

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

JULIANNA MAGALHÃES GARCIA

**FLUÊNCIA-FADIGA E PREVISÃO DA VIDA ÚTIL DE AÇOS AUSTENÍTICO
25-20CRNI E FERRÍTICOS MARTENSÍTICOS 9-12CR, COM ADIÇÃO DE NB,
N, W E TA**

**RIO DE JANEIRO
2023**

JULIANNA MAGALHÃES GARCIA

FLUÊNCIA-FADIGA E PREVISÃO DA VIDA ÚTIL DE AÇOS AUSTENÍTICO
25-20CRNI E FERRÍTICOS MARTENSÍTICOS 9-12CR, COM ADIÇÃO DE
NB, N, W E TA

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciência dos Materiais.

Orientador(es): Luiz Paulo Mendonça Brandão, D.C.

Rio de Janeiro

2023

©2023

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha
Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmар ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Garcia, Julianna Magalhães.

Fluência-fadiga e previsão da vida útil de aços austenítico 25-20CrNi e ferríticos martensíticos 9-12Cr, com adição de Nb, N, W e Ta / Julianna Magalhães Garcia. – Rio de Janeiro, 2023.

146 f.

Orientador(es): Luiz Paulo Mendonça Brandão.

Tese (doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência dos Materiais, 2023.

1. fluência; fluência-fadiga; fratura; transformação de fase; parâmetro Q*; modelo Strip-yield. i. Mendonça Brandão, Luiz Paulo (orient.) ii. Título

JULIANNA MAGALHÃES GARCIA

**Fluência-fadiga e previsão da vida útil de aços austenítico
25-20CrNi e ferríticos martensíticos 9-12Cr, com adição
de Nb, N, W e Ta**

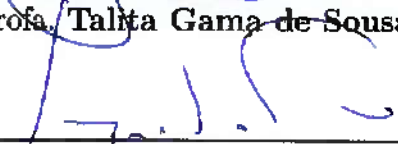
Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciência dos Materiais.


Orientador(es): Luiz Paulo Mendonça Brandão.

Aprovado em Rio de Janeiro, 09 de agosto de 2023, pela seguinte banca examinadora:


Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão - D.C. do IME - Presidente


Profa. Talita Gama de Sousa - D.C. do IME


Prof. Sergio Neves Monteiro - Ph.D. do IME


Prof. Luiz Henrique de Almeida - D.C. da COPPE/UFRJ


Pesquisador Carlos Bruno Eckstein - D.C. da Petrobrás


Prof. Rodrigo Félix de Araújo Cardoso - D.C. do CBPF e da UERJ.

Rio de Janeiro

2023

Dedico esta tese de doutorado aos meus pais.

AGRADECIMENTOS

Ao Instituto Militar de Engenharia (IME), em especial ao professor Luiz Paulo Brandão por toda orientação, dedicação a esse projeto e pelo apoio emocional.

Ao grupo do laboratório de DRX e aos alunos da graduação em materiais do IME, no qual fiz grandes amizades.

À Universidade de Idaho (University of Idaho), em especial aos Professores Gabriel Potirniche e Robert Stephens pelo espaço dado para realizar os principais ensaios dessa tese em seus laboratórios.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) pela bolsa de estudo concedida, Nº DO PROCESSO E-26/201.264/2023.

E à Villares Metals pelo apoio a este estudo, pela fabricação dos materiais e informações concedidas.

RESUMO

A presente investigação conduziu a previsão de vida útil em fluência-fadiga de dois aços desenvolvidos pelo grupo de pesquisa do IME. Um aço austenítico Mod-310 com adição de Nb e N e um segundo aço ferrítico-martensítico Mod-9Cr, com adição de W e Ta. Foram realizados estudos em fluência do aço Mod-310 nas temperaturas de 650, 675 e 700 °C, sob tensões de 280, 300 e 320 MPa. Enquanto os ensaios de fluência-fadiga foram realizados em amostras do tipo C(T), e posteriormente feita a análise numérica dos resultados de deformação e tempo para a fratura para os aços Mod-310 e Mod-9Cr. A avaliação do comportamento da fratura dos espécimes, sua evolução microestrutural e a formação de precipitados e fases a partir do envelhecimento por fluência-fadiga das amostras em diferentes tempos de espera ($t_h = 0, 5, 60$ e 600 s) foram estudadas. Para esse fim, amostras de fluência-fadiga foram ensaiadas sob fator de intensidade de tensão inicial de $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{m}$ em temperaturas de 625 °C e 675 °C, para os aços Mod-9Cr e Mod-310, respectivamente. O parâmetro Q^* foi utilizado para estabelecer uma nova equação de previsão de vida útil para o aço Mod-310, sob efeito de multiaxialidade em fluência. E os modelos Strip-yield, Yokobori e o descrito na ASTM E2760, foram utilizados para estabelecer a previsão da vida útil do material em fluência-fadiga. As curvas de fluência foram características do experimento, com forte influência da temperatura no estágio de fluência II. As curvas de fluência-fadiga mostraram grande dependência sob os tempos de espera utilizados para os ensaios. A característica das superfícies de fratura foi dependente da tensão e da temperatura, com uma transição de fratura dúctil, com formação de microcavidades, para fratura intergranular frágil, evidenciadas pelos contornos de grãos bem definidos. Na análise de envelhecimento por fluência-fadiga foram avaliados ensaios de calorimetria diferencial de varredura (DSC), difração de raio X (DRX) e microdureza Vickers. Nas amostras envelhecidas por fluência-fadiga foi observado uma precipitação de $M_{23}C_6$ e MX (NbN, para o aço Mod-310, e WC, para o aço Mod-9Cr). Foi observado ainda a presença da fase Z para o aço Mod-310, e fase laves para o aço Mod-9Cr a partir dos difratogramas de DRX e mapeamento EDS, com a intensificação e surgimento dos picos quanto maior o tempo de ensaio (exposição a temperatura).

Palavras-chave: fluência; fluência-fadiga; fratura; transformação de fase; parâmetro Q^* ; modelo Strip-yield.

ABSTRACT

The present investigation led to the prediction of the creep-fatigue life of two steels developed by the IME research group: an austenitic steel Mod-310 with Nb and N additions, and a ferritic-martensitic steel Mod-9Cr with W and Ta additions. Creep tests were conducted on the Mod-310 steel at temperatures of 650, 675, and 700 °C, under stresses of 280, 300, and 320 MPa. Creep-fatigue tests were performed on C(T)-type specimens, with numerical analysis of the deformation and time to fracture results conducted for both Mod-310 and Mod-9Cr steels. Fracture behavior, microstructural evolution, and the formation of precipitates and phases during creep-fatigue aging at different holding times ($t_h = 0, 5, 60, \text{ and } 600 \text{ s}$) were studied. Creep-fatigue samples were tested at an initial stress intensity factor of $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{m}$ at temperatures of 625 °C and 675 °C for Mod-9Cr and Mod-310 steels, respectively. The parameter Q^* was used to establish a new life prediction equation for Mod-310 steel under multiaxial creep conditions. While, Strip-yield, Yokobori, and ASTM E2760 models were used to predict the creep-fatigue life of Mod-310 and Mod-9Cr. Creep curves exhibited a characteristic behavior, with significant temperature dependence during the creep stage II. Creep-fatigue curves showed a strong dependency on the waiting times used in the tests. The fracture surfaces characteristics were dependent on stress and temperature, transitioning from ductile fracture with the formation of dimples to intergranular brittle fracture with well-defined grain boundaries. Aging during creep-fatigue was evaluated through differential scanning calorimetry (DSC), X-ray diffraction (XRD), and Vickers microhardness tests. $M_{23}C_6$ and MX (NbN for Mod-310 steel and WC for Mod-9Cr steel) precipitation was observed in the creep-fatigue aged samples. XRD and EDS mapping showed the presence of phase Z in Mod-310 steel and laves phase in Mod-9Cr steel, with an increase in peak intensity with longer test durations (exposure to temperature).

Keywords: creep; creep-fatigue; fracture; phase transformation; Q^* parameter; Strip-yield model.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 – Curva típica do ensaio de fluência, mostrando os três estágios do processo (Adaptada de DIETER, 1981).	27
Figura 2.2 – Modos de difusão durante a fluência (Adaptada de LI; DASGUPTA, 1993).	30
Figura 2.3 – Mecanismos de discordâncias, a, b) deslizamento; c) escalagem, cria-se uma vacância) (DIETER, 1981).	31
Figura 2.4 – Diagrama esquemático da temperatura equicoesiva (DIETER, 1981).	35
Figura 2.5 – Gráfico esquemático do diagrama de ruptura de tensão a várias temperaturas (BHADURI, 2018).	35
Figura 2.6 – Representação esquemática da propagação de trinca por fadiga através de uma seção da amostra (WAREING, 1977).	37
Figura 2.7 – Representação esquemática do avanço da trinca por fadiga pelo processo de embotamento plástico e formação de estrias (LAIRD; SMITH, 1962).	38
Figura 2.8 – Características da curva de taxa de crescimento de trinca por fadiga da / dN vs ΔK e mecanismos de fratura associados (WAREING, 1977).	38
Figura 2.9 – Três modos básicos de carregamento, em ordem, modos I, II e III (STEPHENS et al., 2001).	39
Figura 2.10–Efeito da frequência no número de ciclos e tempo para a fratura da liga de níquel U-700 a 760 °C (ORGAN; GELL, 1971).	42
Figura 2.11–Relação tensão máxima de carregamento vs. número de ciclos até a ruptura para P92 a) temperatura ambiente; b) 600°C (ZHANG et al., 2019).	43
Figura 2.12–Influência da ductilidade à fluência na resistência à fadiga do aço 1CrMoV à 550 °C (HOLDSWORTH, 2015).	44
Figura 2.13–Influência da ductilidade por fluência nos mecanismos para formação de trinca por fluência-fadiga (HOLDSWORTH, 2015).	44
Figura 2.14–Iniciação da trinca nos contornos de grãos com formação de óxidos numa liga a base de níquel (JIANG et al., 2019).	45
Figura 2.15–Relação entre energia de ativação e frequência de carregamento para o aço W-9Cr (SHIRAI et al., 2015).	46
Figura 2.16–Método de avaliação envolvendo a separação do mecanismo dependente do ciclo para o dependente do tempo (KOBAYASHI et al., 2015).	47
Figura 2.17–Superfície curva tridimensional representando a frequência de carregamento característica para o tempo de fratura (KOBAYASHI et al., 2015).	48

Figura 2.18–Frequência de carregamento característico do tempo de fratura para CM247LC (YOKOBORI et al., 2013).	49
Figura 2.19–Superfície curva tridimensional representando a frequência de carregamento característico para CM247LC e IN100 (YOKOBORI et al., 2013).	49
Figura 2.20–Regiões para 100.000h de tempo para a fratura em fluência para os aços Ferríticos, Austeníticos e a base de Níquel (BARNARD, 2007).	50
Figura 2.21–Desenvolvimento dos aços austeníticos para caldeiras (VISWANHATAN; PURGERT; RAO, 2005).	51
Figura 2.22–Resistência à tração versus tempo de envelhecimento a 800 °C (SANDSTRÖM; FAROOQ; IVARSSON, 2012).	52
Figura 2.23–Diagrama TTT do aço AISI 310; linha B, H e E representam a precipitação de fase sigma inicial, intermediária e final (FOLKHARD, 1988).	53
Figura 2.24–Desenvolvimento dos aços ferríticos para caldeiras (VISWANHATAN; PURGERT; RAO, 2005).	55
Figura 2.25–Ilustração da microestrutura da martensita temperada (ABE, 2014).	56
Figura 2.26–Microestrutura do aço P91 a) contornos de grão de austenita primária e matriz martensítica revenida b) carbonetos em contornos de austenita e ripas (PAUL; SAROJA; VIJAYALAKSHMI, 2008).	56
Figura 2.27–Micrografia MET de P91 durante fluência a 600°C sob 70 MPa a) Como temperado b) 30.030h c) 70.000h d) 80.736 h (SAWADA et al., 2011).	57
Figura 2.28–Microestrutura de a) P91 como recebido, b) após fluência a 600 °C por 113.431 h; c) espectros EDS típicos (FEG-SEM) para carbonetos M23C6, fase laves e a matriz, respectivamente (PANAIT et al., 2010).	58
Figura 2.29–Malha de elementos finitos e condições de contorno para simulações bidimensionais de crescimento de trinca por fluência e fadiga (RAMIREZ et al., 2019).	64
Figura 3.1 – Esquema do modelo experimental.	66
Figura 3.2 – Dimensões e geometria do corpo de prova de tração e fluência, espessura de 2 mm, em mm.	70
Figura 3.3 – Dimensões e geometria do corpo de prova de tração em alta temperatura.	70
Figura 3.4 – Geometria e tamanho dos corpos de prova C(T) para ensaio de fluência-fadiga, em mm.	71
Figura 3.5 – Arranjo do equipamento de ensaio e de observação in-situ.	73
Figura 3.6 – Tipo de aplicação de tensão a) trapezoidal b) triangular.	74
Figura 4.1 – Mapa de EBSD da amostra Mod-310, como recebida.	79
Figura 4.2 – Fases de equilíbrio calculado por ThermoCalc para o aço Mod-310: 100 °C a 1000 °C.	79

Figura 4.3 – Curva de DSC, aço Mod-310 como recebido, taxa de aquecimento 20 °C/min.	81
Figura 4.4 – Difratoograma de DRX da amostra como recebida e indexação da fase austenita.	82
Figura 4.5 – Microestrutura do aço Mod-310 como recebido a) Precipitação no interior do grão; Mapeamento por EDS b) Cr, c) Mn, d) Fe, e) Ni, f) Nb, g) N, h) C, i) Si.	83
Figura 4.6 – Mapa de EBSD da amostra Mod-9Cr, como recebida.	84
Figura 4.7 – Fases de equilíbrio calculado por ThermoCalc para os aços propostos: 100 °C a 1000 °C, Mod-9Cr.	85
Figura 4.8 – Curva de DSC, aço Mod-9Cr como recebido, taxa de aquecimento 20 °C/min.	87
Figura 4.9 – Difratoograma de DRX da amostra Mod-9Cr como recebida e indexação das fases martensítica-ferrítica.	87
Figura 4.10–Microestrutura do aço Mod-9Cr como recebido a) Ripas martensíticas e precipitação; Mapeamento por EDS b) Cr, c) Mn, d) W, e) V, f) Ta.	88
Figura 4.11–Superfícies de fratura do aço Mod-310 após o ensaio de tração: a, b, c) temperatura ambiente; d, e, f) 675 °C.	90
Figura 4.12–Superfícies de fratura do aço Mod-9Cr proposto após o ensaio de tração: a, b, c) temperatura ambiente; d, e, f) 625 °C.	92
Figura 4.13–Curvas de deformação por fluência versus tempo normalizado (t/t_f) para o aço Mod-310 em temperatura 675 °C.	93
Figura 4.14–Curvas de deformação por fluência versus tempo normalizado (t/t_f) para o aço Mod-310 em tensão 300 MPa.	94
Figura 4.15–Relação entre o inverso do tempo de fratura por fluência e temperatura, para o aço Mod-310 a 300 MPa.	95
Figura 4.16–Relação entre tempo normalizado de fratura e K_{in} , para o aço proposto à 675 °C.	96
Figura 4.17–Superfície lateral da fratura, aço Mod-310, após ensaio de fluência em 675°C, 300MPa, $t_f=237,3$ hr.	97
Figura 4.18–Relação entre da/dt e K para amostras com diferentes tempos de espera.	99
Figura 4.19–Taxas de crescimento de trinca para CFCG e FCG.	99
Figura 4.20–Característica do deslocamento da linha de carga nas condições de fluência-fadiga.	101
Figura 4.21–Relação entre o comprimento de crescimento da trinca e o tempo normalizado nas condições de fluência-fadiga.	102
Figura 4.22–Relação entre da/dt e K para amostras com diferentes tempos de espera, aço Mod-9Cr.	104
Figura 4.23–Taxas de crescimento de trinca para CFCG e FCG, Mod-9Cr a 625 °C.	105

Figura 4.24–Comparação entre as medidas experimentais e as previsões pela ASTM E2760 das taxas de FCG e CFCG para o aço Mod-310 a 675 °C. Marcadores fechados, ensaio experimental, marcadores abertos, simulação.	107
Figura 4.25–Comparação entre as medidas experimentais e as previsões por Strip-yield das taxas de FCG e CFCG para o aço Mod-310 a 675 °C. Marcadores fechados, ensaio experimental, marcadores abertos, simulação.	108
Figura 4.26–Relação entre frequência e o tempo normalizado nas condições de fluência-fadiga, aço Mod-310.	109
Figura 4.27–Comparação entre as medidas experimentais e as previsões pela ASTM E2760 das taxas de FCG e CFCG para o aço Mod-9Cr a 625 °C. Marcadores fechados, ensaio experimental; marcadores abertos, simulação.	113
Figura 4.28–Relação entre frequência e o tempo normalizado nas condições de fluência-fadiga, aço Mod-9Cr.	114
Figura 4.29–Superfície de fratura após fluência-fadiga, aço Mod-310, da esquerda para a direita: 0 s, 5 s, 60 s e 600 s.	116
Figura 4.30–Superfícies de fratura aço Mod-310: a, b) 0 s; c, d) 5 s; e, f) 60 s; g, h) 600 s.	117
Figura 4.31–Superfície de fratura após fluência-fadiga, aço Mod-9Cr, da esquerda para a direita: 0 s, 5 s, 60 s e 600 s.	118
Figura 4.32–Superfícies de fratura aço Mod-9Cr: a, b) 0 s; c, d) 5 s; e, f) 60 s; g, h) 600 s.	119
Figura 4.33–Difratograma de DRX das amostras do aço Mod-310 envelhecidas por fluência-fadiga à 675 °C, e indexação das fases.	121
Figura 4.34–Difratograma de DRX das amostras do aço Mod-9Cr envelhecidas por fluência-fadiga à 625 °C, e indexação das fases.	122
Figura 4.35–Micrografias SEM da amostra submetida ao ensaio de fluência-fadiga por: a), b) 6,3 h; c), d) 21,3 h; e), f) 87,6 h; g), h) 160,6 h.	124
Figura 4.36–Micrografias SEM da amostra do aço Mod-9Cr submetida ao ensaio de fluência-fadiga por: a), b) 19,7 h; c), d) 88,5 h; e), f) 252,1 h; g), h) 406 h.	127
Figura 4.37–Relação da microdureza do aço Mod-310 com o tempo de exposição em fluência-fadiga a 675 °C.	128
Figura 4.38–Relação da microdureza do aço Mod-9Cr com o tempo de ensaio em fluência-fadiga a 625 °C.	129

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Composição química dos aços desenvolvidos.	67
Tabela 3.2 – Propriedades mecânicas mínimas propostas dos aços desenvolvidos. . .	67
Tabela 3.3 – Condições de temperatura e tensão do ensaio de fluência	72
Tabela 3.4 – Condições de temperatura, tensão e tipo de frequência de carregamento do ensaio de fluência-fadiga.	74
Tabela 3.5 – Propriedades do material usadas na análise FEM.	77
Tabela 4.1 – Propriedades medidas em tração a temperatura ambiente da amostra Mod-310 como recebida.	89
Tabela 4.2 – Propriedades medidas em tração a 675 °C da amostra Mod-310 como recebida.	89
Tabela 4.3 – Propriedades mecânicas da liga Mod-310 como recebida, comparação com a ASTM A240(ASTM, 2018).	89
Tabela 4.4 – Propriedades medidas em tração a temperatura ambiente da amostra Mod-9Cr como recebida.	91
Tabela 4.5 – Propriedades medidas em tração a 625 °C da amostra Mod-9Cr como recebida.	91
Tabela 4.6 – Propriedades mecânicas da liga Mod-9Cr como recebida, comparação com a norma ASTM A335 (ASTM, 2021a).	91
Tabela 4.7 – Condições de ensaio e tempo de fratura do aço Mod-310, em CPs DEN.	92
Tabela 4.8 – Relação entre tempos de fratura calculados e experimentais.	96
Tabela 4.9 – Resumo das condições de ensaio de fluência-fadiga e seus resultados para o aço Mod-310.	98
Tabela 4.10–Resumo das condições de ensaio de fluência-fadiga e seus resultados para o aço Mod-310.	103
Tabela 4.11–Resumo das constantes gráficas utilizadas para cálculo de da/dN	106
Tabela 4.12–Resultados da simulação por Strip-yield, com seus respectivos valores experimentais, aço Mod-310.	108
Tabela 4.13–Resultados experimentais e suas respectivas das simulações por: Strip- yield, ASTM 2760 e Yokobori, 0 s.	111
Tabela 4.14–Resultados experimentais e suas respectivas das simulações por: Strip- yield, ASTM 2760 e Yokobori, 5 s.	111
Tabela 4.15–Resultados experimentais e suas respectivas das simulações por: Strip- yield, ASTM 2760 e Yokobori, 60 s.	112
Tabela 4.16–Resultados experimentais e suas respectivas das simulações por: Strip- yield, ASTM 2760 e Yokobori, 600 s.	112
Tabela 4.17–Resumo das constantes gráficas utilizadas para cálculo de da/dN	113

Tabela 4.18–Resultados calculados pelo método de Yokobori, com seus respectivos valores experimentais, aço Mod-9Cr.	115
Tabela 4.19–Resultados calculados pelo método de Yokobori, com seus respectivos valores experimentais, aço Mod-9Cr.	121

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABREVIATURAS:

°C	grau Celsius
A	ampere
eV	elétron-volt
g	grama
GPa	giga Pascal
h	hora
Hz	hertz
J	joule
kgf	quilograma-força
kN	quilo Newton
kV	quilo Volt
m	metro
mA	miliampère
mg	miligrama
min	minuto
mm	milímetro
MPa	mega Pascal
μm	micrômetro
N	Newton
s	segundo
V	Volt
%vol.	porcentagem em volume
%p.	porcentagem em peso

SIGLAS:

AIISI	<i>American Iron and Steel Institute</i> (Instituto Americano do Ferro e do Aço)
ASME	<i>American Society of Mechanical Engineers</i> (Sociedade Americana de Engenheiros Mecânicos)
ASTM	<i>American Society For Testing And Materials</i> (Sociedade Americana para Ensaaios e Materiais)
CCG	<i>Creep crack growth</i> (Crescimento de trinca por fluência)
CFCG	<i>Creep-fatigue crack growth</i> (Crescimento de trinca por fluência-fadiga)
CN	<i>Circular notch</i> (Circular com entalhe)
COD	<i>Crack opening displacement</i> (Amplitude/deslocamento de abertura de trinca)
CPs	Corpos de prova
C(T)	Corpo de prova compacto de tensão
DCPD	<i>Direct current potencial drop</i> (Diferença de potencial elétrico)
DEN	<i>Double edge notch</i> (Entalhe dos dois lados na espessura)
DRX	Difração de Raios X
DSC	Calorimetria Diferencial de Varredura
EBSD	Difração de elétrons retroespalhados
EDS	Espectrômetro de energia dispersiva de raios X
FCG	<i>Fatigue crack growth</i> (Crescimento de trinca por fadiga)
ISO	<i>International Organization for Standardization</i> (Organização Internacional para Normalização)
IME	Instituto Militar de Engenharia
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscópio óptico
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão

LISTA DE SÍMBOLOS

A, C, c, a, m	Constante do material
C^*	Integral de taxa de energia
da/dt	Deformação da trinca em relação ao tempo
da/dN	Deformação da trinca em relação ao número de ciclos
E	Módulo de Young
f	Frequência de carregamento
$f(\sigma_1)$	Função da tensão elasto-plástica ao redor da ponta da trinca
G	Módulo de cisalhamento
H_v	Microdureza Vickers
J	Integral de contorno J
K_{in}	Fator de intensidade
n	Expoente de tensão
R	Constante dos gases
T	Temperatura
t	Tempo do instante de ensaio ensaio
t_f	Tempo para a fratura
T_f	Temperatura de fusão do material
t_h	Tempo em que a tensão máxima será mantida constante; tempo de espera
ΔK	Fator de intensidade de tensão
α	Alpha
β	Beta
γ	Gamma
δ	Delta

ϵ	Epsilon
η	Eta
θ	Theta
λ	Lambda
μ	Mu
ν	Nu
π	Pi
ρ	Rho
σ	Sigma
τ	Tau
ϕ	Phi

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	22
1.1	OBJETIVO GERAL	24
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	25
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	26
2.1	FLUÊNCIA	26
2.1.1	CURVA DE FLUÊNCIA	27
2.1.2	TAXA DE DEFORMAÇÃO	28
2.2	MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO POR FLUÊNCIA	29
2.2.1	REGIÃO SECUNDÁRIA	29
2.2.2	REGIÃO PRIMÁRIA	32
2.2.3	REGIÃO TERCIÁRIA	33
2.2.4	TRANSIÇÃO FRATURA INTERGRANULAR E TRANSGRANULAR	34
2.3	FADIGA	36
2.3.1	A FRATURA EM FADIGA	36
2.3.2	A FRATURA EM FADIGA	37
2.4	MECÂNICA DA FRATURA	39
2.5	FADIGA EM ALTA TEMPERATURA (INTERAÇÃO FLUÊNCIA-FADIGA)	41
2.5.1	INFLUÊNCIA DA FREQUÊNCIA DE CARREGAMENTO	42
2.5.2	INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA	42
2.5.3	INFLUÊNCIA DA DUCTILIDADE DO MATERIAL	43
2.5.4	INFLUÊNCIA DA ATMOSFERA	44
2.6	CURVA CARACTERÍSTICA DE CRESCIMENTO DE TRINCA SOB FLUÊNCIA-FADIGA	46
2.7	AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS	48
2.7.1	MICROESTRUTURA DO AÇO 310 – TRANSFORMAÇÃO DE FASES E PRECIPITAÇÃO	50
2.8	AÇOS INOXIDÁVEIS FERRÍTICOS-MARTENSÍTICOS	53
2.8.1	MICROESTRUTURA DOS AÇOS 9-12%CR – TRANSFORMAÇÃO DE FASES E PRECIPITAÇÃO	55
2.9	MODELOS DE PREVISÃO DA VIDA ÚTIL	58
2.9.1	PARÂMETRO Q* - YOKOBORI	61
2.9.2	MODELO STRIP-YIELD - POTIRNICHE	61
3	MATERIAIS E MÉTODOS	66
3.1	MATERIAIS	66

3.2	PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA METALOGRAFIA	68
3.2.1	MICROSCÓPIO ÓPTICO (MO)	68
3.2.2	MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA (MEV)	68
3.3	ANÁLISE QUANTITATIVA	69
3.4	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	69
3.5	ENSAIO DE CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC) . .	69
3.6	CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	69
3.6.1	CORPOS DE PROVA DE TRAÇÃO E DE FLUÊNCIA	69
3.6.2	CORPOS DE PROVA DE FLUÊNCIA-FADIGA	70
3.7	CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA	71
3.7.1	ENSAIO DE MICRODUREZA	71
3.7.2	ENSAIO DE TRAÇÃO A TEMPERATURA AMBIENTE E ALTA TEMPERATURA	71
3.7.3	ENSAIO DE FLUÊNCIA	72
3.7.4	ENSAIO DE FLUÊNCIA-FADIGA	72
3.7.5	MÉTODO E CONDIÇÕES DO ENSAIO DE FLUÊNCIA-FADIGA	73
3.7.5.1	SISTEMA DCPD (DIRECT CURRENT POTENTIAL DROP)	74
3.7.5.2	SISTEMA COD (CRACK OPENING DISPLACEMENT), EXTENSÔMETRO DE ALTA TEMPERATURA	75
3.7.6	ENVELHECIMENTO DURANTE O ENSAIO DE FLUÊNCIA-FADIGA	75
3.8	PREVISÃO DA VIDA ÚTIL POR FLUÊNCIA PELO PARÂMETRO Q* . .	75
3.9	PREVISÃO DA VIDA ÚTIL PARA FLUÊNCIA-FADIGA PELO MODELO STRIP-YIELD	76
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	78
4.1	ANÁLISE MICROESTRUTURAL DO AÇO MOD-310 COMO RECEBIDO .	78
4.1.1	TAMANHO DE GRÃO	78
4.1.2	FASES DE EQUILÍBRIO	79
4.1.3	ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO DE FASES (DSC E DRX)	81
4.1.4	MICROESTRUTURA	82
4.2	ANÁLISE MICROESTRUTURAL DO AÇO MOD-9CR COMO RECEBIDO	84
4.2.1	TAMANHO DE GRÃO	84
4.2.2	FASES DE EQUILÍBRIO	85
4.2.3	ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO DE FASES (DSC E DRX)	86
4.2.4	MICROESTRUTURA	88
4.3	COMPORTAMENTO MECÂNICO DOS MATERIAIS COMO RECEBIDO EM TEMPERATURA AMBIENTE E EM ALTA TEMPERATURA	89
4.3.1	AÇO MOD-310	89
4.3.2	AÇO MOD-9CR	90
4.4	COMPORTAMENTO DO AÇO MOD-310 SUBMETIDO A FLUÊNCIA . .	92
4.4.1	ENSAIO DE FLUÊNCIA	92

