

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA**

**PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Georges Lemos

**EFEITO DA TEMPERATURA DE REVENIDO NA MICROESTRUTURA E NAS  
PROPRIEDADES MECÂNICAS EM ALTA TEMPERATURA DO AÇO X22CrMoV12-1**

Dissertação de mestrado  
apresentada ao Programa de Pós-  
Graduação em Ciência e  
Engenharia de Materiais da  
Universidade Federal de Santa  
Catarina para a obtenção do grau  
de Mestre em Ciência e  
Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. DSc. Carlos  
Augusto Silva de Oliveira

Coorientador: Prof. Dr. Carlos  
Enrique Niño Bohórquez

Florianópolis

2015

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Lemos, Georges

Efeito da Temperatura de Revenido na Microestrutura e nas Propriedades Mecânicas em Alta Temperatura do Aço X22CrMoV12-1 / Georges Lemos ; orientador, Carlos Augusto Silva de Oliveira ; coorientador, Carlos Enrique Niño Bohórquez. - Florianópolis, SC, 2015.  
98 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Inclui referências

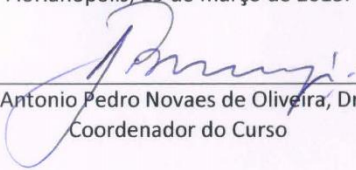
1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Revenido. 3. Tração a quente. 4. Fluência. 5. X22CrMoV12-1. I. Oliveira, Carlos Augusto Silva de. II. Bohórquez, Carlos Enrique Niño. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. IV. Título.

Georges Lemos

**EFEITO DA TEMPERATURA DE REVENIDO NA MICROESTRUTURA E NAS  
PROPRIEDADES MECÂNICAS EM ALTA TEMPERATURA DO AÇO X22CrMoV12-1**

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais, e aprovado em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 19 de março de 2015.

  
Prof. Antonio Pedro Novaes de Oliveira, Dr. Ing.  
Coordenador do Curso


**Banca examinadora:**



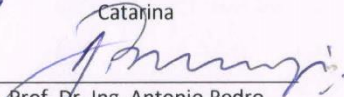
Prof. DSc. Carlos Augusto Silva de  
Oliveira, Orientador  
Universidade Federal de Santa  
Catarina



Prof. Dr. Carlos Enrique Niño  
Bohórquez, Coorientador  
Universidade Federal de Santa  
Catarina



Prof. Dr. Modesto Hurtado Ferrer  
Universidade Federal de Santa  
Catarina



Prof. Dr. Ing. Antonio Pedro  
Novaes de Oliveira  
Universidade Federal de Santa  
Catarina



Prof. DSc. Cassio Aurélio Suski  
Instituto Federal de Santa  
Catarina



## **AGRADECIMENTOS**

À Tractebel Energia, que por meio de seu programa de P&D, regulado pela Agência Nacional de Energia Elétrica (ANEEL), financiou este trabalho de pesquisa, e à fundação do governo brasileiro CAPES pela bolsa de estudos.

Ao Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME), pelo suporte nas análises de MEV e MET, e ao Professores DSc. Carlos Augusto Silva de Oliveira e Dr. Carlos Enrique Niño Bohórquez, pela orientação deste trabalho.



## RESUMO

A crescente demanda por energia estimula a pesquisa em materiais que permitam ampliar a eficiência das usinas termelétricas a vapor, com a adoção de temperaturas e pressões de trabalho cada vez mais elevadas. O aço inoxidável martensítico X22CrMoV12-1 (equivalente ao aço 12Cr1MoV), laminado a quente e endurecível por precipitação, foi desenvolvido para uso em palhetas de turbinas a vapor, possuindo alta resistência à fluência e à corrosão. A precipitação de carbonetos  $M_{23}C_6$  e MX no revenido permite que o aço X22CrMoV12-1 mantenha grande parte de suas propriedades mecânicas mesmo após longo tempo em serviço, onde pode atingir temperaturas próximas a 600 °C. É de grande interesse compreender a influência dos tratamentos térmicos de revenido na microestrutura e no comportamento mecânico, visando o aumento da eficiência energética de turbinas a vapor. Diferentes tratamentos foram empregados com o objetivo de obter elevada resistência mecânica, utilizando temperaturas de revenido de 660, 690 e 740 °C. Corpos de prova do material foram usinados e tracionados a quente, aplicando-se quatro velocidades de deformação (0,005; 0,05; 0,5 e 5 mm/min) e três temperaturas de ensaio (500, 550 e 600 °C), a partir dos quais foram obtidos parâmetros de Larson-Miller. Os corpos de prova revenidos a 660 °C apresentaram os maiores valores de resistência mecânica, quando comparados ao aço tratamento termicamente em temperaturas mais elevadas, enquanto sua microestrutura mostrou-se mais refinada.

Palavras-chave: aço X22CrMoV12-1, revenido, fluência, tração a quente, Parâmetro de Larson-Miller.





## ABSTRACT

The increasing demand for energy brings interest to materials that can raise the efficiency of thermoelectric steam power plants, with the adoption of higher temperatures and pressures of operation. The martensitic stainless steel X22CrMoV12-1 (equivalent to a 12Cr1MoV steel), hot rolled and hardened by precipitation, was developed for use in steam turbine blades, having high creep and corrosion resistance. The precipitation of  $M_{23}C_6$  and MX carbides during temper allows the steel X22CrMoV12-1 to maintain great part of its mechanical properties even after long service, where temperatures around 600 °C can be reached. There is a great interest to understand the influence of precipitation treatment in its mechanical behavior, in order to increase the energy efficiency of thermoelectric turbines. Different treatments were applied to obtain high mechanical strength using tempering temperatures of 660, 690 and 740 °C. Specimens of the material were machined and hot tensile tested using four deformation rates (0.005, 0.05, 0.5 and 5 mm/min) and three test temperatures (500, 550 and 600 °C), obtaining Larson-Miller parameters. The specimens tempered at 660 °C showed higher mechanical strength compared to the steel specimens tempered at higher temperatures, also exhibiting a more refined microstructure.

Keywords: X22CrMoV12-1 steel, temper, creep, hot tensile test, Larson-Miller Parameter.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Definições geométricas de uma palheta de turbina a vapor. Figura adaptada de Singh e Lucas (2011).....	24
Figura 2 – Microscopia óptica da martensita de ripas revenidas no aço X20CrMoV12-1. Ampliação: 500x. Figura de Gandy (2006). ....	29
Figura 3 - Ilustração esquemática da martensita em ripas. Figura adaptada de Morito <i>et al</i> (2009).....	30
Figura 4 - Transformação isotérmica do aço inoxidável martensítico 410 (12Cr-0,1C) austenitizado a 980 °C. "A", austenita; "F", ferrita; "C", carboneto; "M", martensita. Figura adaptada de ASM Speciality Handbook, 1995.....	31
Figura 5 - Microestrutura de um aço X22CrMoV12-1, (a) temperado e revenido, e (b) após ensaio de fluência a 600 °C por 109 h. Figura adaptada de Eggeler, 1989.....	35
Figura 6 – Representação esquemática da dispersão de precipitados após o revenido, com partículas $M_{23}C_6$ e MX nos contornos de ripas de martensita, e finas partículas MX dispersas em seu interior. Figura adaptada de Abe <i>et al</i> (2007). ....	38
Figura 7 - Campo claro obtido por MET de um aço P91 revenido. Setas indicam carbonetos $M_{23}C_6$ em (a), e precipitados MX em (b). Alguns subgrãos foram destacados com contornos tracejados em (a). Figura adaptada de Panait <i>et al</i> (2010). ....	39
Figura 8 – Evolução da martensita em um aço inoxidável martensítico PH. Em (a) é observada a microestrutura inicial após a têmpera, e em (b) após a realização de um revenido de 72,5 h a 750 °C. Figura adaptada de Sawada <i>et al</i> (2003).....	41
Figura 9 - Representação esquemática da evolução da martensita em subgrãos, onde CR indica o contorno da ripa de martensita, e CG o contorno de grão da austenita prévia. Figura adaptada de Wei <i>et al</i> , 2013. ....	42
Figura 10 - Microestrutura de um aço P91 após ensaio de fluência, com carbonetos MX (indicados pelas setas) ancorando discordâncias na seção deformada (a) e na cabeça do corpo de prova (b). Figura adaptada de Panait <i>et al</i> (2010).....	43

Figura 11 - Evolução dos mecanismos de resistência à fluência, onde regime “A” refere-se à alta tensão; “M” à média tensão, e “L” à baixa tensão. Figura adaptada de Kimura <i>et al</i> , 2010.....	44
Figura 12 – Representação dos estágios de fluência em função da taxa de deformação e do tempo, para um aço resistente à fluência ideal (Figura adaptada de Gibeling, 2000).....	46
Figura 13 - Representação esquemática das curvas de fluência variando-se tensão e temperatura. Figura adaptada de Abe, Kern e Viswanathan, 2008). .....	47
Figura 14 - Mapa esquemático de mecanismos de deformação para um aço resistente à fluência. Figura adaptada de Riedel, 1987...	48
Figura 15 - Mecanismos de fluência por difusão: (a) Nabarro-Herring; (b) Coble. Figura adaptada de Meyers e Chawla, 2009. ....	49
Figura 16 - Superação de barreiras por escalagem, de acordo com a teoria de Weertman. A altura $h$ representa a proporção da força repulsiva do obstáculo (Figura adaptada de Meyers e Chawla, 2009).	50
Figura 17 - Representação do modelo de deslizamento de discordâncias, ocorrendo a propagação das mesmas para a direita até a superfície do material (Figura adaptada de Davis e Reynolds, 1996)...	50
Figura 18 – Em (a) curvas $\log(\sigma) \times \log(t_r)$ , onde $t_r$ é o tempo de ruptura do material em fluência, e em (b) uma única curva $\log(\sigma) \times PLM$ . Figura adaptada de Santos, 2007.....	52
Figura 19 - Resultados de fluência e de tração a quente comparados segundo critérios de equivalência, utilizando o parâmetro de Larson-Miller, onde $y$ é o modelo polinomial da curva de correlação, e $R^2$ seu coeficiente de determinação. Figura adaptada de Sobrinho e Bueno, 2014. ....	54
Figura 20 - Resultados de fluência e de tração a quente comparados segundo critérios de equivalência, utilizando o parâmetro de Larson-Miller, onde $y$ é o modelo da reta de correlação. Figura adaptada de Moreto <i>et al</i> (2011).....	54
Figura 21 - Fluxograma de ensaios e de caracterização do aço X22CrMoV12-1.....	56
Figura 22 – Representação esquemática dos ciclos térmicos utilizados no aço X22CrMoV12-1, onde $T_s$ corresponde à temperatura de solubilização de 1030 °C. Nos tratamentos térmicos variou-se somente a temperatura de revenido.....	57

Figura 23 – Fotografia mostrando a máquina universal de ensaios mecânicos Instron 300LX-J3, em operação de ensaio a frio. ...	59
Figura 24 - Curva típica tensão versus deformação, obtida em ensaio de tração do aço X22CrMoV12-1, onde LE é o limite de escoamento, LR é o limite de resistência, e TR é a tensão de ruptura.	59
Figura 25 – Fotografia mostrando um corpo de prova de tração após ensaio a quente, com seção de retirada de amostras para caracterização indicada na imagem. ....	61
Figura 26 - Curva de dilatométrica do aço X22CrMoV12-1, indicando as temperaturas de início e fim da precipitação (Pi e Pf), início e fim de formação da austenita (Ac1 e Ac3) e de início e fim de formação da martensita (Mi e Mf). A linha contínua indica a expansão linear, e a linha tracejada a temperatura correspondente. ....	66
Figura 27 - Microscopia óptica mostrando microestrutura martensítica das amostras nas condições: a) somente temperada; b) revenida a 660 °C; c) revenida a 690 °C; d) revenida a 740 °C. Ataque de Bain-Villela.....	67
Figura 28 - Microscopia eletrônica de varredura da microestrutura martensítica de amostra somente temperada (a), e martensita revenida nas amostras revenidas a 660 °C (b), 690 °C (c) e 740 °C (d). Ataque de Bain-Villela. ....	68
Figura 29 – Campo claro de MET de amostra após tempera, onde a) e b) revelam elevada densidade de discordâncias na martensita não-revenida. Precipitados não foram observados. ....	69
Figura 30 – Micrografia (MET) do aço revenido a 690 °C, indicando (a) carbonetos em contornos de ripas de martensita; (b) campo escuro de carbonetos $M_{23}C_6$ ; (c) difração de elétrons da martensita ( $\alpha'$ ) e $M_{23}C_6$ . ....	70
Figura 31 – Campos claros de MET de amostras revenidas a 690 °C: a) carbonetos $M_{23}C_6$ ao longo de contornos de ripas de martensita; b) possíveis carbonetos MX em discordâncias no interior de ripas, indicados pelas setas. ....	71
Figura 32 - Resultados de dureza Vickers, em amostra somente temperada e em amostras revenidas a diferentes temperaturas. Barras indicam o desvio padrão. ....	72
Figura 33 - Resultados de limite de escoamento obtidos em ensaio de tração a frio, para amostras revenidas a diferentes temperaturas.....	73

Figura 34 - Resultados de limite de resistência obtidos em ensaio de tração a frio, para amostras revenidas a diferentes temperaturas.	73
Figura 35 - Resultados de alongamento total obtidos em ensaio de tração a temperatura ambiente, para amostras revenidas a diferentes temperaturas. Base de medida utilizada: 50 mm.....	74
Figura 36 - Microscopia óptica de amostras revenidas às temperaturas de 660, 690 e 740 °C, após ensaio de tração a 550 °C, utilizando taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min. As amostras foram obtidas a 10 mm da seção fraturada. Ataque de Bain-Villela. ...	76
Figura 37 - Microscopia óptica de amostras revenidas às temperaturas de 660, 690 e 740 °C, após ensaio de tração a 600 °C, utilizando taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min. As amostras foram obtidas a 10 mm da seção fraturada. Ataque de Bain-Villela. ...	77
Figura 38 – Micrografia (MEV) de amostras revenidas às temperaturas de 660, 690 e 740 °C, após ensaio de tração a 550 °C, utilizando taxa de deformação de 0,005 mm/min. As amostras foram obtidas a 10 mm da seção fraturada. Ataque de Bain-Villela.....	78
Figura 39 - Campo claro de MET das amostras revenidas a 660 °C, após tração a 550 °C a 0,005 mm/min. Indicadas pela seta em a) partículas $M_{23}C_6$ com $134 \pm 29$ nm de comprimento e $67 \pm 14$ nm de largura em contornos de ripas de martensita, e em b) partículas MX com $14 \pm 3$ nm de diâmetro em discordâncias no interior de ripas. ....	80
Figura 40 - Campo claro de MET das amostras revenidas a 690 °C, após tração a 550 °C a 0,005 mm/min. Setas indicam em a) partículas $M_{23}C_6$ com $156 \pm 28$ nm de comprimento e $67 \pm 14$ nm de largura em contornos de ripas de martensita, e em b) partículas MX com $12 \pm 3$ nm de diâmetro, situadas em discordâncias no interior de ripas.....	80
Figura 41 - Campo claro de MET das amostras revenidas a 740 °C, após tração a 550 °C a 0,005 mm/min. Em a) partículas $M_{23}C_6$ com $135 \pm 27$ nm de comprimento e $62 \pm 9$ nm de largura, situadas em contornos de ripas de martensita. Setas indicam carbonitreto MX com $12 \pm 3$ nm de diâmetro, imobilizando discordâncias no interior de ripas. Em b) partícula esférica MX com 20 nm de diâmetro próximo a precipitados $M_{23}C_6$ .....	81
Figura 42 – Fotografia mostrando detalhe da fratura dúctil de corpo de prova tracionado a 550 °C a 0,005 mm/min.....	82

Figura 43 – Micrografia (MEV) mostrando a formação de microcavidades ( <i>dimples</i> ) no centro de corpo de prova tracionado a 550 °C com a taxa de deformação de 0,005 mm/min.....	82
Figura 44 – Resultados de dureza Vickers após ensaio de tração a 550 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas. Barras indicam o desvio padrão. ....	84
Figura 45 - Resultados de dureza Vickers após ensaio de tração a 600 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas. Barras indicam o desvio padrão. ....	85
Figura 46 – Parte da curva tensão <i>versus</i> deformação de ensaio de tração a 550 °C, com taxas de deformação de a) 0,5 mm/min e b) 0,005 mm/min, exibindo padrões contínuo e serrilhado, respectivamente. Material: X22CrMoV12-1 revenido a 740 °C. O comportamento repete-se para o aço revenido às demais temperaturas.....	87
Figura 47 - Resultados de limite de escoamento após ensaio de tração a 550 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas. ....	89
Figura 48 - Resultados de limite de escoamento após ensaio de tração a 600 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas. ....	90
Figura 49 - Resultados de limite de resistência após ensaio de tração a 550 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas. ....	91
Figura 50 - Resultados de limite de resistência após ensaio de tração a 600 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas. ....	92
Figura 51 - Resultados de alongamento total após ensaio de tração a 550 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas. ....	93
Figura 52 - Resultados de alongamento total após ensaio de tração a 600 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas. ....	94
Figura 53 - Curvas tensão x deformação obtidas em ensaio de tração a quente de amostras revenidas a 690 °C, realizado às	

temperaturas de 500, 550 e 600 °C, com taxas de deformação de 5,0; 0,5; 0,05 e 0,005 mm/min..... 97

Figura 54 – Relação entre limite de resistência e Parâmetro de Larson-Miller para aço X22CrMoV12-1 revenido a 690 °C, após ensaios de tração a 500, 550 e 600 °C, utilizando taxas de deformação entre 0,005 e 5 mm/min. Valores de PLM para o aço revenido a 660 e 740 °C também são exibidos. .... 99



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades mecânicas do aço X22CrMoV12-1 (EN 10269:2014). .....	34
Tabela 2 – Composição química (% massa) normatizada do aço X22CrMoV12-1 (EN 10269:2014). .....	34
Tabela 3 - Composição obtida por espectrometria de emissão óptica do aço X22CrMoV12-1, e valores mínimos e máximos da norma EN 10269. ....	56
Tabela 4 – Condições de revenido (temperatura, tempo) e parâmetros do ensaio de tração (temperatura, velocidade) utilizados em testes a frio e a quente. ....	62
Tabela 5 - Variação de propriedades mecânicas entre ensaios conduzidos a frio (20 °C) e a quente, em ensaios de tração a 0,5 mm/min.....	95
Tabela 6 – Resultados utilizados no cálculo do Parâmetro de Larson-Miller (PLM) para o aço revenido a 690 °C, em diversas temperaturas e velocidades de tração. Foi adotado o valor constante $C = 30$ . ....	98
Tabela 7 - Medidas lineares de precipitados observados em amostras revenidas a 690 °C, não tracionadas, em $\mu\text{m}$ . ....	111
Tabela 8 - Medidas lineares de precipitados observados em amostras revenidas a 660 °C, tracionadas a 550 °C a 0,005 mm/min, em $\mu\text{m}$ . ....	111
Tabela 9 - Medidas lineares de precipitados observados em amostras revenidas a 690 °C, tracionadas a 550 °C a 0,005 mm/min, em $\mu\text{m}$ . ....	112
Tabela 10 - Medidas lineares de precipitados observados em amostras revenidas a 740 °C, tracionadas a 550 °C a 0,005 mm/min, em $\mu\text{m}$ . ....	112
Tabela 11 - Dureza Vickers (HV2) de amostras após tratamento térmico. ....	114
Tabela 12 - Dureza Vickers (HV2) de amostras após ensaio de tração 660 e 740 °C. ....	115
Tabela 13 - Dureza Vickers (HV2) de amostras após ensaio de tração a 690 °C. ....	116

Tabela 14 - Condições de ensaio de tração para amostras  
revenidas em diferentes temperaturas, com as respectivas  
propriedades mecânicas obtidas em ensaios de tração a frio e a quente.  
..... 118

## SUMÁRIO

1.	Introdução .....	21
2.	Revisão bibliográfica.....	22
2.1	Turbinas a vapor.....	23
2.2	Aços inoxidáveis .....	25
2.2.1	Aços inoxidáveis martensíticos .....	27
2.2.2	Revenido e endurecimento por precipitação .....	32
2.3	Aço inoxidável X22CrMoV12-1.....	33
2.3.1	Elementos de liga.....	35
2.3.2	Microestrutura.....	37
2.3.3	Evolução microestrutural sob fluência .....	40
2.4	Fluência .....	45
2.4.1	Equivalência entre tração a quente e fluência ....	51
3.	Materiais e métodos experimentais.....	55
3.1	Tratamentos térmicos.....	56
3.2	Dilatometria .....	57
3.3	Tração a frio e a quente .....	58
3.4	Dureza .....	63
3.5	Caracterização microestrutural.....	63
3.5.1	Microscopia óptica.....	63
3.5.2	Microscopia eletrônica de varredura.....	64
3.5.3	Microscopia eletrônica de transmissão .....	64
4.	Resultados e discussão .....	65
4.1	Dilatometria .....	65
4.2	Análises após tratamentos térmicos.....	66
4.2.1	Microestrutura.....	66

4.2.2	Propriedades mecânicas.....	71
4.3	Análises após tração a quente .....	75
4.3.1	Microestrutura.....	75
4.3.2	Superfície de fratura.....	81
4.3.3	Propriedades mecânicas.....	83
4.3.4	Determinação do parâmetro de Larson-Miller....	95
5.	Conclusões .....	101
6.	Sugestões para trabalhos futuros .....	103
7.	Referências.....	104
Anexo A – Tabelas de tamanho de precipitados.....		110
Anexo B – Tabelas de durezas.....		113
Anexo C – Tabela de propriedades mecânicas de tração .....		117

## 1. INTRODUÇÃO

Impulsionado pelo crescimento econômico da última década, o consumo de energia no Brasil vem atingindo índices inéditos. Para suprir a forte demanda, estima-se que mesmo com os investimentos programados para a construção e expansão de hidrelétricas, estes se mostrem insuficientes para atender às necessidades dos próximos anos. Esta situação levou à busca por outras fontes de energia, como o gás natural e o carvão.

Segundo o Plano Decenal de Expansão de Energia 2020, em 2009 as usinas termelétricas (UTES) possuíam participação de 12,8% na capacidade instalada total do país. Estima-se que até 2020 a demanda por energia elétrica cresça 5,3% ao ano, onde o fornecimento por UTES superará os 20% de participação ativa. Para isto, contudo, é preciso que estas se posicionem de forma competitiva no mercado, garantindo baixos custos de geração e manutenção (Brasil, Ministério de Minas e Energia, Empresa de Pesquisa Energética, 2011).

Um dos maiores desafios de engenharia nas usinas termelétricas está na durabilidade de seus componentes – em especial das turbinas a vapor – havendo um desejo geral pela superação de seu tempo de operação originalmente previsto em projeto. Isto ocorre devido a fatores como o elevado investimento necessário para a construção de novas usinas, as incertezas quanto ao mercado de energia e as crescentes dificuldades na obtenção de licenças ambientais para a instalação de novas unidades geradoras, que também resultam em custos elevados (MAYER, 1989).

Entre os fatores operacionais que influenciam o tempo de vida dos componentes das turbinas a vapor em condições normais de funcionamento, estão: tempo, temperatura, pressão, carga e número de inícios e paradas do equipamento. Para atender a todas estas demandas, devem ser utilizados materiais resistentes ao calor e à corrosão, que mantenham suas propriedades mecânicas em condições de operação por longos períodos de trabalho. Para as palhetas das turbinas é necessária ainda elevada resistência à fluência (MAYER, 1989;

THOMSON; BHADSHIA, 1992). Estes componentes podem alcançar temperaturas de 600 °C, sob tensão constante.

Um dos materiais mais empregados em palhetas de turbinas a vapor é o aço inoxidável martensítico X22CrMoV12-1 (DIN EN 10269), endurecível por precipitação. Este material é reconhecido por sua ótima resistência à fluência, além de ser resistente à corrosão e possuir boa ductilidade. Variáveis de tratamento térmico, no entanto, podem afetar as propriedades mecânicas resultantes do endurecimento por precipitação, e conseqüentemente a vida das palhetas. Isto desperta o interesse em seu estudo para maximização da durabilidade destes componentes e diminuição das paradas de manutenção, que impactam negativamente nos custos de geração de energia termelétrica.

Este trabalho, portanto, teve como objetivo estudar o efeito de diferentes tratamentos de revenido na microestrutura e nas propriedades mecânicas em alta temperatura do aço X22CrMoV12-1 (norma EN 10269, equivalente ao aço 12Cr1MoV). Como objetivo secundário, foi estudado o efeito da variação da temperatura e da velocidade da deformação a quente, obtendo um parâmetro para estimar o tempo de vida do material sob fluência.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

A literatura sobre turbinas a vapor e aços inoxidáveis martensíticos, em especial aqueles desenvolvidos para obtenção de endurecimento por precipitação e aplicados a estas turbinas, foi revista para a elaboração do trabalho. Foram examinados, também, estudos sobre fluência e tração a quente no aço X22CrMoV12-1, bem como o efeito de tratamentos térmicos de revenido na microestrutura e nas propriedades mecânicas dos aços endurecíveis por precipitação (PH, do inglês *Precipitation Hardened*), para a fundamentação teórica da pesquisa.

## 2.1 TURBINAS A VAPOR

Turbinas a vapor são equipamentos que extraem energia térmica a partir do vapor pressurizado. Devido ao seu elevado calor latente, o vapor é capaz de armazenar enorme quantidade de energia sob a forma de potencial termodinâmico. No entanto, a energia térmica não é utilizada diretamente, sendo necessário convertê-la primeiramente em energia cinética. Para isto o vapor é acelerado através de tubos de seção variável, tornando-o veloz o suficiente para que seu fluxo movimente as lâminas da turbina. Esta converte a energia do vapor em força motriz através de um eixo, alimentando um gerador elétrico (SINGH; LUCAS, 2011).

