R.J.; SZ KOPIAK, Z.C. Dislocation - Substructure - Strengthening and Mechanical-Thermal Treatment of Metals. Inter. Metall. Rev., 17:175-202, 1972.
35. MITRA, S.K. & McLEAN, D. Cold work recovery in creep at ostensibly constant structure. Met. Sci. J., 1:192-8, 1967.

36. MOHAMED, F.A. & LANGDON, T.G. The transition from dislocation climb to viscous in creep of solid solution alloys. Acta Metall., 22:779-88, 1974.
37. MUKHERJEE, A.K. Treatise on materials science and technology. In: ARSENAULT, R.J. High temperature creep. New York Academic, 1963. v.6, p.163-224.
38. MURTY, K.L. & McDONALD, S.G. Effect of prior creep on steady state creep behaviour of stainless steel type 304. Mat. Sci. Eng., 55:105-9, 1982.
39. ORLOVA, A.; MILK, K.; CADECK, J. Precipitation of intergranular  $M_{23}C_6$  particles and their effect on the high temperature creep of austenite. Mat. Sci. Eng., 50:221-7, 1981.
40. PARKER, J.D. & WILSHIRE, B. On the subgrain size dependence of creep. Phil Mag., 34(3):485-9, 1976.
41. PARKER, J.D. & WILSHIRE, B. The effect of prestrain on the creep and fracture behaviour of polycrystalline copper. Mat. Sci. Eng., 43:271-80, 1980.
42. POINTIKIS, V. & POIRIER, J.P. Phenomenological and structural analysis of recovery controlled creep, with special reference to the creep of single-crystal silver chloride. Phil. Mag., 32:577-92, 1975.
43. ROBINSON, S.L. & SHERBY, O.D. Mechanical behaviour of polycrystalline tungsten at elevated temperature. Acta Metall., 17:109-25, 1969.
44. SHERBY, O.D. & BURKE, P.M. Mechanical behaviour of crystalline solids at elevated temperature. Mat. Sci., 13:325-88, 1965.

45. SHERBY, O.D.; KLUNDT, R.H.; MILLER, A.K. Flow stress subgrain size, and subgrain stability at elevated temperature. Metall. Trans., 8A:843-50, 1977.
46. SHERBY, O.D.; ROBBINS, J.L.; GOLDBERG, A. Calculation of activation volumes for self-diffusion and creep at high temperature. J. Appl. Phys., 41(10):3961-7, 1970.
47. SOLIMAN, M.S.; GENTER, T.J.; MOHAMED, F.A. An investigation of the stress exponent and subgrain size in Al after stress reduction. Phil. Mag., 48:63-81, 1983.
48. TAKEUCHI, S. & ARGON, A.S. Steady state creep of single-phase crystalline matter at high temperature, J. Mat. Sci., 11:542-66, 1976.
49. THORPE, W.R. & SMITH, L.O. Stress drop experiments during creep of Zr-1wt% Nb alloy. Mat. Sci Eng., 36:145-54, 1978.
50. WEERTMAN, J. Steady state creep through dislocation climb, J. Appl. Phys., 28:362-4, 1957.
51. YOUNG, M.C.; ROBINSON, S.L.; SHERBY, O.D. Effect of subgrain size on the high temperature strength of polycrystalline aluminum as determined by constant strain rate tests. Acta Metall., 23:633-9, 1975.