4.4.2	MODELO DE PREVISÃO DA VIDA ÚTIL DO AÇO MOD-310 SUBMETIDO A FLUÊNCIA – YOKOBORI Q*	94
4.4.3	ANÁLISE DO DANO SUPERFICIAL DO AÇO MOD-310 APÓS O ENSAIO DE FLUÊNCIA	96
4.5	MICROESTRUTURA E COMPORTAMENTO DOS MATERIAIS APÓS ENSAIO DE FLUÊNCIA-FADIGA	97
4.5.1	ENSAIO DE FLUÊNCIA-FADIGA	97
4.5.1.1	AÇO MOD-310	97
4.5.1.1.1	RELAÇÃO ENTRE A TAXA DE CRESCIMENTO DE TRINCA EM FLUÊNCIA-FADIGA POR ΔK	99
4.5.1.1.2	DESLOCAMENTO DA LINHA DE CARGA	101
4.5.1.2	AÇO MOD-9CR	103
4.5.1.2.1	RELAÇÃO ENTRE A TAXA DE CRESCIMENTO DE TRINCA EM FLUÊNCIA-FADIGA POR ΔK	104
4.5.2	MODELOS DE PREVISÃO DA VIDA ÚTIL EM FLUÊNCIA-FADIGA	105
4.5.2.1	AÇO MOD-310	105
4.5.2.1.1	ASTM E2760	105
4.5.2.1.2	CÁLCULO PELO MODELO STRIP-YIELD	106
4.5.2.1.3	RELAÇÃO FREQUÊNCIA E A VIDA ÚTIL (MÉTODO YOKOBORI)	108
4.5.2.1.4	COMPARAÇÃO ENTRE OS MODELOS DE PREVISÃO DE VIDA ÚTIL PARA FLUÊNCIA-FADIGA	111
4.5.2.2	AÇO MOD-9CR	112
4.5.2.2.1	ASTM E2760	112
4.5.2.2.2	RELAÇÃO FREQUÊNCIA E A VIDA ÚTIL (MÉTODO YOKOBORI)	114
4.5.3	ANÁLISE DA FRATURA APÓS O ENSAIO DE FLUÊNCIA-FADIGA	115
4.5.3.1	AÇO MOD-310	115
4.5.3.2	AÇO MOD-9CR	118
4.5.4	ANÁLISE DAS FASES PRESENTES NOS MATERIAIS APÓS O ENSAIO DE FLUÊNCIA-FADIGA	120
4.5.4.1	AÇO MOD-310	120
4.5.4.2	AÇO MOD-9CR	122
4.5.5	MICROESTRUTURA DOS MATERIAIS APÓS O ENSAIO DE FLUÊNCIA-FADIGA	123
4.5.5.1	AÇO MOD-310	123
4.5.5.2	AÇO MOD-9CR	125
4.5.6	MICRODUREZA DOS MATERIAIS APÓS O ENSAIO DE FLUÊNCIA-FADIGA	128
4.5.6.1	AÇO MOD-310	128
4.5.6.2	AÇO MOD-9CR	128
5	CONCLUSÃO	130

6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	132
	REFERÊNCIAS	135

1 INTRODUÇÃO

As indústrias do setor de óleo e gás vêm assumindo cada vez maior destaque na economia do Brasil e voltou a ter destaque neste último ano com a retomada dos investimentos no setor através da Reduc e do Polo GasLub Itaboraí, redirecionando e refinando gás natural provindo diretamente do pré-sal (SALLES, 2022b). Segundo a ABESPetro (Associação Brasileira das Empresas de Serviços de Petróleo), atualmente este setor é responsável por 57,5% do PIB (Produto Interno Bruto) industrial do estado do Rio de Janeiro, sendo que 79% da produção brasileira de petróleo e 64% da produção de gás natural se concentraram no Rio de Janeiro (ABESPETRO, 2022), além de contar com cerca de 2500 km de malha dutoviária para a sua distribuição, que corresponde a um pouco mais de 20% do total do Brasil (ANP, 2019).

O Rio de Janeiro é ainda conhecido por abrigar as duas usinas nucleares do Brasil (Angra 1 e 2) e contará nos próximos 4 anos, com uma injeção de capital da ordem dos 17 bilhões de reais para a conclusão de Angra 3 (SALLES, 2022a). Conta ainda com 7 usinas termelétricas já em funcionamento e mais 10 licenciadas (com capacidade de produção de 24% da matriz do Brasil), o que levará o norte do estado do Rio de Janeiro a produzir mais energia do que Itaipu nos próximos anos (TRINDADE, 2022). Sendo que para o setor termonuclear um dos primeiros passos a se dar, é a otimização da produção de energia, cujas principais perdas estão associadas à eficiência térmica das caldeiras, limitada pelas temperaturas e pressões de trabalho. A tecnologia mais promissora para melhorar a eficiência das usinas convencionais é apresentada pelas Usina Ultra Supercrítica Avançada (USC Power Plant) (SINGH et al., 2021), que visa operar em temperaturas de até 700 °C e pressão de vapor entre 28-35 MPa, limitadas hoje em temperaturas de 600 °C e pressões de 20 MPa. Nessas unidades, a seleção de materiais estruturais adequados à fluência e resistentes ao calor garantirá produtividade, segurança e eficiência de custos.

Dessa forma a fluência-fadiga ganha um campo próprio dentro da indústria petrolífera e de energia, principalmente nas tubulações e vasos de pressão, que em suas manutenções de rotina são despressurizados ou a própria variação de temperatura gera um efeito cíclico no material. Em vista disso, o fenômeno da interação fluência-fadiga ocorre quando o material é submetido a temperaturas e ciclos de tensão que não apenas produzem deformações por fluência, mas também deformações por fadiga. Esta combinação de efeitos reduz severamente a vida útil dos componentes, pois os comportamentos de fadiga e fluência apresentam mecanismos significativamente opostos no nível microestrutural. Especificamente, o efeito de fadiga ocorre através do crescimento de trincas através dos grãos, enquanto o efeito de fluência envolve trincas no contorno de grão (LIU; PONS, 2018).

Porém a investigação dos mecanismos de deformação e falha das interações fluência-fadiga são complexas e dependem de muitos ensaios e parâmetros dos materiais, como tratamento térmico, histórico de carga, nível de tensão e deformação, temperatura, tempo de espera, frequência, elementos químico e microestrutura (FAN et al., 2007). Sendo que a interação do crescimento de trincas por fluência-fadiga pode ocorrer devido às trincas de fadiga causado pelo enfraquecimento da matriz em grãos ou fragilização dos contornos de grãos e aumento do crescimento de trincas por fluência em termos de aceleração da precipitação ou cavitação por carregamento cíclico (DIMOPULOS; NIKBIN; WEBSTER, 1988).

Assim, no que tange ao desenvolvimento de materiais com propriedades específicas, como é o caso das ligas destinadas à indústria de petróleo e gás, apresenta-se o desafio de entender a estabilidade mecânica e microestrutural quando submetidos às condições de fluência-fadiga. Tanto os aços austeníticos (AISI 310), quanto os ferríticos/martensíticos (P91 e P92) e os de base Níquel (INCONEL), submetidos à fluência, apresentam mudanças microestruturais, como precipitação de carbonetos e transformação de fase, que alteram suas propriedades mecânicas. Por exemplo, o endurecimento por precipitação, apesar de ter um papel expressivo na resistência da liga, compete com a função deletéria do aumento de tamanho de grão, que ocorre após um longo período de envelhecimento. Os carbonetos $M_{23}C_6$, que precipitam nesses aços, com alto teor de cromo, estão associados à corrosão intergranular e são encontrados após tempos de envelhecimento relativamente curtos, o que acaba limitando a vida útil do material (SANDSTRÖM; FAROOQ; LUNDBERG, 2012). A fase σ , por sua vez, aparece após longos períodos de tempo, sendo uma fase rica em cromo, dura e frágil, atrelada com menor ductilidade e tenacidade, além de elevar a dureza do material (LEE; KIM; KIMURA, 2003). Assim como o aço 310 se destaca pela boa resistência à corrosão e oxidação, além de atingir temperaturas de serviço próximas das superligas à base de níquel por um custo menor (KANNIRAJ, 2018). No entanto, por ser um aço austenítico, ele apresenta maior coeficiente de expansão térmica e baixa condutividade em comparação com os aços ferríticos e martensíticos sendo suscetíveis a fadiga térmica (VISWANHATAN; PURGERT; RAO, 2005). Por outro lado, apesar dos aços ferríticos-martensíticos possuírem menor expansão térmica, as suas temperaturas de serviço estão limitadas a 600 °C (SALIFU; DESAI; KOK, 2021).

Além de estudos experimentais e discussões teóricas é importante poder prever a vida útil dos aços em condições de trabalho de fluência e fadiga através de equações que consigam descrever o material sob as variáveis estudadas. Para esse fim, são estabelecidos métodos de previsão da vida útil (início da fratura) dos componentes nas suas diversas condições de trabalho. O desenvolvimento dos modelos de previsão de vida e acúmulo de dano em fluência-fadiga existentes concentra-se principalmente nos modelos de base empírica, e alguns modelos de base constitutiva. A lei do crescimento de trinca sob condições de fluência-fadiga foi caracterizada por estudos anteriores baseados na norma

ASTM E2760 (ASTM, 2019b), para os ensaios de crescimento de trinca.

Assim, estudos foram realizados ao longo dos anos de forma a determinar os principais fatores que afetam a fratura por fluência-fadiga, sendo um problema complexo explorar uma formulação numérica para descrever o efeito interativo dos mecanismos de fluência e fadiga. Surgindo a modelagem por Strip-yield, que é uma abordagem computacional que caracteriza o fechamento de trincas induzidas por plasticidade durante a fluência-fadiga (POTIRNICHE, 2012). Um dos primeiros modelos de strip-yield foi o de Newman. A partir da modelagem de Newman (NEWMAN, 1981), outros modelos strip-yield foram propostos para crescimento de trincas por fadiga (KIM; LEE, 2000), crescimento de trincas por fadiga termomecânica (FISCHER; SCHWEIZER; SEIFERT, 2015) e crescimento de trincas por fluência (POTIRNICHE, 2012). Assim Potirniche propôs um outro modelo para prever o crescimento de trinca por fluência-fadiga (POTIRNICHE, 2019). Este método emprega a lei de potência de (NORTON, 1929) para prever a deformação de fluência e usa o modelo de Dugdale para acumular danos na ponta da trinca, calculando um declínio na tensão de fluxo (média da tensão de escoamento e resistência à tração final).

Diante disso, busca-se delimitar nesse projeto o comportamento mecânico dos aços 310 e 9-12Cr modificados (adição de N e Nb para o primeiro, e W e Ta para o segundo) sob diferentes formas de carregamento de fluência-fadiga. De modo a prever a vida útil do material e modelar seu comportamento. Até o momento, as pesquisas sobre os aços 310 e 9-12Cr cobriram questões relacionadas a resistência à corrosão e oxidação (BSAT; HUANG, 2015), a sensitização durante o envelhecimento (SANDSTRÖM; FAROOQ; LUNDBERG, 2012; ZHOU et al., 2019) e questões relacionadas ao efeito da vida em serviço desses materiais no que tange a microestrutura e suas propriedades (YOUSEFI; FARGHADIN; FARZADI, 2015; ZHENG et al., 2020). Apesar desta abundância de pesquisas, ainda não há informações sobre a evolução do comportamento com a variação entre carregamento de fluência para fluência-fadiga. Nem relações entre as variações microestruturais com o tempo de ruptura. Além disso, ainda é necessário elucidar a curva característica dessas formas de carregamento por ensaios experimentais e modelagens numéricas.

1.1 Objetivo Geral

O objetivo do presente trabalho é caracterizar o comportamento em fluência-fadiga dos aços austenítico 310 e ferrítico-martensítico 9-12Cr, modificados com adição de elementos de liga (Nb e N para o 310; W e Ta para o 9Cr), na faixa de temperaturas entre 625 e 675 °C. A adição de elementos de liga foi realizada com o intuito de aumentar a eficiência dos aços tradicionais a fluência-fadiga, principalmente, para sua possível aplicação em caldeiras de usinas termoeletricas ultra-supercriticas avançadas e tubos de revestimento de poços de extração de petróleo.

1.2 Objetivos Específicos

Os objetivos específicos foram propostos para os materiais nas seguintes condições:

i. Material como recebido:

- Caracterizar a microestrutura dos aços como recebido, investigando a sua morfologia e fases;
- Investigar as propriedades mecânicas dos aços como recebido por microdureza e tração, além da observação topográfica da fratura.

ii. Após ensaios de fluência:

- Desenvolver a curva característica da relação tempo de ruptura e deformação do aço Mod-310;
- Aplicar o método de simulação Q^* da vida útil em condição de fluência do aço Mod-310;
- Investigar a propagação de danos da fratura.

iii. Após ensaios de fluência-fadiga:

- Desenvolver a curva característica da relação da/dN e ΔK ;
- Aplicar os métodos da ASTM 2760, Strip-yield e Yokobori como formas de prever a vida útil do material;
- Investigar a topografia da fratura e seus mecanismos de propagação de trinca;
- Caracterizar a precipitação e transformação de fases;
- Investigar a morfologia e fração volumétrica desses precipitados e fases;
- Investigar a relação da microestrutura com a microdureza.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Fluência

Materiais são colocados em serviço a temperaturas elevadas e ficam expostos a tensões mecânicas estáticas, tais como em refinarias e plantas de geração térmica. Essas situações de serviço caracterizam as condições necessárias para que ocorra a fluência, ou seja, quando os materiais são submetidos a tensões mais baixas do que a tensão de escoamento por um longo período de forma que acumulam a deformação inelástica. Todos os materiais estão suscetíveis a essa deformação em qualquer temperatura acima do zero absoluto, isto é, 0 K (-273,15 °C). Porém, em um contexto prático, esse efeito só se torna significativo a altas temperaturas, normalmente acima da metade da temperatura homologa para os materiais metálicos (VAGARALI; LANGDON, 1982; GITTUS et al., 1978; TAUB; FLEISCHER, 1989). Uma das primeiras observações modernas deste fenômeno foram feitas em tubos de chumbo que cediam e distorciam com o passar dos anos mesmo sendo solicitados apenas a carregamento de projeto.

Projetos envolvendo fluência são parte integrante de vários códigos e normas utilizados em caldeiras, vasos de pressão, turbinas e reatores, que operam sob temperaturas elevadas. De forma que a fluência se desenvolve, baseando-se no conceito de que quando a temperatura aumenta, cargas que não provocariam deformação permanente à temperatura ambiente no material passam a causar uma deformação lenta. A fluência depende não só da tensão (ensaio de tração), nem só da temperatura (ensaio de tração em alta temperatura), mas também da medida de tempo em que é aplicada a tensão e temperatura. Desse modo, em projetos de componentes que atuarão em fluência, busca-se um material e um formato que alcançará uma determinada vida útil, suportando as cargas de projeto, sem falhar, à uma determinada temperatura.

Para avaliar o comportamento de um material em altas temperaturas e calcular o tempo de vida útil de um componente sujeito à fluência, são necessários métodos de extrapolação de dados. Os testes acelerados de fluência são usados para esse fim, nos quais uma carga (ou tensão) constante é aplicada a uma amostra a uma temperatura constante, em condições mais severas do que as encontradas em serviço, a fim de determinar sua deformação ao longo do tempo. Esses testes podem ser realizados em duas formas: carga constante e tensão constante. A maioria dos testes é realizada sob carga constante, pois eles fornecem informações relevantes para fins de engenharia, já que se aproximam das condições reais de serviço. Já os ensaios com tensão constante são mais difíceis de executar e geralmente são utilizados para obter uma melhor compreensão dos mecanismos de deformação por fluência.

2.1.1 Curva de fluência

ANDRADE (1914) e ANDRADE (1914) contribuiu para a compreensão da fluência ao publicar trabalhos pioneiros sobre o assunto, incluindo a concepção da curva de fluência. Ele considerou que a curva de fluência sob tensão constante é a sobreposição de dois processos distintos de fluência que ocorrem após a deformação instantânea resultante da aplicação da carga. O primeiro é a fluência transitória, com taxa crescente ao longo do tempo, e o segundo é a fluência viscosa, com taxa constante.

Geralmente, ocorrem três estágios de fluência. Eles podem ser facilmente observados ao plotar a deformação plástica pelo tempo sob carga e temperatura constantes, mostrado na Figura 2.1. O primeiro estágio é conhecido como estágio primário ou transitório de fluência. Na região de fluência primária, a taxa de deformação não é constante. Neste caso, a taxa de deformação diminui à medida que o tempo e a deformação aumentam. Isso ocorre devido ao endurecimento por deformação ou a uma diminuição nas discordâncias livres ou móveis (SHLYANNIKOV; TUMANOV; BOYCHENKO, 2015). No estágio secundário, também chamado de estágio de fluência em estado estacionário ou de incubação, onde a taxa de deformação é constante. O estado estacionário é frequentemente atribuído à taxa de discordâncias, que causa endurecimento, sendo igual à taxa de recuperação, que causa amolecimento. Manifestando-se como um equilíbrio dinâmico entre encruamento e recuperação. O valor médio da taxa de fluência durante esse estágio é chamado de taxa mínima de fluência, que é um dos parâmetros mais importantes obtidos em um teste de fluência e comumente usados para caracterizar a resistência à fluência dos materiais e identificar o mecanismo de controle da fluência (HANDBOOK, 1998). A fluência terciária ou fluência acelerada, marcada pelo aumento acelerado da taxa de fluência e pela coalescência de vazios, o que reduz a seção transversal do material até ocorrer a ruptura. É nessa fase de fluência que ocorrem variações como o crescimento de partículas de precipitado, recristalização ou variações difusionais nas fases presentes.

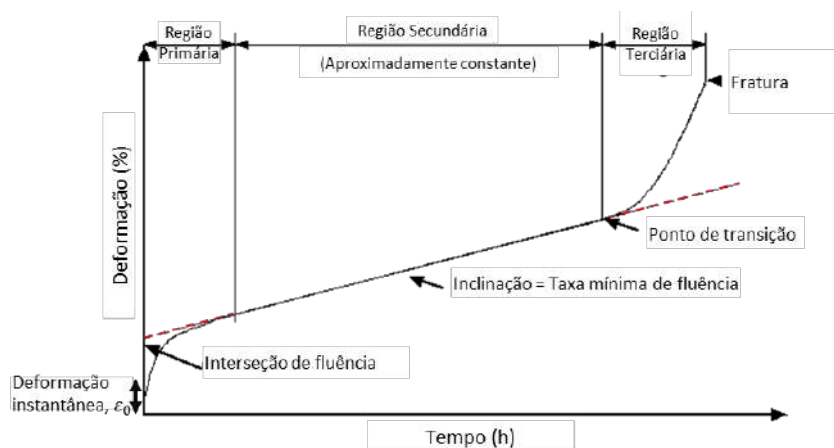


Figura 2.1 – Curva típica do ensaio de fluência, mostrando os três estágios do processo (Adaptada de DIETER, 1981).

Além dessas regiões, ainda há a deformação instantânea, que é a deformação causada pelo carregamento do corpo de prova. A maior parte da deformação instantânea é recuperada instantaneamente com a retirada da carga (elástica), enquanto uma segunda parte é recuperada ao longo do tempo (anelástica) e o restante não se recupera (plástica). Essa deformação instantânea não é considerada como parte da fluência, mas é importante, uma vez que pode constituir uma fração considerável da deformação total permitida em componentes de máquinas. O gráfico característico do teste de fluência é mostrado na Figura 2.1, que representa a curva de deformação versus tempo.

2.1.2 Taxa de deformação

Uma equação comum para mostrar a dependência da taxa da fluência estacionária com a tensão aplicada, é dada pela Lei de NORTON (1929), Equação 2.1, a essa fórmula é dado o nome de “lei da potência”:

$$\epsilon_{min} = A\sigma^n \quad (2.1)$$

Onde:

A e n - Constantes do material;

ϵ_{min} - Taxa mínima de fluência;

σ - Tensão aplicada.

Considerando então, que a fluência é geralmente predominante em temperaturas acima de $0,5T_f$, é possível relacioná-la com os processos difusionais, que são termicamente ativados. Assim, o fenômeno pode ser descrito por uma equação que expresse a taxa de deformação como uma função de Arrhenius, que pode ser escrita como, Equação 2.2 (VISWANHATAN; PURGERT; RAO, 2005).

$$\epsilon = A_0\sigma^n \exp(-Q/RT) \quad (2.2)$$

Onde:

A_0 e n - Constantes do material;

Q - Energia de ativação para fluência;

R - Constante dos gases

T - Temperatura (K)

ϵ_{min} - Taxa mínima de fluência;

σ - Tensão aplicada.

2.2 Mecanismos de deformação por fluência

Como mencionado, a mobilidade dos átomos cresce rapidamente com a temperatura. Assim, os processos controlados por difusão exercem um efeito significativo sobre as propriedades mecânicas de materiais sob elevadas temperaturas. Os principais efeitos que os metais sofrem quando submetidos a altas temperaturas são: maior mobilidade das discordâncias, aumento da concentração de Lacunas, ativação de novos mecanismos de deslizamento e a deslizamento dos contornos de grãos (DIETER, 1981).

Além disso, temperaturas elevadas podem tornar-se operativas e novos mecanismos de deformação aparecem. Em alguns metais, com o aumento da temperatura, o sistema de deslizamento muda, ou são introduzidos sistemas de deslizamento adicionais. A deformação nos contornos de grão torna-se uma possibilidade adicional na deformação dos metais a temperaturas elevadas. Outro fator importante a se considerar é o efeito da exposição prolongada de ligas e metais a altas temperaturas, sobre suas estabilidades metalúrgicas. Por exemplo, metais trabalhados a frio irão se recristalizar e experimentar crescimento de grão, enquanto ligas endurecidas por envelhecimento podem sofrer super envelhecimento e perder resistência à medida que as partículas de segunda fase crescem. Outra consideração importante é a interação do metal com o meio ambiente a alta temperatura, pois devem ser evitadas a oxidação catastrófica e a penetração intergranular de óxido entre outras interações com o meio.

2.2.1 Região secundária

O modelo de deformação por fluência na região secundária possui a forma mais simples, já que as variáveis de estado neste estágio são consideradas constantes. Nela, o estado do material pode ser descrito em uma função de tensão e temperatura, na qual a taxa de deformação por fluência pode ser expressa como independente das variáveis de estado. Em altas tensões, as discordâncias são o mecanismo de fluência dominante, enquanto em baixas tensões e altas temperaturas a fluência por difusão é o mecanismo dominante de fluência (DIETER, 1981). Ressaltando que, tanto a taxa de fluência por difusão quanto a fluência por discordância costumam ser delimitadas pela temperatura e, portanto, seguem a lei de Arrhenius (YOKOBORI et al., 1983).

a) Fluência controlada por difusão (resulta em fluência viscosa linear)

Em baixas tensões ($< 10^{-4}G$, G: módulo de cisalhamento), a fluência controlada por difusão é dominante, nela ocorre o transporte de material via difusão de átomos dentro de um grão ou ao longo dos contornos de grão. A fluência por difusão é causada pelo fluxo de Lacunas e átomos intersticiais através da célula cristalina sob a influência de tensão aplicada, causando deformação no contorno do grão. A difusividade de um material aumenta com a temperatura, o que levará a mais deformação (LI; DASGUPTA, 1993).

Existem dois tipos principais de fluência por difusão, quando o fluxo de Lacunas ocorre através dos contornos de grão costuma-se ser chamado de fluência Coble, enquanto se o fluxo de lacunas ocorrer através dos grãos costuma-se ser chamado de fluência Nabarro-Herring. Nesses fenômenos as lacunas migram dos contornos de grão em compressão para contornos de grão em tração. O caminho que as Lacunas percorrem, seja através dos contornos dos grãos ou através dos grãos, determina se é fluência Coble ou Nabarro-Herring, respectivamente (DIETER, 1981). Em altas temperaturas ($> 0.5T_f$) a difusão na rede (dentro dos grãos) controla a taxa de fluência; o fluxo resultante é conhecido como fluência de Nabarro-Herring. Em temperaturas mais baixas, a difusão atômica na rede torna-se progressivamente mais difícil. Por outro lado, os átomos nos contornos dos grãos são menos compactados do que em qualquer outro local e existem Lacunas ao longo dos contornos que permitem a difusão nessa região; esse fluxo é então chamado de fluência de Coble. Como esses fluxos ocorrem na escala dos grãos individuais, as distâncias de difusão necessárias são mais curtas em materiais de grão fino, que tendem a ser mais suscetíveis à fluência (LI; DASGUPTA, 1993). Desse modo, a difusão por vacância ocorre quando um átomo se move de sua posição para uma vacância que pode ter o mesmo tamanho do próprio átomo, como mostra a Figura 2.2a. A difusão intersticial ocorre quando átomos pequenos se movem para espaços entre átomos grandes, como mostrado na Figura 2.2b. A difusão nos contornos do grão é mostrada na Figura 2.2c, e a difusão dos núcleos inferiores das discordâncias é mostrada na Figura 2.2d. Essa é muito mais fácil e pode ser 10⁶ vezes mais rápida do que dentro de um cristal, isto é devido aos grandes e/ou irregulares espaçamentos atômicos presentes nessas regiões.

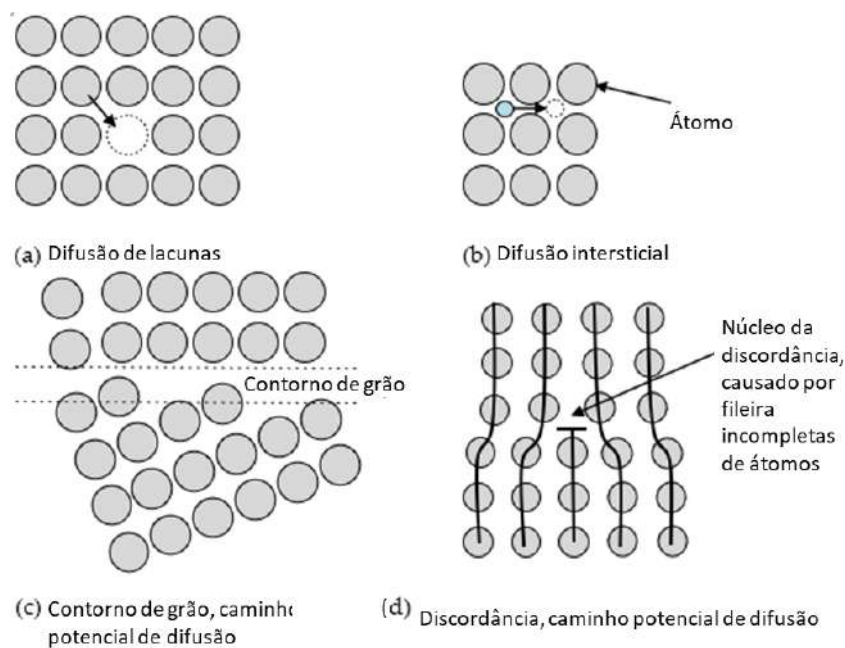


Figura 2.2 – Modos de difusão durante a fluência (Adaptada de LI; DASGUPTA, 1993).

b) Fluência controlada por discordâncias (resulta em fluência de lei de potência)

Em altas tensões ($10^{-3}G$), o carregamento permite um movimento mais frequente de discordâncias, tal que a deformação por fluência é dominada pelo movimento de discordâncias. Existem duas formas de fluxo de discordâncias, deslizamento e escalagem. Discordâncias são defeitos de linha que se movem ao longo do plano de deslizamento do material, para CFC o plano de deslizamento é do tipo 111. Além disso, o movimento de discordâncias requer que as ligações entre os átomos sejam quebradas, o que necessita de temperaturas ou tensões altas o suficiente. O deslizamento das discordâncias pode ser retardado pela presença de barreiras/obstáculos no material que impedem ou retardam o movimento das discordâncias.