As turbinas a vapor trabalham por meio do afinilamento e direcionamento do vapor em um fluxo circunferencial, criando um vórtice cuja velocidade pode superar 1500 km/h. Sendo o vapor um fluido denso e de elevada temperatura, sua severidade mecânica sobre as lâminas da turbina demanda que as mesmas sejam confeccionadas com materiais de alto desempenho. O projeto de tais palhetas deve considerar a atuação de forças do fluxo do vapor, força centrífuga, diferenciais de pressão e alta temperatura, além do potencial corrosivo do meio. A vibração das lâminas também deve ser considerada, uma vez que desestabiliza o sistema (SINGH; LUCAS, 2011).

Embora turbinas a vapor operem essencialmente por diferenciais de pressão, a propriedade termodinâmica que rege o sistema é a entalpia, controlada por mudanças na temperatura do vapor. Perdas mecânicas ocorrem em especial pelo atrito, de forma que o projeto da turbina deve considerar as complexidades do fluxo visando obter alta eficiência. Para tal, é avaliada a geometria das palhetas (Figura 1), onde são considerados os ângulos de entrada e de saída do fluxo de vapor, cuja incidência determina a ocorrência de pressões positivas ou negativas sobre sua superfície, gerando um estado de tensão. É avaliada ainda a quantidade de palhetas, o número de estágios da turbina e a carga total a que esta será submetida (SINGH; LUCAS, 2011).

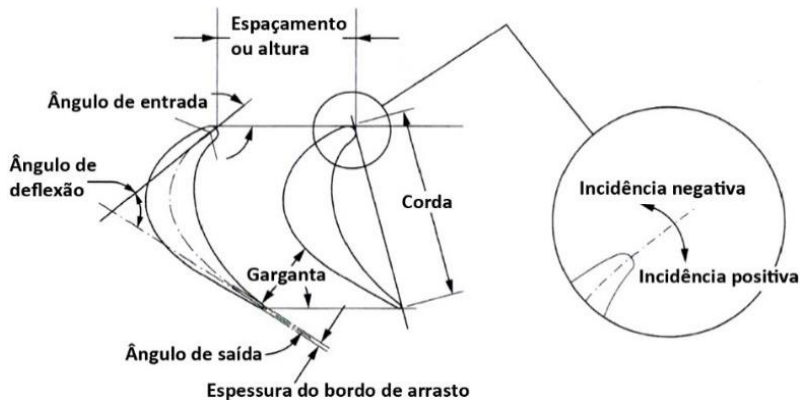


Figura 1 - Definições geométricas de uma palheta de turbina a vapor. Figura adaptada de Singh e Lucas (2011).

O material ideal para as palhetas de uma turbina deve possuir elevado limite de resistência à tração, mas também alta resistência à fadiga, à corrosão e à erosão. Deve ainda possuir boa ductilidade, boa usinabilidade e razoável disponibilidade no mercado. A alta velocidade rotacional das turbinas impõe grande força centrífuga, enquanto o vapor gera forças fletoras sobre as lâminas. Neste cenário, possuir elevada resistência à tração é fundamental, mas a ductilidade também assume papel crítico. Embora apresentem baixas tolerâncias dimensionais, as superfícies de encaixe da raiz da palheta não se encontram inicialmente em perfeito contato com o disco de acoplamento. No início de funcionamento da turbina, pequenas zonas de deformação plástica surgem na região, permitindo perfeita acoplagem entre as superfícies da palheta e do disco de encaixe. Este processo é tão importante para a confiabilidade da turbina a longo prazo, que durante o projeto do material das palhetas é aceitável que seu limite de resistência seja um pouco reduzido, para que ocorra um aumento da ductilidade. Entre os materiais que atendem a todos estes requisitos, os mais amplamente empregados em turbinas a vapor são os aços inoxidáveis martensíticos (SINGH; LUCAS, 2011).

Diversas causas podem levar à falha nas turbinas a vapor, muitas como resultado da degradação do material das palhetas. Danos por



deformação ocorrem quando mudanças nas dimensões físicas ou na morfologia do componente são suficientes para que haja impacto em sua funcionalidade. A principal causa de deformação é a fluência, fenômeno dependente do tempo e da temperatura de trabalho do material. Os danos às palhetas podem derivar também de variáveis ambientais, tais como corrosão, erosão e atrito. Por fim, a falha catastrófica acontece com a propagação de uma trinca, que ocorre como resultado de carregamentos cíclicos (fadiga por corrosão; fadiga de baixo e alto ciclo) ou de carregamentos estáticos (fratura frágil ou dúctil; ruptura por fluência) (SINGH; LUCAS, 2011).

## 2.2 AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis foram desenvolvidos tendo como principal objetivo a resistência à corrosão. Suas características gerais, no entanto, conferiram a estes materiais grande versatilidade de emprego nos mais diversos produtos ao longo do último século. Utilizado em ferramentas, na arquitetura (por exemplo na fachada de edifícios), em componentes de veículos e em equipamentos industriais, o aço inoxidável obteve crescimento médio de produção de 5,57% ao ano entre 1980 e 2012, contra 3,52% do alumínio e apenas 2,61% do aço ao carbono. A principal demanda neste período veio da Ásia, que atualmente é destino de quase 70% do aço inoxidável produzido mundialmente (ISSF, 2013). Por suas características e importância, o aço inoxidável é objeto de grande quantidade de estudos nos meios científico e industrial.

Em 1911, Monnartz verificou que ao utilizar teores de cromo acima de 10,5% em uma liga Fe-Cr, obtinha-se um aço resistente à corrosão. O fenômeno responsável por esta propriedade foi descrito como “passivação”, cuja ocorrência é observada somente em meios ricos em oxigênio. Da reação do Cr livre com o  $O_2$  é formado um fino filme de  $Cr_2O_3$ , que impede o contato do oxigênio com o ferro da superfície, diminuindo assim significativamente a susceptibilidade do aço à corrosão. Monnartz foi ainda o primeiro a afirmar que a precipitação de carbonetos de cromo era prejudicial à resistência à corrosão nestes aços,

descrevendo uma forma de estabilizar o carbono livre por meio da adição de titânio e molibdênio (COBB, 2010).

O cromo, principal elemento de liga presente nos aços inoxidáveis após o ferro, atua não somente no mecanismo de passivação, mas também na estabilização da ferrita. De forma oposta, a adição de níquel colabora para estabilizar a austenita, sendo um importante elemento na composição de diversas ligas. Do balanço químico destes elementos, são obtidos os principais grupos de aços inoxidáveis: ferríticos, austeníticos e martensíticos, além dos duplex (ferríticos-austeníticos) e dos endurecíveis por precipitação (de matriz martensítica ou austenítica), os quais recebem a adição de outros elementos visando a precipitação de carbonitretos para melhoria de suas propriedades mecânicas (ASM INTERNATIONAL, 1994; CARROUGE; BHADESHIA; WOOLLIN, 2002).

Devido ao elevado teor de elementos de liga, os aços inoxidáveis em geral mantêm suas propriedades mecânicas em alta temperatura, enquanto nos aços-carbono é observada grande deterioração de tais propriedades. Por esta razão, os aços inoxidáveis são amplamente empregados em equipamentos que operam em elevadas temperaturas (ISFAHANY; SAGHAFIAN; BORHANI, 2011).

Os aços inoxidáveis martensíticos, em geral, oferecem a maior resistência mecânica, embora possuam resistência à corrosão apenas moderada. Possuem teor de cromo entre 10,5 e 18%, enquanto o carbono pode superar 1,2% em massa na liga. É adequado para o uso tanto em baixas como em altas temperaturas, apresentando também boa resistência à fluência. Estes aços podem sofrer tratamentos térmicos de têmpera e revenido específicos para a adequação de suas propriedades mecânicas ao processo e à aplicação. Desta forma, na condição recozida apresentam microestrutura composta por carbonetos em uma matriz ferrítica, e após tratamento térmico de têmpera, obtêm-se martensita, podendo conter carbonetos não dissolvidos e ferrita delta. Estes aços podem ainda ser endurecidos por precipitação durante o revenido, caso contenham elementos em solução sólida adequados a este objetivo, tais como titânio e vanádio, entre outros (DAVIS, 1997; KRAUSS, 1989).

Aços inoxidáveis ferríticos contêm usualmente entre 10,5 e 30% de cromo, e não podem ser endurecidos por tratamentos térmicos. Sua resistência mecânica é inferior à dos inoxidáveis martensíticos, tanto em baixas como em altas temperaturas, além de serem particularmente susceptíveis à sensitização (ASM SPECIALTY HANDBOOK, 1995). Contudo, possuem boa resistência à oxidação em temperaturas elevadas e custo inferior ao dos demais aços inoxidáveis, sendo empregados em sistemas de exaustão veiculares e outras aplicações de menores exigências mecânicas (DAVIS, 1997).

Possuindo excelentes propriedades criogênicas e boa resistência mecânica em alta temperatura, os aços inoxidáveis austeníticos são os mais utilizados por sua diversidade de aplicações nas indústrias química e de alimentos, e por sua resistência à corrosão superior à dos demais aços inoxidáveis. Contêm entre 16 e 26% de cromo, aproximadamente, além de elevado teor de níquel, o qual pode chegar a 35%. São amplamente empregados nos setores de alimentos e químicos. Devido ao fato de não possuírem transição  $\alpha/\gamma$ , estes aços não podem ser endurecidos por têmpera e revenido. Sua resistência mecânica é inferior à observada nos inoxidáveis martensíticos, restringindo sua aplicação a componentes e estruturas de menor exigência mecânica, mas que demandam elevada resistência à corrosão (KRAUSS, 1989).

Os aços inoxidáveis duplex possuem microestrutura mista de ferrita e austenita. A fração de cada fase depende da composição e do tratamento térmico empregado. Estes aços combinam boa resistência mecânica e à corrosão, porém estão sujeitos a fragilização ao serem expostos a elevadas temperaturas por longos períodos (DAVIS, 1997).

### **2.2.1 Aços inoxidáveis martensíticos**

O cromo adicionado aos aços inoxidáveis martensíticos favorece a formação da ferrita, o que limita a temperatura e a composição com a qual é possível obter uma microestrutura totalmente austenítica, a partir da qual no resfriamento a martensita pode se formar. A presença de ferrita é prejudicial à resistência, dureza e tenacidade. Outras

características comuns a vários aços inoxidáveis martensíticos são a possibilidade de fragilização de revenido e a presença de austenita retida (MCGUIRE, 2008).

A formação de ferrita  $\delta$  é esperada segundo o diagrama de Schaeffler-Delong, e ocorre nas ligas mais antigas. Este é o caso dos aços 17-7 PH e o 17-4 PH, que podem conter até 10% de ferrita  $\delta$ . Com o tempo foi constatada uma grande imprecisão no diagrama de Schaeffler-Delong para estas ligas, o que levou ao desenvolvimento de novas ferramentas de software e modelos para adequar os teores de elementos de liga, permitindo produzir uma microestrutura praticamente livre de ferrita  $\delta$ . Este desenvolvimento foi fundamental na criação de novas ligas, que combinam elevada resistência mecânica, alta ductilidade e boa resistência à corrosão, características particularmente importantes nos materiais de turbinas a vapor. Como benefício adicional da redução do percentual de ferrita  $\delta$ , foi observado um aumento na estabilidade da austenita, que colabora para a redução da temperatura de início de formação da martensita ( $M_i$ ). Para atingir tal benefício, é essencial minimizar o teor de cromo na liga, além de limitar o teor de molibdênio, o que reduz a resistência à corrosão. Desta forma, grande parte dos aços inoxidáveis martensíticos apresentam a mínima resistência à corrosão necessária para o emprego do material, priorizando suas propriedades mecânicas (MCGUIRE, 2008).

A transformação da austenita em martensita ocorre de forma displasiva, ou seja, pode ser considerada adifusional por apresentar apenas um movimento cooperativo de átomos ao longo de distâncias inferiores à do diâmetro atômico. Embora o movimento atômico cooperativo possa originar distorções no reticulado cristalino, não há uma reconstrução de ligações atômicas na rede, como ocorre na transformação difusional. A transformação displasiva cria tensões cisalhantes, modificando as propriedades mecânicas do aço, que se torna mais resistente. Para que a transformação martensítica ocorra com sucesso, a taxa de resfriamento deve ser elevada o suficiente para evitar a difusão atômica (CHRISTIAN, 1994).

A martensita se apresenta mais comumente na forma de placas ou ripas. As placas são encontradas predominantemente em aços com teor de carbono superior a 1,0%, mas são também observadas em aços com

percentuais de carbono entre 0,6 e 1,0%, formando uma microestrutura mista em conjunto com a martensita em ripas. Para aços com teores de carbono abaixo de 0,6%, e em aços ligados que possuam baixas quantidades de carbono, é observada a martensita em ripas (GANDY, 2006; MORITO *et al.*, 2006).

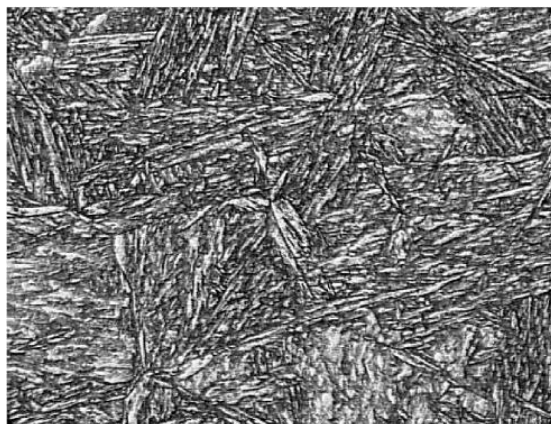


Figura 2 – Microscopia óptica da martensita de ripas revenidas no aço X20CrMoV12-1. Ampliação: 500x. Figura de Gandy (2006).

A morfologia da martensita em ripas pode ser observada na Figura 3. Durante sua formação, os grãos da austenita prévia são divididos em pacotes. Estes são compostos por feixes paralelos ao plano de hábito, sendo subdivididos em blocos de ripas de martensita. Pacotes e blocos são delimitados por contornos de alto ângulo, enquanto entre as ripas de martensita observam-se contornos de baixo ângulo. Quando se obtém martensita a partir de grãos austeníticos grosseiros, é comum observar ainda a divisão de blocos em sub-blocos, isto é, observa-se a presença de duas orientações cristalográficas intercaladas em feixes paralelos. Embora os sub-blocos sejam delimitados por contornos de baixo ângulo, seus contornos atuam como barreiras ao movimento de discordâncias, colaborando para um aumento da resistência (MORITO; ADACHI; OHBA, 2009).

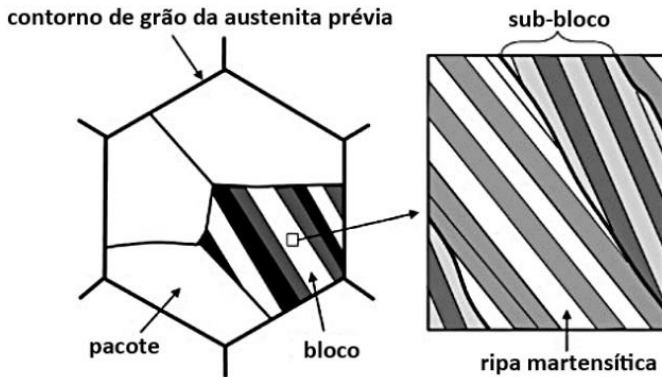


Figura 3 - Ilustração esquemática da martensita em ripas. Figura adaptada de Morito *et al* (2009).

Nos aços inoxidáveis martensíticos, a microestrutura de equilíbrio à temperatura ambiente é uma mistura de ferrita e carbonetos, uma vez que a martensita é uma fase metaestável. No entanto, esta condição dificilmente é obtida, uma vez que mesmo ao utilizar baixas taxas de resfriamento a martensita será a microestrutura resultante. Na Figura 4 é possível observar o diagrama TTT (temperatura, tempo, transformação) de um aço inoxidável martensítico AISI 410, que ao ser resfriado e mantido em patamar de 700 °C, necessita de ao menos 2 minutos nesta temperatura para que a formação de ferrita seja iniciada, e muitas horas para que se forme uma matriz completamente ferrítica com carbonetos. Se durante o resfriamento for mantido um patamar de 400 °C, será necessário mais de uma semana para que a formação de ferrita seja completada. Em aços inoxidáveis martensíticos altamente ligados, é possível que a temperatura de fim de formação da martensita se torne muito baixa. Isto possibilita a existência de austenita retida à temperatura ambiente, sendo necessário utilizar tratamentos sub-zero ou de duplo revenido para que ocorra a transformação completa da martensita (ASM SPECIALTY HANDBOOK, 1995).

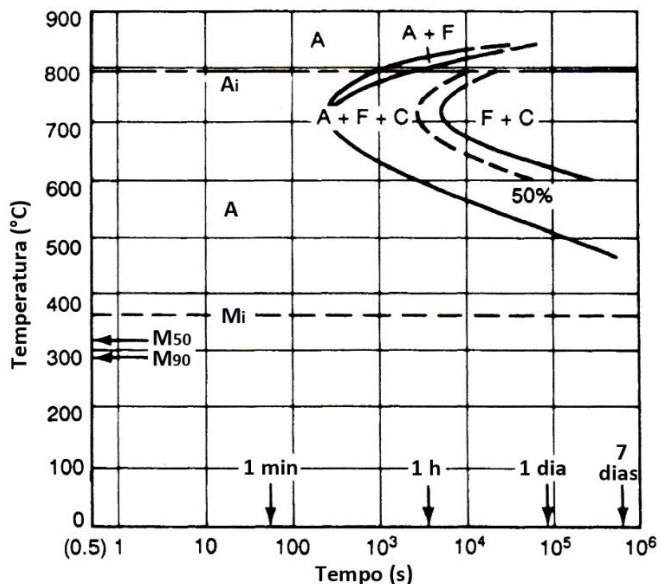


Figura 4 - Transformação isotérmica do aço inoxidável martensítico 410 (12Cr-0,1C) austenitizado a 980 °C. "A", austenita; "F", ferrita; "C", carboneto; "M", martensita. Figura adaptada de ASM Speciality Handbook, 1995.

O tamanho de grão austenítico é influenciado pela temperatura de austenitização. O controle desta temperatura é particularmente importante nos aços inoxidáveis martensíticos com teores mais elevados de fósforo, pois este segrega para os contornos de grão da austenita prévia durante o revenido, com efeito mais pronunciado a 475 °C. Este fenômeno, denominado fragilidade de revenido, reduz a tenacidade do aço à medida em que são empregadas temperaturas de austenitização mais elevadas. Isto ocorre porque com o aumento da temperatura há crescimento do tamanho de grão, o que leva à maior concentração de fósforo em seus contornos. Devido a dificuldades no controle do teor de fósforo no processo de produção do aço, e dos custos envolvidos no processo, frequentemente opta-se pelo controle do tamanho de grão austenítico para evitar a fragilidade de revenido (MCGUIRE, 2008).

### 2.2.2 Revenido e endurecimento por precipitação

Durante a têmpera, parte dos átomos de carbono podem precipitar na forma de carbonetos (auto-revenimento) ou manterem-se em solução sólida. Ao reaquecer um aço com teor de carbono superior a 0,2% à faixa de temperatura aproximada de 100 a 200 °C, inicia-se a precipitação de carbonetos metaestáveis. Para aços com teor de carbono inferior a 0,2%, no entanto, a precipitação a esta temperatura é inibida, uma vez que a quase totalidade deste elemento se encontra segregado em discordâncias, onde a baixa energia não propicia força motriz suficiente para sua precipitação. Para que esta ocorra, parte destas discordâncias necessita antes ser aniquilada pelo processo de recuperação. Inicialmente ocorre a precipitação do carboneto hexagonal  $\epsilon$ , cuja composição varia de  $\text{Fe}_{2,2}\text{C}$  a  $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$ . A presença de outros elementos formadores de carbonetos, porém, pode reduzir a atividade do carbono a ponto de inibir a formação do carboneto  $\epsilon$ , em especial para aços com baixos teores de carbono (OLIVEIRA, 1985).

Durante o revenido, a partir da temperatura média de 200 °C para aços ao carbono e de até 550 °C para aços de alta liga, inicia-se a decomposição da austenita retida. A transformação inicia-se na interface  $\gamma/\alpha'$  para temperaturas próximas a 200 °C, e também no interior da austenita para temperaturas mais elevadas. Inicialmente são formados aglomerados de carbono, que posteriormente geram cementita e carbonetos ligados. O processo ocorre entre 200 e 700 °C para a maioria dos aços, mas a temperatura exata depende de fatores como a composição química, a quantidade de impurezas, os tratamentos térmicos já realizados, o tempo de revenimento e a taxa de resfriamento (OLIVEIRA, 1985).

Quando elementos de liga formadores de carbonetos estão presentes, precipitados com tais elementos poderão ser formados durante o revenido. Porém, devido à posição substitucional ocupada por estes átomos metálicos na solução sólida, a formação de seus carbonetos tende a ser precedida pela precipitação da cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ), que depende somente da difusão do carbono intersticial (GLADMAN, 1999). Ao realizar estudos com um aço 12Cr1MoV, Thomson e



Bhadeshia (1992) notaram que após revenido a 700 °C não foi possível detectar cementita na microestrutura. Isto ocorre porque embora o  $Fe_3C$  seja usualmente um dos primeiros carbonetos a precipitarem na martensita revenida, sua concentração de equilíbrio é quase instantaneamente atingida na presença de concentrações mais elevadas de cromo. Conclui-se, portanto, que o potencial de formação para carbonetos de elementos de liga é muito superior na temperatura de revenido utilizada, e que a formação da cementita somente poderá ser observada para temperaturas de revenido mais baixas, ou possivelmente nos primeiros instantes após o início do tratamento a 700 °C (THOMSON; BHADESHIA, 1992).

Para os aços inoxidáveis martensíticos endurecíveis por precipitação (PH), o revenido é o processo pelo qual são geradas as partículas que conferem sua resistência à fluência. O processo de formação e crescimento destes precipitados é termicamente ativado, com a formação de diferentes fases de acordo com a temperatura e o tempo de tratamento do material (GLADMAN, 1999).

### 2.3 AÇO INOXIDÁVEL X22CrMoV12-1

Entre os desenvolvimentos mais recentes em aços inoxidáveis martensíticos endurecíveis por precipitação está o aço X22CrMoV12-1 (EN 10269:2014), desenvolvido para aplicações de alta temperatura, em especial em componentes de turbinas de geração de energia a vapor cujos picos de temperatura de trabalho podem alcançar 600 °C. O aço X22CrMoV12-1 é amplamente empregado em usinas termelétricas em todo o mundo, por possuir propriedades de resistência à fluência superiores às de aços ferríticos e martensíticos gerações anteriores, como a liga ASTM P22. Sua microestrutura o torna capaz de manter suas propriedades mecânicas (Tabela 1) em longos períodos de trabalho, enquanto a composição química (Tabela 2) o torna resistente à oxidação mesmo em constante contato com o vapor em elevadas temperaturas (ENNIS; CZYRSKA-FILEMONOWICZ, 2003). Possui equivalência química

com os aços X20CrMoV12-1, X21CrMoV12-1, BS 762, AFNOR Z21CDV12 e SIS 2317.

Tabela 1 – Propriedades mecânicas do aço X22CrMoV12-1 (EN 10269:2014).

Tratamento térmico	LE <sub>0,2</sub> <sup>1</sup> (MPa)	LR <sup>2</sup> (MPa)		Alongamento mínimo (%)	Dureza Vickers (HV)	
		Min.	Máx.		Min.	Máx.
QT 1 <sup>3</sup>	> 600	800	950	14	256	303
QT 2 <sup>4</sup>	> 700	900	1050	11	287	367

<sup>1</sup> Limite de escoamento; <sup>2</sup> limite de resistência; <sup>3,4</sup> variantes de revenido.

Tabela 2 – Composição química (% massa) normatizada do aço X22CrMoV12-1 (EN 10269:2014).

	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	V
Mín.	0,1800	0,4000	-	-	-	0,3000	11,0000	0,8000	0,2500
Máx.	0,2400	0,9000	0,0250	0,0150	0,5000	0,8000	12,5000	1,2000	0,3500

A microestrutura do aço X22CrMoV12-1 é resultante de tratamento térmico que se inicia pela solubilização de precipitados entre 1020 °C e 1070 °C, seguido de resfriamento ao ar, óleo ou água, e revenido entre 660 °C e 740 °C. A norma EN 10269:2014 especifica duas variações de revenido para o aço X22CrMoV12-1, onde somente a temperatura é modificada. Na variante QT 1, o revenido é conduzido entre 680 e 740 °C. Para QT 2, o tratamento é realizado entre 660 e 720 °C (EUROPEAN STANDARDS, 2014). Após o tratamento completo sua microestrutura é constituída de martensita revenida, com a presença de carbonetos de cromo e vanádio.

Ao simular as condições de uso do aço X22CrMoV12-1 em palhetas de turbinas, Eggeler (1989) realizou ensaio de fluência em corpos de prova do material a 600 °C por 109 h, não encontrando diferenças significativas na morfologia da martensita em microscopia óptica, em relação ao material em seu estado inicial (Figura 5). No entanto, a microscopia eletrônica de transmissão revelou alterações no tamanho de precipitados. Foi constatada também uma redução significativa das

propriedades mecânicas do aço, com decréscimo de 36,13% na dureza Vickers em medições após ensaio de fluência. Este resultado é decorrente da diminuição da densidade de discordâncias no interior de ripas e do coalescimento de precipitados e ripas, causando perda da capacidade de ancoragem de contornos de subgrão (EGGELER, 1989).

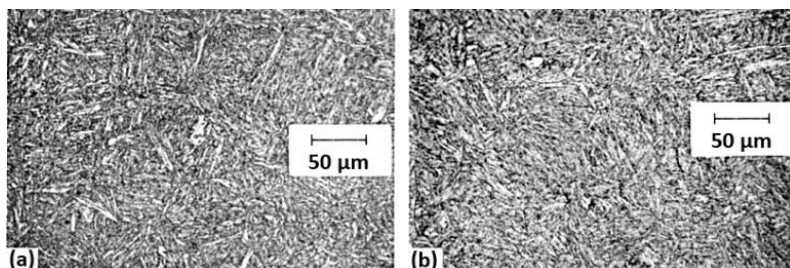


Figura 5 - Microestrutura de um aço X22CrMoV12-1, (a) temperado e revenido, e (b) após ensaio de fluência a 600 °C por 109 h. Figura adaptada de Eggeler, 1989.