Essas barreiras podem ser átomos de soluto, precipitados, contornos de grãos ou outras discordâncias. Esses mecanismos de fortalecimento incluem endurecimento por solução sólida, precipitação e contorno de grão. A tensão necessária para conduzir deslocamento de discordâncias é da ordem de um décimo da tensão de cisalhamento para a maioria dos materiais. Na Figura 2.3 é mostrada esquematicamente os modelos de discordâncias: deslizamento e escalagem.

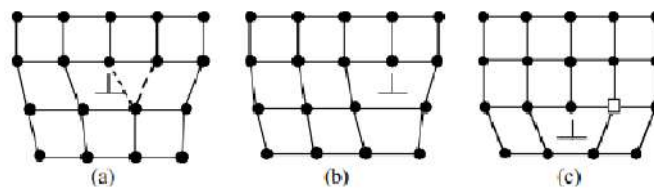


Figura 2.3 – Mecanismos de discordâncias, a, b) deslizamento; c) escalagem, cria-se uma vacância (DIETER, 1981).

Quando as discordâncias encontram obstáculos, muitas vezes elas não podem simplesmente continuar no plano de deslizamento. Assim, as altas temperaturas induzirão a recuperação das discordâncias “presas” nesses obstáculos. À medida que o material é mais deformado, a energia de deformação acumulada e a alta temperatura pode ser suficiente para conduzir o processo de recuperação. Esse processo irá diminuir a densidade de discordâncias, permitindo que as discordâncias se movam para matrizes de baixa energia que geralmente são os contornos dos subgrãos. Para que isso ocorra, deve haver escalagem e deslizamento da discordância que acompanha a autodifusão na rede. Em altas temperaturas homólogas, as discordâncias são capazes de se aproximar umas das outras e se aniquilar mutuamente. Este processo é auxiliado pela difusão de vacância. Por esta razão, muitas vezes se descobre que as energias de ativação para autodifusão e fluência são quase as mesmas. À medida que a temperatura aumenta, os átomos ganham energia térmica e a concentração de vacância aumenta exponencialmente.

O deslizamento de discordâncias produz quase toda a deformação por fluência, enquanto a escalagem de discordâncias controla a taxa de fluência, uma vez que a taxa

de deslizamento de discordâncias é muito mais rápida que a taxa de difusão atômica que controla a escalagem.

c) Deslizamento dos contornos de grãos

Os contornos de grão desempenham um papel importante na deformação por fluência. O deslizamento do contorno de grão pode ocorrer em altas temperaturas, o que também pode levar à criação de lacunas. As temperaturas mais altas fazem com que os contornos de grão dos materiais dúcteis amoleçam, permitindo que ocorra fluência através do deslizamento do contorno de grão, sendo dependentes do aumento da temperatura e da área do contorno. Onde grãos menores aumentam significativamente a área de contorno de grão, assim materiais de granulometria grande são favorecidos para resistência à fluência. Em baixas temperaturas, os contornos de grão restringem o movimento de discordâncias aumentando o limite de escoamento do material, porém em altas temperaturas facilitam a deformação por deslizamento.

2.2.2 Região primária

Os mecanismos de deformação por fluência primária são os mesmos que a secundária, com a mesma dependência da temperatura e da tensão. Porém, como observado nas curvas de fluência, observa-se que nessa região há uma diminuição gradual da taxa de deformação, até ficar constante e entrar na região secundária. Assim essa taxa de deformação na região primária depende não somente da temperatura e tensão, mas também do estágio do material entre endurecimento e amolecimento.

No mecanismo de fluência controlado por discordâncias, a taxa de deformação por fluência é determinada por uma competição entre endurecimento e recuperação de discordâncias, com endurecimento associado ao armazenamento ou acúmulo de discordâncias geradas durante a deformação e a recuperação, com o processo oposto, associado com a remoção ou rearranjo de discordâncias por escalada ou aniquilação dinâmica (FREIRE et al., 2017).

MCLEAN (1966) propõe um conceito sobre fluência quanto à essa competição. Nele considerou-se a densidade de discordâncias como a variável do material e assumiu que as discordâncias formadas durante a deformação plástica existem em uma rede tridimensional. Durante a fluência primária, inicialmente a taxa de recuperação não pode alcançar a taxa de endurecimento, portanto a densidade de discordâncias aumenta gradualmente, o que faz com que a taxa de fluência diminua. Como o tamanho médio da malha da rede de discordâncias diminui com o aumento da densidade de discordâncias, o endurecimento diminui gradualmente, enquanto a recuperação devido à escalada e aniquilação de discordâncias acelera (YADAV et al., 2019). Eventualmente, um equilíbrio dinâmico é alcançado entre o efeito de endurecimento e recuperação, dando-se início a

região secundária.

2.2.3 Região terciária

O início do estágio terciário é marcado por uma mudança microestrutural dramática ou um dano no material capaz de explicar a taxa crescente de deformação por fluência nesse estágio. MCLEAN (1966), separa em duas categorias os danos que levam à fratura:

a) amolecimento intrínseco devido às alterações na microestrutura do material, principalmente a grande acumulação de discordâncias;

b) redução da área de carregamento, devido ao início e crescimento de cavidades e trincas.

A formação de lacunas ocorre principalmente nos contornos de grãos e, eventualmente, podem se unir para criar cavidades. O processo de formação dessas lacunas é impulsionado pelo deslizamento dos contornos de grãos, causado por tensões de cisalhamento atuando nesses contornos. Esse mecanismo é influenciado pelo aumento da temperatura e tensão, bem como pela diminuição do tamanho dos grãos já que os contornos facilitam a difusão.

Durante a deformação por fluência, ocorre uma rápida acumulação de danos, com várias características microestruturais específicas evoluindo ao longo do serviço. Essas características podem ser responsáveis pelo aumento da taxa de fluência nessa região, levando, por fim, a falha. Por exemplo, o movimento de discordância controlado por escalagem se torna mais frequente, resultando na liberação e deslizamento de um maior número de discordâncias, o que acelera a taxa de fluência. Além disso, as cavidades podem crescer por mecanismos de difusão, como a difusão nos contornos de grão e a difusão superficial, ou uma combinação desses processos. A coalescência de cavidades por difusão pode levar à formação de microfissuras, que podem se propagar ainda mais e resultar na falha final.

Assim, esse estágio de fluência está relacionado com o desenvolvimento de trincas intergranulares e pelo coalescimento de cavidades. Ocorrendo dois tipos de formação de trincas intergranulares na fluência e no trabalho a quente, que são as do tipo cunha e as que resultam do aparecimento de cavidades aproximadamente esféricas nos contornos de grão. As trincas em formato de cunha (tipo W) iniciam-se principalmente em pontos triplos de contornos de grão e se propagam ao longo dos contornos que são aproximadamente normais à tensão aplicada. Este tipo de trinca é resultante do escorregamento dos contornos de grão em um ponto de concentração de tensões. As trincas do tipo W são associadas com condições de fluência que envolvem temperaturas moderadas e altos níveis de tensão.

As cavidades redondas e elíticas que se formam nos contornos de grão (trincas do tipo r) são resultantes de temperaturas de fluência mais elevadas e tensões mais baixas. Também

neste caso é necessário que haja escorregamento dos contornos de grão para iniciar as cavidades. À medida que a temperatura aumenta, o número de cavidades por comprimento unitário de contorno de grão aumenta da mesma maneira que o escorregamento dos contornos com a temperatura. Acredita-se que o início das cavidades tem lugar nos degraus dos contornos de grão e em partículas finas de segunda fase precipitadas.

2.2.4 Transição fratura intergranular e transgranular

Uma outra característica importante da fratura dos materiais submetidos à fluência é a transição de um tipo de fratura intergranular para uma fratura transgranular. A fratura transgranular ocorre dentro dos grãos em baixas temperaturas, enquanto a fratura intergranular ocorre ao longo dos contornos de grão em altas temperaturas. Quando ocorre a fratura transgranular, os planos de deslizamento são mais fracos do que os contornos de grão, enquanto na fratura intergranular, os contornos de grão são menos resistentes. Essa diferença de comportamento pode ser explicada pelo conceito de temperatura equicoesiva, que sugere que acima dessa temperatura, os contornos de grão são mais fracos em relação aos planos de deslizamento dentro do grão, e vice-versa, o que caracteriza esses diferentes tipos de fratura.

Com o decorrer dos estudos foi observado por DIETER (1981) que esse ponto de transição não seria estático, relatando que há uma variação em suas medições de resistência interna e módulo de elasticidade durante a fluência em alumínio puro e cobre puro, o que indica que a força dos contornos de grãos é variável durante fluência. Assim propõem-se uma temperatura equicoesiva variável, de forma que a resistência não é apenas uma função da tensão, temperatura e taxa de deformação do ensaio, mas também uma função da duração do ensaio. Na Figura 2.4 a linha sólida representa a resistência do interior dos grãos, enquanto a linha pontilhada representa a resistência dos contornos dos grãos. A temperatura na qual duas linhas se cruzam é a temperatura equicoesiva T_e . Quando a temperatura $T < T_e$, a resistência do interior do grão é menor do que a dos contornos do grão, de modo que ocorre a fratura transgranular. Quando $T > T_e$, a situação se inverte, ocorrendo fratura intergranular. Mas também, à medida que a taxa de deformação muda de ϵ_1 para um valor mais alto de ϵ_2 , T_e se move para uma temperatura mais alta T_e .

Um outro conceito intrínseco relacionado a essa transição entre fratura intergranular e transgranular é a influência da variação das tensões de carregamento e temperatura em um material. Curvas esquemáticas para temperaturas mais elevadas mostram um ponto de inflexão no comportamento da curva de fluência, como ilustrado na Figura 2.5. A quebra na inclinação da curva de ruptura de tensão em uma temperatura constante é geralmente causada pela mudança do mecanismo de fratura de transgranular para intergranular (BHADURI, 2018). Em alguns casos, pode ocorrer um sistema híbrido de fraturas intergranulares e transgranulares. Nessas situações, é comum observar que

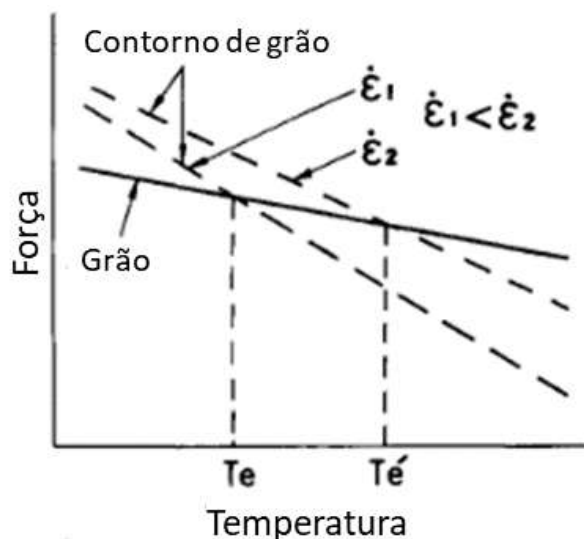


Figura 2.4 – Diagrama esquemático da temperatura equicoesiva (DIETER, 1981).

as trincas intergranulares se desenvolvem inicialmente, reduzindo a área transversal e aumentando a tensão, o que eventualmente resulta em fratura transgranular (BHADURI, 2018).

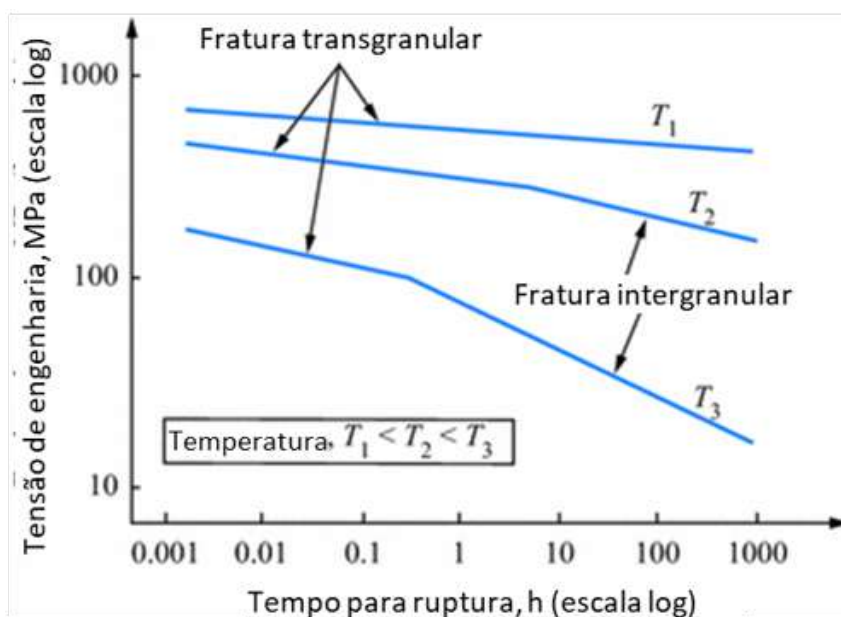


Figura 2.5 – Gráfico esquemático do diagrama de ruptura de tensão a várias temperaturas (BHADURI, 2018).

Assim, acredita-se que o efeito da taxa de deformação na relação temperatura-resistência seja muito maior sobre a resistência do contorno de grão do que sobre a resistência no interior do grão. Uma vez que a quantidade de superfícies de contornos de grão diminui com o aumento do tamanho de grão, um material com tamanho de grão grande terá maior resistência acima da T_e do que um material de granulação fina, enquanto abaixo da T_e ocorre exatamente o contrário.

2.3 Fadiga

Fadiga refere-se ao comportamento de um material sob carga cíclica, onde ao longo do tempo se acumulam danos (fadiga) localizados causando nucleação e propagação de fissuras. Dependendo do material em questão, a fadiga é uma função da carga, tensão média, razão de tensão, condição da superfície, tamanho, temperatura, frequência e ocorre acima do limite de resistência de um material. O dano por fadiga é progressivo e irreversível (STEPHENS e FATEMI, 2001). Falhas típicas de fadiga exibem três características: um local de iniciação de trincas, marcas de praia ou superfície friccionada (devido ao crescimento por ciclo) e uma superfície de fratura granular final. O processo de dano por fadiga no início é impulsionado principalmente pelo deslizamento de planos cristalográficos. Dependendo do material, as discordâncias existentes podem aumentar, levando ao endurecimento, ou a um rearranjo com maior mobilidade de discordâncias, levando ao amolecimento. Em materiais frágeis, as discordâncias não são móveis e o deslizamento é mínimo. Em materiais dúcteis, as discordâncias são móveis e o deslizamento está livre para ocorrer (desde que satisfeitas as premissas para tal evento). Materiais com comportamentos mistos exibem tanto mobilidade limitada, quanto planos de escorregamento. A iniciação da trinca ocorre em intrusões de banda de deslizamento perto de concentradores de tensão.

2.3.1 A fratura em fadiga

Componentes e estruturas de engenharia frequentemente operam sob condições de carregamento cíclico que causam uma degradação dos materiais, chamada de 'fadiga'. Uma falha por fadiga é aquela que ocorre após um número suficientemente grande de ciclos sob tensões ou temperaturas alternadas, cujas amplitudes de pico são menores que a resistência à tração do material em um ensaio de tração uniaxial. A fadiga resulta em fraturas frágeis, isto é, a superfície da fratura é geralmente lisa, indicando a ausência de uma quantidade apreciável de deformação plástica bruta durante a vida útil. Em uma escala macroscópica, a superfície de fratura geralmente é normal à direção da tensão principal. Em muitos casos, após um longo período de vida útil, a superfície de fratura contém uma série de linhas ou anéis denominados na literatura como 'marcas de praia'. Essas marcas são atribuídas a diferentes períodos de extensão da trinca. O método convencional de apresentação dos dados de fadiga é por meio da curva S - N, que mostra a dependência do número de ciclos necessários para causar a falha na tensão alternada aplicada. Para um aço-carbono e outros materiais que envelhecem por deformação, a curva S - N torna-se horizontal em uma certa tensão limite, que é chamada de 'limite de fadiga'. Abaixo dessa tensão limite, os materiais indicam durar indefinidamente. Materiais que não envelhecem, como alumínio e ligas de cobre, não apresentam um limite de fadiga acentuado e é convencional definir um 'limite de resistência', que é a tensão necessária para causar a falha em 10^8 ciclos.

2.3.2 A fratura em fadiga

Em geral, a trinca por fadiga cresce em três estágios, conforme ilustrado na Figura 2.6. O crescimento do estágio I é uma extensão do processo de iniciação que ocorre ao longo de um plano de cisalhamento da ponta da trinca, cerca de 45° em relação ao eixo da tensão normal principal. A extensão desse crescimento é geralmente da ordem de alguns diâmetros de grão. Neste estágio, há um grande efeito na microestrutura e tensão média.

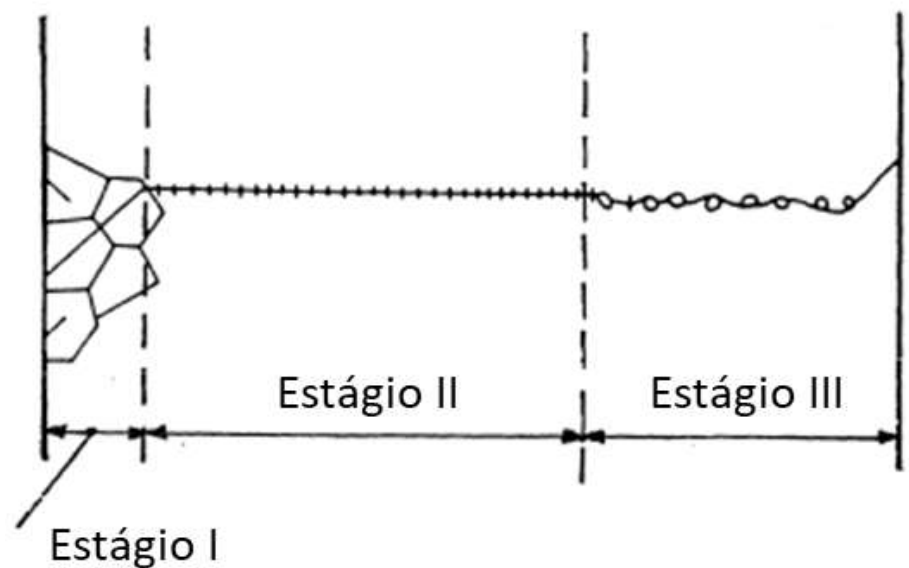


Figura 2.6 – Representação esquemática da propagação de trinca por fadiga através de uma seção da amostra (WAREING, 1977).

O crescimento do estágio II é normal à tensão aplicada. Nesse estágio, o avanço da trinca ocorre com o fluxo localizado na ponta da trinca ocorrendo em ambas as direções de cisalhamento máximo, $\pm 45^\circ$, na ponta da trinca, resultando na formação de estriamentos dúcteis. A Figura 2.7 é uma representação esquemática do mecanismo de propagação de trincas proposto por LAIRD; SMITH (1962). A trinca avança como resultado da combinação repetitiva de embotamento e “sharpness” da ponta da trinca.

Finalmente, em taxas de crescimento mais altas, a tenacidade à fratura do material, modos de fratura estáticos ou monotônicos, como clivagem, fratura intergranular e fratura fibrosa ocorrem, além do crescimento de estrição, resultando em uma sensibilidade marcada das taxas de propagação para a microestrutura e tensão média. Este modo de falha é conhecido como estágio III, Figura 2.8.

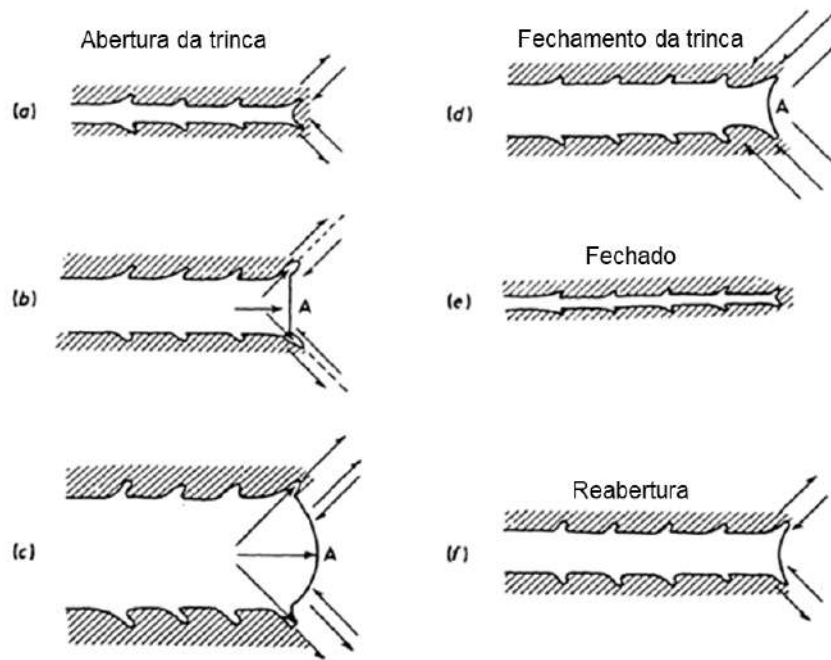


Figura 2.7 – Representação esquemática do avanço da trinca por fadiga pelo processo de embotamento plástico e formação de estrias (LAIRD; SMITH, 1962).

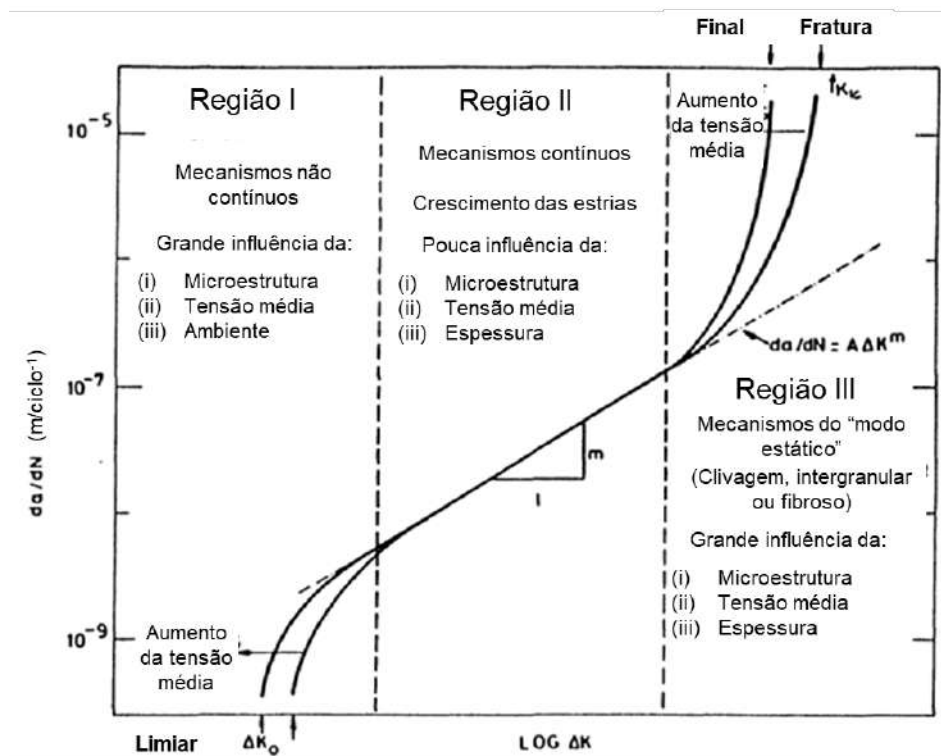


Figura 2.8 – Características da curva de taxa de crescimento de trinca por fadiga da / dN vs ΔK e mecanismos de fratura associados (WAREING, 1977).

2.4 Mecânica da Fratura

A mecânica da fratura elástica linear é um método usado para determinar o crescimento de trincas em um componente, assumindo que o material do componente tem um comportamento elástico linear ao ser fatigado (STEPHENS et al., 2001). De forma que existem três modos de crescimento de trinca sob fadiga a depender do seu carregamento, Figura 2.9. O modo I é o modo de abertura e é o modo mais comum em que o plano da trinca é perpendicular à direção do carregamento, sendo que a tensão domina o campo de tensão na ponta da trinca. O Modo II e o Modo III são modos de cisalhamento em que o Modo II é no plano e o Modo III é no antiplano (STEPHENS et al., 2001).

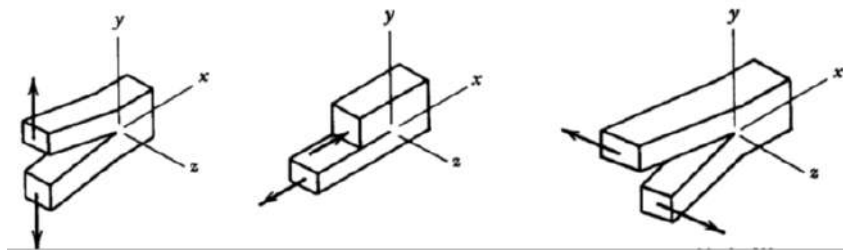


Figura 2.9 – Três modos básicos de carregamento, em ordem, modos I, II e III (STEPHENS et al., 2001).

Sob um determinado modo de carregamento, pode-se avaliar a resistência de um componente estrutural na presença de uma trinca ou falha. No início de 1900, GRIFFITH (1921) conduziu experimentos de resistência à tração com amostras de vidro e observou uma grande diferença entre a resistência teórica e os valores experimentais que ele atribuiu a pequenas falhas no material. Para testar a teoria, Griffith realizou vários experimentos usando o vidro, que se comporta como um material elástico até o ponto de ruptura. De forma que o autor foi capaz de desenvolver uma equação para determinar o crescimento da trinca relacionando a raiz quadrada do comprimento da trinca com a tensão de campo distante e as propriedades do material do vidro. A equação de Griffith foi posteriormente modificada por IRWIN (1957), que relacionou a taxa de liberação de energia, G , ao fator de intensidade, K , que ele usou para quantificar a força motriz na ponta de uma trinca nos metais. A forma geral do fator de intensidade de tensão K para o modo I é mostrada na Equação 2.3:

$$K = S\sqrt{\pi a F} \left(\frac{a}{W} \right) \quad (2.3)$$

Para a geometria do corpo de prova de tensão compacta C(T) usada neste estudo, o fator de intensidade de tensão K é representado pela Equação 2.4:

$$K = \frac{P}{(B * B_n)^{1/2} W^{1/2}} F(a/W) \quad (2.4)$$

$F(a/W)$, é dado por:

$$F(a/W) = \left[\frac{2 + a/W}{(1 - a/W)^{3/2}} \right] \left(0.886 + 4.64(a/W) - 13.32(a/W)^2 + 14.72(a/W)^3 - 5.6(a/W)^4 \right) \quad (2.5)$$

onde “a” é o comprimento da trinca, “W” é a largura do corpo de prova, “B = Bn” que é a espessura quando nenhum sulco/entalhe lateral é executado e “P” é a carga aplicada.

Para relatar os dados do FCG (crescimento de trinca em fadiga), o método padrão usado compara a alteração no comprimento da trinca por ciclo (da/dN), onde N é ciclos, com a alteração na intensidade da tensão, ΔK , onde $\Delta K = (K_{\max} - K_{\min})$. K_{\max} é a intensidade máxima de tensão e K_{\min} é a intensidade mínima de tensão durante um determinado ciclo. Para que os dados de crescimento de trincas sejam considerados válidos, a seguinte condição precisa ser satisfeita, de forma que a zona plástica é pequena em relação à geometria geral do corpo de prova:

$$(W - a) \geq \left(\frac{4}{\pi} \right) \left(\frac{K_{\max}}{\sigma_{YS}} \right)^2 \quad (2.6)$$

onde (W-a) é a distância do espécime sem trinca, W = largura do espécime, a = comprimento da trinca e $\sigma_{YS} = 0,2\%$ da tensão de escoamento (ASTM, 2023).