### 2.3.1 Elementos de liga

O baixo teor de carbono do aço X22CrMoV12-1 é responsável por sua boa tenacidade, mas limita sua resistência ao desgaste por abrasão. O carbono também estabiliza a austenita, ampliando seu campo no diagrama de fases (ASM SPECIALTY HANDBOOK, 1995).

Para evitar o fenômeno da sensitização devido à precipitação intergranular de carbonetos de cromo, em especial durante a soldagem, diversas ligas utilizam baixos teores de carbono, como forma de limitar a quantidade de átomos de C livres que possam reagir com o Cr. São também adicionados elementos como nióbio, titânio e tântalo, que estabilizam os átomos de carbono livres (ASM SPECIALTY HANDBOOK, 1995).

O cromo, além de conferir a resistência à corrosão e de estabilizar a fase  $\alpha$ , também forma precipitados nos aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação (YAN *et al.*, 2013). A adição de cromo aumenta a resistência mecânica em diversas ligas, mas seu teor deve ser limitado, para que seja suprimida a formação de ferrita  $\delta$ . A presença desta fase provoca perda de resistência mecânica, embora aumente a ductilidade e a resistência ao impacto (SOUZA *et al.*, 2010).

A adição de silício contribui para melhorar a resistência à oxidação por vapor a 700 °C, através da formação de uma camada superficial de SiO<sub>2</sub>-amorfo. Este efeito foi observado em um aço 9Cr-0,5Mo, sendo menos pronunciado para temperaturas entre 500 e 650 °C (ISHITSUKA; INOUE; OGAWA, 2004). O silício também estabiliza a fase  $\alpha$  (YAN *et al.*, 2013).

O níquel estabiliza a austenita, ampliando o campo  $\gamma$ , e também amplia a resistência à corrosão, em especial nas ligas austeníticas. Embora o níquel não influencie diretamente no desenvolvimento da camada de passivação, sua presença aumenta de forma significativa a resistência ao ataque ácido, particularmente em meios ricos em ácido sulfúrico (ASM SPECIALTY HANDBOOK, 1995).

O molibdênio, além de favorecer a precipitação de carbonetos, é utilizado como elemento formador de solução sólida substitucional, diminuindo a difusibilidade atômica no ferro e estabilizando os precipitados. Devido às distorções impostas na rede pelo Mo, no entanto, produz-se também um efeito endurecedor nos aços Cr-Mo-V, ao dificultar a movimentação de discordâncias (MIYATA; SAWARAGI, 2001). O molibdênio confere ainda maior resistência à corrosão em meios ricos em cloretos, minimizando a corrosão por *pites* em aços inoxidáveis expostos à água salina. Este efeito é observado no estágio inicial da formação do *pit*, com a precipitação de uma espessa camada porosa de óxido de molibdênio, ocorrendo a diminuição da taxa de corrosão e favorecendo a recuperação da camada de passivação (COBB, 2010).

Elementos como manganês, nitrogênio, silício e carbono devem ter seus teores limitados, pois estes diminuem a temperatura de início de

formação da martensita (Mi), favorecendo a formação de austenita retida a temperatura ambiente (MCGUIRE, 2008).

Para obter o endurecimento por precipitação nos aços inoxidáveis pode-se utilizar a adição de titânio, molibdênio, nióbio e vanádio, além do cromo, formando carbonetos (ASM SPECIALTY HANDBOOK, 1995). Nas ligas martensíticas a resistência à fluência é obtida principalmente pela formação de finos precipitados ricos em vanádio, e auxiliada por precipitados ricos em cromo. Estes precipitados são formados durante o tratamento de revenido, ancorando contornos de ripas de martensita, contornos da austenita prévia e discordâncias no interior das ripas (CHILUKURU *et al.*, 2009).

### 2.3.2 Microestrutura

O aço X22CrMoV12-1 possui microestrutura formada por martensita revenida, composta por ripas e contendo uma elevada densidade de discordâncias. Precipitados são encontrados ao longo de contornos de grão da austenita prévia, e nos contornos e interior das ripas de martensita. Sendo os precipitados resultantes do tratamento térmico de revenido, sua quantidade e distribuição podem ser afetadas pelo tempo e temperatura de tratamento (YAN *et al.*, 2013).

Entre os carbonetos precipitados no aço X22CrMoV12-1 revenido estão:  $M_7C_3$ ,  $M_{23}C_6$ ,  $M_2X$  e  $MX$ , onde “M” indica um elemento metálico, e a letra “X” indica um não metálico (carbono e nitrogênio, usualmente). Os carbonetos  $M_7C_3$  são formados à temperatura aproximada de 600 °C e são metaestáveis no aço X22CrMoV12-1, nucleando na interface ferrita- $Fe_3C$ . Seu crescimento ocorre simultaneamente com a decomposição da cementita, através de uma reação *in-situ*, onde átomos de carbono se difundem para o carboneto  $M_7C_3$  (INOUE; MASUMOTO, 1980; ZHENG-FEI; ZHEN-GUO, 2003).

Resultante de decomposição do  $M_7C_3$ , o precipitado estável  $M_{23}C_6$  possui alta estabilidade, e sua concentração de carbono é reduzida em relação ao  $M_7C_3$ . O carboneto  $M_{23}C_6$  é rico em cromo, além

de poder ter em solução molibdênio e vanádio. Nos aços X20CrMoV1201 e P91, os carbonetos  $M_{23}C_6$  exibem a forma de bastonetes ou blocos, com comprimento médio de  $285 \pm 80$  nm e largura média de  $121 \pm 39$  nm (SHRESTHA et al., 2013), localizados em contornos da austenita prévia, pacotes, blocos, ripas e subgrãos (PANAIT et al., 2010). No aço X20CrMoV12-1 revenido, Fournier *et al* (2011) observaram um diâmetro médio de 100 nm para os precipitados  $M_{23}C_6$ , localizados em contornos de ripas de martensita (Figuras 6 e 7) e nos contornos da austenita prévia. As partículas  $M_{23}C_6$  são responsáveis pela ancoragem destes contornos, estabilizando a microestrutura e retardando sua evolução (FOURNIER; DALLE; SAUZAY, 2011).

Nos primeiros minutos de revenido a 600 °C, formam-se precipitados  $M_2X$ , que rapidamente atingem sua concentração de equilíbrio e são substituídos por carbonitretos MX, ricos em vanádio (THOMSON; BHADESHIA, 1992). Os precipitados MX possuem morfologia esférica, com um diâmetro médio de 10 nm (FOURNIER; DALLE; SAUZAY, 2011) a  $37 \pm 15$  nm (SHRESTHA et al., 2013). São distribuídos em discordâncias no interior de ripas da martensita (Figuras 6 e 7), e nos contornos de subgrãos, sendo mais eficientes que precipitados  $M_{23}C_6$  na estabilização da microestrutura de palhetas de turbinas em longos períodos de trabalho (FOURNIER; DALLE; SAUZAY, 2011; PANAIT et al., 2010).

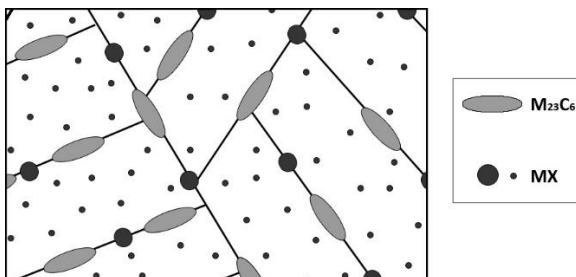


Figura 6 – Representação esquemática da dispersão de precipitados após o revenido, com partículas  $M_{23}C_6$  e MX nos contornos de ripas de martensita, e finas partículas MX dispersas em seu interior. Figura adaptada de Abe *et al* (2007).

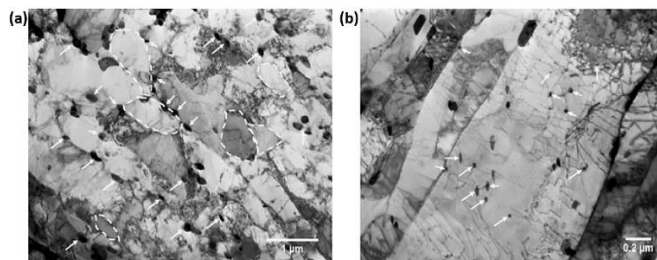


Figura 7 - Campo claro obtido por MET de um aço P91 revenido. Setas indicam carbonetos  $M_{23}C_6$  em (a), e precipitados MX em (b). Alguns subgrãos foram destacados com contornos tracejados em (a). Figura adaptada de Panait *et al* (2010).

Ao analisar um aço X20CrMoV12-1 após 23 anos em serviço em vasos de pressão, Zheng-Fei *et al* (2003) observaram somente partículas  $M_{23}C_6$  e MX em sua microestrutura. Os precipitados  $M_{23}C_6$  mostraram-se coalescidos, enquanto carbonetos MX mantiveram-se finamente dispersos. Neste aço foi verificado que a microestrutura de martensita revenida passou a exibir subgrãos, formados por agrupamentos de discordâncias, reduzindo significativamente a densidade de discordâncias na matriz (ZHENG-FEI; ZHEN-GUO, 2003).

O aço X22CrMoV12-1 não forma ferrita  $\delta$ , o que aumenta a resistência à fluência, pois uma microestrutura heterogênea também leva à dispersão heterogênea de precipitados MX e  $M_{23}C_6$ , concentrando-os na ferrita  $\delta$  e na interface  $\delta/\alpha'$ . Isto causa a perda prematura da resistência à fluência, em especial quando são utilizadas baixas tensões de carregamento, onde passa a ocorrer uma transição acelerada do estágio intermediário para o estágio mais avançado de fluência (YOSHIZAWA; IGARASHI, 2007).

### 2.3.3 Evolução microestrutural sob fluência

Para evitar a transformação da microestrutura durante a fluência, com a consequente perda de resistência mecânica, é necessário compreender os mecanismos que regem sua evolução. A martensita revenida presente inicialmente sofre mudanças ao ser submetida a altas temperaturas e tensões em longos períodos de trabalho, causando a recuperação e coalescimento das ripas, o desaparecimento dos contornos de grão da austenita prévia, o surgimento de subgrãos, e o crescimento e dissolução de precipitados (YAN *et al.*, 2013).

O coalescimento das ripas de martensita ocorre pela migração sucessiva de partes localizadas dos contornos das ripas, até sua migração completa. Sawada *et al* (2003) notaram, através de MET, que a migração de tais contornos é retardada pela presença de finos precipitados nos contornos das ripas de martensita. Também foi observado que as ripas menores diminuem de tamanho e desaparecem, levando a uma diminuição da energia total de contornos de ripas. A cinética de coalescimento é função do grau de desorientação cristalográfica no contorno das ripas e do grau de encruamento (SAWADA *et al.*, 2003).

Ao manter a martensita por longos períodos à temperatura de fluência, além do coalescimento das ripas, ocorre também uma diminuição da densidade de discordâncias em seu interior. As ripas são substituídas por grãos ferríticos equiaxiais, ao mesmo tempo em que as discordâncias agrupam-se em contornos de subgrãos. Ao manter um aço inoxidável martensítico PH por 72,5 h a 750 °C (logo abaixo de sua temperatura  $A_{c1}$ ), Sawada *et al* (2003) observaram por microscopia eletrônica de transmissão a evolução da microestrutura de ripas de martensita para grãos ferríticos equiaxiais (Figura 8), observando também precipitados ao longo dos pacotes, blocos e contornos de ripas (SAWADA *et al.*, 2003).



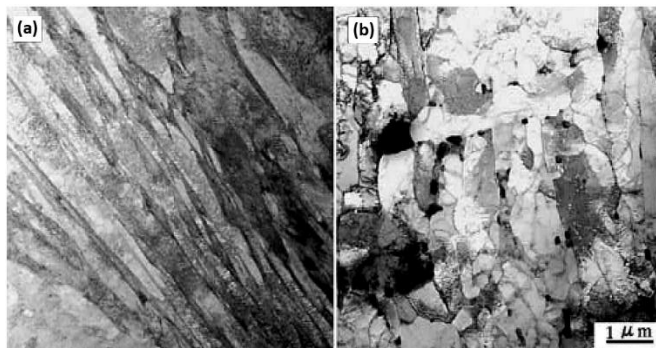


Figura 8 – Evolução da martensita em um aço inoxidável martensítico PH. Em (a) é observada a microestrutura inicial após a têmpera, e em (b) após a realização de um revenido de 72,5 h a 750 °C. Figura adaptada de Sawada *et al* (2003).

Os contornos de grão da austenita prévia tornam-se menos visíveis após longo tempo em fluência, sendo distinguíveis somente pela presença de carbonetos  $M_{23}C_6$ , precipitados nesta região. Ao mesmo tempo, com a recuperação das ripas de martensita formam-se subgrãos de morfologia poligonal. Este efeito é acelerado sob fluência, pois cargas externas afetam a estabilidade da martensita revenida. Sob fluência, a utilização de temperaturas muito elevadas também contribui para acelerar a formação de subgrãos. Durante este processo, não somente a mobilidade das discordâncias aumenta, como a interação entre as mesmas também ocorre de forma mais intensa, acelerando a reação (YAN *et al.*, 2013).

A microestrutura de subgrãos é susceptível à movimentação de discordâncias por deslizamento. Entretanto, este processo pode ser retardado com a ancoragem dos contornos de subgrão pela precipitação de MX e  $M_{23}C_6$ . A fluência, contudo, provoca o coalescimento destas partículas, levando à perda de seu efeito. Embora os precipitados MX sejam considerados termicamente estáveis, a deformação em fluência os afeta moderadamente. Para os precipitados  $M_{23}C_6$  o coalescimento é mais acentuado, levando a um aumento do livre caminho médio entre estas partículas durante a fluência (GHASSEMI ARMAKI *et al.*, 2011).

O crescimento de  $M_{23}C_6$  é acentuado em longos tempos de fluência. Seu diâmetro efetivo para a ancoragem de contornos de subgrão é da ordem de 100 a 200 nm, limite a partir do qual ocorre perda de correlação espacial entre as partículas e estes contornos. Além da deformação em fluência e do tempo, o coalescimento dos precipitados  $M_{23}C_6$  é ainda altamente influenciado pela temperatura. Em contraste, os carbonitreto MX apresentam maior coerência com contornos de subgrão e elevada estabilidade térmica, sofrendo somente pequenas mudanças em sua composição química durante a fluência (AGHAJANI; SOMSEN; EGGELER, 2009).

A microestrutura da martensita em ripas revenidas é a principal responsável pela dureza do aço X22CrMoV12-1, mas durante a fluência ocorrem evoluções microestruturais que alteram a dureza. O resultado de tais transformações é a formação de uma fina estrutura de subgrãos ferríticos (Figura 9). Armaki *et al* (2011) mostraram que nesta condição os contornos de subgrão é que passam a ser determinantes no mecanismo de endurecimento. Os contornos de subgrão representam obstáculos à movimentação de discordâncias durante a fluência, e pequenos precipitados podem colaborar para a estabilização de tais contornos. Desta forma, a combinação de uma fina microestrutura de subgrãos, tipicamente resultante da evolução da martensita revenida sob fluência, e a presença de finos precipitados, podem reduzir a taxa de fluência em diversas ordens de magnitude (GHASSEMI ARMAKI *et al.*, 2011).

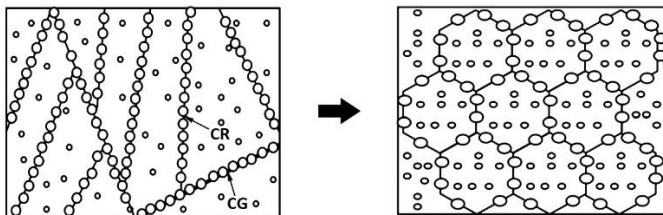


Figura 9 - Representação esquemática da evolução da martensita em subgrãos, onde CR indica o contorno da ripa de martensita, e CG o contorno de grão da austenita prévia. Figura adaptada de Wei *et al*, 2013.

Ao realizar ensaio de fluência em um aço P91 a 600 °C por 113 h, Panait *et al* (2010) não observaram diferenças significativas no tamanho de partículas MX em relação ao material revenido. A microscopia eletrônica de transmissão revelou precipitados MX ancorando discordâncias em amostra retirada da seção tracionada do corpo de prova, mas também em sua cabeça de fixação, onde o material sofreu somente exposição ao calor (Figura 10). Três distribuições de tamanho de partícula foram encontradas, antes e após ensaio de fluência. Uma pequena diferença de tamanho foi verificada, com a ausência de partículas extremamente finas (menores que 15 nm) após fluência ou exposição ao calor. Não foram observadas, no entanto, quaisquer modificações na morfologia das partículas MX após o ensaio de fluência (PANAIT *et al.*, 2010).

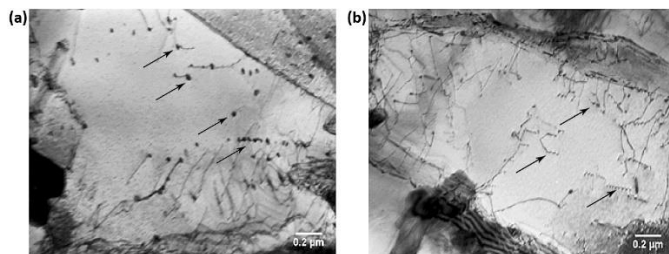


Figura 10 - Microestrutura de um aço P91 após ensaio de fluência, com carbonetos MX (indicados pelas setas) ancorando discordâncias na seção deformada (a) e na cabeça do corpo de prova (b). Figura adaptada de Panait *et al* (2010).

A resistência à fluência diminui à medida que a martensita evolui para uma microestrutura de subgrãos durante a fluência, podendo ocorrer o crescimento e/ou dissolução de precipitados, e diminuição da densidade de discordâncias. A evolução dos mecanismos de resistência à fluência até a ruptura, pode ser observada na Figura 11. Nos instantes iniciais da fluência surge um regime de alta tensão, onde a deformação é controlada pelos limites de escoamento elástico e/ou de

resistência. Com o avanço da fluência é estabelecido um regime de média tensão, ocorrendo uma rápida deterioração da resistência à fluência. Nesta região o tempo de ruptura passa a ser altamente dependente da estabilidade da microestrutura, razão pela qual elementos de liga como W e Mo desempenham importante papel na redução da evolução microestrutural. Por fim no regime de baixa tensão, a resistência da matriz controla a deformação. Neste regime foi verificado comportamento semelhante na resistência à fluência para diversos aços, independente da composição química ou da microestrutura inicial (KIMURA et al., 1997, 2010).

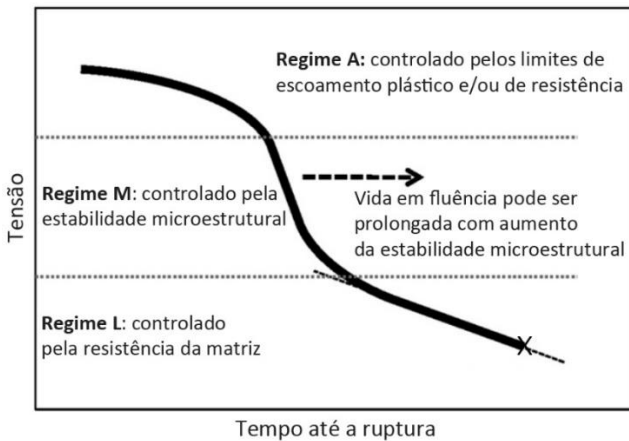


Figura 11 - Evolução dos mecanismos de resistência à fluência, onde regime “A” refere-se à alta tensão; “M” à média tensão, e “L” à baixa tensão. Figura adaptada de Kimura *et al*, 2010.

## 2.4 FLUÊNCIA

A fluência pode ser descrita como uma deformação plástica dependente do tempo, ocorrendo sob tensão abaixo do limite de escoamento do material. Embora a fluência possa ocorrer em qualquer temperatura, tradicionalmente é associada a lentas deformações em altas temperaturas, onde a elevada difusão acelera o processo. A taxa com que a fluência avança depende da magnitude da força aplicada, do tempo e da temperatura. Sua ocorrência é mais acentuada em aços ao carbono ou ligados cuja temperatura de trabalho seja igual ou acima de  $0,4 T_m$ , sendo  $T_m$  a temperatura de fusão do material na escala Kelvin. Alguns materiais cristalinos, no entanto, podem sofrer fluência em temperaturas tão baixas quanto  $0,25 T_m$  (ABE; KERN; VISWANATHAN, 2008; GIBELING, 2000).

Conhecer o comportamento do material em fluência permite prever sua vida em serviço, sendo fundamental no projeto de componentes mecânicos de usinas termelétricas, na indústria química e de refino de petróleo, entre outras. A fluência pode ser estudada por meio de um teste onde é mantida uma carga ou tensão constante, em temperatura também constante. Como resultado, obtém-se uma curva da deformação sob fluência ( $\epsilon$ ) em função do tempo ( $t$ ), para uma determinada carga ou tensão aplicada (GIBELING, 2000).

Nos primeiros instantes do teste de fluência, uma deformação inicial é observada em curto espaço de tempo (Figura 12). Este primeiro estágio se encerra com uma taxa de deformação decrescente, resultante do encruamento promovido. O segundo estágio é mais longo, tendo uma taxa de deformação constante. Nesta fase ocorre um equilíbrio entre os processos de encruamento e de recuperação, resultando na menor taxa de fluência. Esta é a taxa mais amplamente empregada como medida da resistência do material à fluência, pois domina a maior parte do processo. Com o avanço da deformação, os danos à microestrutura se acumulam, aumentando novamente a taxa de deformação. Este terceiro e último estágio leva à estricção, resultando em falha ou ruptura do corpo de prova (ABE; KERN; VISWANATHAN, 2008).

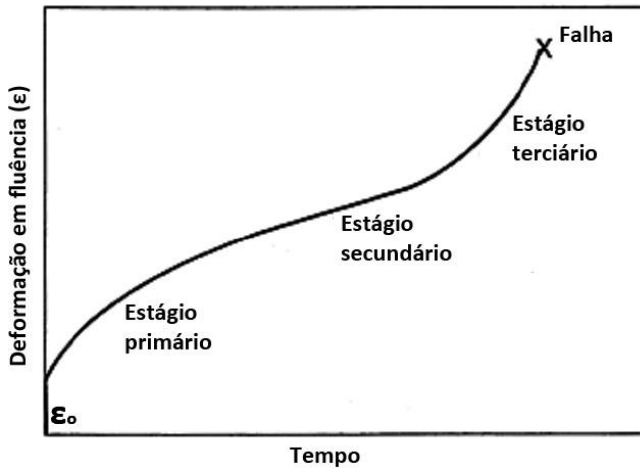


Figura 12 – Representação dos estágios de fluência em função da taxa de deformação e do tempo, para um aço resistente à fluência ideal (Figura adaptada de Gibeling, 2000).

Em alguns casos, o segundo estágio de fluência pode estar ausente, com o terceiro estágio iniciando-se imediatamente após o primeiro. Nesta situação, a taxa mínima de fluência é apenas pontual, não sendo observada uma taxa constante. A existência deste ponto se deve ao equilíbrio entre os processos de recuperação ao fim do primeiro estágio e de encruamento do terceiro estágio. O aumento da tensão e da temperatura também podem influenciar na forma da curva de fluência (Figura 13), reduzindo o tempo de ruptura e a extensão do segundo estágio, mas aumentando o alongamento total (ABE; KERN; VISWANATHAN, 2008).

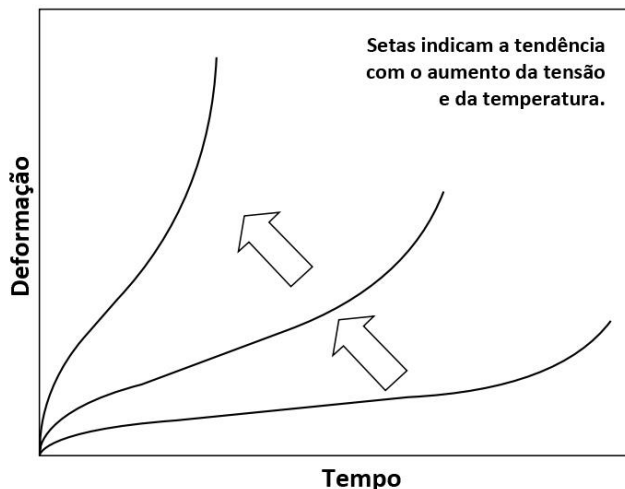


Figura 13 - Representação esquemática das curvas de fluência variando-se tensão e temperatura. Figura adaptada de Abe, Kern e Viswanathan, 2008).

Os mecanismos de deformação em fluência podem ser melhor compreendidos através de diagramas tensão vs. temperatura, obtidos através de um grande número de ensaios em laboratório. Tais diagramas, observados na Figura 14, são conhecidos como mapas de mecanismos de deformação, permitem observar o predomínio de cada mecanismo durante a fluência. Os mapas são construídos a partir da tensão normalizada  $\sigma/G$  (onde  $G$  é o módulo de cisalhamento), da temperatura normalizada em relação à temperatura de fusão ( $T/T_m$ ) e da taxa de fluência, apresentando áreas dominadas pelos mecanismos de deslizamento de discordâncias, escalagem de discordâncias e fluência por difusão (de volume ou em contorno de grão) (RIEDEL, 1987).

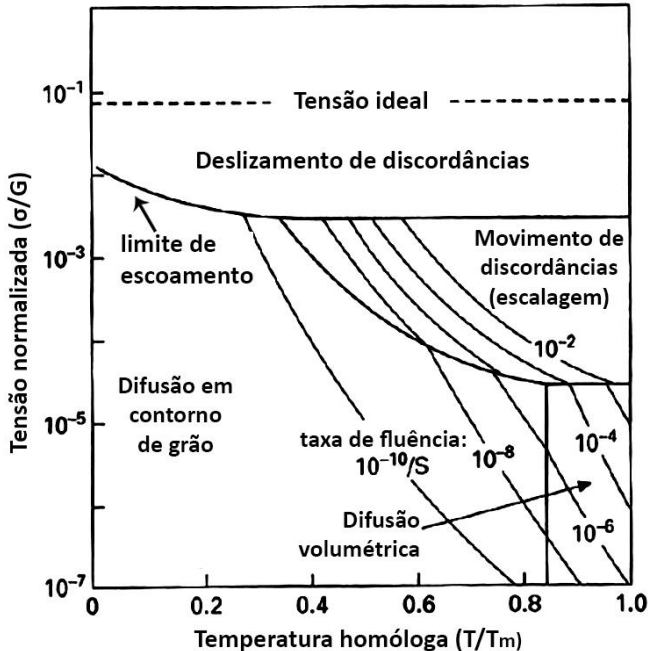


Figura 14 - Mapa esquemático de mecanismos de deformação para um aço resistente à fluência. Figura adaptada de Riedel, 1987.

Durante o ensaio, ao aplicar tensões moderadas ( $\sigma/G < 10^{-4}$ ), ocorre fluência por difusão. Dois mecanismos são considerados neste caso, conforme Figura 15: difusão volumétrica (mecanismo de Nabarro-Herring), em que ocorre alongamento dos grãos no sentido da tração pelo movimento de lacunas; e difusão através de contornos de grão (mecanismo de Coble), em que átomos movimentam-se ao longo dos contornos no sentido de tração. A difusão de volume tem baixa dependência da tensão e predomina em altas temperaturas, apresentando redução na taxa de fluência com o aumento do tamanho de grão. Já a difusão através de contornos de grão predomina em temperaturas mais baixas, possuindo dependência elevada com o tamanho de grão (MEYERS; CHAWLA, 2009).



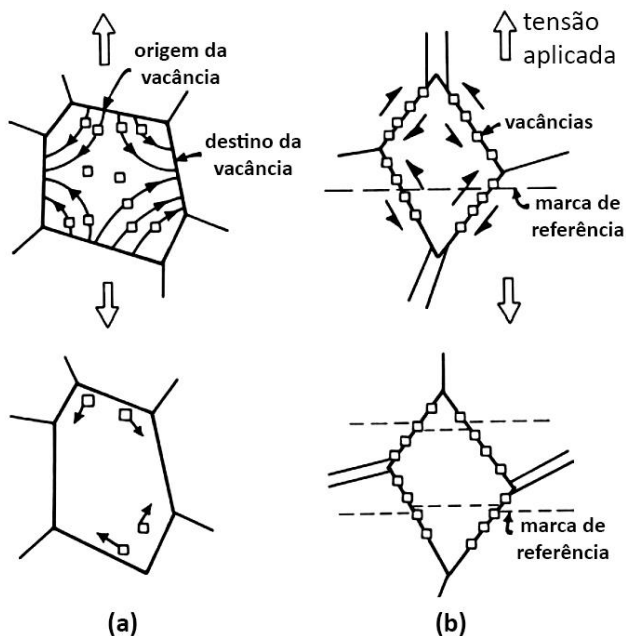


Figura 15 - Mecanismos de fluência por difusão: (a) Nabarro-Herring; (b) Coble. Figura adaptada de Meyers e Chawla, 2009.

Para tensões normalizadas mais elevadas ( $10^{-4} < \sigma/G < 10^{-2}$ ), é observada fluência por movimentação de discordâncias por escalagem (Figura 16). Baseando-se no modelo de Orowan (1948), Weertman propôs em 1955 a existência de barreiras que dificultam a deformação plástica. Estes obstáculos, conhecidos como barreiras de Cottrell-Lomer, são constituídas pelo encontro de discordâncias com um plano de deslizamento que se cruzam e reagem entre si, formando uma nova discordância, que é imóvel neste plano de deslizamento. As discordâncias são imobilizadas por estes obstáculos, que precisam ser contornados. A taxa de fluência, neste caso, relaciona-se com a taxa com que as discordâncias conseguem vencer tais barreiras (MEYERS; CHAWLA, 2009; WEERTMAN, 1957).

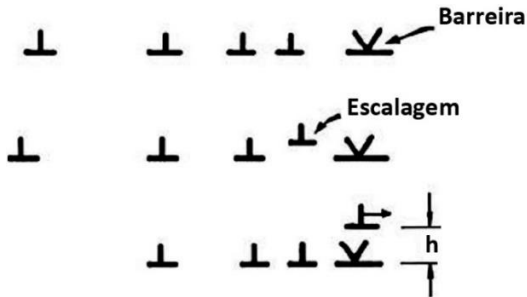


Figura 16 - Superação de barreiras por escalagem, de acordo com a teoria de Weertman. A altura  $h$  representa a proporção da força repulsiva do obstáculo (Figura adaptada de Meyers e Chawla, 2009).

Para tensões normalizadas ainda mais elevadas ( $\sigma/G > 10^{-2}$ ) o modelo de fluência por movimentação de discordâncias por escalagem deixa de ser efetivo. Passa a predominar o modelo de deslizamento de discordâncias (Figura 17), que não depende de difusão. Este comportamento foi observado por Kestenbach *et al* (1978), sendo o mesmo modo de deformação observado à temperatura ambiente. Nele ocorre mudança na forma de subgrãos equiaxiais para subgrãos alongados, ao ser aplicada uma tensão crítica (KESTENBACH; KRAUSE; SILVEIRA, 1978; MEYERS; CHAWLA, 2009).

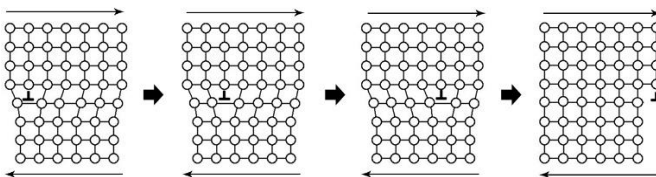


Figura 17 - Representação do modelo de deslizamento de discordâncias, ocorrendo a propagação das mesmas para a direita até a superfície do material (Figura adaptada de Davis e Reynolds, 1996).

No estudo da ruptura por fluência de um aço 9Cr1Mo (ASTM P91) a 650 °C e 200 MPa, Shrestha *et al* (2013) observaram a movimentação de discordâncias por escalagem como mecanismo de fluência dominante, com a aplicação de tensões de tração elevadas. Ao aplicar baixas tensões, no entanto, a difusão volumétrica foi o mecanismo atuante. A fractografia revelou em ambos os casos uma superfície formada por microcavidades facetadas, resultado de um modo de fratura transgranular. Verificou-se ainda que a causa principal da fratura por fluência foi a degradação da microestrutura, que levou à nucleação, crescimento e coalescimento de microcavidades (SHRESTHA *et al.*, 2013).

#### 2.4.1 Equivalência entre tração a quente e fluência

Com o intuito de avaliar o desempenho de um material em fluência, diversas relações paramétricas foram desenvolvidas. O parâmetro de Larson-Miller (PLM) é frequentemente empregado para prever o tempo de vida de ligas metálicas sob tensão, em diferentes condições de tempo e temperatura. Expressado por meio da equação (1), onde  $C$  é uma constante específica do material,  $t$  é o tempo até a ruptura em horas e  $T$  é a temperatura em Kelvin, pode-se com o PLM obter curvas para o estudo do comportamento do material em fluência. Diferentes valores da constante  $C$  são empregados, variando usualmente entre 10 a 40, para diferentes ligas metálicas. O valor de  $C = 20$  foi inicialmente proposto para aços com baixo teor de elementos de liga e aços C-Mn. Em aços inoxidáveis com 9% de cromo, verificou-se que o valor de  $C$  situa-se próximo a 30 (VISWANATHAN, 1995).

$$PLM = T(C + \log t) \quad (1)$$

Para a compreensão dos resultados de fluência pode-se produzir curvas de  $\log(\sigma_R) \times \log(t_r)$ , onde  $\sigma_R$  é a tensão de ruptura, e  $t_r$  o tempo de ruptura, para cada temperatura de ensaio (Figura 18 a). Com o uso do parâmetro de Larson-Miller, as curvas podem ser combinadas em uma única curva de referência  $\log(\sigma_R) \times PLM$  (Figura 18 b), permitindo a interpolação e extrapolação dos resultados (SANTOS, 2007).

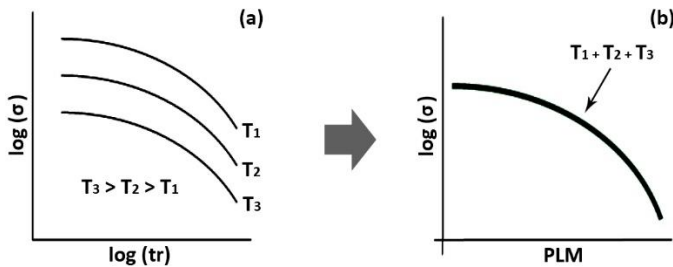


Figura 18 – Em (a) curvas  $\log(\sigma) \times \log(t_r)$ , onde  $t_r$  é o tempo de ruptura do material em fluência, e em (b) uma única curva  $\log(\sigma) \times PLM$ . Figura adaptada de Santos, 2007.

Com o intuito de prever o comportamento do material em fluência a partir de ensaios de tração a quente, Bueno e Sobrinho (2012) realizaram estudos com diversas ligas. Estes ensaios possuem curta duração, levando entre minutos e horas para serem completados, em contraste com períodos que vão de semanas a meses para os testes de fluência. Para que a equivalência fosse possível, foram elaborados critérios onde são considerados o limite de resistência, o tempo necessário para que o mesmo ocorra no ensaio de tração, e a taxa de deformação total (BUENO; SOBRINHO, 2012; BUENO, 2005), definidos a seguir:

- i) A taxa de deformação empregada no ensaio de tração equivale à taxa mínima de deformação em fluência;
- ii) O limite de resistência obtido no teste de tração é equivalente à tensão aplicada no ensaio de fluência;

- iii) O tempo necessário para ocorrer a tensão máxima no ensaio de tração equivale ao tempo de ruptura nos testes de fluência.

Durante o ensaio de tração, a tensão máxima é obtida no início da estricção. No ensaio de fluência este fenômeno é equivalente à condição de instabilidade observada próximo do tempo de ruptura da amostra. Após numerosos ensaios de tração a quente e fluência no aço 2,25Cr-1Mo, Bueno e Sobrinho (2004) mostraram que os critérios estabelecidos eram válidos para o aço baixa liga estudado (BUENO, 2005; SANTOS, 2007). O conceito de equivalência entre resultados de tração a quente e fluência foi empregado em ensaios realizados entre as temperaturas de 500 e 700 °C, revelando elevada correlação ao empregar o parâmetro de Larson-Miller (Figura 19), quando respeitados os critérios para conversão dos dados (BUENO; SOBRINHO, 2012). Moreto *et al* (2011) também analisaram a equivalência entre resultados de tração a quente e fluência na liga Kanthal A1 (Fe22Cr5,8Al), para ensaios realizados entre às temperaturas de 600 e 800 °C. Utilizando velocidades de tração de 0,01, 0,14 e 5,0 mm/min a 600 °C, e de 0,14 e 5,0 mm/min a 800 °C, foram comparados os resultados obtidos aos de ensaios de fluência para tempos entre 10 e 1700 h (Figura 20). Foi observada forte correlação entre os mesmos utilizando o parâmetro de Larson-Miller, mostrando a eficácia do método também em um material altamente ligado (MORETO *et al.*, 2011).

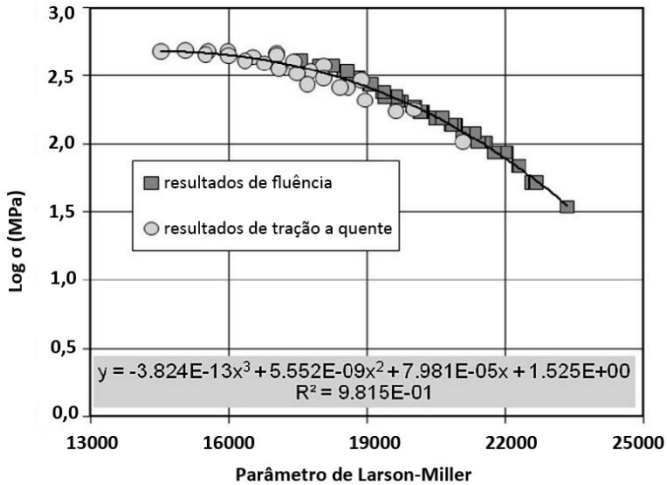


Figura 19 - Resultados de fluência e de tração a quente comparados segundo critérios de equivalência, utilizando o parâmetro de Larson-Miller, onde  $y$  é o modelo polinomial da curva de correlação, e  $R^2$  seu coeficiente de determinação. Figura adaptada de Sobrinho e Bueno, 2014.

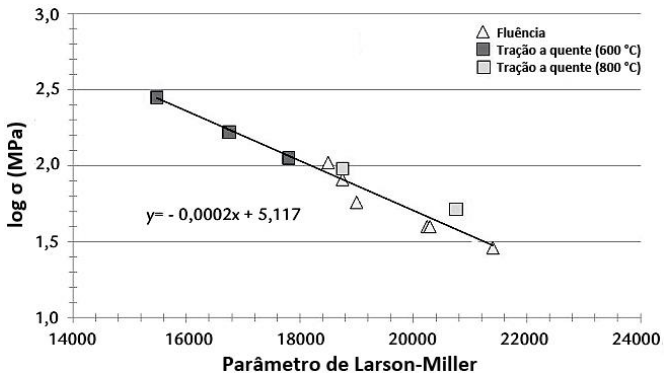


Figura 20 - Resultados de fluência e de tração a quente comparados segundo critérios de equivalência, utilizando o parâmetro de Larson-Miller, onde  $y$  é o modelo da reta de correlação. Figura adaptada de Moreto *et al* (2011).

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

O material estudado foi um aço X22CrMoV12-1, especificado pela norma EN 10269. Sua microestrutura é obtida através de laminação a quente, seguida de têmpera e revenido. No material recebido foi realizada a austenitização plena por 30 minutos, na faixa de temperatura necessária para a solubilização dos principais precipitados do aço, seguida de resfriamento em óleo à temperatura ambiente. Após a têmpera as amostras foram revenidas em três temperaturas diferentes, sendo caracterizadas e submetidas a ensaios de tração a frio e a quente. Ao fim dos ensaios suas microestruturas foram novamente analisadas, conforme fluxograma (Figura 21).

Ensaio para determinação da composição química foram realizados em dois diferentes equipamentos de espectrometria de emissão óptica (OES) da marca Spectro, modelos MAXx M e Spectrolab 1485/87. Os resultados foram comparados, e os valores médios de porcentagem em massa obtidos são apresentados na Tabela 3. Para a obtenção das temperaturas de transição  $\alpha/\gamma$ , de formação de precipitados, e de início e fim de formação da martensita, foi realizado ensaio de dilatometria.

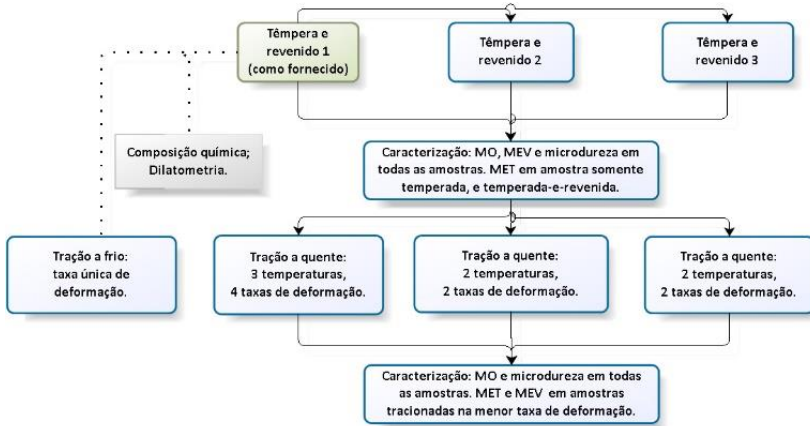


Figura 21 - Fluxograma de ensaios e de caracterização do aço X22CrMoV12-1.

Tabela 3 - Composição obtida por espectrometria de emissão óptica do aço X22CrMoV12-1, e valores mínimos e máximos da norma EN 10269.

	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	V
% massa	0,26	0,35	0,023	0,010	0,35	0,38	11,064	0,91	0,239
Mín. Norma	0,18	0,40	-	-	-	0,30	11,000	0,80	0,250
Máx. norma	0,24	0,90	0,025	0,0150	0,50	0,80	12,500	1,20	0,350

### 3.1 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Os tratamentos térmicos utilizados consistiram em austenitização a 1030 °C por 0,5 h, têmpera em óleo (ISO 46, para os tratamentos realizados em laboratório), revenido nas temperaturas pré-determinadas por 2,0 h e resfriamento ao ar estático, conforme Figura 22. Em razão do interesse em controlar a formação de precipitados, e em verificar diferenças na morfologia da martensita revenida, nos ciclos térmicos variou-se somente a temperatura de revenido. O primeiro ciclo



térmico refere-se ao estado de fornecimento do material, com revenido realizado a 690 °C. O segundo e terceiro tratamentos tiveram temperaturas de revenido de 660 °C e 740 °C, respectivamente. Todos os tratamentos foram realizados em um forno Jung 3012, com variação de temperatura de  $\pm 1$  °C.

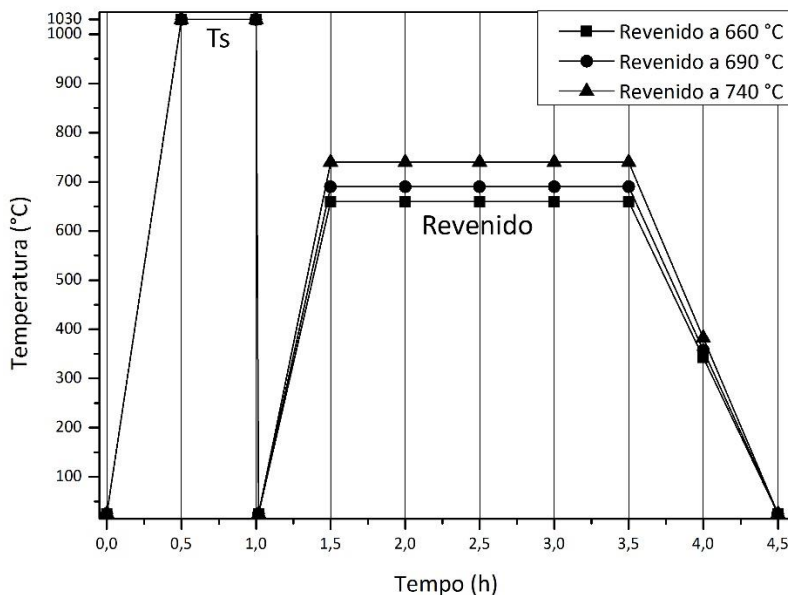


Figura 22 – Representação esquemática dos ciclos térmicos utilizados no aço X22CrMoV12-1, onde  $T_s$  corresponde à temperatura de solubilização de 1030 °C. Nos tratamentos térmicos variou-se somente a temperatura de revenido.

### 3.2 DILATOMETRIA

Para a obtenção das temperaturas de transformação  $\alpha/\gamma$  e  $\gamma/\alpha'$ , e da temperatura de início de precipitação no aço, foi realizado ensaio de dilatometria no equipamento Netzsch DIL 402-C. Foi utilizado um

sistema de fluxo de gás composto por 95% de argônio e 5% de hidrogênio. Além de evitar a oxidação da superfície do material, a atmosfera empregada possibilita rápida transferência de calor entre a amostra e o gás.

A amostra utilizada no ensaio foi usinada em corpos de prova cilíndricos, com diâmetro de 6 mm e comprimento de 10 mm. O ciclo empregado consistiu em aquecimento até 1030 °C a uma taxa de 10 °C/min, permanência nesta temperatura por 0,5 h, e resfriamento a 20 °C/min até a temperatura ambiente.

### 3.3 TRAÇÃO A FRIO E A QUENTE

Foram realizados ensaios de tração a frio em todas as amostras revenidas, empregando uma máquina universal de ensaios mecânicos Instron 300LX-J3, conforme Figura 23, utilizando uma célula de carga de 300 kN. Foi utilizada a norma ASTM E8-13, sendo obtidas propriedades mecânicas do aço X22CrMoV12-1, tais como limites de escoamento (LE), de resistência (LR) e alongamento total. A representação esquemática das propriedades mecânicas em uma curva tensão *versus* deformação típica pode ser vista na Figura 24. Foram ensaiados três corpos de prova para cada condição de tratamento térmico, obtendo-se médias e desvios-padrão.



Figura 23 – Fotografia mostrando a máquina universal de ensaios mecânicos Instron 300LX-J3, em operação de ensaio a frio.

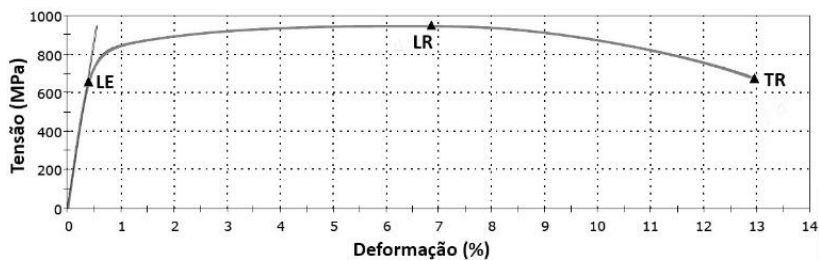


Figura 24 - Curva típica tensão versus deformação, obtida em ensaio de tração do aço X22CrMoV12-1, onde LE é o limite de escoamento, LR é o limite de resistência, e TR é a tensão de ruptura.

Devido às condições reais de trabalho do material em turbinas a vapor, o ensaio de tração também foi realizado a quente, utilizando uma câmara de aquecimento por resistência elétrica acoplada ao equipamento. Este teste segue os padrões básicos do ensaio executado à temperatura ambiente, sendo adotada a norma ASTM E21-09, específica para ensaios de tração a quente. Os testes em alta temperatura foram realizados em dois equipamentos diferentes, para que o cronograma fosse cumprido em prazo hábil, uma vez que o equipamento adquirido através do projeto para o laboratório sofreu atrasos em sua instalação. Desta forma, o material revenido a 690 °C foi ensaiado na empresa STM – Sistemas de Testes em Materiais, em São Carlos – SP, utilizando a máquina universal de ensaios Time WDW-100E, com célula de carga de 100 kN. Os materiais revenidos às temperaturas de 660 e 740 °C foram testados no laboratório LABCONF, na Universidade Federal de Santa Catarina, em Florianópolis – SC, empregando uma máquina universal de ensaios Instron 300LX-J3, com célula de carga de 300 kN. Foi ensaiado um único corpo de prova em ensaios a quente para cada condição de teste, devido à quantidade limitada de material disponível. Para os ensaios realizados a frio, foram utilizados três corpos de prova para cada condição de teste.

Para os ensaios realizados a temperatura ambiente foram adotadas medidas proporcionais ao padrão de corpos de prova reduzidos, com comprimento útil de 75 mm, diâmetro interno de 12,5 mm e cabeça com rosca M18, de 18 mm de diâmetro. Para os ensaios conduzidos a quente, dois padrões foram empregados, de acordo com as capacidades dos diferentes equipamentos de tração utilizados. Desta forma nos ensaios a quente realizados no LABCONF utilizou-se o padrão com comprimento útil de 38 mm, diâmetro interno de 6,0 mm e cabeça com rosca M10, de 10 mm de diâmetro. Nos ensaios realizados na empresa STM foi utilizado o padrão com comprimento útil de 50 mm, diâmetro interno de 8,0 mm e cabeça com rosca M16, de 16 mm de diâmetro.

Nos testes à temperatura ambiente a determinação do alongamento total foi realizada através de marcas com 50 mm de distância entre si, feitas antes da realização do ensaio. Após o rompimento dos corpos de prova, os mesmos foram resfriados ao ar estático, até a temperatura ambiente. A distância entre as marcas foi novamente medida, sendo a variação dividida pelo comprimento inicial.

Nos ensaios realizados a quente a aferição foi realizada na extensão total do comprimento útil, pela impossibilidade de se reter a marcação em altas temperaturas. As amostras para caracterização após tração foram retiradas a 10 mm da seção de rompimento do corpo de prova (Figura 25).

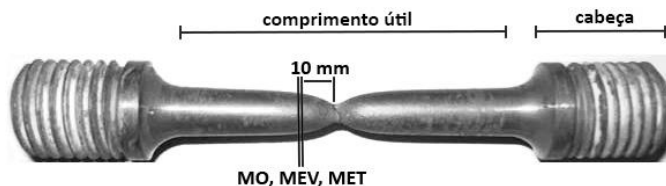


Figura 25 – Fotografia mostrando um corpo de prova de tração após ensaio a quente, com seção de retirada de amostras para caracterização indicada na imagem.

O aço foi tracionado à temperatura ambiente utilizando uma única taxa de deformação (0,5 mm/min), sendo realizadas observações a cada 0,5 s e geradas curvas tensão *versus* deformação. Nos ensaios realizados a quente, a carga foi aplicada somente após a estabilização da temperatura do corpo de prova por 15 minutos, para que o aquecimento fosse efetivo ao longo de todo o material. Foram utilizadas as taxas de deformação de 5; 0,5; 0,05 e 0,005 mm/min, e as temperaturas de 500, 550 e 600 °C. As condições empregadas nos ensaios de tração a frio e a quente resumidas podem ser observadas na Tabela 4.