Para ensaios em temperatura ambiente ou em temperatura elevada, as medições de comprimento de trinca são mais frequentemente determinadas usando o DCPD (diferença de potencial elétrico) em CA (corrente alternada) ou CC (corrente contínua), deslocamento/amplitude da abertura da trinca (COD) ou medições visuais. Pelo método de DCPD, os comprimentos de trinca inicial e final conhecidos são usados para determinar extensões instantâneas de trinca usando a Equação 2.7 (ASTM, 2023):

$$a = a_0 + (a_f - a_0) \times \frac{V - V_0}{V_f - V_0} \quad (2.7)$$

onde a_0 , a_f e a são os comprimentos de trinca final, inicial e instantâneo, respectivamente, e V_f , V_0 e V são os valores final, inicial e instantâneo correspondentes da tensão DCPD.

Devido ao ruído no sistema DCPD, as técnicas de redução de dados do método da secante ou do método polinomial são recomendadas para relatar os dados de fadiga ASTM E647 (ASTM, 2023).

2.5 Fadiga em alta temperatura (interação fluência-fadiga)

Em temperatura ambiente, a extensão da trinca por fadiga é meramente dependente do ciclo e a taxa de crescimento da trinca está bem correlacionada com o fator de intensidade de tensão K . Isso é válido enquanto a zona plástica perto da ponta da trinca for pequena o suficiente. O micromecanismo pelo qual a trinca avança é geralmente o mecanismo de estriação, conforme descrito resumidamente nos mecanismos de fratura por fadiga. Em alta temperatura, por sua vez, a falha por fadiga torna-se um problema muito mais complicado do que em temperatura ambiente porque processos dependentes do tempo auxiliam na formação da trinca, além do fenômeno dependente do ciclo. Sendo que na literatura, observa-se que na maioria dos materiais ocorrem grandes reduções na vida em fadiga, acompanhando uma transição de fratura transgranular para intergranular (SHIRAI et al., 2015; HE; SANDSTRÖM; VUJIC, 2016; TAKAHASHI, 2008). Assim, os processos de fluência e fadiga podem ocorrer simultaneamente.

A fadiga em alta temperatura também pode ser referida como 'interação de fluência-fadiga' ou 'fratura por fluência-fadiga'. Tem sido argumentado que os efeitos de fluência e os efeitos ambientais são difíceis de distinguir em uma situação em que intervêm mecanismos dependentes do tempo e de ciclo. Isso ocorre porque a fluência e as trincas são processos controlados dependentes do tempo e termicamente ativados. De modo que o crescimento de trinca em temperatura elevada pode ser visto em tempos de espera variados. Sob condições de crescimento de trinca por fluência (CCG) e crescimento de trinca por fluência-fadiga (CFCG), uma interação complexa de deformação devido à fluência e/ou plasticidade, taxas de difusão de oxigênio, reações de oxidação nos contornos de grão e a influência do histórico de carregamento e/ou resultado da geometria na propagação de trincas (SAXENA, 2015). O CCG é puramente dependente do tempo, onde o CFCG tem uma combinação de dependência do tempo e dependência do ciclo. Pode haver um ponto, no entanto, que quando um tempo de espera se torna longo o suficiente, os efeitos da fadiga tornam-se desprezíveis e o modo primário de propagação da trinca depende do tempo (SAXENA, 2015). Sob CFCG e CCG vs. FCG (crescimento de trinca por fadiga), o mecanismo de crescimento da trinca geralmente transita de transgranular (através do grão) para intergranular (ao longo do contorno do grão).

Entre os tipos de fratura por fluência-fadiga, os três principais são: (i) fratura por fadiga: quando a extensão das cavidades e Lacunas são pequenas e insignificantes; (ii) fratura por fluência-fadiga: quando há interação entre a trinca por fadiga e as cavidades nos contornos dos grãos; e (iii) fratura por fluência: se o desenvolvimento das cavidades ocorre mais rápido que as trincas por fadiga.

Assim, diversos estudos foram realizados ao longo dos anos de forma a determinar os principais fatores que afetam a fratura por fluência-fadiga. DIMOPULOS; NIKBIN; WEBSTER (1988), SADANANDA; P. (1978), elencaram quatro principais fatores de

interferência: frequência de carregamento, temperatura, ductilidade do material e atmosfera (como a formação de óxido).

2.5.1 Influência da frequência de carregamento

Uma diminuição na frequência em temperaturas elevadas, onde processos dependentes do tempo tornam-se importantes, tende a afetar o número de ciclos de iniciação e propagação de trincas.

A fratura por fadiga em temperaturas elevadas pode ser essencialmente intergranular (ao longo dos contornos dos grãos) ou transgranular (no interior dos grãos). Sendo que a taxa de iniciação e propagação da trinca é muito mais rápida onde ocorre intergranularmente. Portanto, é de se esperar que haja uma redução na vida em fadiga onde fatores como temperatura ou taxa de deformação favorecem o modo intergranular de fratura.

ORGAN; GELL (1971) observaram para uma superliga de níquel, trabalhando a 760 °C uma diminuição da sua vida em cerca de 100 vezes com a diferença de 2 para 600 ciclos / min, Figura 2.10. Observando ainda, que em baixas frequências o início da trinca ocorreu nos contornos de grãos na superfície: a propagação da trinca foi inicialmente intergranular e depois propagou normal ao eixo da tensão. Já em altas frequências, a iniciação das trincas ocorreu em fases frágeis da subsuperfície localizadas nos contornos de grãos com propagação de trincas de forma transgranular.

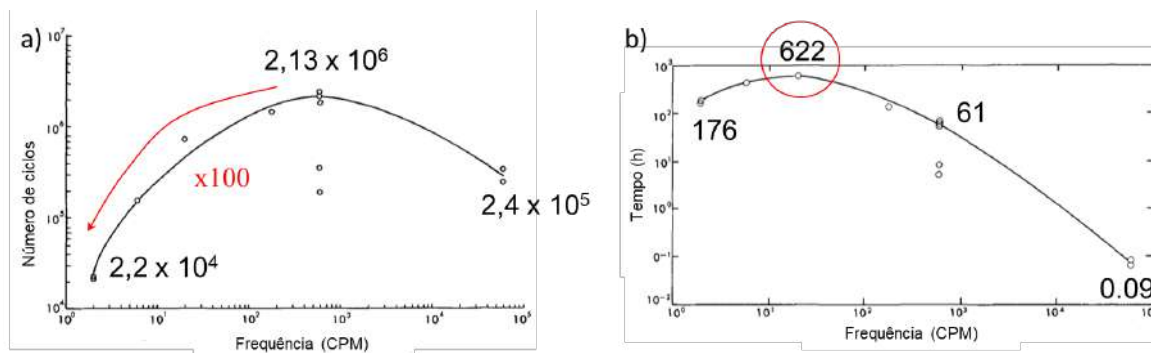


Figura 2.10 – Efeito da frequência no número de ciclos e tempo para a fratura da liga de níquel U-700 a 760 °C (ORGAN; GELL, 1971).

2.5.2 Influência da temperatura

Como comentado anteriormente, a maioria dos materiais exibe um número reduzido de ciclos para o início da trinca e fratura com o aumento da temperatura. Para uma dada amplitude de deformação total, o número de ciclos até a fratura diminui conforme a temperatura aumenta e a proporção de deformação plástica para deformação elástica aumenta devido à menor resistência ao escoamento. Mesmo para faixas de deformação

plástica iguais, a vida em fadiga é reduzida com o aumento da temperatura, devido à iniciação e propagação facilitada de microtrincas quando o modo de fratura intergranular se torna mais provável (ZHANG et al., 2019), Figura 2.11. Observando ainda, que em baixas frequências o início da trinca ocorreu nos contornos de grãos na superfície: a propagação da trinca foi inicialmente intergranular e depois propagou normal ao eixo da tensão. Já em altas frequências, a iniciação das trincas ocorreu em fases frágeis da subsuperfície localizadas nos contornos de grãos com propagação de trincas de forma transgranular.

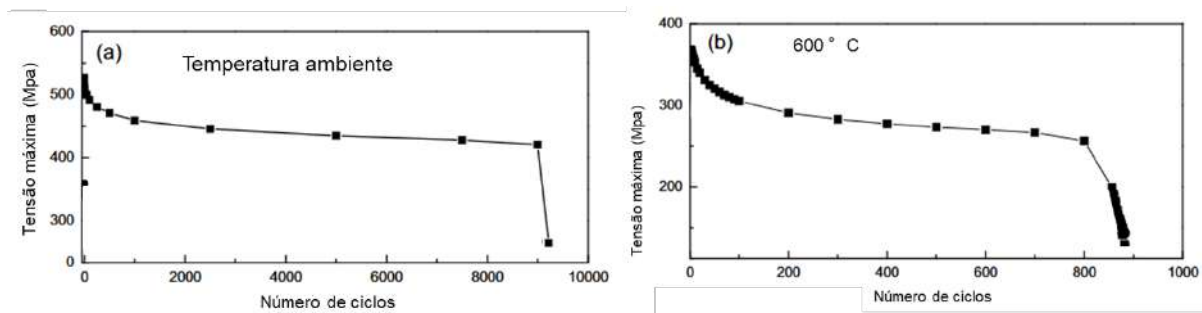


Figura 2.11 – Relação tensão máxima de carregamento vs. número de ciclos até a ruptura para P92 a) temperatura ambiente; b) 600°C (ZHANG et al., 2019).

Além disso duas características podem ser elencadas com o aumento da temperatura na fadiga. Primeiro, as temperaturas mais altas fazem com que a linha do regime plástico se torne mais íngreme e a linha elástica abaixe. E em segundo lugar, com o aumento da temperatura, a vida de fadiga de transição (a vida em que a faixa de deformação elástica e plástica são iguais) muda para valores de vida mais baixos (COFFIN, 1973).

2.5.3 Influência da ductilidade do material

A ductilidade à fluência tem importância decisiva na determinação da extensão da interação da fluência-fadiga, saindo de uma fratura transgranular (fadiga) para uma intergranular (fluência) à medida que a ductilidade diminui (MILLER; PRIEST; ELLISON, 1984), Figura 2.12. Quando a ductilidade de fluência é alta, as cavidades de fluência tendem a se formar predominantemente nas inclusões como consequência da decoesão da matriz da partícula, sendo que a trinca por fluência tende a ser transgranular em vez de intergranular, Figura 2.12a. Quando a ductilidade da fluência é baixa, as cavidades de fluência se formam nos contornos dos grãos, Figura 2.12b (HOLDSWORTH, 2015). Além disso, quando a ductilidade de fluência do material é baixa Figura 2.13b, as cavidades ocorrem em um estágio relativamente inicial.

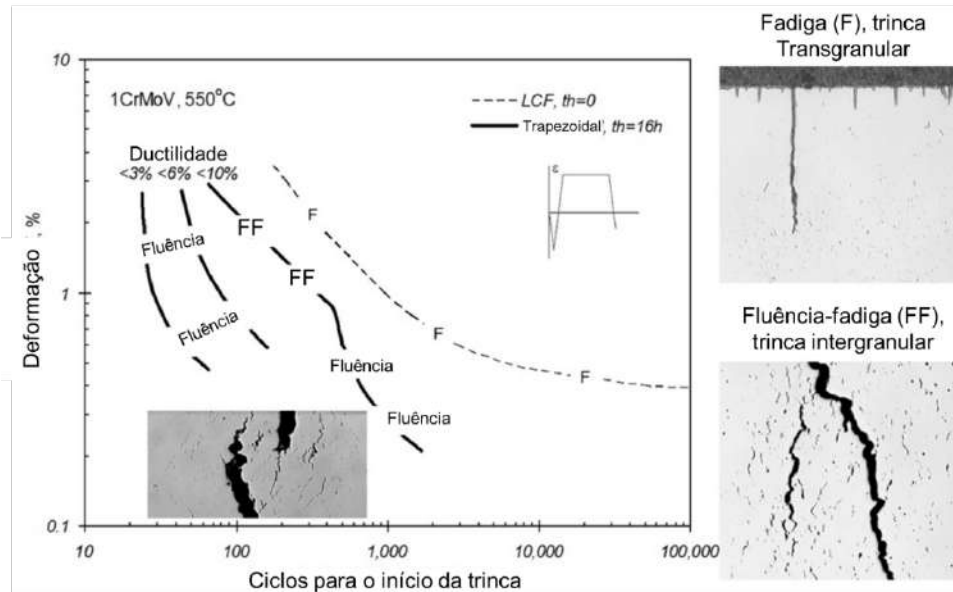


Figura 2.12 – Influência da ductilidade à fluência na resistência à fadiga do aço 1CrMoV à 550 °C (HOLDSWORTH, 2015).

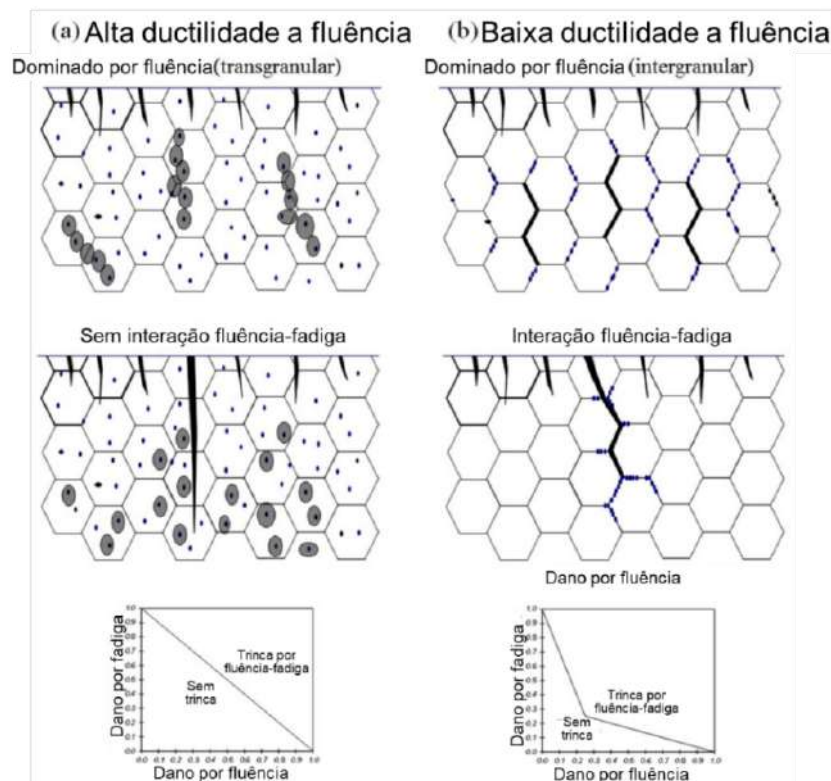


Figura 2.13 – Influência da ductilidade por fluência nos mecanismos para formação de trinca por fluência-fadiga (HOLDSWORTH, 2015).

2.5.4 Influência da atmosfera

A nucleação de trincas por fadiga ocorre na superfície, assim fatores ambientais exercem uma influência marcante no seu comportamento. Muitas trincas de fadiga obser-

vadas após ciclos de fadiga de alta temperatura são preenchidas com óxidos (CHAUHAN, et al., 2017). De forma que a região localmente oxidada age então como um concentrador de tensões (JIANG et al., 2019), Figura 2.14. A oxidação da superfície, portanto, é um fator crítico na fadiga.

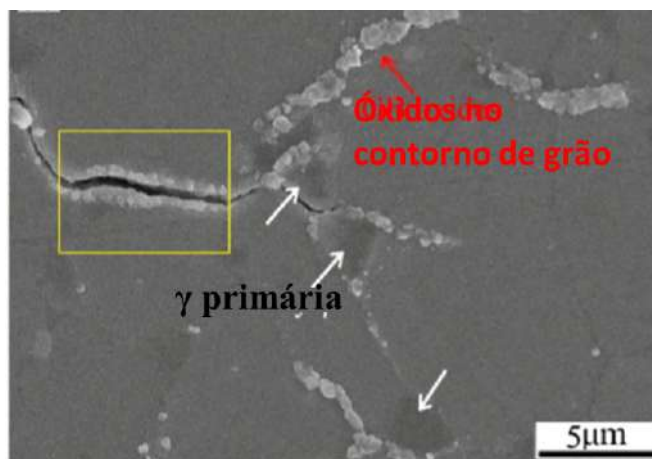


Figura 2.14 – Iniciação da trinca nos contornos de grãos com formação de óxidos numa liga a base de níquel (JIANG et al., 2019).

Quando a frequência é reduzida, há uma possibilidade de aumento da deformação dependente do tempo, mas também, há mais tempo para a interação ambiente-superfície. O papel relativo dos dois efeitos coexistentes, fluência e ambiente, é difícil de separar nessas situações de alta temperatura. Há casos em que o ambiente parece desempenhar o papel mais importante na degradação por fadiga, enquanto para outros, dependendo do tempo médio e temperatura do ensaio e do tipo de liga, a deformação por fluência se torna o principal fator na degradação da vida em fadiga.

Para ligas não reforçadas para fluência, o deslizamento dos contornos de grãos, é preferencial. Assim a interação da deformação nos contornos do grão com os processos de oxidação leva a rápida da fratura nos mesmos (JIANG et al., 2018). Já para os aços resistentes a fluência, por exemplo, base níquel. CHANG (1972) observou que a exposição prolongada a 982 °C levou a reações nos contornos de grão que enfraqueceram os mesmos, e que quando, subsequentemente, ensaiados a 871 °C, observaram uma redução da ductilidade associada a alta resistência à fadiga.

Nos ensaios realizados por COFFIN (1973), o autor observou uma mudança no modo de fratura, alterando o ambiente de um ensaio de fluência-fadiga, em um material à base de ferro. Nos ensaios realizados no vácuo a fratura foi basicamente transgranular e intergranular para os ensaios realizados no ar.

2.6 Curva característica de crescimento de trinca sob fluência-fadiga

A lei do crescimento de trinca sob condições de fluência-fadiga por sua vez foi caracterizada por estudos anteriores baseados na norma ASTM E2760 (ASTM, 2019b). MEHMANPARAST; DAVIES; NIKBIN (2011), encontraram que as características da taxa de crescimento de trinca sob fluência-fadiga convertem-se de forma monolítica de um mecanismo dependente do tempo para um mecanismo dependente dos ciclos de carregamento.

Por outro lado, tem sido estudado que as características do crescimento de trinca sob condição de fadiga por fluência podem ser representadas matematicamente por uma curva de superfície característica tridimensional baseada na ciência do não-equilíbrio. YOKOBORI; T. (1989), relataram que as características do tempo de crescimento da trinca possuem uma transição não linear entre um mecanismo dependente do tempo e um mecanismo dependente dos ciclos, observando assim uma região de inflexão entre o comportamento por fadiga e por fluência, assim como observado por SHIRAI et al. (2015), Figura 2.15. Surgindo duas principais vertentes para caracterizar esse ponto de inflexão, primeiro o estudo da influência da frequência de carregamento na fluência-fadiga e segundo da observação que essa curva não apresenta uma boa representação no plano bidimensional, surgindo a ideia de um plano característico 3D.

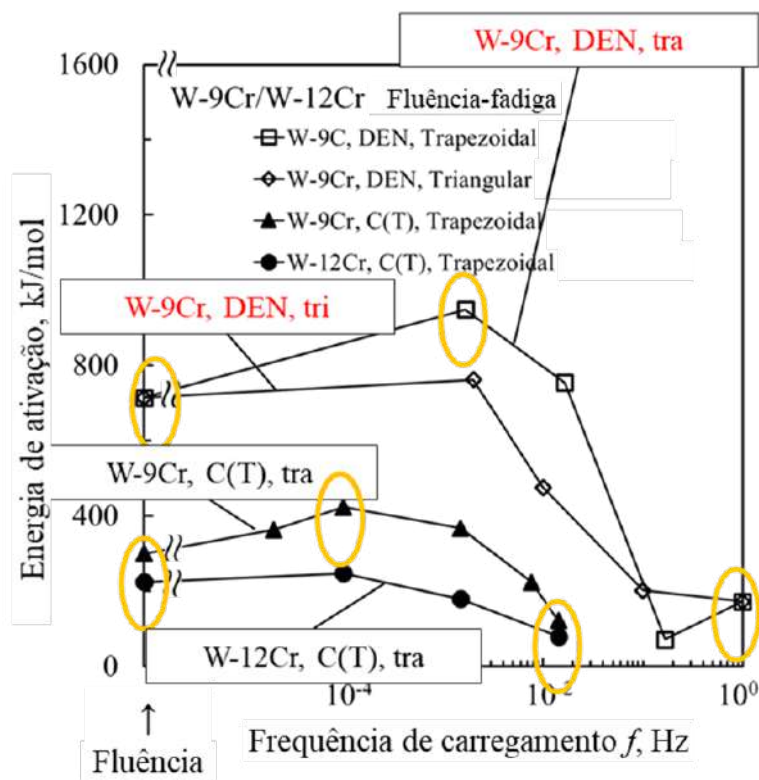


Figura 2.15 – Relação entre energia de ativação e frequência de carregamento para o aço W-9Cr (SHIRAI et al., 2015).

O método proposto por YOKOBORI; T. (1989) para conseguir caracterizar esse comportamento não linear nas curvas de fluência-fadiga é ilustrado na Figura 2.16, de modo que é possível estimar separadamente o mecanismo que depende do ciclo e o mecanismo que depende do tempo (KOBAYASHI et al., 2015). Assim os autores consideram que quando t_f (tempo de crescimento de trincas até ocorrer a fratura) é dominado pelo mecanismo dependente do ciclo, a relação entre $\log 1/t_f$ e f (frequência do carregamento) é linear com um ângulo de 45°. Por outro lado, quando t_f é dominado pelo mecanismo dependente do tempo, a relação entre $\log 1/t_f$ e f é paralela ao eixo das abscissas. De forma que é possível identificar um ponto de transição de quando t_f é dominado concomitantemente pelo mecanismo dependente do tempo e dependente do ciclo.

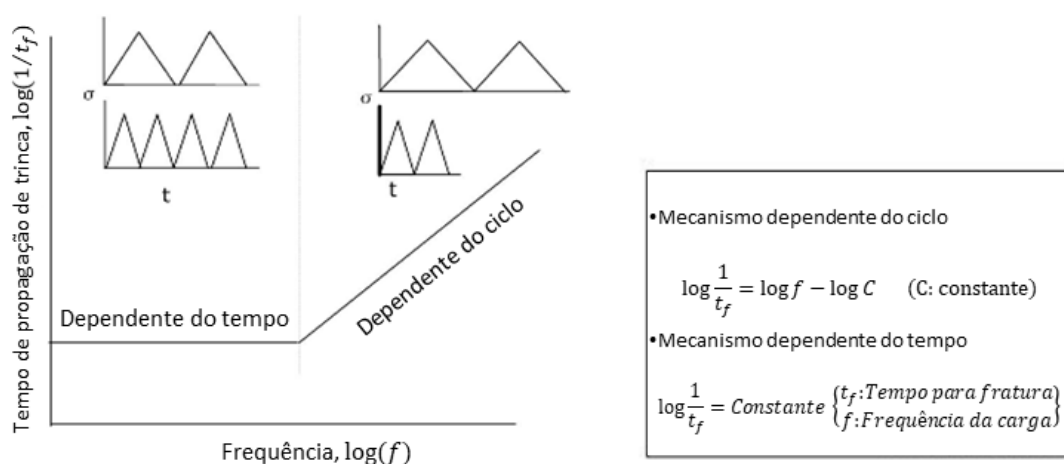


Figura 2.16 – Método de avaliação envolvendo a separação do mecanismo dependente do ciclo para o dependente do tempo (KOBAYASHI et al., 2015).

Além do ponto de interação entre os dois mecanismos, é observado que as curvas de fluência-fadiga mostram padrões de comportamento diferenciado na vida de crescimento da trinca a depender da tensão, temperatura e ductilidade de fluência, independentemente da frequência de carregamento e tempo de fratura. Para conseguir representar todas essas variáveis, é proposto o método de representação por uma superfície curva característica tridimensional para vida de crescimento da trinca, com base na ciência de não-equilíbrio como mostrado na Figura 2.17 (KOBAYASHI et al., 2015). Neste método, três novas variáveis foram agregadas ao gráfico de fluência-fadiga, são elas: ductilidade de fluência, o tempo de retenção de tensão t_h (espera), ou seja, considerando um carregamento trapezoidal, o tempo em que o carregamento no patamar com sua tensão máxima no corpo de prova, e a temperatura T . Estes foram então unificados pelo fator p , o qual desenvolve a função de promoção do mecanismo dependente do tempo, variando entre 0 e 2.

Em estudos realizados por YOKOBORI et al. (2013) é visto justamente esse comportamento de superfície da curva fluência-fadiga. Eles realizaram ensaios de crescimento de trinca sob fluência-fadiga em corpos de prova DEN de superliga de base Níquel (CM247LC

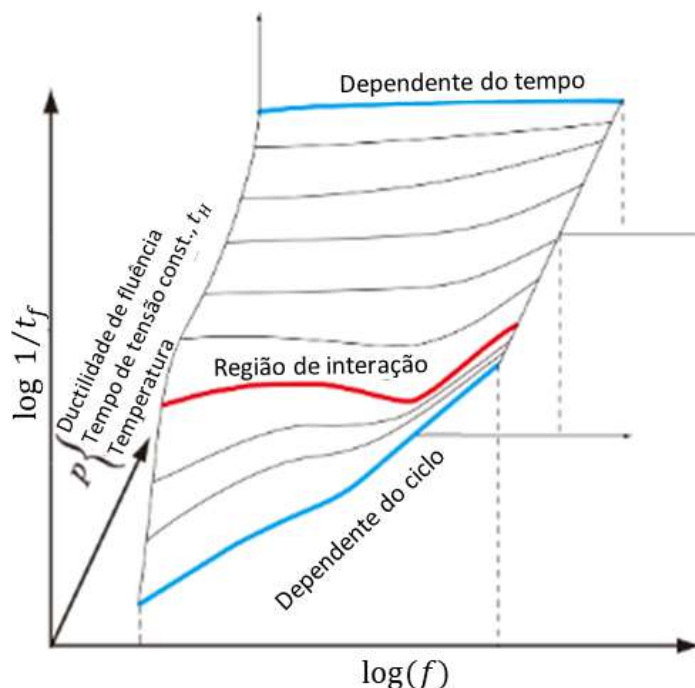


Figura 2.17 – Superfície curva tridimensional representando a frequência de carregamento característica para o tempo de fratura (KOBAYASHI et al., 2015).

e IN100), policristalina unidirecional, sendo ensaiados sob várias condições de tempo carregamento, tensão aplicada e temperatura. Fazendo três observações principais sobre os ensaios: 1) Ao representar as condições de ensaio no plano bidirecional, as curvas ficam sobrepostas, Figura 2.18. Apenas quando são representadas como superfícies é possível observar o padrão de deformação e assim extrapolar a sua curva característica, Figura 2.19. Sendo possível observar a região não linear na transição entre dependente de tempo para o de ciclo, Figura 2.19.

2.7 Aços inoxidáveis austeníticos

Por definição, os aços inoxidáveis são ligas à base de ferro que contêm 10% ou mais de cromo, o que confere a esses metais as propriedades de resistência à corrosão pelas quais são amplamente reconhecidos (KUJANPAA et al., 1979). A fase austenítica, CFC, é geralmente considerada melhor para resistência à fluência em comparação com a fase ferrítica, CCC. O alto teor de Ni fornece maior estabilidade ao aço em temperaturas elevadas (embora torne o aço mais caro), enquanto o alto teor de Cr fornece excelente resistência à corrosão/oxidação em altas temperaturas, uma vez que forma uma camada aderente, não porosa e autorregenerativa na superfície do material, chamada de película passiva, que protege o metal contra agentes corrosivos e confere alta resistência à corrosão. O teor de cromo pode ser aumentado e outros elementos de liga podem ser adicionados ou ajustados para atender a requisitos específicos de uso final ou processo de fabricação.

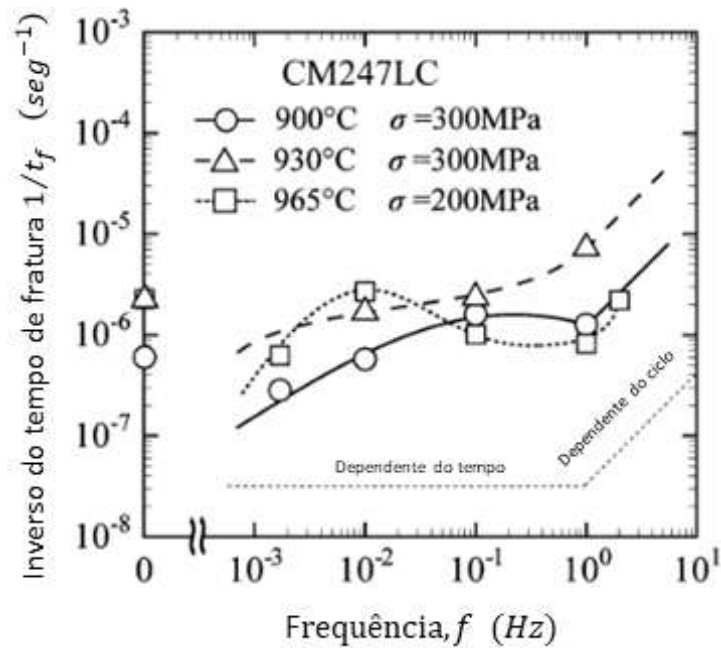


Figura 2.18 – Frequência de carregamento característico do tempo de fratura para CM247LC (YOKOBORI et al., 2013).

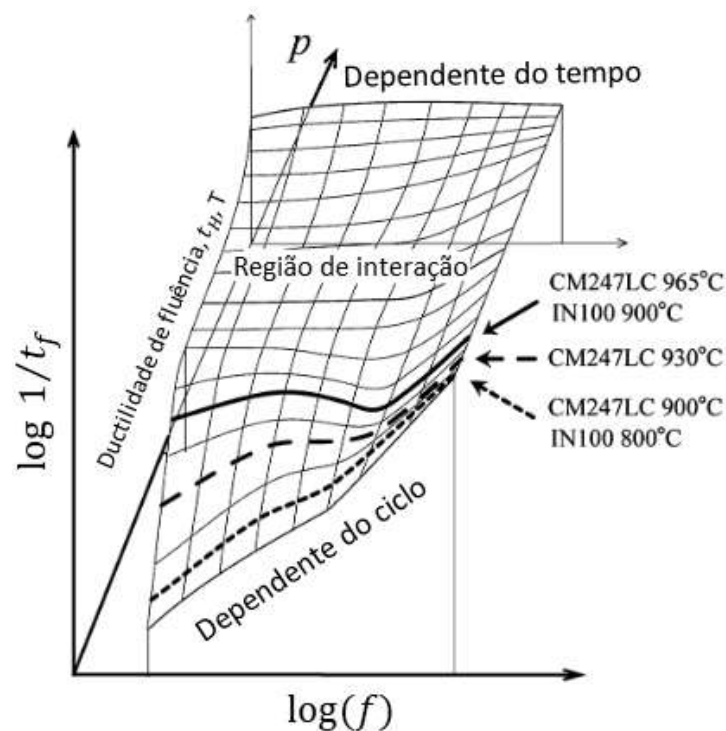


Figura 2.19 – Superfície curva tridimensional representando a frequência de carregamento característico para CM247LC e IN100 (YOKOBORI et al., 2013).

Os aços inoxidáveis austeníticos, por sua vez, são compostos principalmente por cromo e níquel ou manganês (além do ferro) e são identificados como aços do tipo AISI 300. Quando contêm manganês, são identificados como aços do tipo AISI 200 (ASTM,

2018). Esses aços podem ser classificados em duas categorias: aqueles com menos de 20% de cromo e aqueles com mais de 20% de cromo. Alguns exemplos de ligas com menos de 20% de cromo são o 304H e o 316H. Para aplicações na faixa de temperatura de 620 a 675 °C, são amplamente utilizadas várias ligas com resistência a fluência melhorada que contêm mais de 20% de cromo. Para temperaturas acima de 675 °C, as ligas à base de níquel são mais recomendadas (VISWANHATAN; PURGERT; RAO, 2005), como ilustrado na Figura 2.20.

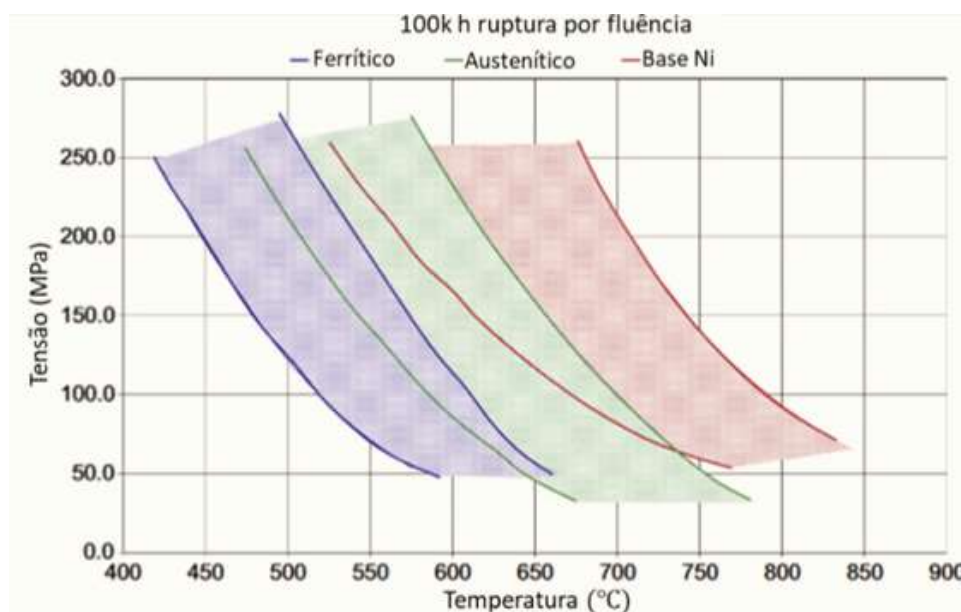


Figura 2.20 – Regiões para 100.000h de tempo para a fratura em fluência para os aços Ferríticos, Austeníticos e a base de Níquel (BARNARD, 2007).

O objeto de estudo deste trabalho é o aço inoxidável austenítico da classe AISI 310, que possui cerca de 25% de cromo e 20% de níquel, como destacado na Figura 2.21. Essa liga é reconhecida por sua elevada resistência à corrosão em altas temperaturas. No estado recozido, ela apresenta um limite de escoamento de aproximadamente 380 MPa, resistência de 600 MPa e um alongamento de 42% (ASTM, 2018).

2.7.1 Microestrutura do aço 310 – transformação de fases e precipitação

O aço inoxidável austenítico AISI 310 é amplamente utilizado em aplicações de alta temperatura. Sua alta concentração de cromo confere ao aço uma excelente resistência à oxidação, permitindo seu uso em temperaturas de até 1100 °C, com cerca de 0,40 de C. No entanto, a resistência à fluência desse aço é relativamente modesta na ausência de algum tipo de endurecimento por precipitação (SANDSTRÖM; FAROOQ; LUNDBERG, 2012). Durante o serviço em altas temperaturas, ocorrem alterações graduais na microestrutura, o que pode ter um impacto significativo nas propriedades mecânicas, podendo prejudicá-las de forma drástica.

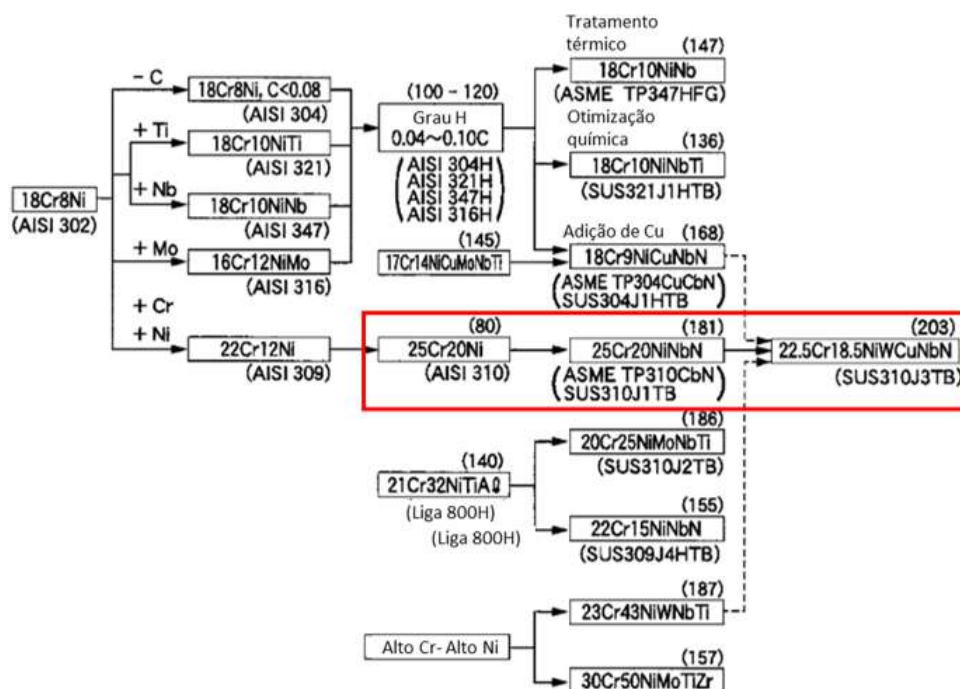


Figura 2.21 – Desenvolvimento dos aços austeníticos para caldeiras (VISWANHATAN; PURGERT; RAO, 2005).

É amplamente aceito que os aços austeníticos podem ser utilizados em temperaturas de até 675 °C, embora pela norma API 530 eles podem ser utilizados até 815 °C, do ponto de vista da resistência à fluência, sob tensões de 35 MPa (SHIM et al., 2010). No entanto, os aços resistentes ao calor tendem a formar diferentes fases, incluindo carbonetos e fases intermetálicas, quando expostos a altas temperaturas ou processos de soldagem (GARIN; MANNHEIM, 2009). Especificamente, nas ligas da série 300, como o aço 310, amplamente utilizado em serviços de alta temperatura, é comum a ocorrência de precipitados de carbonetos nos contornos de grãos, que fornecem locais preferenciais para a nucleação de cavidades devido à concentração de tensões geradas localmente durante o carregamento. Além disso, a fase sigma, que é dura e frágil, pode se formar frequentemente, prejudicando ainda mais as propriedades mecânicas da liga.

Uma parte significativa da resistência dos aços inoxidáveis é atribuída ao endurecimento por solução sólida. No entanto, o aumento do tamanho de grão após um longo período de envelhecimento pode não melhorar as propriedades de endurecimento. Além disso, os precipitados consomem elementos de liga, reduzindo o endurecimento por solução sólida, Figura 2.22 (SANDSTRÖM; FAROOQ; IVARSSON, 2012). Portanto, a distribuição e a morfologia dos precipitados, bem como as alterações na composição química da austenita, são consideradas fatores importantes na determinação das propriedades mecânicas e de corrosão desses aços. Especificamente em relação à corrosão, a precipitação de carbonetos promove a sensitização do aço, aumentando sua suscetibilidade à corrosão intergranular.

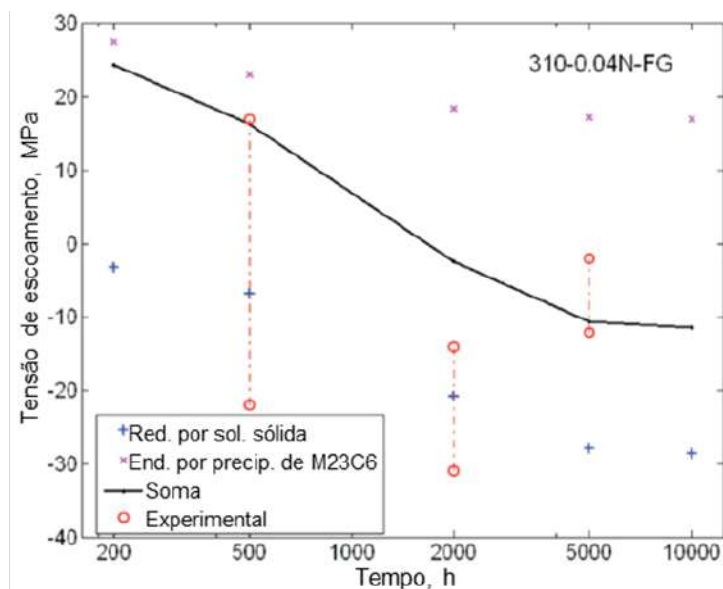


Figura 2.22 – Resistência à tração versus tempo de envelhecimento a 800 °C (SANDS-TRÖM; FAROOQ; IVARSSON, 2012).

Os mecanismos de precipitação têm sido objeto de muitas pesquisas devido aos efeitos prejudiciais das fases precipitadas na mudança das propriedades dos materiais, como energia de impacto, dureza, limite de escoamento e resistência à corrosão dos aços. Estudos relataram a precipitação de carbonetos (M_23C_6 , MC, M_6C , M_7C_3), nitretos primários (MN, M = Zr, Ti, Nb e V) e nitretos secundários (M_2N , M = Cr, Fe) em aços inoxidáveis austeníticos durante tratamento térmico (recozimento) e soldagem (PADILHA, 2002; SOURMAIL, 2001). A presença da fase sigma em um aço inoxidável austenítico resulta em uma perda dramática de ductilidade e tenacidade, ao mesmo tempo em que aumenta a dureza do material, podendo atingir até 68 HRC (LEE; KIM; KIMURA, 2003). A formação da fase sigma é mais observada quando o teor de cromo está entre 25% e 30% em peso, enquanto em aços inoxidáveis austeníticos com teor de cromo abaixo de 20% em peso, a precipitação da fase sigma não é facilmente observável (PECKNER; BERNSTEIN, 1977).

A presença de precipitados de carboneto de cromo tem um grande impacto nas propriedades de resistência à corrosão e oxidação dos aços inoxidáveis austeníticos. Na faixa de temperatura de 700 a 900 °C, esses carbonetos precipitam nos contornos de grãos da austenita, causando uma redução no teor de cromo nessa região. Esse fenômeno é um dos fatores que torna a liga suscetível à corrosão intergranular e reduz sua resistência à oxidação em altas temperaturas (BROOKS; THOMPSON; WILLIAMS, 1984).

Dessa forma, a precipitação da fase sigma é considerada um fator decisivo para a fragilização durante o serviço em altas temperaturas do aço inoxidável austenítico 310. No diagrama TTT (Tempo - Temperatura - Transformação) desse aço, representado na

Figura 2.23, é mostrado o tempo e a temperatura para a precipitação da fase sigma, que tem início em cerca de 10 horas.

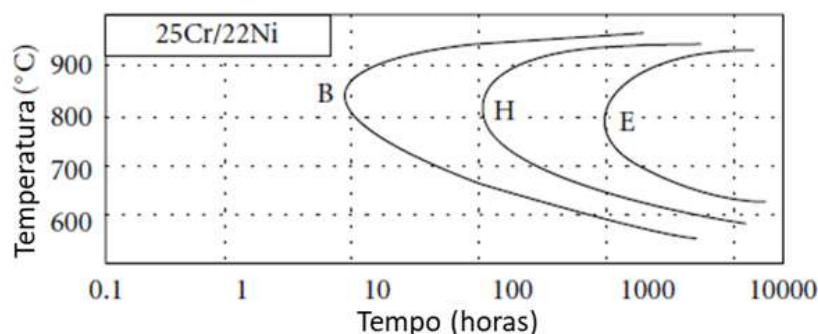


Figura 2.23 – Diagrama TTT do aço AISI 310; linha B, H e E representam a precipitação de fase sigma inicial, intermediária e final (FOLKHARD, 1988).

No estudo experimental realizado por DAVID; GOODWIN; BRASKI (1980), foi investigada a solidificação do metal de adição do aço inoxidável AISI 310. Durante o processo, foi observado que a formação da austenita primária aumenta à medida que a temperatura diminui abaixo do ponto de fusão, chegando a atingir cerca de 100% de solidificação a uma temperatura de 1304 °C. Durante a transformação do estado líquido para sólido, ocorre um enriquecimento contínuo de cromo na fase líquida. À medida que a solidificação se aproxima da conclusão, o último líquido enriquecido com cromo pode se solidificar como ferrita delta (δ), localizada nas regiões intergranulares ou interdendríticas. No entanto, de acordo com essa investigação experimental, não foram reveladas ferritas residuais resultantes da segregação de solutos nessas regiões, o que foi confirmado por meio de gravura magnética (magnetic etching), que mostrou que o material estava totalmente austenítico. Além disso, nas observações por análise térmica diferencial (DTA), foram identificadas apenas duas temperaturas: a cristalização da austenita a 1395 °C e a solidificação a 1304 °C.

2.8 Aços inoxidáveis ferríticos-martensíticos

Atualmente, os aços austeníticos são extensamente utilizados para situações com altas temperaturas e suscetíveis à corrosão, atingindo temperaturas de serviço próximas das superligas à base de níquel por um custo menor. No entanto, os aços austeníticos apresentam maior coeficiente de expansão térmica e baixa condutividade do que os aços ferríticos e martensíticos e por isso são suscetíveis a fadiga térmica. Isso se torna um grande problema nas turbinas a vapor, que são frequentemente desligadas e ligadas em ciclos de fadiga durante sua vida útil. Por outro lado, apesar dos aços ferríticos-martensíticos possuírem menor expansão térmica, as suas temperaturas de serviço estão limitadas a 600 °C. Em relação a norma API 530 a temperatura limite de projeto é Cr-Mo = 650 °C, T9 e T91 = 705 °C, T92 = 705 °C, e os austeníticos = 815 °C.

Entre os aços mais recentes, o aço P91 (9% Cr) tem sido usado como material para coletores, tubos de vapor e tubos superaquecedores em plantas supercríticas que operam até 593 °C. Enquanto isso a liga NF616 (P-92), desenvolvida substituindo parte do Mo do P91 por W, tem uma tensão permitida ainda maior e pode ser operada a temperaturas de 620 °C, considerando apenas a fluência (VISWANHATAN; PURGERT; RAO, 2005). Mas ainda possuem limitações quanto a oxidação e a corrosão por contato com o fogo e corrosão excessiva para sulfatos de ferro-álcalis líquidos, restringindo as suas aplicações. Ligas em estágio de desenvolvimento envolvem a adição de Co, W, B, Ta e Nb. Estes últimos elementos contribuem para o fortalecimento, produzindo precipitados de nitreto finos e estáveis. Enquanto a inclusão de V nesses elementos gera uma melhor soldabilidade (VISWANHATAN; PURGERT; RAO, 2005).

Em especial os 9-12%Cr sem adições de novos elementos, são aços ferrítico-martensítico com alto teor de cromo. Sendo que o grau 91 e 92 constituem um conjunto-chave de componentes de usinas de combustível fóssil (KLUEH, 2005). Embora o aço grau 91 tenha sido usado com sucesso em indústrias de energia desde os anos 90, ele tem desvantagens que o impedem de ser aplicado em usinas supercríticas e ultrahot supercríticas. Ou seja, operações superiores a 600 °C e pressões de 25 MPa ou mais (YANG et al., 2019). Nessa temperatura, a tensão permitida do grau 91 cai drasticamente, para cerca de 50 MPa, de modo que a tubulação feita de material grau 91 teria de ter vários milímetros de espessura (DOBSON, 2006).

Estes aços são considerados como ferrítico-martensítico devido à mudança de fase que ocorre no revenimento. Durante a sua produção, o aço é normalizado para formar austenita que se transforma em martensita rica em carbono no resfriamento. Sendo dura e quebradiça, com subgrãos semelhantes a ripas dentro de um contorno de grão de austenita primária (LAHA et al., 2007). A martensita de têmpera é o processo de formação de precipitados utilizando o alto teor de carbono na matriz. A remoção do carbono da fase martensítica (tetragonal de corpo centrado) para formar carbonetos faz com que o espaçamento da rede diminua e se aproxime da estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) conhecida como ferrita (LAHA et al., 2007).

Os aços de grau 91 são temperados de forma a precipitar M_23C_6 (M: cromo, ferro ou molibdênio) e MX (M: vanádio ou nióbio e X: carbono ou nitrogênio), carbonetos e nitretos que contribuem para a resistência à fluência do aço. Os carbonetos M_23C_6 estão normalmente presentes nas interfaces das ripas de martensita e nos contornos da austenita primária. Enquanto os carbonetos/nitretos MX estão principalmente localizados dentro das ripas de martensita (LAHA et al., 2007; YU et al., 2013).

O aço inoxidável ferrítico-martensítico da classe 9-12%Cr, e objeto de estudo do presente trabalho, encontra-se destacado na Figura 2.24.

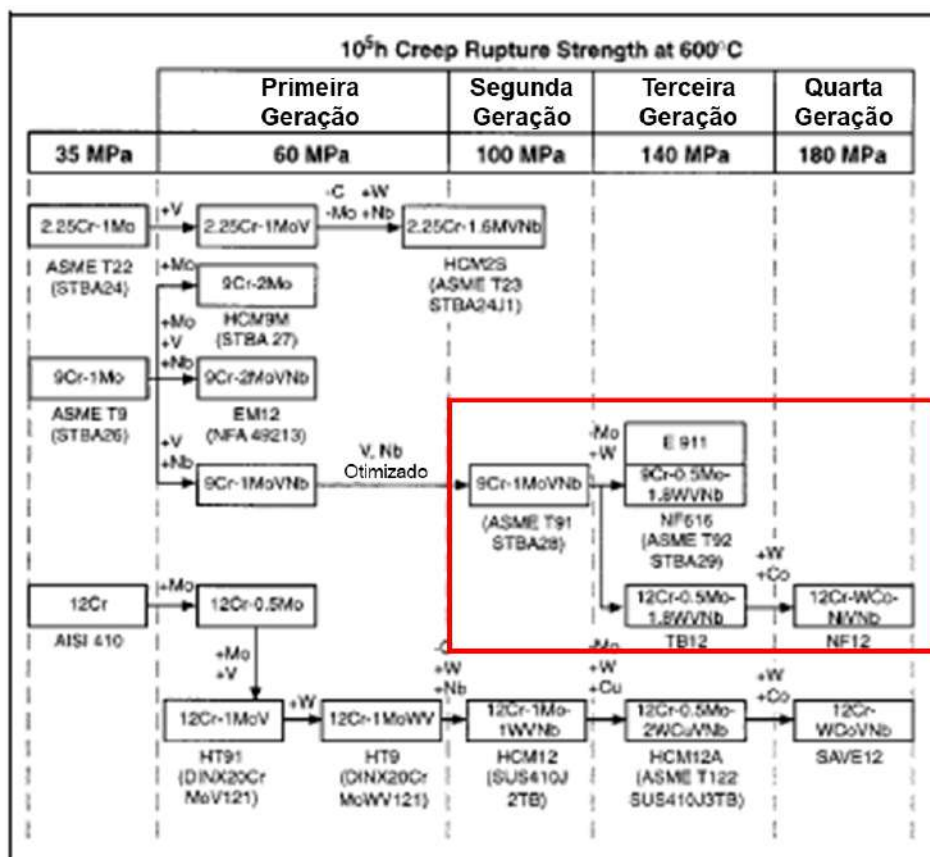


Figura 2.24 – Desenvolvimento dos aços ferríticos para caldeiras (VISWANHATAN; PURGERT; RAO, 2005).

2.8.1 Microestrutura dos aços 9-12%Cr – transformação de fases e precipitação

Na Figura 2.25 é ilustrada a microestrutura martensítica revenida após a normalização e revenimento. A microestrutura dos aços 9-12%Cr consiste em contornos de grãos de austenita primária e interfaces martensíticas em ripas. Os carbonetos estão presentes ao longo dos contornos dos grãos de austenita primária, conforme mostrado na Figura 2.25b. Ambos os carbonetos inter e trans granulares precipitados apareceram em diferentes morfologias, como globular, cilíndrica e lenticular. Os carbonetos mais comuns na microestrutura martensítica são M_23C_6 e MX. Sendo que os carbonetos MX são muito finos em comparação com M_23C_6 . A presença de carbonetos muito finos ao longo das interfaces da ripa martensítica impediria a migração da interface durante exposições de longo prazo e, assim, conferiria boas propriedades a altas temperaturas (PAUL; SAROJA; VIJAYALAKSHMI, 2008).

Na Figura 2.26 é vista a micrografia MEV típica da microestrutura desses aços. Os M_23C_6 são distribuídos principalmente em ripas, blocos, pacotes e contornos de grãos de austenita primária, enquanto os carbonitretos MX finos são principalmente distribuídos na matriz dentro dos limites da martensita. A estrutura de grão martensítico produz alta densidade de discordâncias, o que causa uma demora na deformação por fluência. No

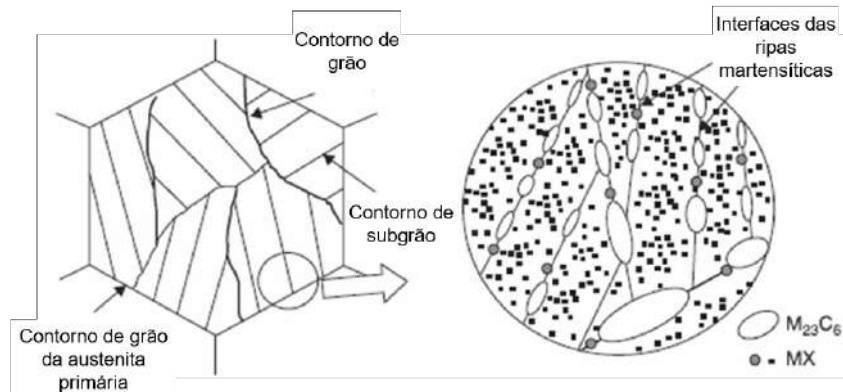


Figura 2.25 – Ilustração da microestrutura da martensita temperada (ABE, 2014).

entanto, durante a exposição térmica de longo prazo, a estrutura de discordâncias desses aços modifica (PAUL; SAROJA; VIJAYALAKSHMI, 2008; PANDEY; MAHAPATRA, 2016).

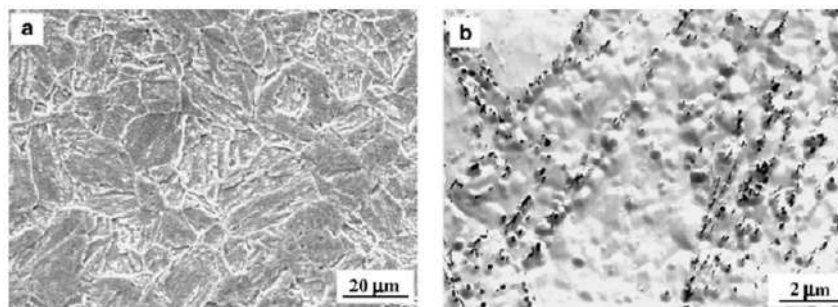


Figura 2.26 – Microestrutura do aço P91 a) contornos de grão de austenita primária e matriz martensítica revenida b) carbonetos em contornos de austenita e ripas (PAUL; SAROJA; VIJAYALAKSHMI, 2008).

Na Figura 2.27 é vista a micrografia MET da mudança na estrutura de discordâncias durante a fluência a 600 °C sob 70 MPa para diferentes tempos (SAWADA et al., 2011). O material virgem temperado tinha subgrãos finos e alta densidade de discordâncias. Em até 30.000 h não houve alteração na estrutura de discordâncias. Porém, após 70.000 h, subgrãos equiaxiais surgem e o tamanho dos subgrãos aumenta gradualmente. A densidade de discordâncias diminui drasticamente até a ruptura, o que degrada a resistência à fluência (SAWADA et al., 2011). A mudança na microestrutura é fortemente acelerada pela influência da tensão aplicada na fluência. A maneira básica pela qual os aços resistentes à fluência podem ser reforçados são por endurecimento por solução sólida, endurecimento por precipitação ou dispersão, endurecimento por discordâncias e endurecimento por contornos (ABE; KERN; VISWANATHAN, 2008).