Os resultados dos ensaios de tração foram comparados utilizando análise de variância. Foi adotado o nível de significância do teste de 5% ( $\alpha = 0,05$ ). Desta forma, ao estabelecer comparações que resultaram em um nível descritivo (p-valor) igual ou menor que o nível de significância adotado, considerou-se que as diferenças entre os resultados são significativas.

Tabela 4 – Condições de revenido (temperatura, tempo) e parâmetros do ensaio de tração (temperatura, velocidade) utilizados em testes a frio e a quente.

	Revenido T / t	Tração	
		T (°C)	V (mm/min)
Tração a quente	690 °C / 120 min	500	5
			0,5
			0,05
			0,005
		550	5
			0,5
			0,05
			0,005
		600	5
			0,5
			0,05
			0,005
660 °C / 120 min	550	0,5	
		0,005	
	600	0,5	
		0,005	
740 °C / 120 min	550	0,5	
		0,005	
	600	0,5	
		0,005	
Tração a frio	690 °C / 120 min	20	0,5
	660 °C / 120 min		
	740 °C / 120 min		

### 3.4 DUREZA

Foi realizado ensaio de dureza Vickers em todas as amostras, sendo empregado um microdurômetro Shimadzu HVM-2, de acordo com a norma ISO 14577-1. Foi aplicada a carga de 20 N, por 10 s. Foram realizadas 5 medidas em áreas aleatórias de cada amostra, sendo calculadas as médias e desvios-padrão.

### 3.5 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A microestrutura do aço X22CrMoV12-1 foi avaliada após tratamentos térmicos e tração a quente através de microscopia óptica, para todas as condições ensaiadas. Foram realizadas observações em microscopia eletrônica de varredura em amostras nas condições somente temperada, temperada e revenida a 690 °C, e revenidas às temperaturas de 660, 690 e 740 °C, após tração a quente. Os aços somente temperado e temperado e revenido a 690 °C foram analisados também através de microscopia eletrônica de transmissão.

#### 3.5.1 Microscopia óptica

Para revelar a microestrutura a ser observada em microscópio óptico, foi realizada preparação metalográfica convencional, por meio de lixamento até a aplicação de lixas de granulometria 1200, seguido de polimento com alumina de granulometria 0,3 µm. Foi realizado ataque de Bain-Villela, com reagente composto por 5 ml de ácido clorídrico, 1 g de ácido pícrico e 100 ml de metanol, com imersão das amostras por 150 segundos. A observação das microestruturas foi realizada em um microscópio óptico Olympus BX60M no LABCONF/UFSC, com imagens obtidas através câmera Leica EC3 e processada pelo software LAZ EZ 2.0.

### **3.5.2 Microscopia eletrônica de varredura**

Em adição à caracterização realizada com a microscopia óptica, para melhor observação da morfologia da martensita e a identificação de outras possíveis fases, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (MEV) JEOL JSM-6390LV, com resolução de 3,0 nm, no laboratório LCME/UFSC. A mesma preparação metalográfica utilizada na microscopia óptica foi adotada para o MEV. Foi empregada a tensão de aceleração de 15 kV, e obtidas imagens por elétrons secundários. No preparo foi utilizado recobrimento metálico com ouro da superfície das amostras previamente utilizadas para microscopia óptica, sendo registradas imagens em áreas aleatórias.

### **3.5.3 Microscopia eletrônica de transmissão**

Para a caracterização de precipitados finos, discordâncias e outros microconstituintes, foi empregado um microscópio eletrônico de transmissão (MET) JEOL JEM-1011 do laboratório LCME/UFSC, com tensão de 100 kV. O preparo consistiu no corte de amostras com espessura aproximada de 1 mm, seguido de lixamento até a espessura de 200  $\mu\text{m}$ . Foi realizado novo corte em círculos de 3 mm de diâmetro utilizando um punção circular, com novo lixamento até a espessura de 70 a 80  $\mu\text{m}$ . Em seguida foi realizado ataque eletrolítico, com uma solução de 950 ml de ácido acético e 50 ml de ácido perclórico, em um equipamento Struers TenuPol 5. Utilizou-se os parâmetros de tensão de 17 V, fluxo 13 e temperatura da solução de ataque de 10 °C. O tempo de ataque variou entre 60 e 90 segundos, até a obtenção de um furo na região central na amostra.

Após o preparo, as amostras foram analisadas no MET, sendo registradas imagens de campo claro das ripas de martensita, precipitados e discordâncias. Foi realizada também difração de elétrons, e obtidos campos escuros. O padrão de difração foi analisado, sendo medidas as distâncias interatômicas e identificadas as fases e seus



planos. Os precipitados, após identificados, foram medidos no diâmetro (para os carbonitretos esféricos MX) e no comprimento e largura (para os carbonetos elipsoidais  $M_{23}C_6$ ), com o software ImageJ 1.48. Foram realizadas 10 observações aleatórias nas imagens de MET para a determinação de tamanho de precipitados, sendo realizadas médias e desvios-padrão.

## **4. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **4.1 DILATOMETRIA**

Através da análise de dilatometria (Figura 26) foi identificada a inflexão que caracteriza a precipitação no aço X22CrMoV12-1, entre temperaturas de 661 °C e 691 °C. O início da austenitização ocorreu a 846 °C, e seu fim a 891 °C. No resfriamento, a inflexão na expansão linear indicou o início da formação da martensita a 278 °C, com seu fim a 121 °C. Esta análise permitiu nortear a escolha das temperaturas de revenido, onde duas das temperaturas do estudo selecionadas coincidem com o início e o fim da precipitação no material.

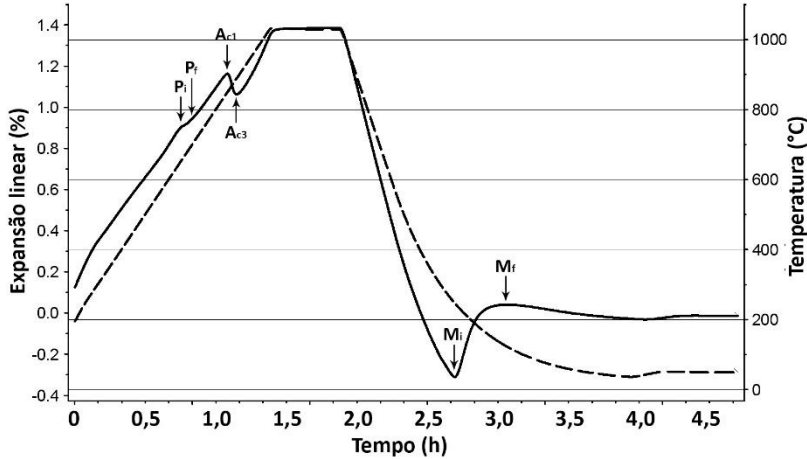


Figura 26 - Curva de dilatométrica do aço X22CrMoV12-1, indicando as temperaturas de início e fim da precipitação ( $P_i$  e  $P_f$ ), início e fim de formação da austenita ( $A_{c1}$  e  $A_{c3}$ ) e de início e fim de formação da martensita ( $M_i$  e  $M_f$ ). A linha contínua indica a expansão linear, e a linha tracejada a temperatura correspondente.

## 4.2 ANÁLISES APÓS TRATAMENTOS TÉRMICOS

### 4.2.1 Microestrutura

Análises de microscopia óptica (Figura 27) e eletrônica de varredura (Figura 28) revelaram no aço apenas temperado uma microestrutura martensítica. Nesta condição, grande parte do carbono está em solução sólida supersaturada. Os aços revenidos às temperaturas de 660 °C e 690 °C apresentaram ripas de martensita de morfologia similar, com blocos bem definidos. Amostras revenidas a 740 °C, no entanto, exibiram sinais de transformação da microestrutura, com carbonetos parcialmente esferoidizados e ripas coalescidas. Esta transformação, descrita por Yan *et al* (2013), é atribuída ao revenido realizado em temperatura elevada, onde a difusão do carbono é

acelerada, ativando processos que levam ao coalescimento de ripas e precipitados.

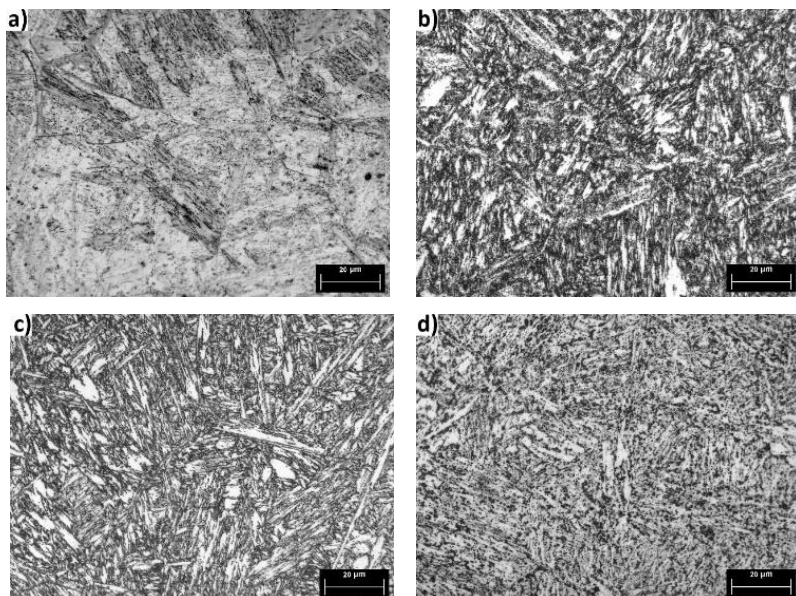


Figura 27 - Microscopia óptica mostrando microestrutura martensítica das amostras nas condições: a) somente temperada; b) revenida a 660 °C; c) revenida a 690 °C; d) revenida a 740 °C. Ataque de Bain-Villela.

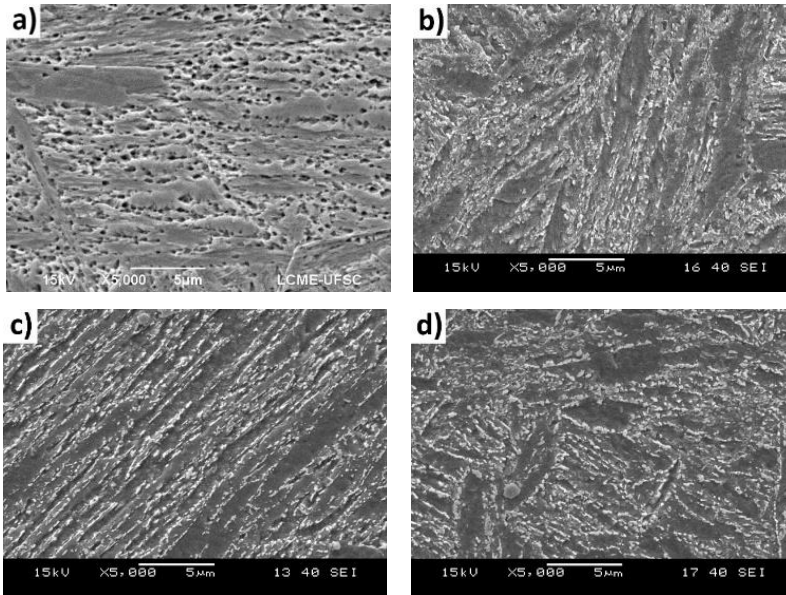


Figura 28 - Microscopia eletrônica de varredura da microestrutura martensítica de amostra somente temperada (a), e martensita revenida nas amostras revenidas a 660 °C (b), 690 °C (c) e 740 °C (d). Ataque de Bain-Villela.

Através de microscopia eletrônica de transmissão verificou-se que nas amostras somente temperadas (Figura 29) há elevada densidade de discordâncias, em razão das distorções cisalhantes impostas à rede pela transformação martensítica. Não foram observados precipitados nestas amostras, embora sua presença tenha sido mencionada no aço 12Cr1MoV temperado por Thomson e Bhadeshia (1992), e atribuído ao auto-revenido da martensita durante o resfriamento na têmpera (THOMSON; BHADESHIA, 1992).

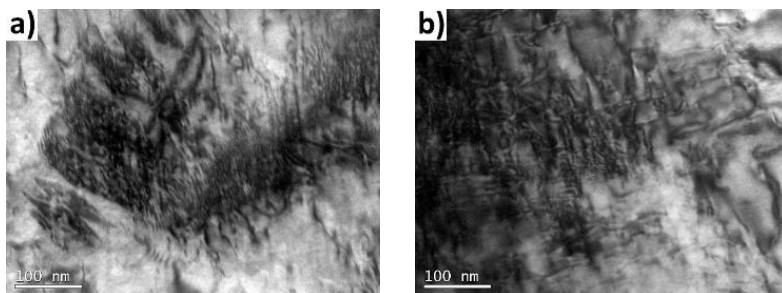


Figura 29 – Campo claro de MET de amostra após têmpera, onde a) e b) revelam elevada densidade de discordâncias na martensita não-revenida. Precipitados não foram observados.

A análise por MET do aço revenido a 690 °C revelou a presença de precipitados em elevada concentração em contornos de ripas de martensita, e em menor quantidade no interior de ripas (Figura 30 a). Estes precipitados foram identificados através de difração de elétrons como  $M_{23}C_6$  (Figura 30 b), e são formados preferencialmente em contornos de ripas devido à menor barreira energética para sua nucleação nestes locais. Adicionalmente, o coeficiente de autodifusão em geral é mais elevado nos contornos de grão do que em seu interior, permitindo a rápida migração de soluto para os núcleos de novas fases nos contornos (PRIESTER, 2013). A precipitação do carboneto  $M_{23}C_6$  no aço X22CrMoV12-1 revenido foi observada também por Panait *et al* (2010) e Yan *et al* (2013), dispersos em contornos de blocos, pacotes e ripas (PANAIT *et al.*, 2010; YAN *et al.*, 2013). A análise do padrão de difração permitiu ainda identificar a matriz martensítica (Figura 30 c).

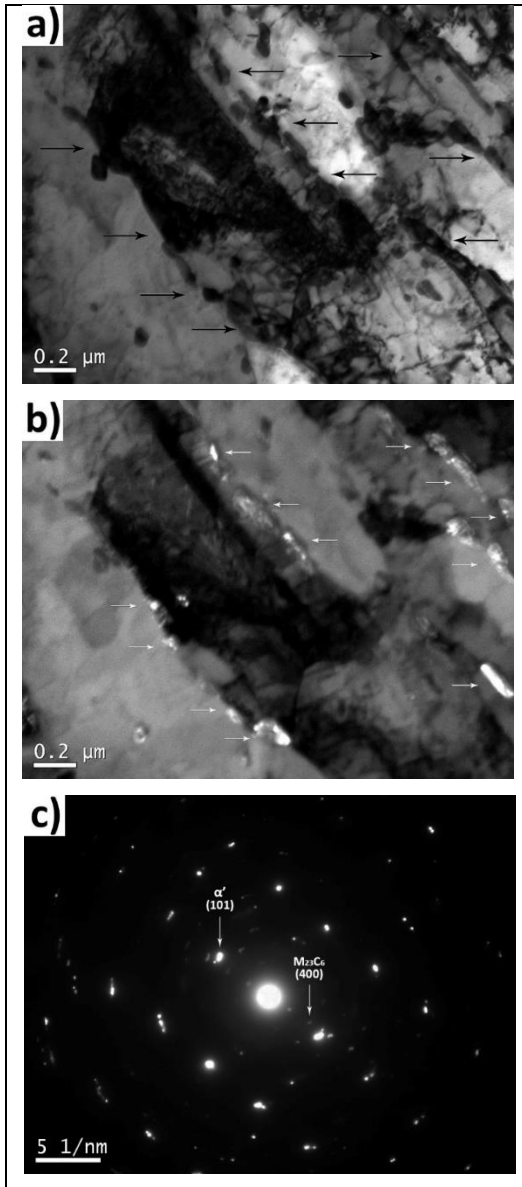


Figura 30 – Micrografia (MET) do aço revenido a 690 °C, indicando (a) carbonetos em contornos de ripas de martensita; (b) campo escuro de carbonetos  $M_{23}C_6$ ; (c) difração de elétrons da martensita ( $\alpha'$ ) e  $M_{23}C_6$ .

Nas amostras revenidas a 690 °C os precipitados  $M_{23}C_6$  foram observados ao longo de contornos de ripas de martensita (Figura 31 a), possuindo comprimento médio de  $172 \pm 27$  nm e largura de  $66 \pm 13$  nm. Foram observados também precipitados com diâmetro médio de  $5 \pm 1$  nm no interior das ripas (Figura 31 b) ao longo de discordâncias. O padrão de difração para estes carbonetos não foi obtido, mas de acordo com o tamanho, morfologia e composição do aço, podem ser caracterizados como carbonitretos MX. Tais carbonetos foram identificados também por Zheng-Fei (2003), Panait *et al* (2010), Fournier *et al* (2011) e Shrestha (2013), possuindo as mesmas características morfológicas observadas.

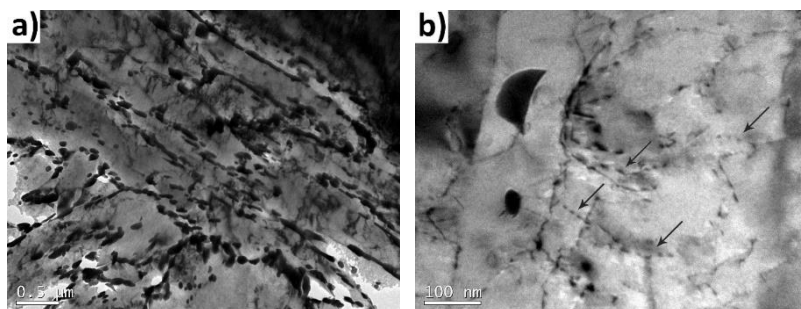


Figura 31 – Campos claros de MET de amostras revenidas a 690 °C: a) carbonetos  $M_{23}C_6$  ao longo de contornos de ripas de martensita; b) possíveis carbonetos MX em discordâncias no interior de ripas, indicados pelas setas.

#### 4.2.2 Propriedades mecânicas

A dureza Vickers do aço em função dos tratamentos térmicos é mostrada na Figura 32. A análise destes resultados revelou que a maior dureza do material foi obtida com a temperatura de revenido de 660 °C (309 HV). A dureza decaiu de forma aproximadamente linear ao empregar as temperaturas de revenido de 690 °C (282 HV) e 740 °C (260 HV). Todos os valores de dureza obtidos são apresentados no Anexo B.

Resultados de tração a frio repetiram o comportamento de queda de resistência mecânica com o aumento da temperatura de revenido. As tensões de limite de escoamento (Figura 33) e de resistência (Figura 34) apresentaram redução com a elevação da temperatura de revenido, com perdas de menor grandeza sendo observadas entre os aços revenidos a 660 e 690 °C, ocorrendo reduções de 3,99% e 2,04% nos limites de escoamento e de resistência, respectivamente. As amostras revenidas a 740 °C apresentaram decréscimos de 25,92% e 17,69% nos valores de LE e LR, em relação ao material revenido à temperatura mais baixa. Esta queda mais acentuada pode ser atribuída à evolução microestrutural da martensita, conforme observou-se na microscopia do aço revenido a 740 °C, onde o coalescimento de carbonetos e das ripas resultaram em redução de resistência mecânica (SAWADA *et al.*, 2003).

O alongamento total do material (Figura 35) registrou aumentos aproximadamente lineares com elevação da temperatura de revenido, acentuando a ductilidade do material.

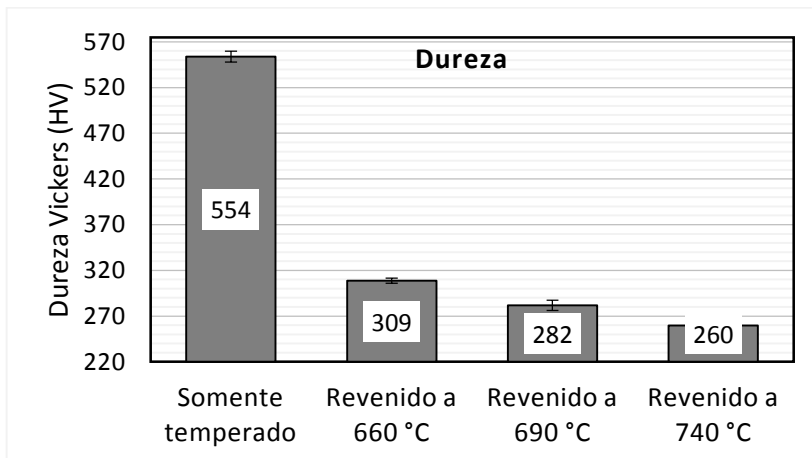


Figura 32 - Resultados de dureza Vickers, em amostra somente temperada e em amostras revenidas a diferentes temperaturas. Barras indicam o desvio padrão.



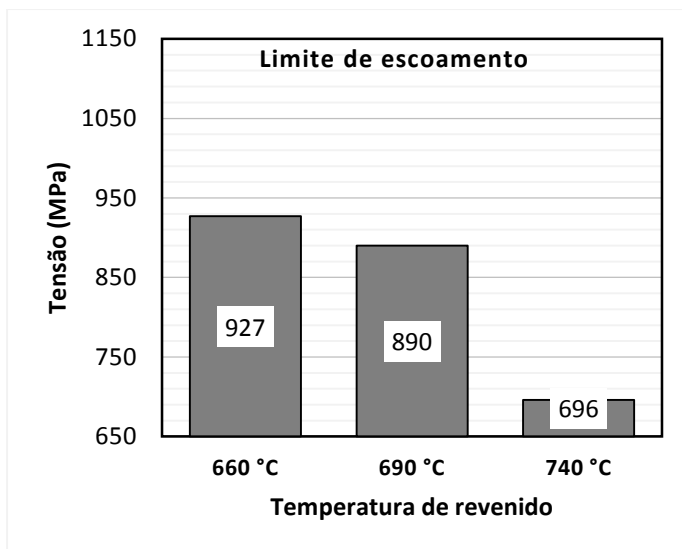


Figura 33 - Resultados de limite de escoamento obtidos em ensaio de tração a frio, para amostras revenidas a diferentes temperaturas.

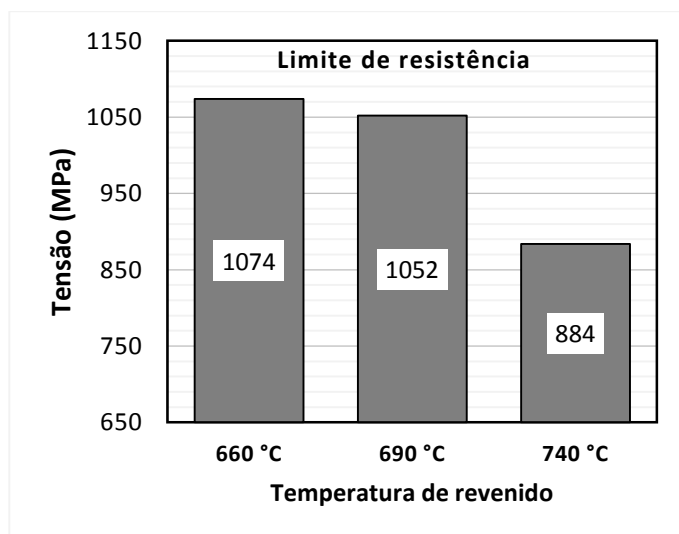


Figura 34 - Resultados de limite de resistência obtidos em ensaio de tração a frio, para amostras revenidas a diferentes temperaturas.

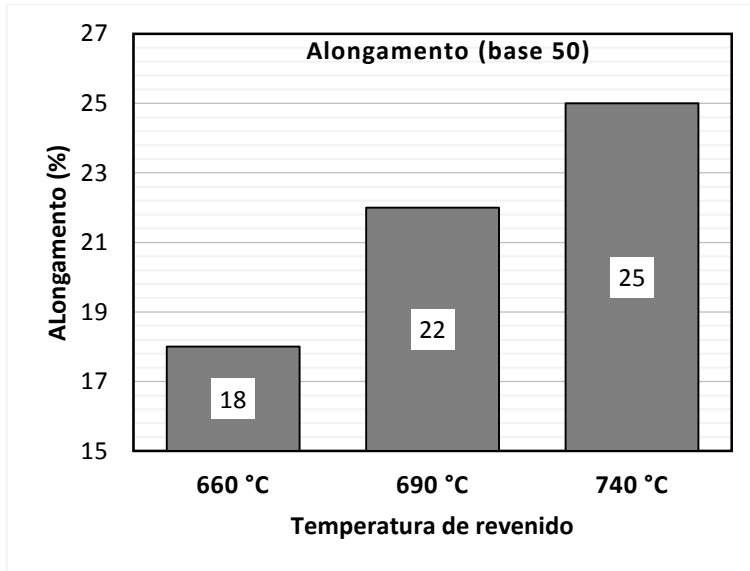


Figura 35 - Resultados de alongamento total obtidos em ensaio de tração a temperatura ambiente, para amostras revenidas a diferentes temperaturas. Base de medida utilizada: 50 mm.

### 4.3 ANÁLISES APÓS TRAÇÃO A QUENTE

#### 4.3.1 Microestrutura

Análises de microscopia óptica após tração a 550 °C (Figura 36) e 600 °C (Figura 37), não revelaram o efeito da temperatura de revenido na microestrutura. A variação da taxa de deformação também não produziu diferenças significativas na microestrutura, em relação ao material não-tracionado. O mesmo resultado foi obtido por Eggeler (1989) no aço X22CrMoV12-1, sendo atribuído à elevada estabilidade microestrutural e ao curto tempo de exposição à temperatura sob tensão (109 h a 600 °C). O aço estudado neste trabalho foi exposto às temperaturas de tração a quente por períodos de 20 a 26 h, insuficientes para fossem observadas diferenças microestruturais significativas por microscopia óptica, em relação ao material não-tracionado.

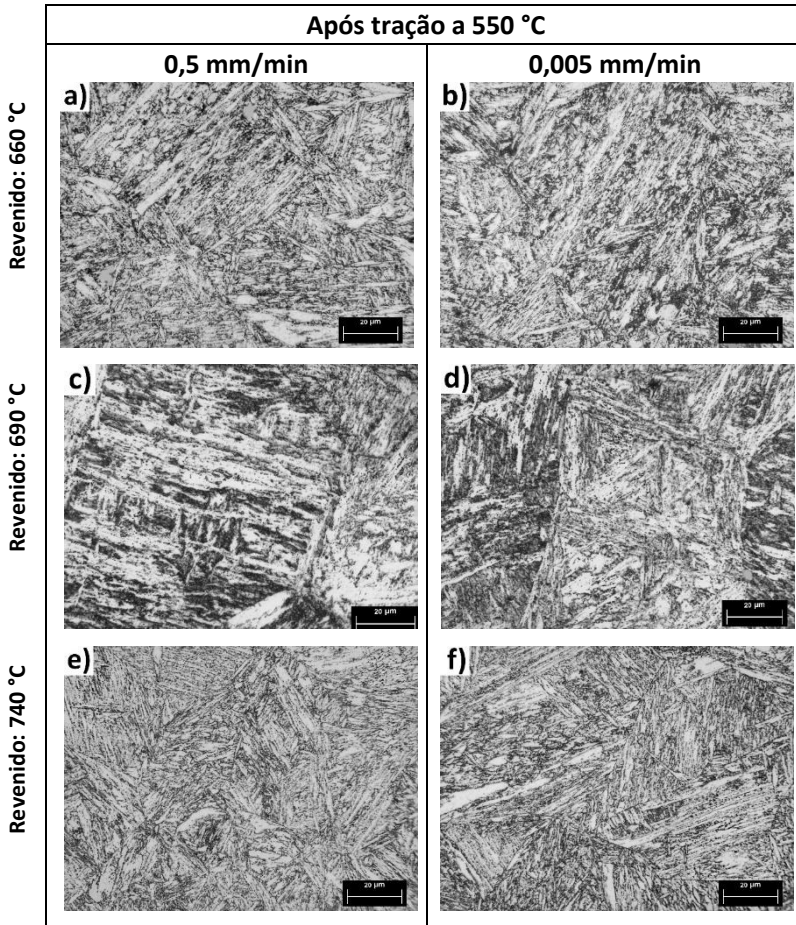


Figura 36 - Microscopia óptica de amostras revenidas às temperaturas de 660, 690 e 740 °C, após ensaio de tração a 550 °C, utilizando taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min. As amostras foram obtidas a 10 mm da seção fraturada. Ataque de Bain-Villela.

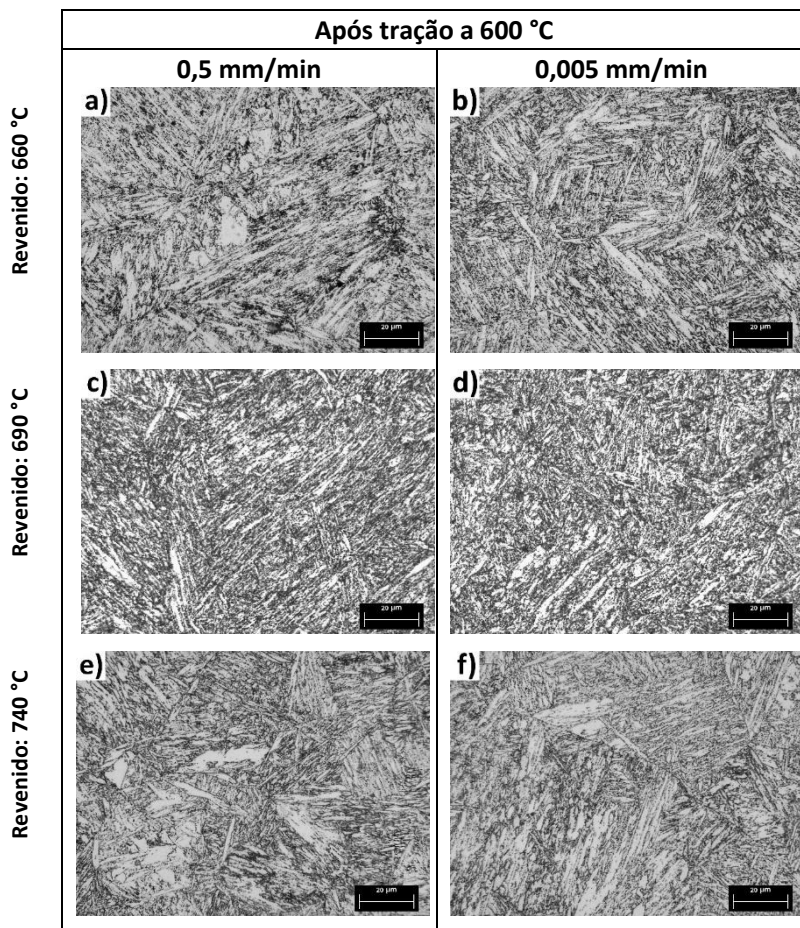


Figura 37 - Microscopia óptica de amostras revenidas às temperaturas de 660, 690 e 740 °C, após ensaio de tração a 600 °C, utilizando taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min. As amostras foram obtidas a 10 mm da seção fraturada. Ataque de Bain-Villela.

Ao serem observadas em MEV, as microestruturas dos aços revenidos a 660 e 690 °C tracionados a 0,005 mm/min a 500 °C (Figura 38) mostraram-se mais refinadas, apresentando ripas de menor largura em relação às observadas no aço revenido a 740 °C e ensaiado nas mesmas condições. No entanto, tais diferenças também foram notadas

no aço não-tracionado. Tal evolução microestrutural, portanto, não pode ser atribuída como resultado da tração a quente com a taxa de deformação empregada, e sim à temperatura de revenido empregada em tratamento prévio, como observado também por Eggeler (1989).

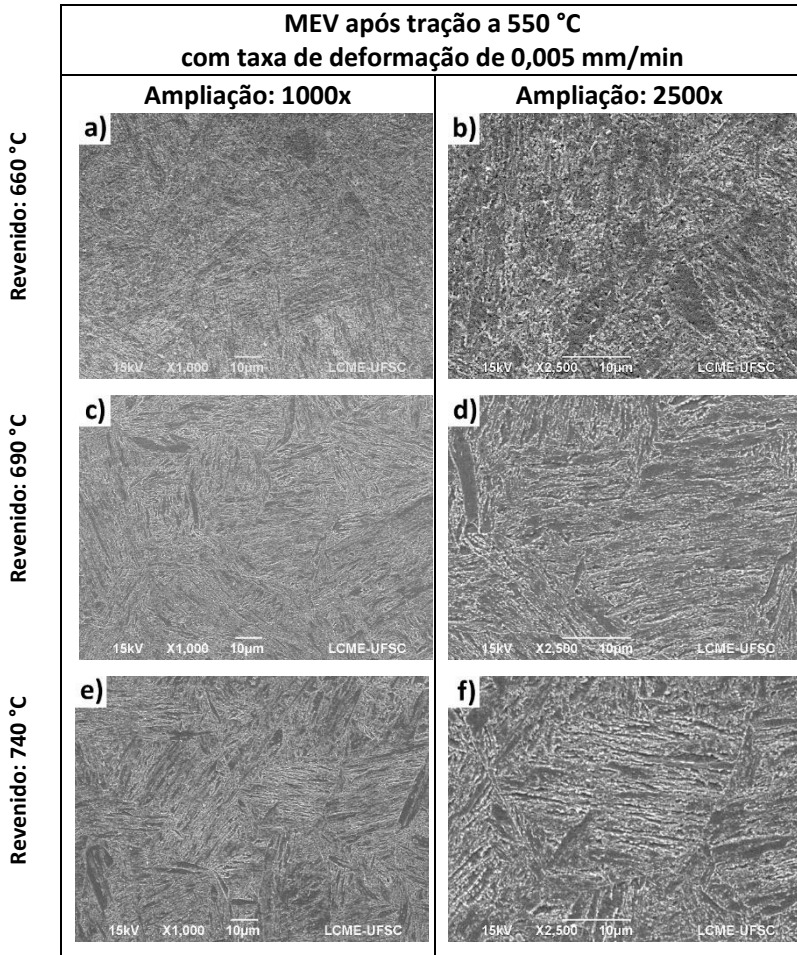


Figura 38 – Micrografia (MEV) de amostras revenidas às temperaturas de 660, 690 e 740 °C, após ensaio de tração a 550 °C, utilizando taxa de deformação de 0,005 mm/min. As amostras foram obtidas a 10 mm da seção fraturada. Ataque de Bain-Villela.

Nas análises de MET das amostras dos aços revenidos a 660, 690 e 740 °C e tracionados a 0,005 mm/min a 550 °C (Figuras 39 a 41) foram identificados precipitados  $M_{23}C_6$ , localizados sobretudo nos contornos de ripas de martensita. Os carbonetos não mostraram variação significativa de tamanho entre amostras apenas revenidas (172 nm de comprimento e 66 nm de largura) e revenidas e tracionadas (134-156 nm de comprimento e 62-67 nm de largura), em razão dos curtos tempos de revenido utilizados, insuficientes para ocasionar um coalescimento significativo destes carbonetos. Estudos de Aghajani *et al* (2009) mostram que o crescimento de carbonetos  $M_{23}C_6$  ocorre de forma lenta e contínua, tendo sido observado um aumento de 48% em seu comprimento após 140.000 h de exposição do aço a temperaturas entre 500 e 550 °C.

Foram observados também precipitados de menor tamanho (diâmetro médio de 13 nm) no interior de ripas após tração a quente, as quais foram identificadas como carbonitreto MX através de sua morfologia e tamanho, conforme trabalhos de Aghajani (2009), Panait *et al* (2010), Armaki *et al* (2011) e Yan *et al* (2013). Um pequeno coalescimento foi observado nestes carbonitreto MX em relação às amostras somente revenidas (690 °C), que apresentaram diâmetro médio de 5 nm. Este crescimento é atribuído ao estabelecimento da fração de equilíbrio às temperaturas de ensaio (550-600 °C) (GHASSEMI ARMAKI *et al.*, 2011; PANAIT *et al.*, 2010; YAN *et al.*, 2013).

Embora os carbonitreto MX tenham apresentado um pequeno coalescimento após ensaio de tração, não foi observada variação significativa de tamanho de carbonitreto MX (diâmetro médio de 12-14 nm) entre amostras revenidas a diferentes temperaturas. Este resultado ocorre em razão da baixa variação na sua composição de equilíbrio na faixa de temperatura de revenido utilizada (660-740 °C). O carbonitreto MX, ao atingir o equilíbrio na faixa de temperatura de ensaio, mantém uma distribuição de tamanho praticamente inalterada durante longos períodos, como observado por Aghajani *et al* (2009) ao analisar a microestrutura de um aço X20CrMoV12-1 após 140.000 h em serviço entre 500 e 550 °C (AGHAJANI; SOMSEN; EGGELER, 2009).

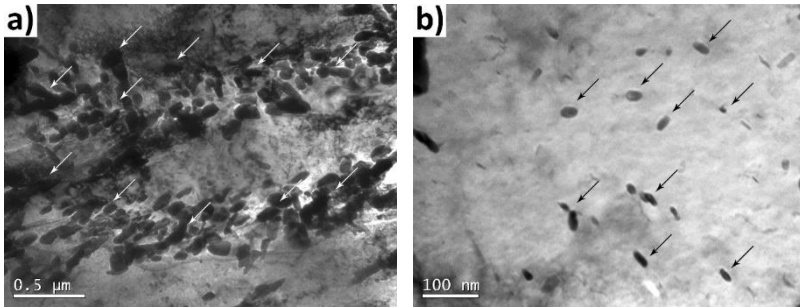


Figura 39 - Campo claro de MET das amostras revenidas a 660 °C, após tração a 550 °C a 0,005 mm/min. Indicadas pela seta em a) partículas  $M_{23}C_6$  com  $134 \pm 29$  nm de comprimento e  $67 \pm 14$  nm de largura em contornos de ripas de martensita, e em b) partículas MX com  $14 \pm 3$  nm de diâmetro em discordâncias no interior de ripas.

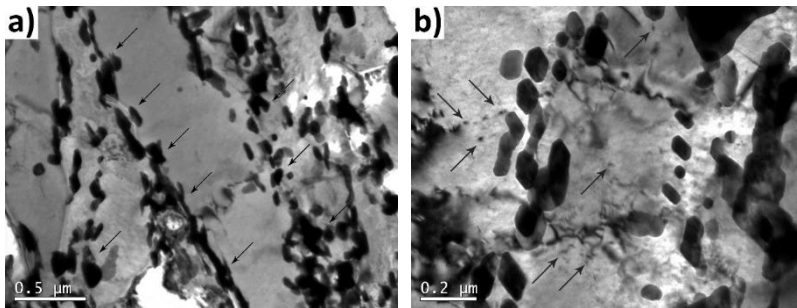


Figura 40 - Campo claro de MET das amostras revenidas a 690 °C, após tração a 550 °C a 0,005 mm/min. Setas indicam em a) partículas  $M_{23}C_6$  com  $156 \pm 28$  nm de comprimento e  $67 \pm 14$  nm de largura em contornos de ripas de martensita, e em b) partículas MX com  $12 \pm 3$  nm de diâmetro, situadas em discordâncias no interior de ripas.



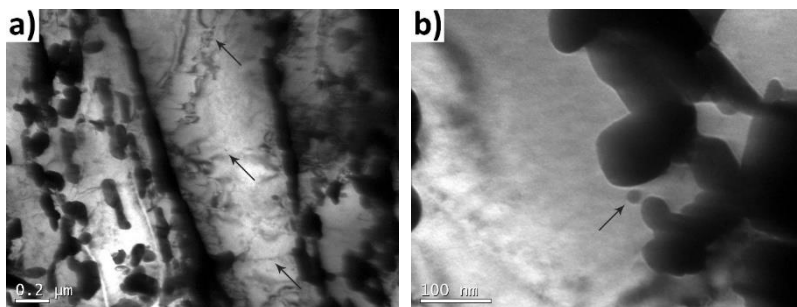


Figura 41 - Campo claro de MET das amostras revenidas a 740 °C, após tração a 550 °C a 0,005 mm/min. Em a) partículas  $M_{23}C_6$  com  $135 \pm 27$  nm de comprimento e  $62 \pm 9$  nm de largura, situadas em contornos de ripas de martensita. Setas indicam carbonitreto MX com  $12 \pm 3$  nm de diâmetro, imobilizando discordâncias no interior de ripas. Em b) partícula esférica MX com 20 nm de diâmetro próximo a precipitados  $M_{23}C_6$ .

#### 4.3.2 Superfície de fratura

Todos os corpos de prova tracionados a quente apresentaram fratura moderadamente dúctil, do tipo taça-cone (Figura 42), com a formação de pequena região com microcavidades (*dimples*) no centro da seção de ruptura (Figura 43). As temperaturas de tração e de revenido não apresentaram influência no modo de fratura do aço, indicando que a tenacidade à fratura não foi significativamente afetada pelas variações de revenido e da temperatura de ensaio.

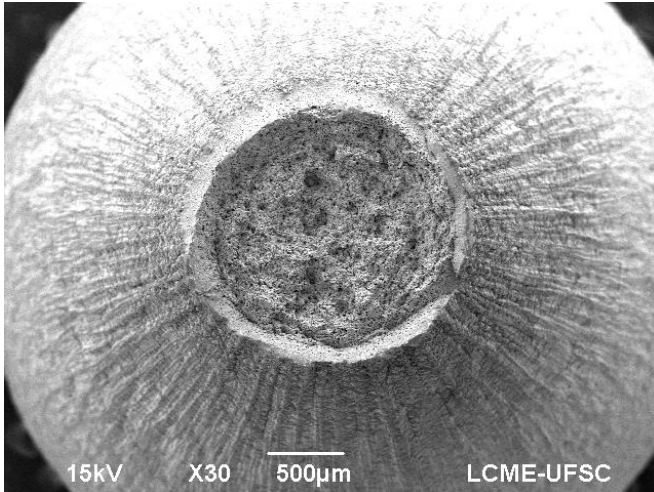


Figura 42 – Fotografia mostrando detalhe da fratura dúctil de corpo de prova tracionado a 550 °C a 0,005 mm/min.

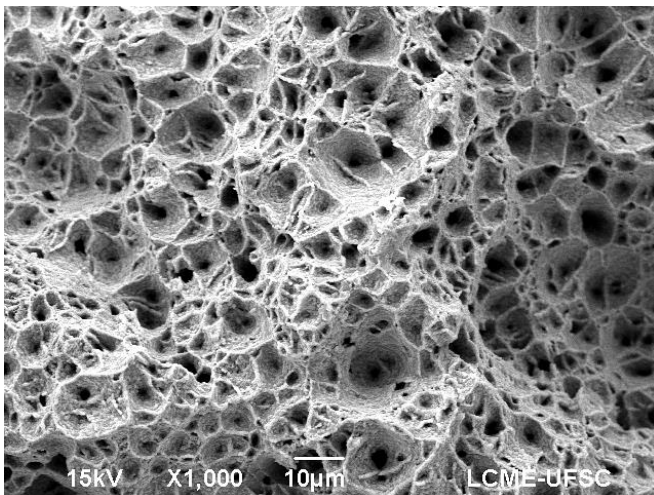


Figura 43 – Micrografia (MEV) mostrando a formação de microcavidades (*dimples*) no centro de corpo de prova tracionado a 550 °C com a taxa de deformação de 0,005 mm/min.

### 4.3.3 Propriedades mecânicas

Após a tração a quente, os corpos de prova apresentaram redução de dureza com o aumento da temperatura de revenido (Figuras 44 e 45), sendo mais acentuada nos tratamentos realizados a 660 e 690 °C (-7,58% para tração a 550 °C e -12,36% para tração a 600 °C), e menos acentuada entre 690 e 740 °C (-2,46% para tração a 550 °C e -2,47% para tração a 600 °C). Todos os valores de dureza obtidos são apresentados no Anexo B.

Com a utilização de análises de variância foi possível analisar individualmente o efeito da temperatura de revenido e da temperatura de tração na dureza, para as duas velocidades de ensaio. Foi observado que para a taxa de 0,5 mm/min não houve efeito significativo da temperatura de revenido ( $p$ -valor= 0,1105) ou da temperatura de tração ( $p$ -valor= 0,7502) sobre os resultados de dureza. Com a taxa de deformação de 0,005 mm/min, no entanto, a temperatura de revenido foi significativa ( $p$ -valor= 0,0233), observando-se redução expressiva de dureza (12,89%) entre amostras revenidas a 660 e 690 °C, para o ensaio realizado a 600 °C. Esta perda de dureza ao utilizar taxas de deformação mais lentas é atribuída à evolução da microestrutura martensítica em alta temperatura, conforme observado também por Sawada *et al* (2003) e Yan (2013), resultando na diminuição da densidade de discordâncias no interior de ripas.

Embora diferenças microestruturais não tenham sido observadas por microscopia óptica e MEV entre amostras revenidas a 660 e 690 °C após o ensaio de tração, processos de recuperação e recristalização ocorrem durante a exposição do aço à temperatura elevada por longos períodos, afetando a dureza.

Ao comparar as durezas obtidas após a têmpera com as durezas obtidas após tração, foi observada significância estatística somente ao utilizar a taxa de deformação de 0,005 mm/min ( $p$ -valor= 0,0164), atribuída também à evolução microestrutural resultante do tempo mais longo de exposição à alta temperatura (20-26 h).

A temperatura de revenido que resultou no maior valor de dureza média (660 °C) corresponde à temperatura de início de precipitação observada em ensaio de dilatométrica (661 °C), e também observada através de MET. A utilização de temperaturas de revenido mais elevadas não revelou mudanças na densidade ou tamanho dos precipitados, concluindo-se que sua variação não colaborou para o endurecimento pelo mecanismo de precipitação. Isto ocorre porque a máxima eficácia do mecanismo é obtida com a precipitação de carbonetos finamente dispersos em contornos de ripas e em seu interior, condição resultante do revenido em temperaturas próximas ao início da precipitação. Revenidos realizados em temperaturas muito elevadas também provocam a diminuição da densidade de discordâncias, eliminando sítios a serem ancorados por carbonetos e reduzindo o endurecimento por precipitação (GLADMAN, 1999).

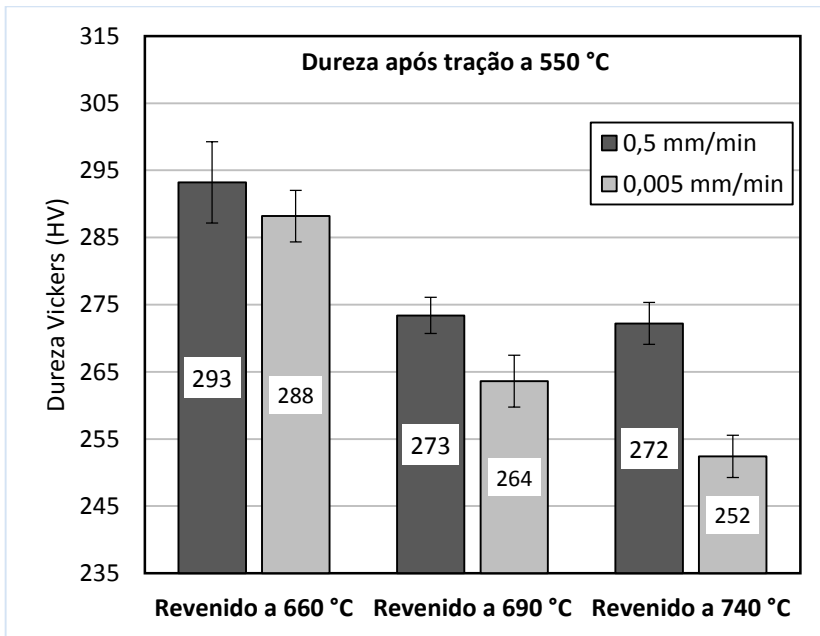


Figura 44 – Resultados de dureza Vickers após ensaio de tração a 550 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas. Barras indicam o desvio padrão.

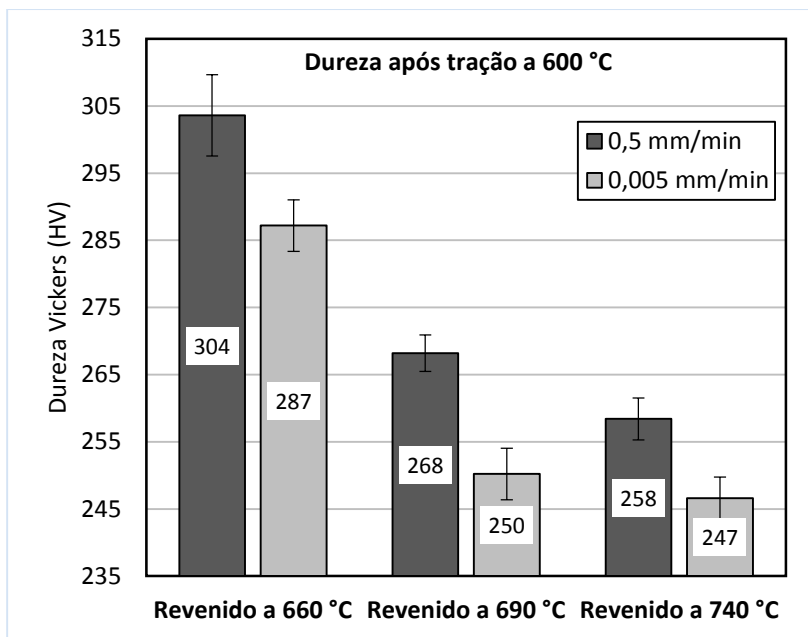


Figura 45 - Resultados de dureza Vickers após ensaio de tração a 600 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas. Barras indicam o desvio padrão.

A observação das curvas de variação de tensão em função da deformação por tração a quente evidenciou diferenças nos padrões obtidos, ao utilizar diferentes taxas de deformação. Ao empregar a taxa de 0,5 mm/min, a curva se mostrou contínua, sem a observação de serrilhado. Com a utilização da taxa de 0,005 mm/min, no entanto, a curva apresentou serrilhado ao longo de todo o campo plástico, em todas as amostras. Na Figura 46, observa-se a curva obtida para o aço revenido a 740 °C e ensaiado a 550 °C exposto a esta temperatura pelos períodos de 0,30 h e 21,31 h, utilizando as taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, respectivamente.

As instabilidades observadas durante a deformação plástica em alta temperatura são comuns em diversos aços inoxidáveis. Estas instabilidades resultam do envelhecimento dinâmico, dependendo de

parâmetros como temperatura e taxa de deformação. Gupta *et al* (2013) observaram que em um aço 12CrMoV o envelhecimento dinâmico ocorre com a interação entre átomos de soluto e discordâncias móveis. A mobilidade dos átomos de soluto depende da taxa de difusão, favorecida pela alta temperatura dos ensaios de tração a quente. O tempo necessário para que a interação ocorra também é reduzido em temperaturas elevadas, acentuando a ocorrência das instabilidades em ensaios conduzidos a taxas de deformação mais baixas (ESTRIN; KUBIN, 1991; GUPTA; CHAKRAVARTTY; BANERJEE, 2013).