Dessa forma os aços ferríticos 9-12%Cr se beneficiam de vários mecanismos para aumentar a sua resistência em altas temperaturas (MARUYAMA; SAWADA; KOIKE, 2001). A alta densidade de discordâncias, por exemplo, resulta em interações discordâncias-

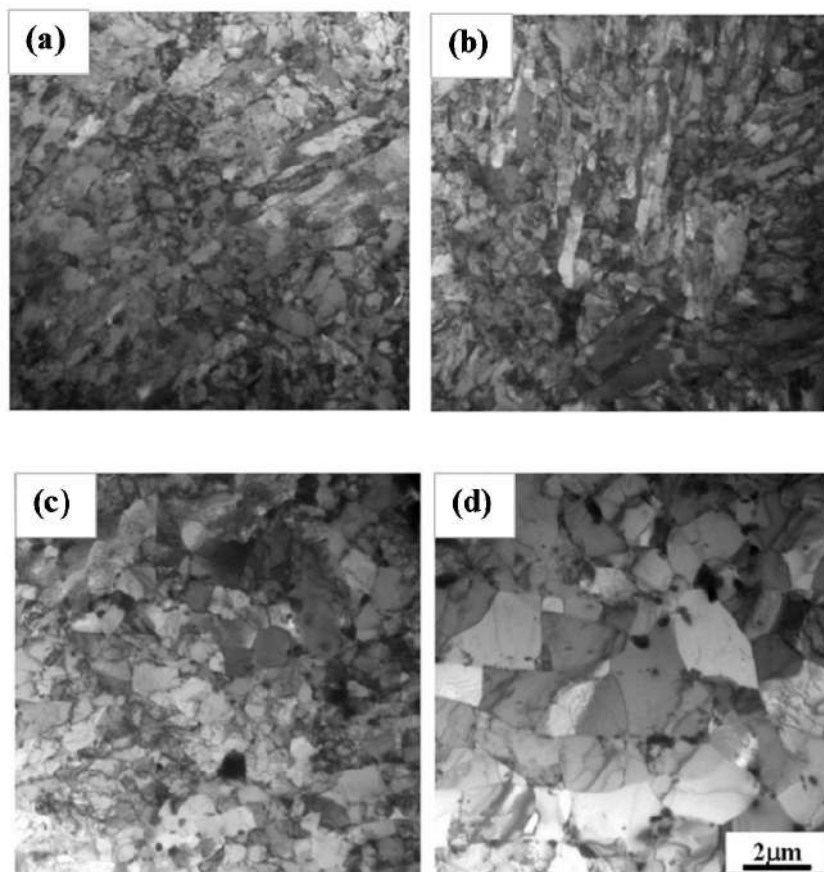


Figura 2.27 – Micrografia MET de P91 durante fluência a 600°C sob 70 MPa a) Como temperado b) 30.030h c) 70.000h d) 80.736 h (SAWADA et al., 2011).

discordâncias as quais fornecem um efeito de endurecimento por deformação (LI et al., 2018). As partículas M_23C_6 que se nucleia nas interfaces e subgrãos, acabam fixando essas estruturas, evitando o aumento do subgrão e adicionando resistência em altas temperaturas. Além disso, as segundas fases ricas em vanádio e nióbio precipitam na forma de carbonetos e carbonitretos do tipo MX. O MX precipita dentro do interior dos subgrãos e impede o movimento de discordâncias durante a fluência (ABE; KERN; VISWANATHAN, 2008).

KOSTKA et al. (2007) argumentaram que a principal fonte da resistência à fluência em ligas ferríticas modificadas (x20) é o efeito da fixação de subestruturas por carbonetos do tipo M_23C_6 . Os autores compararam os resultados de fluência da x20 com uma liga de Fe-10Cr que tinha sido processada para produzir tamanhos de grãos e densidade de discordâncias semelhantes, sem precipitação de segunda fase. Os ensaios de fluência revelaram que a taxa de deformação dos corpos de prova de fluência para x20 foi 40 vezes menor que a liga Fe-10Cr. Mostrando o efeito da precipitação do M_23C_6 , já que a densidade de discordâncias e tamanho de grão eram semelhantes.

Em estudos sobre a formação de fases, PENG et al., fez a análise dos carbonetos M_23C_6 e fase laves para amostras de P91 após exposições de serviço a 530 e 550 °C em

57.000 e 63.000 h, respectivamente. Eles observaram um aumento de tamanho no carboneto M_23C_6 que resultou no amolecimento da matriz com depleção de carbono da martensita e formação de ferrita (microestrutura anormal), associados a uma diminuição da dureza. Ainda houve um aumento seguida de uma diminuição da fase laves (microestrutura normal), esta se mostrou como uma inibidora para a precipitação e contribuiu para o aumento de tamanho do M_23C_6 de forma que manteve a matriz relativamente resistente, quando o material estava em serviço.

PANAIT et al. (2010) observou esse mesmo comportamento de crescimento dos carbonetos $M_{23}C_6$ ricos em cromo, precipitados do tipo MX, fases Laves e fases-Z no aço P91. Na Figura 2.28 se observa esse aumento de carbonetos e fases entre o material como recebido, Figura 2.28a, e após 113.431 horas a 600 °C, Figura 2.28b.

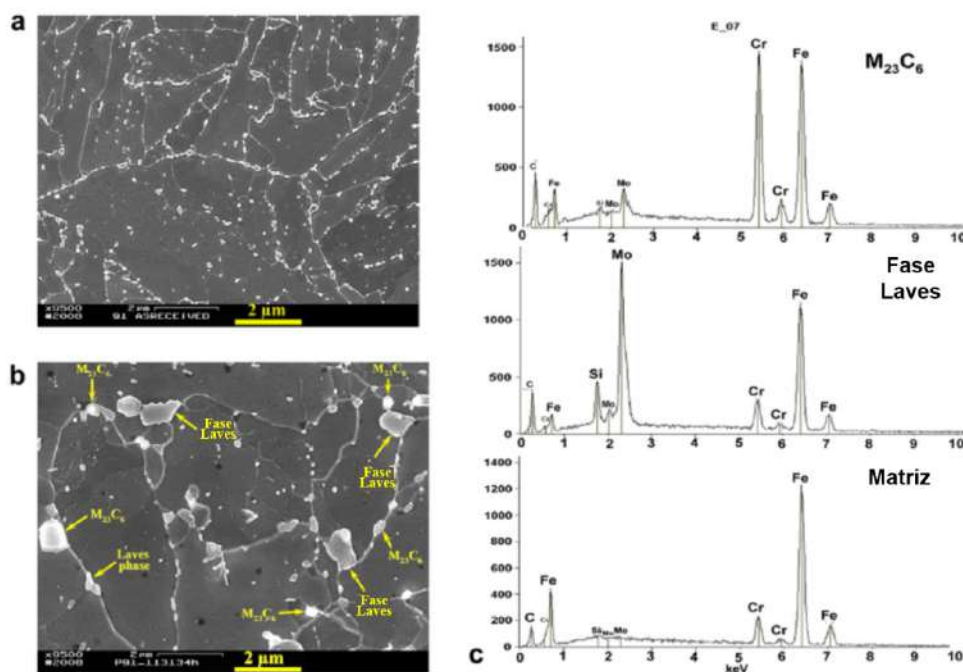


Figura 2.28 – Microestrutura de a) P91 como recebido, b) após fluência a 600 °C por 113.431 h; c) espectros EDS típicos (FEG-SEM) para carbonetos $M_{23}C_6$, fase laves e a matriz, respectivamente (PANAIT et al., 2010).

2.9 Modelos de previsão da vida útil

Tradicionalmente, o desempenho de fluência tem sido o principal critério de projeto para materiais estruturais em altas temperaturas usados no setor de energia, resultando em um vasto conhecimento sobre as propriedades de fluência. Porém, a operação dessas usinas geralmente ocorre em condições de carga variável, com ciclos de liga e desliga, flutuações nas pressões durante a operação, além de terem de suportar corrosão/erosão pelo fogo, oxidação pelo vapor e fragmentação do óxido, que impõem exigências operacionais

extremas para proporcionar uma vida útil econômica e segura ao projeto (VISWANHATAN; PURGERT; RAO, 2005).

No relatório de status conduzido pelo Laboratório Nacional de Argonne, a deformação por fluência-fadiga foi reconhecida como o problema mais crítico no projeto estrutural de alta temperatura, principalmente considerando a literatura limitada de dados em fluência-fadiga (LI et al., 2012). Devido à falta de dados de fluência-fadiga disponíveis, a ASTM (2019) adotou modelos de previsão de vida (conhecidos como "diagramas de interação") que combinam dados de fluência e fadiga coletados em escalas de tempo de laboratório.

Com relação aos materiais aprovados pela ASTM (2019) para uso em alta temperatura em componentes de energia nuclear, o amolecimento cíclico é marcante nos aços ferríticos. Aços inoxidáveis austeníticos, para os quais os modelos de previsão de vida ASTM (2019) foram originalmente projetados, endurecem ciclicamente quando expostos a ambientes de fluência-fadiga (LI et al., 2012). KIM; WEERTMAN (1988) associam o amolecimento cíclico com o aumento do subgrão e pela presença de carboneto. Os autores ainda fazem contribuições quanto a adição de um tempo de espera em carregamento com tensão máxima, que resultou em uma diminuição nos ciclos de falha para amostras G91, em comparação com a fadiga pura (KIM; WEERTMAN, 1988).

TAKAHASHI (2008) investigou o efeito do tempo de espera, variando de 0 a 10 horas. A partir desses ensaios, o autor mostrou que o tempo de espera tem um efeito significativo no tempo até a ruptura dos aços G91 e G122. Efeito esse também observado para aços austeníticos HR3C (310), realizados por HE; SANDSTRÖM; VUJIC. KIM; WEERTMAN (1988), relataram uma redução substancial na vida quando um período de espera é introduzido na compressão em comparação com a pausa na tração (KIM; WEERTMAN, 1988). No entanto, em tempos de espera mais longos os ciclos de ruptura se aproximam de valores semelhantes para estados de tensão de tração e compressão (TAKAHASHI, 2008).

Considerando assim cada uma dessas condições, uma estimativa confiável da vida útil dos componentes em serviço se torna difícil. Além disso deve-se considerar os diferentes mecanismos de danos por fluência e fadiga, bem como, bancos de dados de propriedades mecânicas relativamente limitados e a impraticabilidade de ensaios a longo prazo. A necessidade assim de técnicas de extrapolação que permitam a estimativa de rupturas por fluência-fadiga no longo prazo e para diversas condições de carregamento, a partir de resultados de curto prazo é muito importante para aspectos de projeto, controle de qualidade e avaliação da planta. Esse cenário leva a adoção de diferentes técnicas para o cálculo da vida residual, por exemplo:

- a) ensaios acelerados;

- b) métodos metalográficos;
- c) métodos termo numéricos baseados na história termomecânica do componente;
- d) métodos que se apoiam na evolução de alguma propriedade física do material indiretamente associada ao dano acumulado por fluência;
- e) métodos baseados em variações dimensionais dos materiais.

A falha de componentes estruturais por crescimento de trinca por fluência-fadiga ocorre quando um carregamento mecânico atua simultaneamente a uma temperatura elevada, condições que são comuns em usinas de energia, plantas químicas e na indústria aeroespacial. No entanto, entender a mecânica do crescimento da trinca e prever as taxas de crescimento da trinca durante o carregamento por fluência-fadiga ainda é uma questão pendente. A abordagem mais comum para calcular as taxas de crescimento de trincas por fluência-fadiga é considerar a soma linear das taxas de crescimento de trincas durante as porções de fadiga e fluência de cada ciclo de carregamento. Muitas vezes, os modelos que usam essa regra aditiva desconsideram os efeitos de interação dos dois modos de carregamento. Um número limitado de modelos considerou essa interação, por exemplo, adicionando um termo extra à soma ou analisando o dano na ponta da trinca. O efeito da interação de carga no crescimento da trinca por fluência-fadiga implica que a taxa total de crescimento da trinca é maior do que a soma das taxas que uma trinca experimentaria apenas sob carga de fluência ou fadiga.

O procedimento mais adequado para previsão de vida útil deve ser assim escolhido considerando o histórico do equipamento, as características específicas do material empregado e a natureza dos prováveis mecanismos de deformação e fratura existentes. Para tempos mais longos de utilização, uma extrapolação segura das curvas de fluência só pode ser feita se houver certeza de que não ocorram mudanças estruturais do material que resultem na variação da inclinação da curva na região da extrapolação (DIETER, 1981). Para se obter tempos mais curtos de ruptura, normalmente os ensaios são realizados em temperaturas muito mais elevadas do que as temperaturas de operação e com tensões praticamente inalteradas. Assim é muito importante destacar diferentes técnicas de previsão da vida útil.

Através do comportamento de crescimento de trinca em fluência-fadiga, existem diversos métodos de estimativa por parâmetros, como:

- a) Parâmetro C_t (SAXENA, 1986), utilizado para materiais lineares elásticos, primordialmente utilizado para materiais de fluência frágil
- b) integral de contorno J , para materiais elasto-plásticos (RICE, 1968), uma integral de linha ao longo de um contorno da trinca, partindo da superfície inferior da trinca e terminando na superfície superior dela.

c) integral de taxa de energia C^* (LANDES; BEGLEY, 1976; GOLDMAN; HUTCHINSON, 1975; ASTM, 2020), assim como J , C^* possui o mesmo contorno da trinca. Porém, devido ao comportamento de fluência ser dependente do tempo, as taxas de deformação substituem as deformações e as taxas de deslocamento substituem o deslocamento presente na integral de contorno J .

d) Enquanto isso, outros pesquisadores, (YOKOBORI; T., 1989; YOKOBORI et al., 1987), também propuseram as suas próprias equações para a previsão da vida útil do material, baseando-se em termos paramétricos expressos por variáveis independentes, como tensão aplicada, comprimento da trinca, temperatura etc, a exemplo dos parâmetros Q e Q^* .

2.9.1 Parâmetro Q^* - Yokobori

O parâmetro Q (YOKOBORI et al., 1987) que usa a soma do comprimento da trinca real e o de entalhe, para realizar seus cálculos. Já o parâmetro Q^* (YOKOBORI; T., 1989) é uma extensão de Q , só que acrescenta a consideração da largura do corpo de prova e o formato do entalhe para cálculo de uma equação da vida útil do material, sendo expresso pela Equação 2.8.

$$\frac{1}{t_f} = AK_{in}^n \exp\left(-\frac{\Delta H}{RT}\right) = A \exp\left(-\frac{\Delta H - f(\sigma_1)}{RT}\right) = A \exp(\beta Q^*) \quad (2.8)$$

Onde, t_f : tempo de crescimento da trinca;

A, β : constante;

ΔH : energia de ativação sob condição de fluência-fadiga [J/mol];

$f(\sigma_1)$: função da tensão elasto-plástica ao redor da ponta da trinca;

σ_1 : tensão localizada na região do entalhe [MPa];

R : constante dos gases [J/(Kmol)];

T : temperatura absoluta [K];

n : expoente da tensão.

2.9.2 Modelo Strip-yield - Potirniche

O modelo de strip-yield tem sua origem advindo dos primeiros conceitos de crescimento de trincas por fadiga em ligas metálicas as quais foram correlacionadas pela lei de potência de Paris-Erdogan usando o fator de intensidade de tensão ΔK como variável de entrada (ELBER, 1970). Para explicar o efeito da taxa de carga no crescimento da trinca por fadiga, ELBER (1970) propôs o conceito de fator de intensidade de tensão

efetiva ΔK_{eff} , que substituiu ΔK na lei de Paris-Erdogan e pode explicar a aceleração e desaceleração da trinca durante o carregamento de amplitude variável. Os valores de ΔK_{eff} são calculados pela quantificação do fechamento de trinca induzido por plasticidade através do conceito de tensão de abertura da ponta da trinca (Sop).

Uma abordagem computacional que tem sido usada para caracterizar o fechamento de trincas induzidas por plasticidade é a modelagem strip-yield. Esta técnica tem sua origem nos artigos de DUGDALE (1960) e BARENBLATT (1962), que usaram uma superposição de duas soluções elásticas para resolver o problema de uma trinca em uma região elástico-plástica. Sua abordagem foi implementada em vários modelos computacionais para simular o crescimento de trincas de fadiga. Esses modelos computacionais de propagação de trincas foram usados com sucesso para calcular tensões de abertura da ponta da trinca, Sop, causadas pelo fechamento da trinca induzido por plasticidade sob carga de amplitude constante ou variável (KIM; LEE, 2000). Um dos primeiros modelos de strip-yield foi o de NEWMAN (1981). Usando a estrutura de modelagem de NEWMAN (1981), outros modelos de crescimento de trinca foram propostos para fadiga. Atualmente, a metodologia padrão envolve o uso de integrais de funções de peso em vez do princípio de equivalência K para calcular os valores de K e COD para diferentes amostras. Modelos de Strip-yield foram desenvolvidos para crescimento de trincas por fadiga (KIM; LEE, 2000), crescimento de trincas por fadiga termomecânica (FISCHER; SCHWEIZER; SEIFERT, 2015) e crescimento de trincas por fluência (POTIRNICHE, 2012). Assim POTIRNICHE (2019) propôs um outro modelo para prever o crescimento de trinca por fluência-fadiga. Este método emprega a lei de potência de NORTON (1929) para prever a deformação de fluência e usa o modelo de DUGDALE (1960) para acumular danos na ponta da trinca, calculando um declínio na tensão de fluxo (média da tensão de escoamento e resistência à tração final). O modelo de Strip-yield de POTIRNICHE (2019) usa o fator de intensidade de tensão elástica, K, para prever o tamanho da zona plástica (ρ) na ponta da trinca assumindo comportamento de material elástico perfeitamente plástico. A zona plástica da ponta da trinca (zona de processo de fluência no modelo) para uma trinca central em um corpo de prova de média tensão é modelada criando uma trinca equivalente em um corpo infinito de comprimento d, tal que:

$$d = a + \rho \quad (2.9)$$

A trinca equivalente é carregada com a tensão, σ , e a zona plástica é carregada em compressão com a tensão de fluxo, σ_0 , do material. O tamanho da zona plástica é o comprimento ρ necessário para eliminar a singularidade do fator de intensidade de tensão da tensão σ no final da zona de processo:

$$K_{I\sigma} + K_{I0} = 0 \quad (2.10)$$

onde, $K_{I\sigma}$ é o fator de intensidade de tensão da tensão e K_{I0} é o fator de intensidade de tensão na ponta da trinca.

$$\rho = a \left(\sec \frac{\pi\sigma}{2\sigma_0} \right) \quad (2.11)$$

Assim para calcular as taxas de crescimento da trinca, foi calculado o número de ciclos dN necessários para aumentar a trinca em um incremento da . Assim a taxa de crescimento de trinca por ciclo durante um ciclo de fadiga por fluência é calculada como:

$$\left(\frac{da}{dN} \right) = \left(\frac{da}{dN} \right)_{fat} + \left(\frac{da}{dN} \right)_{creep} \quad (2.12)$$

onde $(da/dN)_{fat}$ é a taxa de crescimento da trinca por fadiga por ciclo durante a porção crescente do carregamento, e $(da/dN)_{CREEP}$ é a taxa de crescimento da trinca por fluência por ciclo durante a porção de retenção do carregamento.

$$\left(\frac{da}{dN} \right)_{fat} = C \cdot \Delta K_{eff}^m \quad (2.13)$$

$$\left(\frac{da}{dN} \right)_{creep} = C' \cdot \Delta K_{max}^{m'} \cdot t_h \quad (2.14)$$

onde C , C' , m e m' são constantes do material e t_h é o tempo de espera (s).

Sendo ΔK_{eff} é calculado quantificando o fechamento da trinca induzido pela plasticidade por meio do conceito de tensão de abertura da ponta da trinca (Sop). Ou seja, considerando que durante a ciclagem do material, ao finalizar um ciclo a trinca pode se fechar completamente ou parcialmente, a depender de quanto foi deformado durante a fluência do material. Assim o próximo ciclo sofrerá influência desse fechamento da trinca. Um tempo de espera grande pode causar fluência o suficiente, para que o próximo ciclo não seja influenciado por esse fechamento de trinca.

POTIRNICHE (2019) faz o desenvolvimento do programa em FE o qual calcula o Sop através de uma malha bidimensional de elementos finitos com condições de contorno, assim uma amostra C(T) gerada no software ABAQUS. Devido às simetrias geométricas e de carregamento, apenas metade do corpo de prova precisa ser modelado e simulado. Uma malha típica e condições de contorno usadas nas simulações de crescimento de trinca são mostradas na Figura 2.29 (SHABER et al., 2019). Elementos quadriláteros de quatro nós, foram usados para a malha estruturada. Para capturar as zonas plásticas a frente e reversa ao redor da ponta da trinca, áreas de maior refinamento da malha foram colocadas ao redor da ponta da trinca. A área ampliada perto da região da ponta da trinca com a maior densidade de malha é mostrada na parte inferior da Figura 2.29. Esses tamanhos de

elemento foram escolhidos após várias simulações de teste, garantindo que pelo menos 10 elementos lineares estão na zona de deformação plástica com carga máxima, e pelo menos 3 ou 4 elementos na zona plástica com carga mínima, assim como discutidos em outros trabalhos (SOLANKI; DANIEWICZ; NEWMAN, 2003). Esses tamanhos de elemento estão na faixa do tamanho médio de grão de cada material, conforme obtido a partir da caracterização microestrutural no caso do aço AISI 310 (GARCIA et al., 2020) e próximo ao tamanho mínimo de grão para os aços 9-12Cr (KALYANASUNDARAM, 2013).

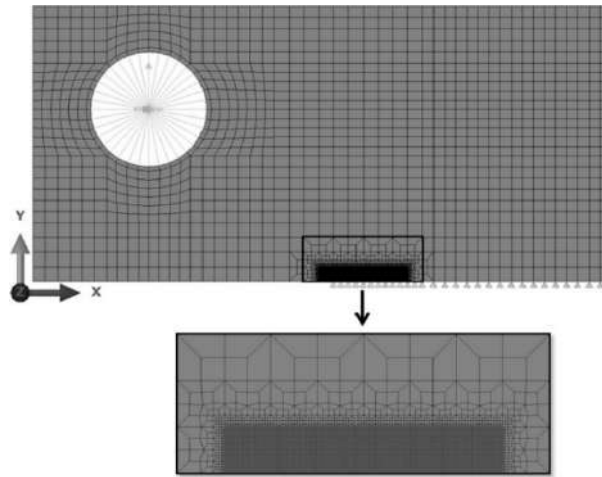


Figura 2.29 – Malha de elementos finitos e condições de contorno para simulações bidimensionais de crescimento de trinca por fluência e fadiga (RAMIREZ et al., 2019).

As condições de contorno aplicadas ao modelo de elemento finito foram de simetria e deslocamentos restritos. Todos os nós ao longo do plano da trinca (da ponta da trinca até o lado direito da amostra) foram restringidos na direção vertical. Além disso, o deslocamento do ponto de carga no centro do orifício do pino foi restringido na direção horizontal. A carga é aplicada em um ponto de referência localizado no centro do orifício do pino por meio de uma restrição multiponto, que transmitiu a carga para os nós localizados no diâmetro do pino.

O esquema de propagação de trincas usado para simular o fechamento de trincas induzida por plasticidade foi o método de liberação de nós. Embora este método não produza diretamente o incremento real do crescimento da trinca, uma vez que a trinca avança um elemento por ciclo, é extremamente confiável na produção de cargas de abertura de ponta de trinca precisas. Uma vez que a carga de abertura da ponta de trinca S_{op} é calculada, pode-se calcular o fator de intensidade de tensão efetiva ΔK_{eff} (Equação 2.15) e a taxa de crescimento de trinca da/dN (Equação 2.12).

$$\Delta K_{eff} = \left(1 - \frac{P_{open}}{P_{max}}\right) \cdot \frac{\Delta K}{1 - R} \quad (2.15)$$

onde, P_{open} e P_{max} , são as cargas em kN e R a razão entre a tensão máxima e mínima de carregamento.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A Figura 3.1 apresenta um breve resumo do programa experimental utilizado nesse trabalho. Iniciando com o desenvolvimento e fabricação dos aços a serem utilizados. E seguindo para os principais ensaios e simulações os quais esses materiais foram submetidos.

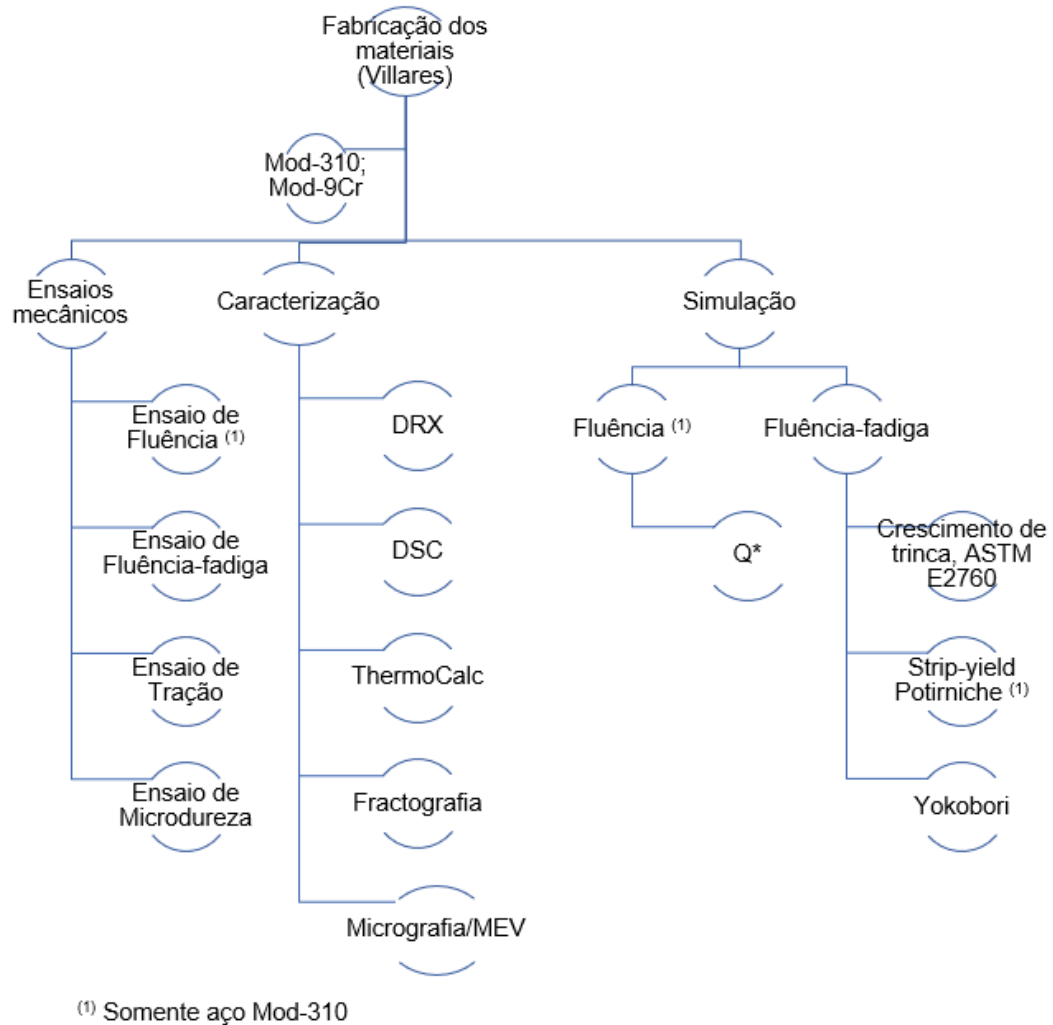


Figura 3.1 – Esquema do modelo experimental.

3.1 Materiais

Para o desenvolvimento deste trabalho foram confeccionados corpos de provas a partir de barras como recebidas, de mesma composição química, fornecidos pela Villares, do aço 2% Cr – 20% Ni, cujas especificações equivalem ao aço AISI 310 e o aço ferrítico-martensítico 9-12 Cr, ASTM A335 Gr K91, com adição nas suas composições químicas de

Nb e N para o Mod-310, e W e Ta para o Mod-9Cr. Sendo fornecidas após forjamento, os dois recozidos a 1100 °C e decapados.

A composição química dos aços, assim como as propriedades mecânicas à temperatura ambiente estão listadas nas Tabelas 3.1 e 3.2, respectivamente. Quando comparados à composição química nominal dos aços fornecidos com a especificação ASTM A240 (2018) ou com a ASTM A167 (2009), foi possível agrupar os aços em % em massa nas categorias 310 e P91, indicando que por sua composição o material está de acordo com o especificado para o aço característico nominal.

Tabela 3.1 – Composição química dos aços desenvolvidos.

Material	C	Si	Mn	Cr	Nb	Ni	P	S	N	W	V	Ta
Mod-310 - Proposto	0,06	0,41	1,25	24,96	0,46	19,84	0,018	0,001	0,25	-	-	-
Mod-9Cr - Proposto	0,09	0,04	0,4	9	-	0,06	0,01	0,01	0,03	1,1	0,2	0,07

Tabela 3.2 – Propriedades mecânicas mínimas propostas dos aços desenvolvidos.