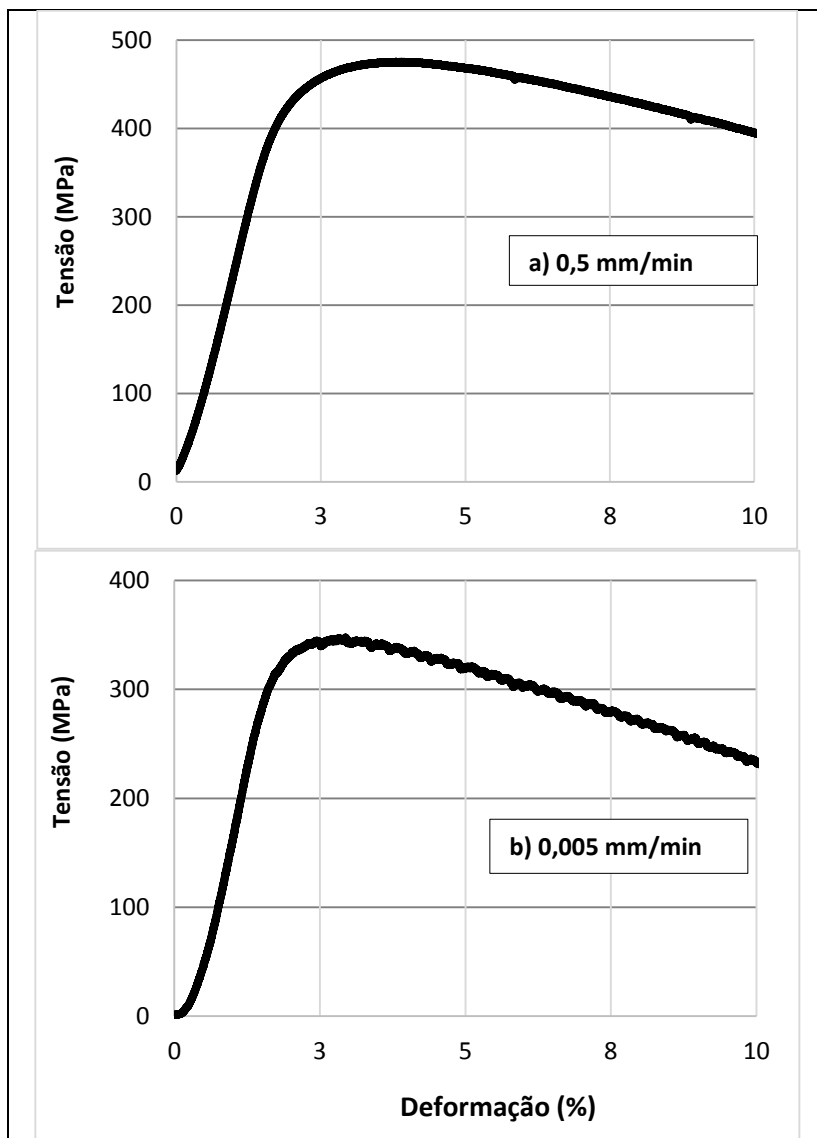


Figura 46 – Parte da curva tensão *versus* deformação de ensaio de tração a 550 °C, com taxas de deformação de a) 0,5 mm/min e b) 0,005 mm/min, exibindo padrões contínuo e serrilhado, respectivamente. Material: X22CrMoV12-1 revenido a 740 °C. O comportamento repete-se para o aço revenido às demais temperaturas.

A tendência de redução na dureza com o aumento da temperatura de revenido foi observada também nas propriedades mecânicas obtidas em ensaios de tração realizados a 0,5 mm/min, com as maiores perdas no limite de escoamento (Figuras 47 e 48) entre os aços revenidos a 660 e 690 °C, com reduções de 10,89% e 30,28% no LE para ensaios conduzidos a 550 e 600 °C, respectivamente. De forma oposta, os testes de tração realizados a 0,005 mm/min revelaram maiores reduções no LE entre amostras revenidas a 690 e 740 °C, com perdas de 8,36 e 31,84%, em ensaios às temperaturas de 550 e 600 °C, respectivamente. Todos os resultados obtidos nos ensaios de tração podem ser observados no Anexo C.

A variação no limite de escoamento em função da velocidade de tração foi observada também por Sainath *et al* (2013) e Shrestha *et al* (2013) em aços inoxidáveis P91 (9% Cr) tracionados entre 550 e 600 °C, sendo associado ao predomínio do mecanismo de deformação por escalagem de discordâncias ao utilizar taxas de deformação mais elevadas, demandando maior tensão para deformar o aço a quente. Ao utilizar taxas de deformação mais baixas, torna-se possível o predomínio da difusão volumétrica, facilitando o processo de deformação (SAINATH *et al.*, 2014; SHRESTHA *et al.*, 2013).

Análises de variância indicam que o limite de escoamento foi afetado também pela temperatura de tração, ao realizar ensaios com a taxa de deformação de 0,005 mm/min (P-valor= 0,0122). Sherby (1962) afirmou que a difusão volumétrica é favorecida não somente pelo tamanho de grão reduzido e por taxas de deformação mais baixas, mas também pela temperatura elevada, que favorece a difusão através dos grãos (SHERBY, 1962).



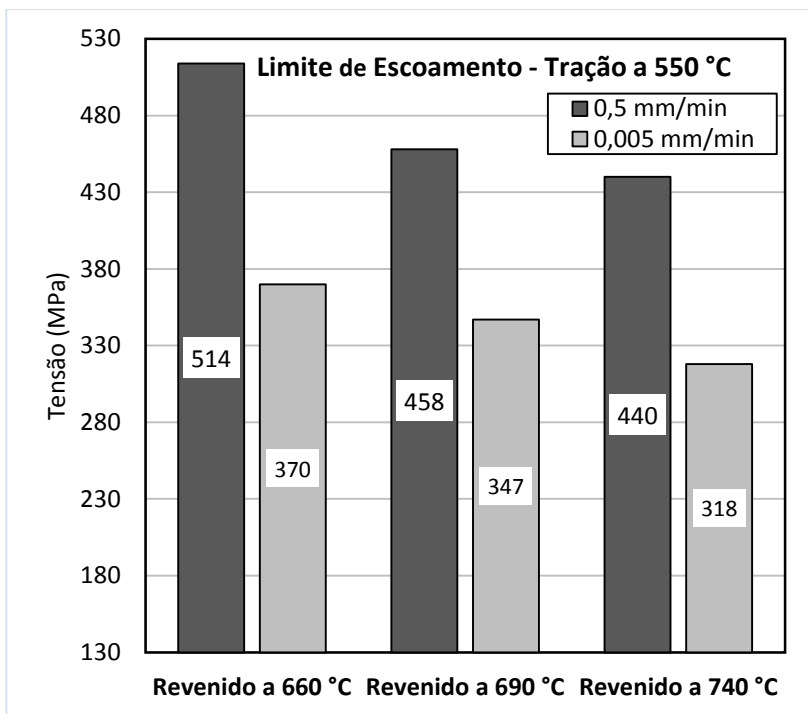


Figura 47 - Resultados de limite de escoamento após ensaio de tração a 550 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas.

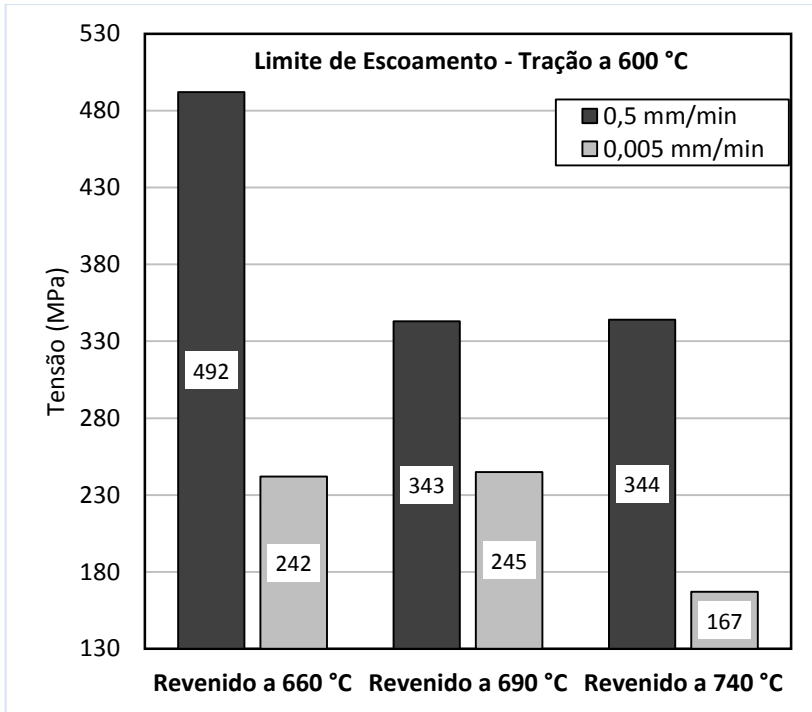


Figura 48 - Resultados de limite de escoamento após ensaio de tração a 600 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas.

Os resultados do limite de resistência, conforme Figuras 49 e 50, reproduziram parte do comportamento observado nos resultados de limite de escoamento. Não foi observada influência estatística da temperatura de revenido ( $p$ -valor= 0,2459) ou temperatura de tração ( $p$ -valor = 0,1837) nos ensaios conduzidos à taxa de 0,5 mm/min. No entanto, ao reduzir a taxa de deformação para 0,005 mm/min, foi constatada influência da temperatura de tração ( $p$ -valor = 0,0174), além de queda acentuada no limite de resistência entre amostras revenidas a 690 e 740 °C (-28,95 %), em ensaio conduzido a 600 °C.

Este resultado confirma a influência da temperatura de ensaio na resistência mecânica do aço. Ao acelerar os processos de difusão, a

tensão requerida para deformar o material diminui. A redução acentuada no limite de resistência entre amostras revenidas a 690 e 740 °C indica ainda que a microestrutura de martensita em ripas desta última foi afetada também pela evolução microestrutural presente antes do ensaio, decorrente do revenido à temperatura mais elevada.

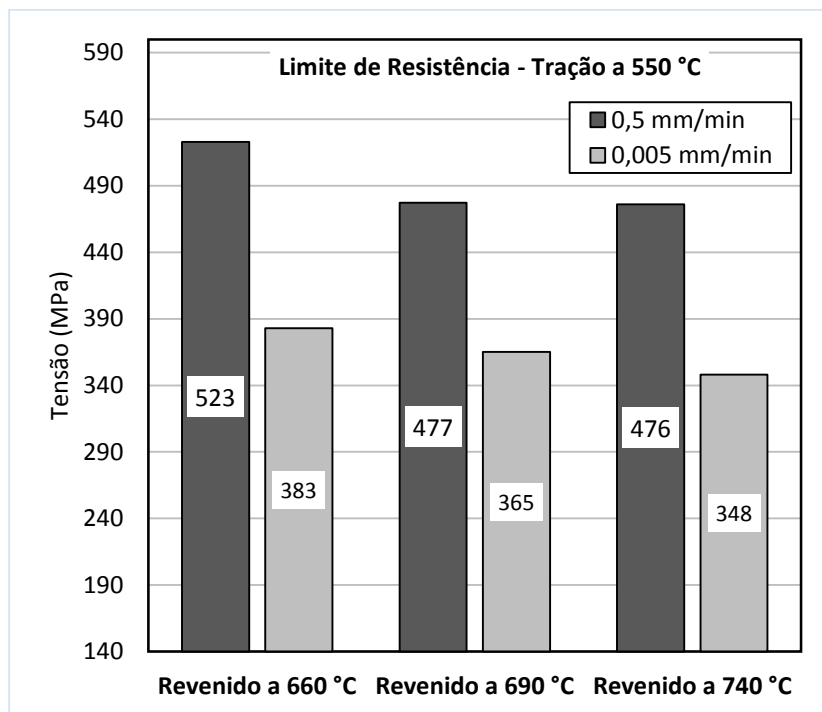


Figura 49 - Resultados de limite de resistência após ensaio de tração a 550 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas.

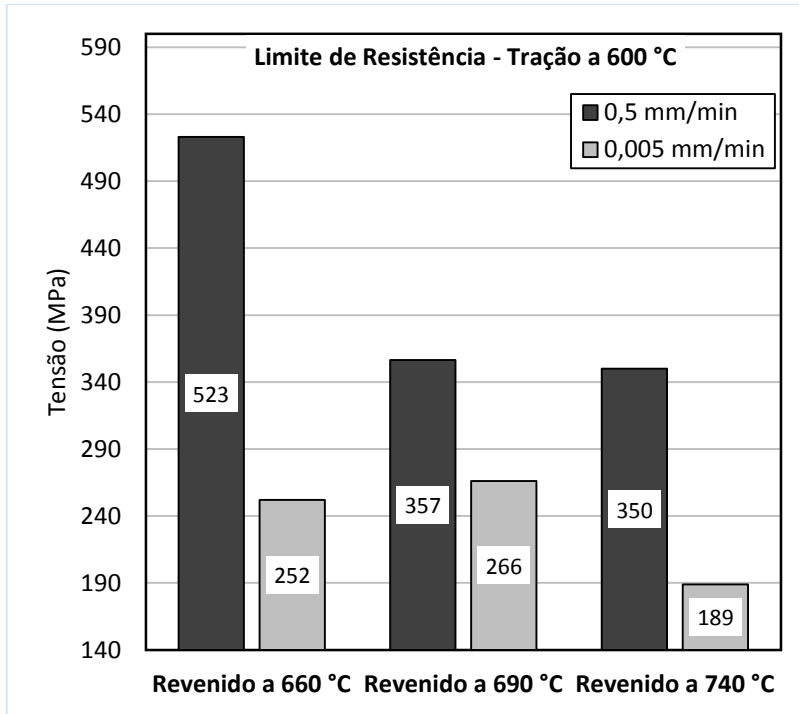


Figura 50 - Resultados de limite de resistência após ensaio de tração a 600 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas.

Devido às diferenças nas dimensões dos corpos de prova ensaiados na empresa STM e no LABCONF, os resultados de alongamento total obtidos em diferentes locais não foram comparados. Contudo, foi possível comparar os alongamentos obtidos em ensaios realizados no LABCONF. Conforme Figuras 51 e 52, o aumento da temperatura de revenido resultou em maiores valores de alongamento, mas não foi observada significância estatística (exibindo p-valores de 0,3440 e 0,1256 para ensaios conduzidos a 0,5 e 0,005 mm/min, respectivamente) deste parâmetro. A temperatura de tração também não influenciou os resultados de alongamento, resultando em p-valores de 0,5000 e 0,2048 nos ensaios realizados com taxas de 0,5 e 0,005 mm/min, respectivamente.

Embora seja esperado um aumento do alongamento total em amostras temperadas a temperaturas mais elevadas, é possível que o método de análise estatística utilizado e/ou a quantidade de ensaios realizados não evidenciem o aumento. Este resultado é coerente com o trabalho de Bueno e Sobrinho (2012), onde o ensaio de tração a 0,01 mm/min de um aço 2.25Cr-1Mo a 550 °C apresentou alongamento apenas 12% inferior ao obtido em ensaio a 600 °C (BUENO; SOBRINHO, 2012). É importante notar que possíveis erros de medição manual do comprimento útil após o rompimento do corpo de prova colaboram para a imprecisão de resultados de alongamento na tração a quente.

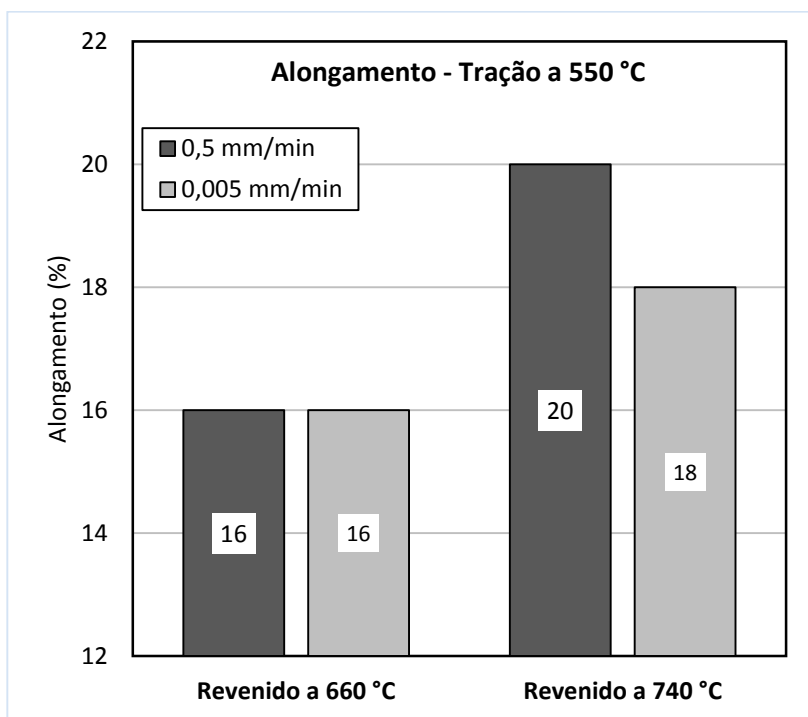


Figura 51 - Resultados de alongamento total após ensaio de tração a 550 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas.

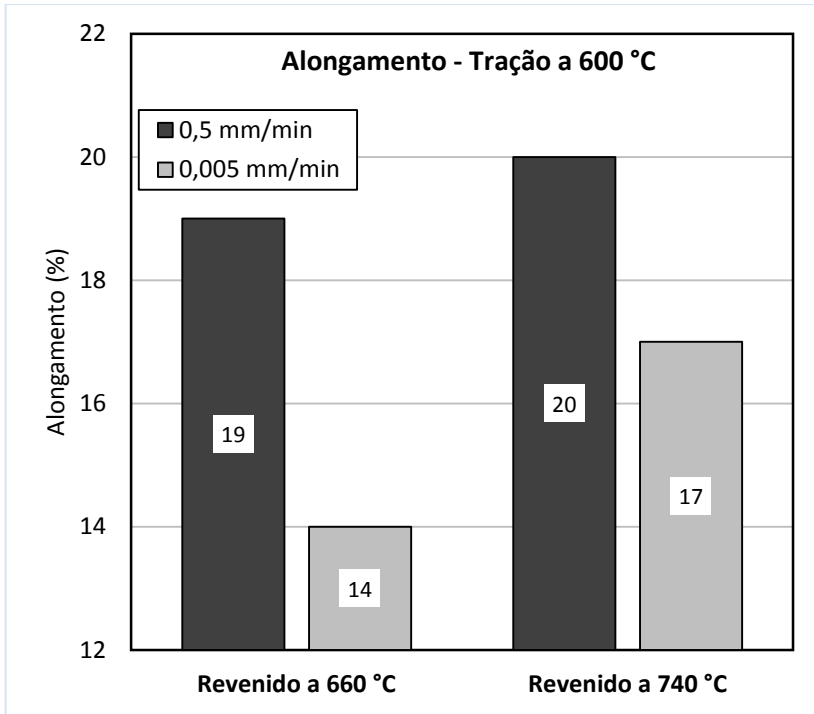


Figura 52 - Resultados de alongamento total após ensaio de tração a 600 °C com taxas de deformação de 0,5 e 0,005 mm/min, para amostras revenidas a diferentes temperaturas.

Ao comparar resultados de tração a frio e a quente (Tabela 5), observa-se maiores reduções nos valores de limite de resistência, em relação ao limite de escoamento. Esta perda mais acentuada no LR ocorre devido ao maior tempo necessário para que a tensão máxima do ensaio seja atingida durante o teste a quente, permitindo que a difusão seja acelerada e favoreça a ocorrência de difusão volumétrica no aço.

Tabela 5 - Variação de propriedades mecânicas entre ensaios conduzidos a frio (20 °C) e a quente, em ensaios de tração a 0,5 mm/min.

Temperatura de revenido (°C)	Temperatura de tração (°C)	Variação em relação ao ensaio a frio:	
		LE <sup>1</sup>	LR <sup>2</sup>
660	550	-44,55%	-51,29%
	600	-46,93%	-51,29%
690	550	-48,54%	-54,63%
	600	-61,46%	-66,11%
740	550	-36,78%	-46,17%
	600	-50,57%	-60,42%

<sup>1</sup> Limite de escoamento; <sup>2</sup> limite de resistência.

#### 4.3.4 Determinação do parâmetro de Larson-Miller

A partir de curvas de tração do aço revenido a 690 °C (Figura 53), foram determinados os valores do Parâmetro de Larson-Miller (Tabela 6) empregando a tensão máxima ( $LR$ ), o tempo até que o  $LR$  fosse atingido ( $t_R$ ) e a temperatura de ensaio ( $T$ ) na fórmula  $PLM = T (\log t_R + C)$ . Para a definição da constante  $C$ , foi considerado o melhor coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo da curva polinomial de segunda ordem dos resultados obtidos. Desta forma foi determinado  $C = 30$ , obtendo-se o coeficiente  $R^2 = 0,9947$  (Figura 54), revelando elevada correspondência entre os resultados. A equação (2) obtida da curva relaciona o limite de resistência do material e os parâmetros de Larson-Miller determinados, os quais variaram entre 21709 e 26932, valores compatíveis com os apresentados pela literatura para aços semelhantes submetidos a ensaios de tração a 550 °C (HU et al., 2008).

A Figura 54 exibe também resultados de tração do material revenido a 660 e 740 °C, os quais apresentaram limites de resistência acima e abaixo do aço revenido a 690 °C, respectivamente. Estes resultados mostram a influência do tratamento térmico de revenido nos valores do PLM, e por consequência na resistência à fluência do aço

X22CrMoV12-1, onde o material revenido a 660 °C exibiu a maior resistência entre os materiais revenidos às diversas temperaturas testadas.

A relação entre PLM e limite de resistência obtida para o aço revenido a 690 °C permite estimar o tempo de vida do material sob uma determinada tensão, para uma temperatura constante. O modelo permite também a obtenção da tensão ou da temperatura de ruptura do aço, ao fixar valores para as demais variáveis. Desta forma, a extrapolação de resultados da curva de PLM pode ser aplicada para prever o comportamento do aço sob fluência, conforme observado por Bueno e Sobrinho (2012), ao empregar critérios de equivalência entre ensaios de tração e de fluência (BUENO; SOBRINHO, 2012). Sabe-se, no entanto, que a extrapolação de resultados obtidos em curtos experimentos em laboratório tende a superestimar a vida do material em fluência, uma vez que não consideram a evolução da microestrutura em longos períodos de trabalho. Para que tais resultados sejam aprimorados, é necessário desenvolver novas técnicas analíticas que considerem a deformação e ruptura em fluência (ABE; KERN; VISWANATHAN, 2008).



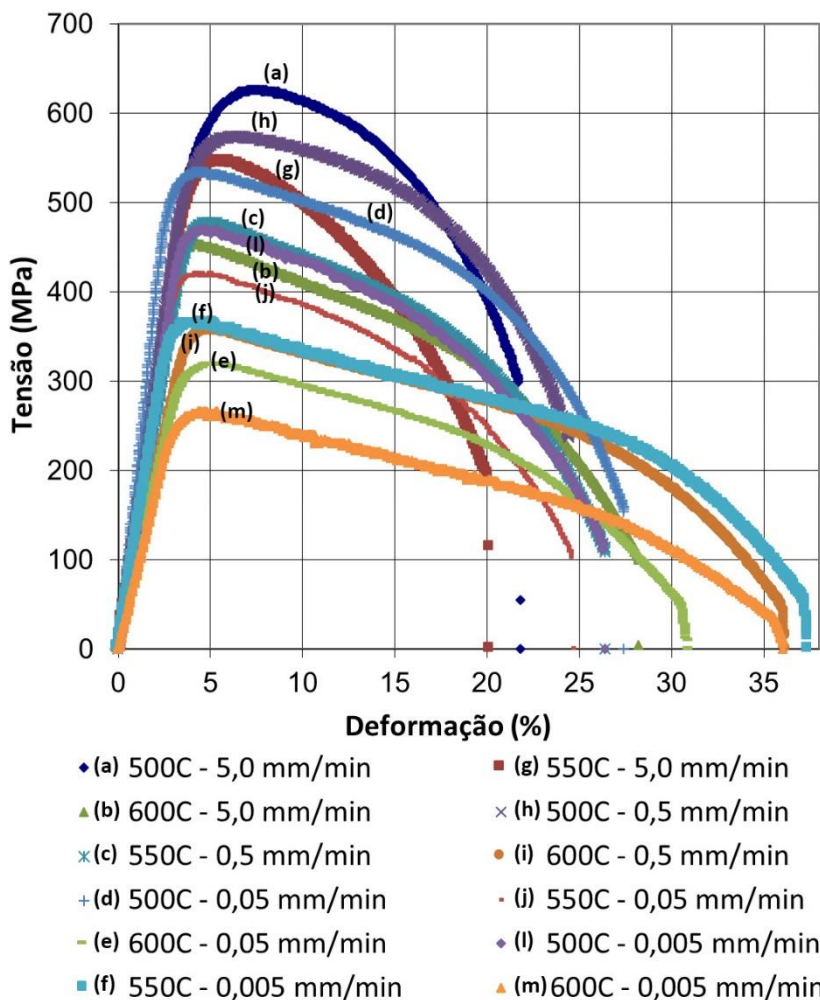


Figura 53 - Curvas tensão x deformação obtidas em ensaio de tração a quente de amostras revenidas a 690 °C, realizado às temperaturas de 500, 550 e 600 °C, com taxas de deformação de 5,0; 0,5; 0,05 e 0,005 mm/min.

Tabela 6 – Resultados utilizados no cálculo do Parâmetro de Larson-Miller (PLM) para o aço revenido a 690 °C, em diversas temperaturas e velocidades de tração. Foi adotado o valor constante  $C = 30$ .

Tração		LR <sup>3</sup> (MPa)	log (LR) <sup>4</sup>	t <sub>R</sub> <sup>5</sup> (h)	PLM <sup>6</sup>
T <sup>1</sup> (°C)	V <sup>2</sup> (mm/min)				
500	5,000	626,6	2,80	0,01	21709
500	0,500	574,0	2,76	0,10	22421
500	0,050	534,5	2,73	0,74	23091
500	0,005	470,0	2,67	7,09	23847
550	5,000	546,4	2,74	0,01	22994
550	0,500	477,3	2,68	0,08	23780
550	0,050	419,6	2,62	0,73	24577
550	0,005	365,2	2,56	7,24	25397
600	5,000	453,6	2,66	0,01	24285
600	0,500	356,5	2,55	0,08	25232
600	0,050	319,4	2,50	0,83	26118
600	0,005	266,2	2,43	7,07	26932

<sup>1</sup> T: temperatura de ensaio de tração; <sup>2</sup> V: taxa de deformação linear de ensaio de tração; <sup>3</sup> LR: tensão máxima atingida durante o ensaio; <sup>4</sup> log (LR): logaritmo da tensão máxima; <sup>5</sup> t<sub>R</sub>: tempo até a ocorrência da tensão máxima; <sup>6</sup> PLM: parâmetro de Larson-Miller.