Material	Limite escoamento (MPa)	Limite resistência (MPa)	Alongamento (%)
Mod-310 - Proposto	405	752	65
Mod-9Cr - Proposto	560	730	15

Todos esses aços foram desenvolvidos como parte dessa tese sobre especificações e composições a fim de otimizar as suas propriedades.

1. Aço inoxidável austenítico Gr. 310, baixo carbono (comercial 0,25), com adição de nióbio (Nb) e nitrogênio (N), chamados nesse trabalho como Mod-310.

2. Aço inoxidável ferrítico-martensítico 9%Cr, Gr. 91, baixo carbono (comercial 0,12), com adição de tungstênio (W) e tântalo (Ta), chamados nesse trabalho como Mod-9Cr.

1. Considerando os aços austeníticos com 25% Cr, foram desenvolvidos no Japão, com base na “Japan Industrial Standard”, os aços SUS 310, característicos pela adição de nióbio (Nb) e nitrogênio (N). O nióbio ajuda no refinamento e dispersão de carbonetos estáveis e aumento da resistência, assim como uma redução no tamanho do grão, beneficiando a resistência à oxidação, uma vez que os contornos de grãos atuam como caminhos de difusão rápida para Cr para formar uma camada protetora de Cr₂O₃. O nitrogênio, por sua vez, é um metal de adição atraente aos aços inoxidáveis, pois aumenta a temperatura de trabalho e eleva as resistências à temperatura sem afetar adversamente

outras propriedades mecânicas e de corrosão. Assim, esses elementos agregam propriedade ao material para ser utilizado em usinas.

2. Considerando os aços ferríticos-martensíticos com Cr, foram desenvolvidos no “Oak Ridge National Laboratory”, EUA, os aços Ferríticos Martensíticos de Atividade Reduzida (Reduced Activation Ferritic Martensitic -RAFM), que emitem baixos níveis de radioatividade após a vida em serviço, sendo fortes candidatos para aplicação nas tecnologias de fusão nuclear como materiais estruturais. Além disso, são baseados na metalurgia dos aços trabalhados resistentes ao calor convencionais com adequação da composição química, e, por questões de segurança (manipulação/ armazenamento/ descarte, reduzida emissão nuclear), substituindo-se o Mo por W e o Nb por Ta.

3.2 Preparação de amostras para metalografia

Nas diversas etapas que se sucedem neste trabalho foram utilizadas amostras para avaliação macroestrutural, caracterização microestrutural e análises quantitativas de fases que passaram por processos de preparação nos laboratórios de metalografia do IME podendo ou não terem sido embutidas em resina acrílica para facilitar este processo. Para a preparação metalográfica foi seguida a norma ASTM E3-11 (ASTM, 2017), de forma que as amostras foram submetidas a lixamento com diminuição gradativa do tamanho de abrasivo da lixa até a granulometria de 2000 mesh em lixadeira rotativa manual. Para o aço Mod-310, foi realizado o ataque eletrolítico com solução de 1:1 de ácido nítrico em água destilada por 15 segundos a uma voltagem de 2 V. E para o Aço Mod-9Cr foi utilizado um ataque químico com solução de FeCl₃ por 30 s. Neste projeto, os microscópios óptico (MO) e eletrônico de varredura (MEV) foram utilizados para caracterizar o material, sendo que a utilização de cada um desses depende do tipo de amostra, do objetivo da investigação e da escala das medidas necessárias.

3.2.1 Microscópio Óptico (MO)

Foi utilizado um microscópio metalográfico LECO Corporation BX53M, Olympus, localizado no Laboratório de Metalografia do IME, para capturar e analisar as imagens. O microscópio possui uma câmera digital equipada que pode capturar e processar as imagens ópticas.

3.2.2 Microscópio eletrônico de varredura (MEV)

Um MEV FEI modelo Quanta FEG 250, localizado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME, foi utilizado para obter micrografias com o auxílio dos detectores de elétrons secundários (ETD – Everhart-Thornley Detector) e elétrons retroespalhados

(BSED –Back-scattered electrons detector). Com a utilização dos acessórios de EDS (energy-dispersive X-ray spectroscopy) e EBSD (Electron backscatter diffraction).

3.3 Análise quantitativa

Neste trabalho foram realizadas análises quantitativas para a caracterização das fases dos materiais e do tamanho médio do grão nas condições como recebido e, posteriormente, nos ensaios de envelhecimento por fluência-fadiga.

Para a determinação do tamanho de grão foi utilizada a norma ASTM E112 (ASTM, 2021b) - Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. O método utilizado para a determinação do tamanho de grão foi o Método de Interceptos Lineares, também denominado Método de Heyn. Por este método, ao se investigar o número de grãos por unidade de área, são contados os grãos interceptados por várias linhas teóricas traçadas na superfície da amostra.

3.4 Difração de raios X

As amostras foram submetidas à difração de raios X em um difratômetro PANalytical X'pert Pro, modelo MRD, localizado no Laboratório de Difração de raios X do IME. O qual utiliza um ânodo de Co (cobalto) e é equipado com um detector linear PIXcel com 255 canais. Os parâmetros de operação foram definidos para potência e corrente de 40 mA \times 40 kV, respectivamente. Sendo realizada a varredura entre 45° e 95°, na configuração Θ 2 Θ acoplada, com tempo por passo de 200 s e tamanho do passo de 0,03°.

3.5 Ensaio de calorimetria diferencial de varredura (DSC)

Para a análise por calorimetria diferencial de varredura (DSC) uma amostra de cada aço como recebida foi ensaiada em cadinho de alumina em um calorímetro da TA Instruments modelo Q1000, operando em atmosfera de nitrogênio com taxa de aquecimento de 20 °C/min, em um intervalo de temperatura de 50 a 1000 °C, para verificar a presença de picos e intervalos de precipitação e transformação de fase.

3.6 Confecção dos corpos de prova

3.6.1 Corpos de prova de tração e de fluência

Foram utilizados corpos de prova do tipo gravata para os ensaios de tração a temperatura ambiente, cujas dimensões seguem na Figura 3.2, adaptado da na norma ASTM E1457 (ASTM, 2019a).

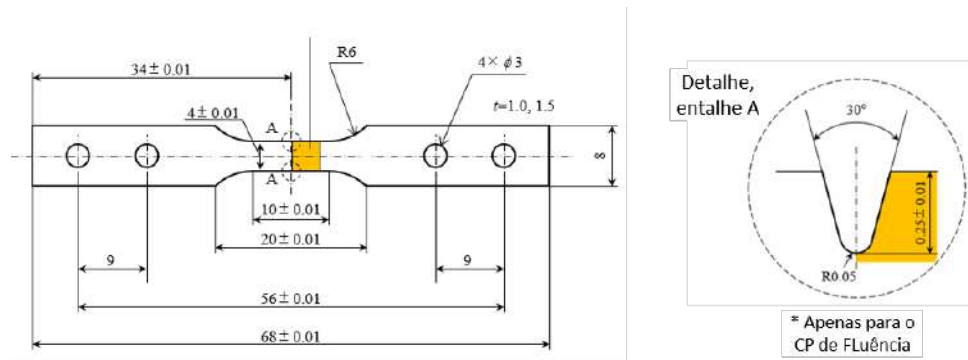


Figura 3.2 – Dimensões e geometria do corpo de prova de tração e fluência, espessura de 2 mm, em mm.

Enquanto para o ensaio de fluência foi utilizado o mesmo CP da Figura 3.2, porém entalhado nas duas laterais, como descrito no detalhe do entalhe A, chamado de DEN (entalhe nas duas laterais).

Para o ensaio de tração em alta temperatura foi utilizado corpos de provas circulares, com as configurações e dimensões apresentadas na Figura 3.3.

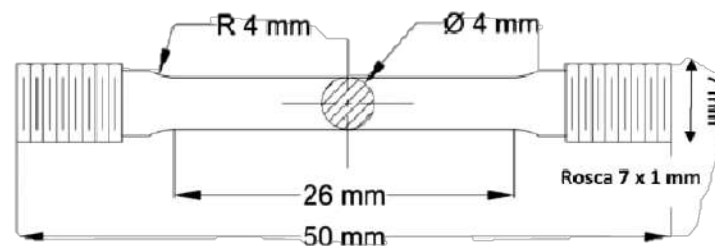


Figura 3.3 – Dimensões e geometria do corpo de prova de tração em alta temperatura.

3.6.2 Corpos de prova de fluência-fadiga

Foram utilizados 8 corpos de prova (CPs), com geometria do tipo compacto de tração C(T) com entalhe nas laterais no formato de V com abertura de 30° e raio da ponta do entalhe de 0,15 mm, adaptado de ASTM E1457 (ASTM, 2019a). Sendo distribuídos em 4 CPs para cada um dos aços Mod-310 e Mod-9Cr. Na Figura 3.4 são indicadas as dimensões dos corpos de prova. Os CPs forma extraídos das barras dos materiais por eletroerosão a fio, com espessura $B=12,7$ mm, entalhadas em 10% mecanicamente nas laterais, apenas para o Mod-9Cr ($B_n=10,1$ mm) e pré-trincados com um ensaio convencional de fadiga à temperatura ambiente nas condições de 15 Hz, razão 0,1 e K final de $20 \text{ MPa}\sqrt{m}$.

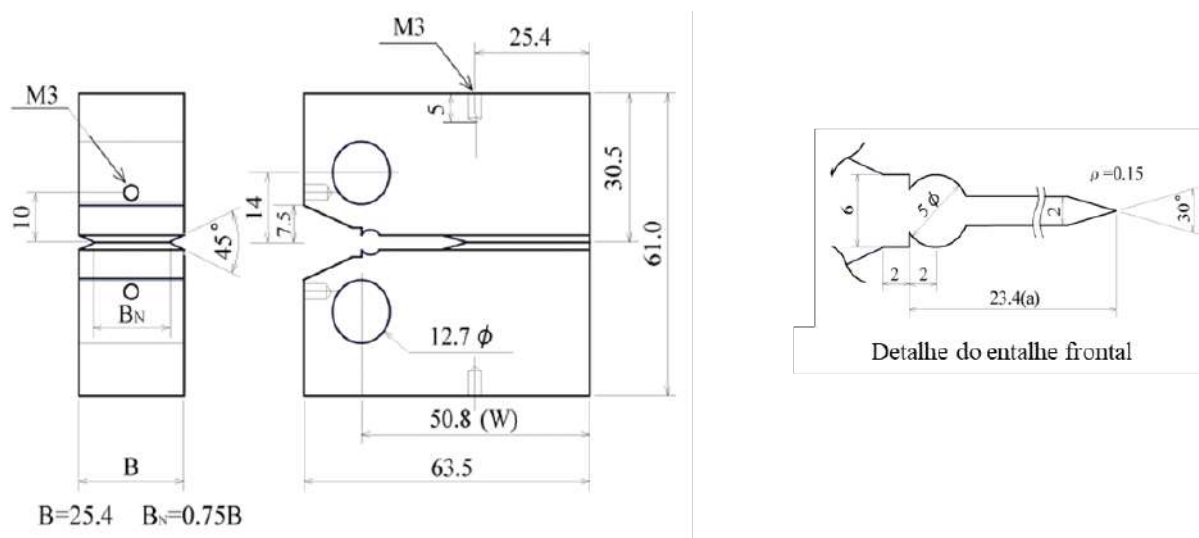


Figura 3.4 – Geometria e tamanho dos corpos de prova C(T) para ensaio de fluência-fadiga, em mm.

3.7 Caracterização mecânica

3.7.1 Ensaio de microdureza

Para uma primeira avaliação do comportamento mecânico e como indicativo dos danos sofridos após a exposição sob condições de fluência-fadiga, foram realizados ensaios de microdureza Vickers (ISO, 2015) com carga de 980,7 mN, por 15 segundos, em corpos de prova preparados de acordo com a norma ASTM E384 (ASTM, 2022). Utilizando-se de microdurômetro da marca Zwick/Roell, modelo Indentec ZH μ -MkII-M, localizado no Laboratório de Ensaio Mecânicos do IME.

3.7.2 Ensaio de tração a temperatura ambiente e alta temperatura

Ensaio de tração uniaxial à temperatura ambiente e em alta temperatura. Os ensaios a temperatura ambiente foram realizados em uma máquina universal de ensaios mecânicos da EMIC DL10000, localizada no Laboratório de Ensaio Mecânicos do IME.

Os ensaios em alta temperaturas foram conduzidos em uma máquina universal de ensaios Instron, modelo TT DML, acoplada de um forno tubular vertical, cujo CP fica internamente, em um tubo a vácuo. Em temperatura de 675 °C para o aço Mod-310 e 625 °C para o Mod-9Cr.

Em ambas as situações, foram utilizadas velocidade de deslocamento de 1,5 mm/min, de acordo com a norma ASTM E8M (ASTM, 2016). Identificando tensão de escoamento e limite de resistência.

3.7.3 Ensaio de fluência

O ensaio de crescimento de trinca por fluência para o aço Mod-310 foi conduzido sob carga e temperatura controlada, num equipamento de ensaio de fluência a vácuo, manufaturado pela Shimadzu, no Laboratório de Nanomateriais. O sistema é acoplado de uma janela para observação in-situ. Esse sistema permite a observação do comportamento de abertura do entalhe, o início da trinca e o crescimento delas continuamente durante a execução dos ensaios, além da observação da formação de danos na região do entalhe e sua propagação no corpo de prova, sem interrupção, através do microscópio de alta temperatura. Os CPs são aquecidos por uma lâmpada de condensação infravermelha e as temperaturas são continuamente monitoradas com um termopar soldado nas proximidades do entalhe da superfície da amostra.

Os ensaios foram realizados em 5 condições que estão expressas na Tabela 3.3. As formas de aplicação de tensão se dão por fluência com carga constante, baseadas nas normas ASTM E139-06, ASTM E1457 e ASTM E2760 (ASTM, 2006; 2010; 2019). Os ensaios de fluência foram executados com o objetivo de determinar o limite de ruptura por fluência dos CPs.

Tabela 3.3 – Condições de temperatura e tensão do ensaio de fluência

	280 MPa	300 MPa	320 MPa
650 °C		x	
675 °C	x	x	x
700 °C		x	

3.7.4 Ensaio de fluência-fadiga

O ensaio de crescimento de trinca foi conduzido sob tensão e temperatura controlada na condição de fluência-fadiga num equipamento de ensaio de fluência-fadiga MTS, acoplado de um forno vertical de câmara aberta, conforme orientação da norma ASTM E139-06, ilustrada pela Figura 3.5. O equipamento de ensaio é do modelo MTS 312.12 com uma capacidade de carga de 100kN (22kips) emparelhado com um controlador MTS TestStar e um forno ATS vertical de até 1000 °C. O equipamento utilizado está localizado no Laboratório de Propriedades Mecânicas (University of Idaho) e é composto por sistemas de alavanca para aplicação de cargas, fornos LVDT (Linear Variable Differential Transformer) e sistemas lógicos de aquisição de dados de temperatura, tensão e deslocamento acoplados a um computador. A temperatura é coletada por termopares presos diretamente nos corpos de prova.

Seguindo o arranjo mostrado na Figura 3.5, os CPs C(T) são carregados verticalmente tal que a carga é transmitida por pinos encaixados nos orifícios superiores do

CP, enquanto os pinos nos orifícios inferiores são mantidos fixos. A deformação é medida por meio do valor de abertura vertical da trinca por medição de COD (crack opening displacement) e crescimento da trinca por medição de DCPD (direct current potential drop).

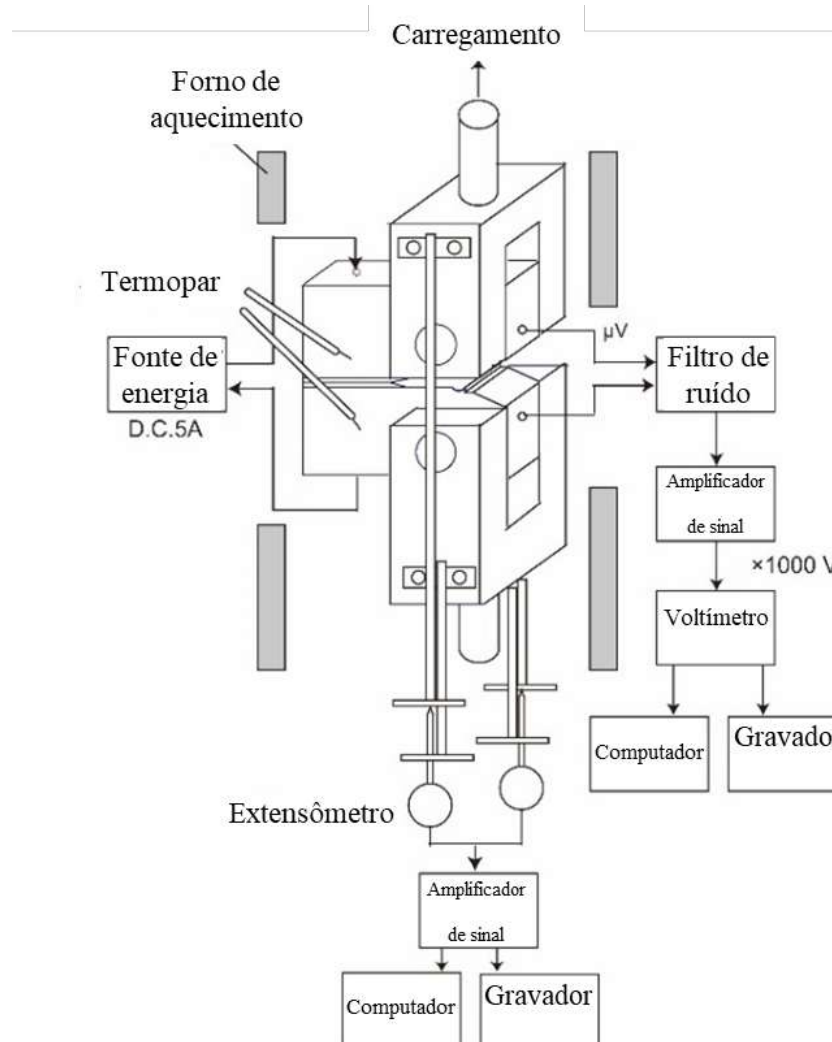


Figura 3.5 – Arranjo do equipamento de ensaio e de observação in-situ.

3.7.5 Método e condições do ensaio de fluência-fadiga

As condições do ensaio de fluência-fadiga em 8 corpos de prova estão mostradas na Tabela 3.4. As formas de aplicação de tensão se diferenciam entre fluência-fadiga, trapezoidal e triangular baseadas nas normas ASTM E1457 (ASTM, 2019a) e E2760 (ASTM, 2019b), mostradas na Figura 3.6. Para comparar a frequência de carregamento trapezoidal e triangular, primeira condição, com $t_h=0$, indicada na Figura 3.6, a frequência de carregamento da tensão trapezoidal será calculada como na Equação 3.1. Para todos, T é a temperatura do ensaio [$^{\circ}C$], t_r é o tempo para aumentar a tensão de 0 MPa até a condição de ensaio (K_{max}) [s] e t_d é o tempo para a volta [s], t_h é o tempo espera, em

que a tensão máxima será mantida constante [s], e f é frequência de carregamento [Hz]. A temperatura de ensaio de 675 °C, foi utilizada para o aço Mod-310, enquanto uma temperatura de 625 °C foi utilizada para o aço Mod-9Cr, escolhidas com base na nova geração de usinas termoeletricas que visam chegar à 700 °C.

Tabela 3.4 – Condições de temperatura, tensão e tipo de frequência de carregamento do ensaio de fluência-fadiga.

Temp (°C)	ΔK_i (MPa \sqrt{m})	Trapezoidal	
		t_r, t_d (seg)	t_h (seg)
675 (Mod-310) / 625 (Mod-9Cr)	20	0.5	0
			5
			60
			600

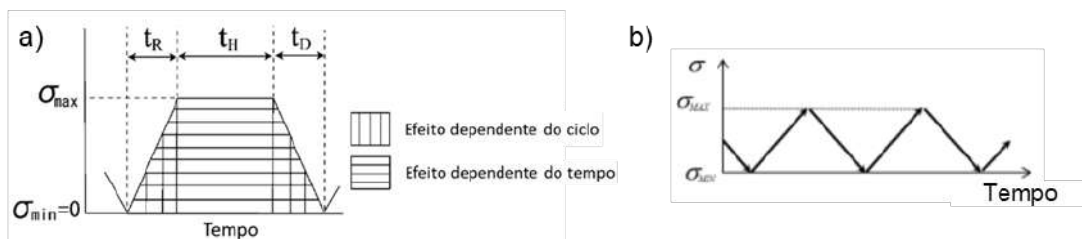


Figura 3.6 – Tipo de aplicação de tensão a) trapezoidal b) triangular.

$$f = \frac{1}{t_r + t_h + t_d} \tag{3.1}$$

3.7.5.1 Sistema DCPD (direct current potential drop)

Um sistema de queda de potencial de corrente direta (DCPD) foi utilizado para medir o comprimento de trinca. Este método de medição é recomendado pela ASTM E2760 para ensaios de crescimento de trincas por fluência-fluência. O sistema consiste em um nanovoltímetro Keithley 2182A, uma fonte de corrente Keithley 2280S-32-6 e fios de conexão de nicromo que são soldados por pontos ao CP.

O sistema DCPD mede a mudança no comprimento da trinca fornecendo uma corrente elétrica constante através do CP. Devido à resistência elétrica no corpo de prova, há uma queda de tensão no CP que pode ser medida por um voltímetro. À medida que a trinca se propaga, a queda de tensão aumenta. Uma vez que o comprimento inicial e final da trinca é conhecido, uma correlação pode ser feita entre o comprimento da trinca e a queda de tensão medida. Foi determinado que uma relação linear foi observada entre a queda de tensão e o comprimento da trinca onde 1 μV correspondeu a aproximadamente 60 μm de crescimento de trinca quando 2 amperes foram fornecidos no CP de C(T).

3.7.5.2 Sistema COD (crack opening displacement), extensômetro de alta temperatura

Um extensômetro Epsilon 3548COD-005-025M-ST foi integrado ao sistema para medir o deslocamento da linha de carga da amostra (deformação vertical/amplitude da abertura de trinca), bem como para confirmar o comprimento da trinca durante o crescimento da trinca calculado por DCPD. O extensômetro é posicionado dentro de um dispositivo de montagem localizado fora do forno. O extensômetro utiliza braços cerâmicos de 150 mm de comprimento que passam por uma pequena abertura na lateral do forno. A tensão de excitação é fornecida pelo Epsilon DSCUSB, um dispositivo que se conecta a um computador de mesa e é usado para aquisição dos dados.

3.7.6 Envelhecimento durante o ensaio de fluência-fadiga

O envelhecimento por fluência-fadiga ocorre a partir do momento que os CPs são ensaiados em altas temperaturas por um determinado tempo. Sendo feito a extração dos CPs da região da garra dos corpos de prova de fluência-fadiga.

Prosseguindo-se para a avaliação microestrutural dessa região para verificar a transformação de fase e precipitação dos materiais. Salientando que CPs com tração aceleram a difusão e transformação de fase.

3.8 Previsão da vida útil por fluência pelo parâmetro Q^*

O parâmetro Q^* caracteriza a taxa de crescimento de trinca considerando o fenômeno de crescimento de trinca como um processo termicamente ativado dependente da tensão. O conceito Q^* pode ser usado para amostras DEN como um método de previsão da vida de crescimento de trinca em fluência, utilizando a Equação 3.2:

$$\frac{1}{t_f} = AK_{in}^n \exp\left(-\frac{\Delta H}{RT}\right) = A \exp\left(-\frac{\Delta H - f(\sigma_1)}{RT}\right) = A \exp(\beta Q^*) \quad (3.2)$$

Onde, t_f : tempo de crescimento da trinca;

A, β : constante;

ΔH : energia de ativação sob condição de fluência-fadiga [J/mol];

$f(\sigma_1)$: função da tensão elástico-plástica ao redor da ponta da trinca;

σ_1 : tensão localizada na região do entalhe [MPa];

R : constante dos gases [J/(Kmol)];

T : temperatura absoluta [K];

n : expoente da tensão.

A energia de ativação para o crescimento de trinca (ΔH) no conceito Q^* é derivada da inclinação dos gráficos de Arrhenius, cujo eixo vertical é o valor inverso da vida útil da fratura t_f ; e o eixo horizontal é o inverso da temperatura absoluta, sendo que a energia de ativação descreve a dependência da temperatura e do tempo de crescimento de trinca. Sendo termodinamicamente dependentes, os gráficos resultantes tendem a ser uma linha reta, onde pode-se obter facilmente uma linha de gradiente que relaciona energia de ativação e a constante dos gases.

A caracterização da vida com base no crescimento da trinca por fluência dos materiais pode ser caracterizada pelo parâmetro Q^* . Procedese, para isso, ao cálculo do fator de intensidade K_{in} (Equação 3.3) para diferentes condições de tensão, pela equação:

$$K_{in} = \sigma \sqrt{(\pi a)} \cdot F(\alpha) \quad (3.3)$$

onde,

- σ : tensão aplicada [MPa]
- a : comprimento da trinca [m]
- $F(\alpha)$: fator de forma

Ao traçar um gráfico utilizando K como eixo das abscissas e o valor inverso da vida útil da fratura t_f como eixo das ordenadas é possível obter uma relação cujo gradiente representa “ n ” da Equação 3.4. Assim, para fazer a análise por Q^* , tem-se a Equação 3.4, de onde pode-se caracterizar o comportamento do material.

$$Q^* = n \ln K_{in} - \frac{\Delta H}{RT} \quad (3.4)$$

3.9 Previsão da vida útil para fluência-fadiga pelo modelo Strip-yield

Os parâmetros de deformação, tempo e observação in situ da progressão do dano foram utilizados como base para a simulação computacional, chamado Strip-yield. O modelo Strip-yield é formulado para simular o crescimento de trincas por fluência-fadiga e para quantificar a influência do tempo de espera no fechamento de trinca induzido por plasticidade durante o crescimento de trincas por fluência-fadiga. O método utiliza da função de peso para calcular fatores de intensidade de tensão e deslocamentos de superfície para trincas no material que sofre deformações elásticas, plásticas e de fluência em temperaturas elevadas.

O modelo utilizado para as simulações de elementos finitos foi definido como sendo elástico perfeitamente plástico, com tensão de escoamento igual a tensão simulada, calculada como a média aritmética das tensões de escoamento e de movimentação inicial do aço. O

comportamento de fluência foi modelado usando a versão de endurecimento por tensão da lei de potência de Norton para fluência secundária (estacionária) (POTIRNICHE, 2019). As propriedades do material usadas nas simulações de elementos finitos nessa condição utilizam-se da mesma definida na Tabela 3.5.

Tabela 3.5 – Propriedades do material usadas na análise FEM.

Material	Módulo de Young, E	Coeficiente de Poisson, ν	Limite de escoamento, σ_y	Dureza, H	Lei de Norton	
					A	n
Mod-310	148 (GPa)	0.3	233 (MPa)	2,1 (GPa)	4,33 x10-11	9,1

Assim para obter as taxas de crescimento da trinca, foi calculado o número de ciclos dN necessários para aumentar a trinca em um incremento da. Sendo a taxa de crescimento de trinca por ciclo durante um ciclo de fadiga por fluência calculada como:

$$\left(\frac{da}{dN}\right) = \left(\frac{da}{dN}\right)_{fat} + \left(\frac{da}{dN}\right)_{creep} \quad (3.5)$$

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Análise microestrutural do aço Mod-310 como recebido

4.1.1 Tamanho de grão

A determinação do tamanho de grão para o aço Mod-310 foi realizada para a amostra como recebida, resultando em um tamanho de grão médio de $50 \mu\text{m}$. Como trata-se de ensaios termicamente ativados dependentes de difusão de lacunas, é de interesse a existência de grãos grandes. Diferentemente do tamanho de grão encontrados para a amostra como recebida do aço AISI 310 comercialmente disponível no Brasil, com grãos de $22 \mu\text{m}$ (GARCIA et al., 2020). Considera-se que para aplicações em regime de fluência, uma microestrutura com maior tamanho de grão reduz os efeitos do mecanismo de fluência por difusão, sobretudo pela tendência dos contornos atuarem como “curtos-circuitos” para a difusão. Além disso, uma microestrutura com maior tamanho de grão oferece menos área de contorno para a nucleação de vazios durante a exposição em regime de fluência (LI; DASGUPTA, 1993).