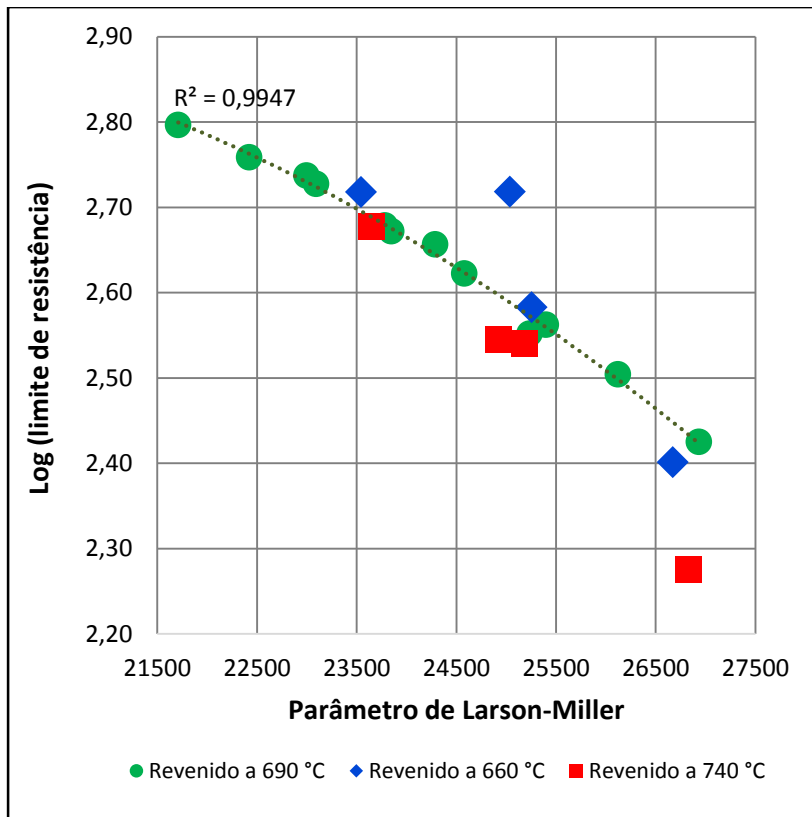


Figura 54 – Relação entre limite de resistência e Parâmetro de Larson-Miller para aço X22CrMoV12-1 revenido a 690 °C, após ensaios de tração a 500, 550 e 600 °C, utilizando taxas de deformação entre 0,005 e 5 mm/min. Valores de PLM para o aço revenido a 660 e 740 °C também são exibidos.

$$\log (LR) = -5.10^{-9}.PLM^2 + 0,0001.PLM + 1,724 \quad (2)$$

Pode-se demonstrar o uso da equação obtida através de um exemplo. Supondo que uma palheta de turbina trabalhe sob uma tensão de tração de 10 MPa, à temperatura de 500 °C, é possível utilizar estes parâmetros na equação  $PLM = T (C + \log t)$ , obtendo  $PLM = 23190 + 773 \log t$ . Substituindo o valor de LR na relação entre limite de resistência e PLM, obtém-se  $1 = -5 \times 10^{-9} \times PLM^2 + (0,0001 \times PLM) + 1,724$ . Resolvendo-se a equação para PLM, chega-se ao valor de 25646, e por sua vez substituindo na equação de PLM, obtém-se o tempo de 1504 h para a falha do material sob as condições do exemplo.

## 5. CONCLUSÕES

O aço X22CrMoV12-1, quando revenido às temperaturas de 660 e 690 °C, apresentou microestrutura mais refinada. Ao empregar a temperatura de revenido de 740 °C, foram observadas características de evolução da martensita, tais como ripas e carbonetos coalescidos.

Através de MET foi possível observar em todas as amostras revenidas a presença de precipitados  $M_{23}C_6$  (carbonetos de cromo, identificados por difração de elétrons) em contornos de ripas e partículas MX (carbonitretos de vanádio, identificados morfologicamente) no interior de ripas, não sendo encontradas diferenças de tamanho de precipitados, ao observar amostras revenidas a diferentes temperaturas. Propriedades mecânicas de dureza, limites de escoamento (LE) e de resistência (LR) exibiram valores decrescentes com o aumento da temperatura de revenido. Resultados de LE e LR apresentaram redução mais acentuada no aço revenido a 740 °C, decorrentes da evolução microestrutural da martensita.

Após ensaios de tração a quente a 550 e 600 °C, empregando taxas de deformação entre 0,005 e 5 mm/min, não foram observadas alterações microestruturais significativas, quando comparadas com amostras não-tracionadas. A estabilidade da microestrutura após ensaio a quente foi atribuída ao curto período em temperatura elevada, entre 20 e 26 h para os ensaios realizados à menor taxa de deformação.

A tendência de diminuição nas propriedades de dureza, limites de escoamento e de resistência com o aumento da temperatura de revenido se repetiu. O limite de resistência do aço foi afetado somente ao utilizar a taxa de deformação a quente mais lenta do estudo, exibindo queda acentuada no LR entre amostras revenidas a 690 °C e 740 °C. Este comportamento foi atribuído ao predomínio do mecanismo de deformação por escalagem com a utilização de taxas de deformação mais elevadas, em oposição ao predomínio do mecanismo de difusão volumétrica em ensaios onde foram empregadas taxas de deformação mais baixas.

A temperatura de tração também apresentou influência sobre os limites de escoamento e de resistência, indicando que o aumento de 550 °C para 600 °C acelerou processos de difusão. Este resultado é atribuído ao crescimento da difusão volumétrica, favorecida pelo aumento de temperatura no material sob tensão. No aço revenido a 740 °C observou-se que os resultados de LE e LR foram afetados de forma mais acentuada com o aumento da temperatura de tração, devido ao estado inicial da microestrutura, menos refinada em relação a amostras revenidas a 660 e 690 °C.

Foram determinados parâmetros de Larson-Miller (PLM) para o aço X22CrMoV12-1 revenido a 690 °C, e um modelo foi estabelecido para estimar a vida do material sob fluência. Através da equação obtida  $\log(LR) = -5.10^{-9}.PLM^2 + 0,0001.PLM + 1,724$  é possível determinar também a temperatura ou a tensão de ruptura do aço sob fluência, fixando-se valores para as demais variáveis. Foram obtidos também parâmetros para o aço revenido a 660 °C e 740 °C, sendo observada através da relação entre LR e PLM uma resistência à fluência superior no aço revenido a 660 °C.

## 6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- A realização de ensaios de fluência, com a utilização de parâmetros determinados pela equação obtida através da relação entre PLM e limites de resistência do aço. Tais ensaios podem validar a aplicação da equivalência entre testes de tração a quente e de fluência, diminuindo o tempo necessário para conhecer o comportamento do material sob fluência.
- Estudar a precipitação no aço revenido a diferentes temperaturas através de MET, obtendo padrões de difração de elétrons para regiões e ampliações diversas das amostras, bem como sua composição química por EDS (espectroscopia de raios X por dispersão em energia). Utilizar o método de réplica em filme de carbono para a identificação de carbonitretos MX por difração de elétrons. Esta investigação permitirá conhecer de forma mais profunda as mudanças provocadas pelo revenido na formação, localização e densidade de precipitados.
- Estudar o efeito de outras temperaturas de revenido, abaixo e acima das temperaturas já estudadas, nas propriedades mecânicas do material em alta temperatura, através de ensaios de tração. Esta análise possibilitará ampliar a confiabilidade do modelo para estimar a vida do material sob fluência, através dos critérios de equivalência entre testes de tração a quente e fluência.
- Relacionar resultados de ensaios de tração e de fluência através de outros parâmetros, tais como Orr-Sherby-Dorn e Manson-Haferd. Comparar curvas de limite de resistência *versus* parâmetro entre si e com o parâmetro de Larson-Miller, identificando o método que permite maior exatidão na aplicação dos critérios de equivalência entre testes de tração a quente e fluência.

## 7. REFERÊNCIAS

ABE, F.; KERN, T.; VISWANATHAN, R. **Creep-resistant steels**. [s.l.] CRC, 2008. p. 701

ABE, F.; TANEIKE, M.; SAWADA, K. Alloy design of creep resistant 9Cr steel using a dispersion of nano-sized carbonitrides. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, v. 84, n. 1-2, p. 3–12, jan. 2007.

AGHAJANI, A.; SOMSEN, C.; EGGELER, G. On the effect of long-term creep on the microstructure of a 12% chromium tempered martensite ferritic steel. **Acta Materialia**, v. 57, n. 17, p. 5093–5106, out. 2009.

ASM INTERNATIONAL. **ASM handbook, vol. 4, Heat treating**. [s.l.: s.n.]. v. 4p. 1682–1757

ASM SPECIALTY HANDBOOK. **Stainless steels**. [s.l.] ASM International, p. 6398, 1995.

BUENO, L. D. O. **Creep Behaviour of 2 . 25Cr-1Mo Steel - An Equivalence between Hot Tensile and Creep Testing Data** Creep & Fracture in High Temperature Components - International Conference Proceedings. **Anais...**2005

BUENO, L. D. O.; SOBRINHO, J. F. R. Correlation between creep and hot tensile behaviour for Part 1 : An Assessment According to usual Relations Involving stress , temperature , strain rate and Rupture Time. **Revista Materia**, p. 1098–1108, 2012.

CARROUGE, D.; BHADESHIA, H.; WOOLLIN, P. Microstructural change in high temperature heat-affected zone of low carbon weldable'13% Cr' martensitic stainless steels. **Stainless Steel World(The ...**, v. 2002, n. October, p. 61–67, 2002.



CHILUKURU, H. et al. Coarsening of precipitates and degradation of creep resistance in tempered martensite steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 510-511, p. 81–87, jun. 2009.

CHRISTIAN, J. W. Crystallographic Theories, Interface Structures, and Transformation Mechanisms. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 25, n. September, p. 1821–1839, 1994.

COBB, H. **The History of Stainless Steel**. [s.l.] ASM International, 2010.

DAVIS, J. **Heat-resistant materials**. [s.l.] ASM International, 1997. p. 591

EGGELER, G. The effect of long-term creep on particle coarsening in tempered martensite ferritic steels. **Acta Metallurgica**, v. 37, n. 12, p. 3225–3234, 1989.

ENNIS, P.; CZYRSKA-FILEMONOWICZ, A. Recent advances in creep-resistant steels for power plant applications. **Sadhana**, v. 28, n. August, p. 709–730, 2003.

ESTRIN, Y.; KUBIN, L. P. Plastic instabilities: phenomenology and theory. **Materials Science and Engineering: A**, v. 137, n. 1, p. 125–134, 1991.

EUROPEAN STANDARDS. **EN 10269 (2014-2) - Steels and nickel alloys for fasteners with specified elevated and/or low temperature properties** Germany, 2014.

FOURNIER, B.; DALLE, F.; SAUZAY, M. Comparison of various 9–12% Cr steels under fatigue and creep-fatigue loadings at high temperature. **Materials Science and ...**, 2011.

GANDY, D. **X20CrMoV12-1 Steel Handbook**. Palo Alto: EPRI, 2006. v. 3p. 70

GHASSEMI ARMAKI, H. et al. Creep Behavior and Degradation of Subgrain Structures Pinned by Nanoscale Precipitates in Strength-Enhanced 5 to 12 Pct Cr Ferritic Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 42, n. 10, p. 3084–3094, 21 maio 2011.

GIBELING, J. C. Creep Deformation of Metals, Polymers, Ceramics, and Composites. In: **ASM Handbook - Mechanical Testing and Evaluation**. [s.l.] ASM International, 2000.

GLADMAN, T. Precipitation hardening in metals. **Materials Science and Technology**, v. 90, n. 8, p. 205–11, 17 abr. 1999.

GUPTA, C.; CHAKRAVARTTY, J. K.; BANERJEE, S. Microstructure , Deformation and Fracture Behavior of Cr-Mo-V Steels. **International Journal of Metallurgical Engineering**, v. 2, n. 2, p. 142–148, 2013.

HU, Z. F. et al. Damage and residual life assessment of bends for X20CrMoV12.1 main steam pipe after long-term service. **Journal of Failure Analysis and Prevention**, v. 8, p. 41–47, 2008.

INOUE, A.; MASUMOTO, T. Carbide reactions (M<sub>3</sub>C, M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, M<sub>6</sub>C) during tempering of rapidly solidified high carbon Cr-W and Cr-Mo steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 11, n. May, p. 739–747, 1980.

ISFAHANY, A. N.; SAGHAFIAN, H.; BORHANI, G. The effect of heat treatment on mechanical properties and corrosion behavior of AISI420 martensitic stainless steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 509, n. 9, p. 3931–3936, mar. 2011.

ISHITSUKA, T.; INOUE, Y.; OGAWA, H. Effect of silicon on the steam oxidation resistance of a 9% Cr heat-resistant steel. **Oxidation of Metals**, v. 61, n. February, p. 125–142, 2004.

ISSF. **Stainless Steel in Figures**. Brussels: [s.n.].

KESTENBACH, H.; KRAUSE, W.; SILVEIRA, T. DA. Creep of 316 stainless steel under high stresses. **Acta metallurgica**, v. 26, p. 661–670, 1978.

KIMURA, K. et al. Inherent creep strength and long term creep strength properties of ferritic steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 234-236, p. 1079–1082, ago. 1997.

KIMURA, K. et al. Creep strength of high chromium steel with ferrite matrix. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, v. 87, n. 6, p. 282–288, jun. 2010.

KRAUSS, G. **Steels: heat treatment and processing principles**. [s.l.: s.n.].

MAYER, K. H. The expected and actual life of steam turbine bolts and castings. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, v. 39, n. 1-2, p. 3–27, jan. 1989.

MCGUIRE, M. **Stainless steels for design engineers**. [s.l.] ASM International, 2008. p. 301

MEYERS, M. E; CHAWLA, K. **Mechanical behavior of materials**. 2. ed. [s.l.] Cambridge University Press, p. 882, 2009.

MIYATA, K.; SAWARAGI, Y. Effect of Mo and W on the Phase Stability of Precipitates in Low Cr Heat Resistant Steels. **ISIJ International**, v. 41, n. 3, p. 281–289, 2001.

MORETO, J. A. et al. Correlação de dados de tração a quente e fluência para a liga Kanthal A1. **Revista Escola de Minas**, v. 64, n. 2005, p. 181–186, 2011.

MORITO, S. et al. The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels. **Acta Materialia**, v. 54, n. 19, p. 5323–5331, nov. 2006.

MORITO, S.; ADACHI, Y.; OHBA, T. Morphology and Crystallography of Sub-Blocks in Ultra-Low Carbon Lath Martensite Steel. **Materials Transactions**, v. 50, n. 8, p. 1919–1923, 2009.

OLIVEIRA, C. A. S. DE. **Estudo do Processo de Revenimento de um Aço DIN 1.2714 Modificado pela Adição de Níobio** Rio de Janeiro PUC-RJ, , 1985.

PANAIT, C. G. et al. Evolution of dislocation density, size of subgrains and MX-type precipitates in a P91 steel during creep and during thermal ageing at 600C for more than 100,000h. **Materials Science and Engineering: A**, v. 527, n. 16-17, p. 4062–4069, jun. 2010.

PRIESTER, L. Precipitation at grain boundaries. In: **Grain Boundaries: From Theory to Engineering**. [s.l.] Springer Netherlands, v. 172, p. 217–240, 2013.

RIEDEL, H. Fracture at high temperatures. **Materials Research and Engineering**, p. 418, 1987.

SAINATH, G. et al. Effects of temperature and strain rate on tensile stress–strain and workhardening behaviour of P92 ferritic steel. **Materials Science and Technology**, v. 30, n. 8, p. 911–920, jul. 2014.

SANTOS, N. B. DOS. **Avaliação de um critério de equivalência entre dados de tração a quente e fluência em aços**. [s.l.] Universidade Federal de São Carlos, 2007.

SAWADA, K. et al. *In situ* observation of recovery of lath structure in 9% chromium creep resistant steel. **Materials Science and Technology**, v. 19, n. 6, p. 739–742, 1 jun. 2003.

SHERBY, O. . Factors affecting the high temperature strength of polycrystalline solids. **Acta Metallurgica**, v. 10, p. 135–147, 1962.

SHRESTHA, T. et al. Creep rupture behavior of Grade 91 steel. **Materials Science & Engineering A**, v. 565, p. 382–391, 2013.

SINGH, M. P.; LUCAS, G. M. **Blade Design and Analysis for Steam Turbines**. [s.l.] McGraw-Hill, p. 364, 2011.

SOUZA, S. M. C. et al. AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO E DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO CONTENDO 15 % DE CROMO EM MEIO DE H<sub>2</sub>S E CO<sub>2</sub>. **Corros. Prot. Mater.**, v. 29, n. 4, p. 120–125, 2010.

THOMSON, R.; BHADESHIA, H. Carbide precipitation in 12Cr1MoV power plant steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 23, n. April, p. 1171–1179, 1992.

VISWANATHAN, R. **Damage mechanisms and life assessment of high temperature components**. 3. ed. [s.l.] ASM International, 1995.

WEERTMAN, J. Steady-State Creep through Dislocation Climb. **Journal of Applied Physics**, v. 28, n. 3, p. 362–364, 1957.

YAN, W. et al. Microstructural stability of 9–12%Cr ferrite/martensite heat-resistant steels. **Frontiers of Materials Science**, v. 7, n. 1, p. 1–27, 29 maio 2013.

YOSHIZAWA, M.; IGARASHI, M. Long-term creep deformation characteristics of advanced ferritic steels for USC power plants. **International journal of pressure vessels and ...**, n. September, p. 12–14, 2007.

ZHENG-FEI, H.; ZHEN-GUO, Y. Identification of the precipitates by TEM and EDS in X20CrMoV12. 1 after long-term service at elevated temperature. **Journal of materials engineering and ...**, v. 12, n. February, p. 106–111, 2003.

## **ANEXO A – TABELAS DE TAMANHO DE PRECIPITADOS**

Para a quantificação do tamanho de precipitados, foram obtidas medidas lineares. Realizou-se dez medidas de diâmetro para partículas esféricas (MX), e dez medidas de comprimento e largura para partículas elipsoidais ( $M_{23}C_6$ ), em regiões aleatórias das amostras, conforme tabelas Tabela 7, Tabela 8, Tabela 9 e Tabela 10.

Tabela 7 - Medidas lineares de precipitados observados em amostras revenidas a 690 °C, não tracionadas, em  $\mu\text{m}$ .

MX		M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>		
#	diâmetro	#	comprimento	largura
1	4,174	1	144	63
2	4,885	2	126	59
3	5,570	3	183	48
4	6,804	4	155	54
5	4,634	5	166	86
6	5,943	6	191	60
7	3,556	7	181	59
8	4,543	8	204	74
9	5,284	9	212	69
10	6,033	10	156	86
Média	5	Média	172	66
Desvio Pad.	1	Desvio Pad.	27	13

Tabela 8 - Medidas lineares de precipitados observados em amostras revenidas a 660 °C, tracionadas a 550 °C a 0,005 mm/min, em  $\mu\text{m}$ .

MX		M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>		
#	diâmetro	#	comprimento	largura
1	20,508	1	122,830	49,903
2	13,836	2	117,959	69,203
3	18,065	3	108,656	79,247
4	13,690	4	165,481	53,314
5	16,241	5	150,039	53,265
6	14,605	6	110,915	86,644
7	12,454	7	123,019	87,417
8	11,901	8	184,692	63,873
9	11,514	9	155,982	63,221
10	11,659	10	95,901	62,769
Média	14	Média	134	67
Desvio Pad.	3	Desvio Pad.	29	14

Tabela 9 - Medidas lineares de precipitados observados em amostras revenidas a 690 °C, tracionadas a 550 °C a 0,005 mm/min, em  $\mu\text{m}$ .

MX		M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>		
#	diâmetro	#	comprimento	largura
1	12,936	1	143,997	72,954
2	16,507	2	141,366	59,552
3	14,305	3	152,467	73,131
4	13,927	4	174,137	83,323
5	14,903	5	186,802	81,565
6	10,657	6	195,218	85,015
7	6,725	7	185,202	53,941
8	11,073	8	129,056	50,265
9	12,196	9	113,609	55,781
10	9,243	10	138,218	51,886
<b>Média</b>	<b>12</b>	<b>Média</b>	<b>156</b>	<b>67</b>
<b>Desvio Pad.</b>	<b>3</b>	<b>Desvio Pad.</b>	<b>28</b>	<b>14</b>

Tabela 10 - Medidas lineares de precipitados observados em amostras revenidas a 740 °C, tracionadas a 550 °C a 0,005 mm/min, em  $\mu\text{m}$ .

MX		M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>		
#	diâmetro	#	comprimento	largura
1	11,625	1	184,049	70,598
2	15,408	2	154,046	55,231
3	13,046	3	102,875	55,792
4	11,966	4	160,130	77,023
5	10,946	5	137,995	70,805
6	12,148	6	141,623	62,333
7	12,934	7	92,431	47,841
8	11,499	8	130,802	67,414
9	11,625	9	115,835	61,356
10	13,351	10	129,408	53,582
<b>Média</b>	<b>12</b>	<b>Média</b>	<b>135</b>	<b>62</b>
<b>Desvio Pad.</b>	<b>1</b>	<b>Desvio Pad.</b>	<b>27</b>	<b>9</b>



## **ANEXO B – TABELAS DE DUREZAS**

As medidas de dureza Vickers foram obtidas em 5 pontos aleatórios da seção transversal das amostras, com média e desvio padrão calculados para o aço em todas as condições de revenido e em todas as variáveis de tração, além de amostras somente tratadas termicamente, conforme tabelas Tabela 11, Tabela 12 e Tabela 13. O ensaio foi realizado com carga de 20 N aplicada por 10 s.

Tabela 11 - Dureza Vickers (HV2) de amostras após tratamento térmico.

<b>Amostras não tracionadas</b>				
Medição	Somente temperado	Revenido a 660 °C	Revenido a 690 °C	Revenido a 740 °C
1	557	310	283	262
2	557	311	285	258
3	548	310	288	264
4	547	308	274	258
5	560	304	278	257
Média	554	309	282	260
Desvio padrão	6	3	6	3

Tabela 12 - Dureza Vickers (HV2) de amostras após ensaio de tração 660 e 740 °C.

		Amostras revenidas a 660 °C				Amostras revenidas a 740 °C			
Temperatura de tração (°C):		550 °C		600 °C		550 °C		600 °C	
Velocidade de tração (mm/min):		0,5	0,005	0,5	0,005	0,5	0,005	0,5	0,005
<b>Medição:</b>	<b>1</b>	299	286	294	294	274	257	260	244
	<b>2</b>	284	286	297	287	275	249	263	247
	<b>3</b>	291	295	304	287	273	253	260	248
	<b>4</b>	294	287	313	285	267	253	255	246
	<b>5</b>	298	287	310	283	272	250	254	248
<b>Média:</b>		<b>293</b>	<b>288</b>	<b>304</b>	<b>287</b>	<b>272</b>	<b>252</b>	<b>258</b>	<b>247</b>
<b>Desvio padrão:</b>		<b>6</b>	<b>4</b>	<b>8</b>	<b>4</b>	<b>3</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>2</b>

Tabela 13 - Dureza Vickers (HV2) de amostras após ensaio de tração a 690 °C.

		Amostras revenidas a 690 °C											
Temperatura de tração (°C):		500 °C				550 °C				600 °C			
Taxa de tração (mm/min):		5	0,5	0,05	0,005	5	0,5	0,05	0,005	5	0,5	0,05	0,005
<b>Medição:</b>	<b>1</b>	298	287	291	271	293	273	267	257	267	270	255	250
	<b>2</b>	306	289	290	276	291	272	273	265	273	266	254	251
	<b>3</b>	304	282	290	268	286	273	274	264	274	270	258	245
	<b>4</b>	313	290	284	272	294	271	276	267	276	264	259	250
	<b>5</b>	309	284	290	282	296	278	275	265	275	271	265	255
<b>Média:</b>		<b>306</b>	<b>286</b>	<b>289</b>	<b>274</b>	<b>292</b>	<b>273</b>	<b>273</b>	<b>264</b>	<b>273</b>	<b>268</b>	<b>258</b>	<b>250</b>
<b>Desvio padrão:</b>		<b>6</b>	<b>3</b>	<b>3</b>	<b>5</b>	<b>4</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>4</b>

**ANEXO C – TABELA DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE TRAÇÃO**

As propriedades mecânicas obtidas no ensaio de tração podem ser observadas na Tabela 14, após a aplicação de tratamentos térmicos de revenido.

Tabela 14 - Condições de ensaio de tração para amostras revenidas em diferentes temperaturas, com as respectivas propriedades mecânicas obtidas em ensaios de tração a frio e a quente.

	#	Revenido	Tração		LE	LR	Along.
			T	V (mm/min)	MPa	MPa	%
Tracionadas a quente	1	a 690 °C / 120 min	500	5	520	627	18
	2			0,5	512	574	23
	3			0,05	490	535	26
	4			0,005	456	470	25
	5		550	5	503	546	18
	6			0,5	458	477	26
	7			0,05	399	420	23
	8			0,005	347	365	37
	9		600	5	427	454	26
	10			0,5	343	357	35
	11			0,05	299	319	30
	12			0,005	245	266	36
	13	a 660 °C / 120 min	550	0,5	514	523	16
	14			0,005	370	383	16
	15		600	0,5	492	523	19
	16			0,005	242	252	14
Tracionadas a quente	17	a 740 °C / 120 min	550	0,5	440	476	20
	18			0,005	318	348	18
	19		600	0,5	344	350	20
	20			0,005	167	189	17
Tracionadas a frio	21	a 690 °C / 120 min	20	0,5	890	1052	22
	22	a 660 °C / 120 min	20	0,5	927	1074	18
	23						
	24						
	25	a 740 °C / 120 min	20	0,5	696	884	25
	26						
	27						
28							
29							