Pela Figura 4.1, pode-se observar a presença de maclas distribuídas na amostra. Essa configuração é importante já que a formação da macla no aço Mod-310 está atrelada ao grão austenítico com estrutura cúbica de face centrada com baixa energia de falha de empilhamento. Assim a formação de maclas nos grãos de austenita é usual no processo de laminação a quente e/ou no tratamento de solubilização seguida de têmpera. As maclas nos grãos austeníticos melhoram a plasticidade do aço Mod-310, já que promovem a quebra da continuidade dos contornos de grãos e relaxam sua tensão (ZHANG et al., 2017). A energia da interface das maclas é geralmente menor do que a energia dos contornos dos grãos devido à simetria do arranjo do átomo nos dois lados da interface da macla (BI et al., 2003). Portanto, a força motriz para a nucleação de precipitados ao longo da interface é menor do que ao longo do contorno do grão, propiciando a precipitação nessa região.

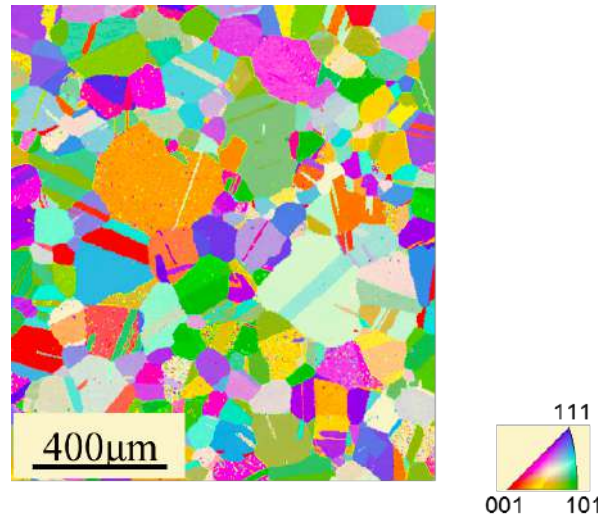


Figura 4.1 – Mapa de EBSD da amostra Mod-310, como recebida.

4.1.2 Fases de equilíbrio

Fazendo a avaliação por ThermoCalc pela base de dados TCFE6, as fases de equilíbrio em relação à temperatura do aço Mod-310 neste estudo são mostradas na Figura 4.2. Austenita e fase sigma são as fases termodinamicamente estáveis mais significativas previstas pelo ThermoCalc entre 500 e 1000 °C. Os carbonetos M₂₃C₆ são encontrados em uma ampla faixa de temperatura abaixo de 900 °C, porém sua fração volumétrica não supera 1%. Em temperaturas menores que 450 °C a presença de ferrita é perceptível.

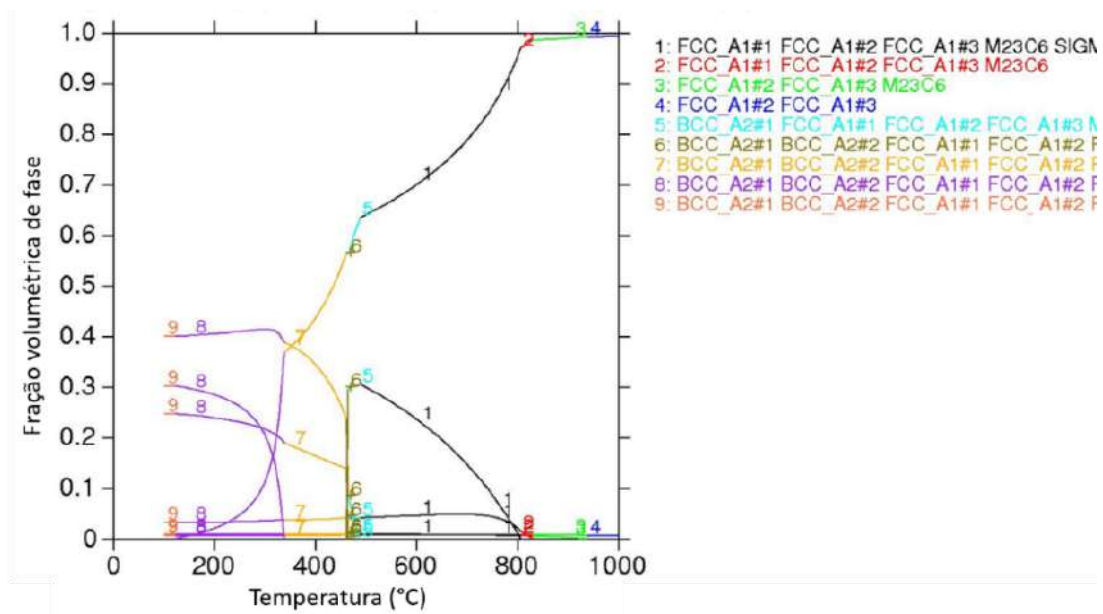


Figura 4.2 – Fases de equilíbrio calculado por ThermoCalc para o aço Mod-310: 100 °C a 1000 °C.

A fase austenita seria assim a composição matriz desse aço. Ela é uma solução sólida

de carbono em ferro gama, tendo uma estrutura cristalográfica cúbica de face centrada, que é responsável pela resistência à corrosão e pela alta resistência a altas temperaturas do aço AISI 310. Por outro lado, a fase sigma é uma fase dura e frágil, composta principalmente de ferro e cromo, com uma estrutura cristalina tetragonal com $a = b = 0,880$ nm e $c = 0,454$ nm. A presença da fase sigma pode levar a uma redução na resistência à corrosão e na ductilidade do aço, uma vez que a mesma consome o Cr presente na solução sólida da matriz austenítica, em composições abaixo de 12% de Cr a filme passivador deixa de se formar. Os precipitados $M_{23}C_6$, por sua vez, são partículas que se formam durante o processo de envelhecimento do aço 310. Esses precipitados são compostos por carbonetos de cromo ($Cr_{23}C_6$) e estão dispersos na matriz de austenita. Eles podem desempenhar um papel positivo na melhoria da resistência à fluência do aço em altas temperaturas, além de aumentar sua resistência mecânica. Por fim, a ferrita é uma solução sólida de inserção de carbono em ferro alfa e possui estrutura cristalina cúbica de corpo centrado. Dessa forma, no aço AISI 310, a austenita é a fase principal de alta temperatura, conferindo resistência à corrosão e resistência a altas temperaturas. A fase sigma, os precipitados $M_{23}C_6$ e a ferrita são fases secundárias com diferentes estruturas, composições e efeitos nas propriedades do aço, podendo afetar sua resistência à corrosão, ductilidade, resistência mecânica e resistência à fluência.

Segundo a literatura, a precipitação de carbonetos está associada a temperaturas entre 450 e 850 °C (SANDSTRÖM; FAROOQ; IVARSSON, 2012). Em especial o carboneto $Cr_{23}C_6$ é reportado por precipitar na faixa de 550-750 °C (COLOMBIER; HOCHMANN, 1967). No caso desse estudo, foi calculada a ocorrência dessa precipitação na faixa de 450 °C - 900 °C. Os carbonetos de cromo intergranulares aumentam a resistência à fluência, mas reduzem a ductilidade e a resistência mecânica do material.

Em temperaturas mais altas (550–900°C) e em longos períodos, é reportado na literatura essa transformação da fase sigma, dura e quebradiça, que por sua vez reduz a energia de impacto, a ductilidade e a resistência à corrosão (HSIEH; WU, 2012). Condição similar à simulação por ThermoCalc, da Figura 4.2, o qual fez referências à presença de fase sigma entre 500 e 1000 °C. BARCIK (1983) fez o estudo da quantificação da fase sigma em aços do tipo 310, e indicou que a transformação da fase sigma depende da presença de carboneto $M_{23}C_6$. Segundo o autor, na primeira etapa do processo de precipitação a fase sigma, esta nucleia na interface entre $M_{23}C_6$. BARCIK (1983) discute ainda que o tempo mínimo necessário para a formação de fase sigma à 800 °C é de três horas para o AISI 310. Considerando a curva TTT que o autor apresenta, à 675 °C (948 K), temperatura utilizada neste trabalho, teria-se desenvolvido 0,2% de fase sigma em 17 h de exposição e 5% em 170 h. A fase sigma não foi observada nesse trabalho, o que pode ser explicado por se estar trabalhando com um aço 310 modificado.

4.1.3 Ensaios de caracterização de fases (DSC e DRX)

Partindo para a investigação de fases por DSC, Figura 4.3, foi avaliado a existência de três zonas de análise no aquecimento. A primeira entre 200 e 500 °C e a segunda entre 580 e 650 °C, sugerem a precipitação de nitretos ou carbonetos nessas regiões. A terceira, entre 900 e 1000 °C, é o intervalo de temperatura típico da formação de fase sigma. Neste observa-se um aumento drástico da temperatura de transformação usual da fase sigma encontrada para o aço AISI 310 comercial, que ocorre na faixa dos 700 °C a 900 °C (GARCIA et al., 2023).

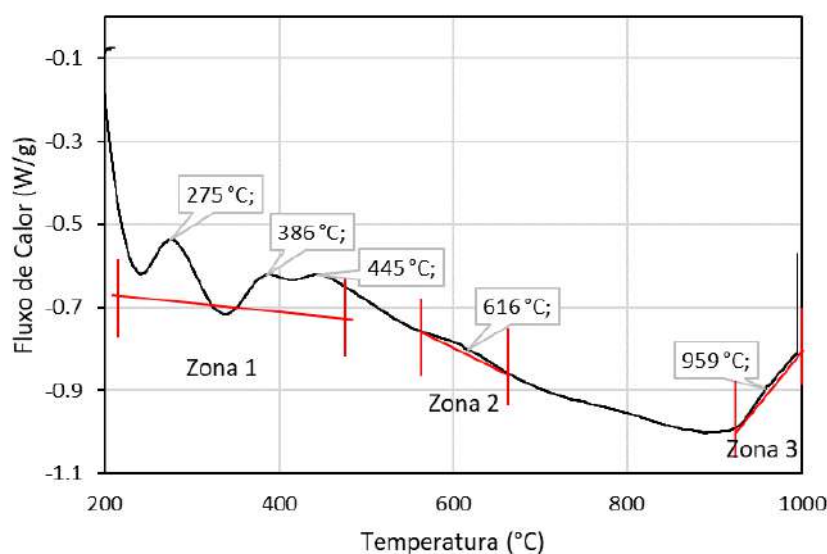


Figura 4.3 – Curva de DSC, aço Mod-310 como recebido, taxa de aquecimento 20 °C/min.

Como discutido na seção anterior, o aço Mod-310 contém uma quantidade significativa de cromo (25%), o que o torna propenso à formação de carbonetos de cromo, como o $Cr_{23}C_6$, mesmo em temperaturas mais baixas, Figura 4.2. De forma que esse primeiro intervalo do DSC, entre 200 e 500 °C pode estar associado a precipitação do $Cr_{23}C_6$ (KRISHNA-KUMAR et al., 2020).

Por outro lado, o segundo intervalo observado, 580 e 650 °C, vem sendo reportado para esses aços com adição de nióbio, como sendo o nitreto de nióbio (NbN), em temperaturas em torno dos 600 °C (DESCHAMPS et al., 2011). Esses nitretos de nióbio podem ser encontrados em suas estruturas cúbica de face centrada, tetragonal e hexagonal, sendo que melhoraram a resistência mecânica e a resistência à corrosão em altas temperaturas.

A investigação da difração de raio-X está apresentada na Figura 4.4. Nela é possível observar a indexação dos picos de austenita nos planos correspondentes da estrutura cristalina cúbica de face centrada com distância interplanar $a=0,359$ nm.

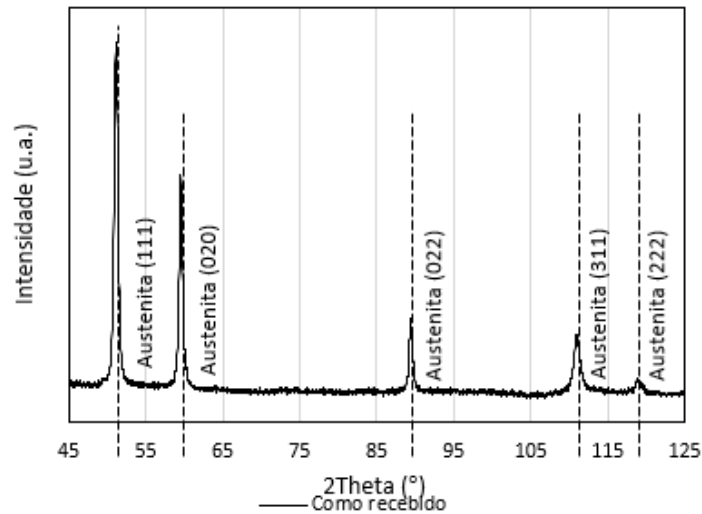


Figura 4.4 – Difratograma de DRX da amostra como recebida e indexação da fase austenita.

4.1.4 Microestrutura

Essas formações discutidas, com a presença de uma fase matriz com e estruturas precipitadas no interior dos grãos pode ser visualizada pela investigação microestrutural através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada do detetor de espectroscopia de energia dispersiva (EDS), Figura 4.5. Sendo observado uma concentração de elementos Cromo, Manganês, Nióbio, Nitrogênio e Carbono precipitados sobre a matriz austenítica. Atrélendo-se a esses elementos como estabilizadores de austenita, sugere-se uma maior tendência da não transformação da matriz em ferrita e fase sigma (SOUZA et al., 2008).

A presença de Cr e C, pode indicar a formação de precipitados secundários de $(Cr, Fe)_{23}C_6$, M_6C e compostos intermetálicos de fase sigma o que levaria a posteriormente se desenvolver na transformação da fase sigma, como discutido pelo ThermoCalc e DSC. A presença de precipitados contendo Cr na microestrutura pode levar à degradação da resistência à corrosão, uma vez que consomem o elemento Cr da matriz, geram tensões localizadas nas interfaces entre as partículas e a matriz, influenciando na propagação de trincas e queda de tenacidade (KOŽUH; GOJI, 2009). Além disso, essa precipitação nos contornos de grão da matriz pode levar a uma zona empobrecida em Cr (sensibilização). Se a quantidade de Cr estiver abaixo de 12% em peso, o filme passivo protetor não se formará com facilidade (TEDMON; VERMILYEA; ROSOŁOWSKI, 1971), comprometendo assim a resistência à corrosão do material e ocorrendo o fenômeno da sensibilização.

Já em relação a concentração de Nb e N, sugere-se a formação de MX (NbN) e fase Z, composição de NbCrN com uma estrutura cristalina tetragonal, cujos parâmetros de rede indexados são: $a = 0,428$ nm e $c = 0,736$ nm, também investigado pelo DSC. A análise do precipitado MX por EDS também possibilita a observação de uma grande quantidade de Nb reagindo com C e N intersticiais, assim como a fase Z com uma composição (Cr, Nb)

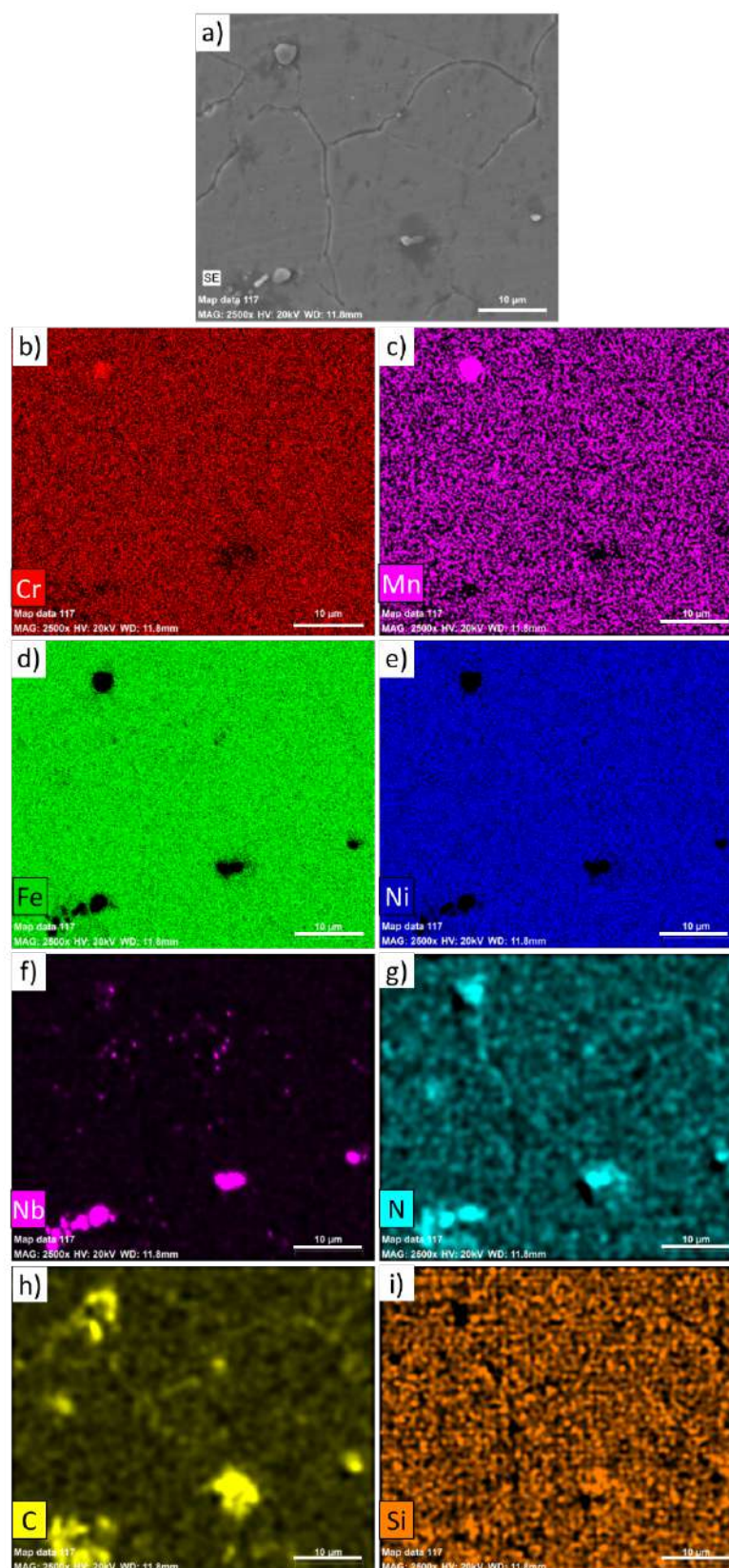


Figura 4.5 – Microestrutura do aço Mod-310 como recebido a) Precipitação no interior do grão; Mapeamento por EDS b) Cr, c) Mn, d) Fe, e) Ni, f) Nb, g) N, h) C, i) Si.

N, contendo C intersticiais. É possível observar CrNbN com baixo teor de C, enquanto o N e C pareceram ser os elementos predominantes no MX no corpo de prova se ligando ao Nb, sugerindo a presença dos compostos NbC e NbN.

4.2 Análise microestrutural do aço Mod-9Cr como recebido

4.2.1 Tamanho de grão

A determinação do tamanho de grão para o aço Mod-9Cr foi realizada para a amostra como recebida. O tamanho de grão médio da austenita prévia obtido foi de 20 μm . Na Figura 4.6 é observa-se a microestrutura do aço Mod-9Cr com matriz martensítica e ferrítica (YAN et al., 2013). Esse aço possui uma composição muito próxima ao aço P91, e por isso serão muitas vezes comparados. Observando uma microestrutura de aço ferrítico-martensítico, tanto a ferrita (CCC) quanto a martensita (TCC/CCC) se apresentam como estruturas em uma solução sólida, intersticial, supersaturada de carbono em ferro alfa, com os átomos de Fe nos vértices. A ferrita possui alta densidade de falhas cristalinas, como discordâncias, o que a torna relativamente macia e dúctil. Já a martensita apresenta uma estrutura cristalina distorcida e desordenada, com os átomos de ferro dispostos de maneira desalinhada e alta densidade de discordâncias. Essa estrutura desordenada confere a martensita alta dureza e fragilidade.

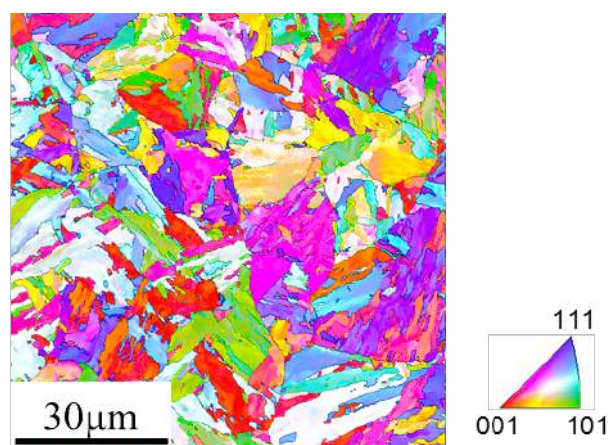


Figura 4.6 – Mapa de EBSD da amostra Mod-9Cr, como recebida.

Os carbonetos $M_{23}C_6$ que podem se formar nesse aço irão se localizar ao longo dos contornos de grãos de austenita prévias e nas interfaces das ripas de martensita, enquanto carbonitretos do tipo MX estarão dentro dos grãos. Em aços contendo carbono acima de 0,05%, caso desse estudo, o principal precipitado localizado ao longo dos contornos é o carboneto $M_{23}C_6$ (TANEIKE; SAWADA; ABE, 2004).

Para esses aços ferríticos-martensíticos, quando em serviço, a sua microestrutura de martensita em ripa alongada temperada é rearranjada para uma estrutura de subgrãos que

se tornam gradualmente mais grossos, com interfaces contendo carbonetos que também sofrem aumento de tamanho.

Além disso os principais obstáculos para a movimentação de discordâncias dentro do aço são os precipitados, os contornos e interfaces microestruturais. Neste caso, por serem superrefinados, atuam como sítios preferenciais de nucleação. Com a presença desses precipitados, as discordâncias ficariam presas, aumentando a resistência à deformação plástica. Dessa forma que o espaçamento entre esses obstáculos é mais um fator que governa os mecanismos de endurecimento (TANEIKE; SAWADA; ABE, 2004).

4.2.2 Fases de equilíbrio

Fazendo a avaliação por ThermoCalc pela base de dados TCFE6, as fases de equilíbrio em relação à temperatura do aço ferrítico-martensítico do Mod-9Cr proposto neste estudo são mostradas na Figura 4.7. Ferrita, martensita e o carboneto $M_{23}C_6$ são as fases e o precipitado termodinamicamente estáveis mais significativas preditos pelo ThermoCalc entre 100 e 850 °C. A fase laves está presente em temperaturas entre 100 e 600 °C, enquanto a fase Z se apresenta até 750 °C. Em temperaturas menores que 800 °C a presença de ferrita ocorre primeiro, porém essa se transforma em austenita a partir dessa temperatura.

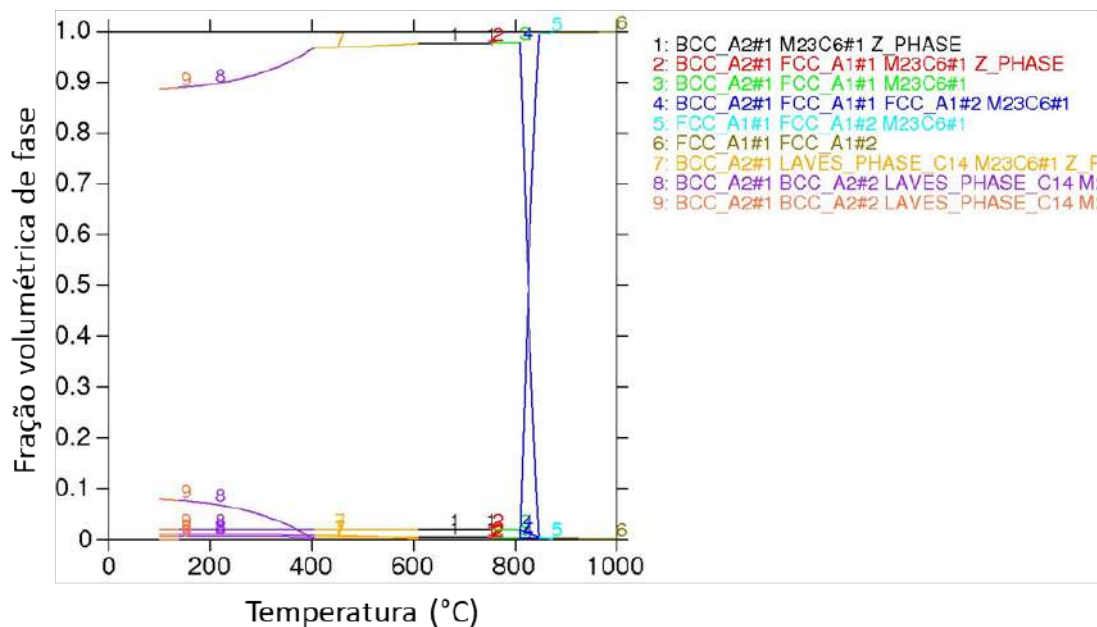


Figura 4.7 – Fases de equilíbrio calculado por ThermoCalc para os aços propostos: 100 °C a 1000 °C, Mod-9Cr.

A evolução da microestrutura do aço Mod-9Cr, está relacionada com um aumento do tamanho dos precipitados, e formação de novas fases intermetálicas (fase Laves e Z). Sendo laves tendo composição de Fe_2W , com uma estrutura cristalina hexagonal, cujos parâmetros de rede indexados são: $a = 0,473$ nm e $c = 0,771$ nm, e a fase Z, com composição

Cr(V,Nb)N. $M_{23}C_6$ precipitados são conhecidos por serem termicamente menos estáveis do que precipitados MX (FeC e WC) durante a exposição em altas temperaturas, uma vez que tendem a aumentar de tamanho quando expostos a temperaturas a partir de 600 °C (PRASAD; RAJKUMAR; KC, 2012). Isso é atribuído à solubilidade de Cr e Mo, em comparação com a de V e Nb na matriz (HÄTTESTRAND; ANDREN, 2001).

Além disso a presença de carbonetos nos contornos pode estar atrelada a uma maior facilidade de nucleação de cavidades de fluência, já que a presença de precipitados leva a uma maior deformação plástica ao longo da direção de carga nos contornos dos precipitados (ZHANG et al., 2023). Diante disso, as fases intermetálicas, laves e Z, que se formam quando o aço Mod-9Cr é exposto à altas temperaturas, também corroboram com a diminuição da resistência a fluência. A fase laves tende a se formar próximo ao $M_{23}C_6$, e acabam por retirar Mo e W da matriz durante a fluência e posteriormente crescem a tamanhos maiores que os carbonetos $M_{23}C_6$, conforme observado por (PANAIT et al., 2010). As partículas da fase Z são nitretos complexos (Cr, Fe) (Nb, V) N, que removem os precipitados MX da microestrutura, reduzindo severamente a previsão da vida útil desses aços. O aumento do teor de cromo acelera a formação de fase Z, que são muito maiores do que o tipo MX, reduzindo o efeito de endurecimento por precipitação (HALD, 2008). A fase Z está associada a exposição por mais de 100.000 h a 600 °C (HALD, 2008). Mas podem se formar mais rapidamente em composições com elevado teor de nitrogênio (SAWADA et al., 2004).

4.2.3 Ensaios de caracterização de fases (DSC e DRX)

Partindo para a investigação de fases por DSC, Figura 4.8, foi avaliado a existência de três zonas de análise. A primeira entre 200 e 500 °C e a segunda a 730 °C, sugerem a precipitação de nitretos ou carbonetos nessas regiões. A terceira, entre 840 e 880 °C, está ligada à transformação da ferrita α + carbonetos em austenita. Que esta em concordância com a temperatura usual de transformação da austenita encontrada para o aço P91 comercial, que ocorre na faixa dos 855 aos 880 °C (DAS et al., 2013).

Como discutido na seção anterior o Mod-9Cr contém uma quantidade significativa de cromo, o que o torna propenso à formação de carbonetos de cromo, como o $M_{23}C_6$, mesmo em temperaturas mais baixas, Figura 4.7. Esse primeiro intervalo do DSC, entre 200 e 500 °C está relacionado uma segregação e agrupamento de carbono, em especial a 420 °C a precipitação do $M_{23}C_6$ (MORRA; BÖTTGER; MITTEMEIJER, 2001). Por outro lado, segundo intervalo observado no DSC em 730 °C, vem sendo reportado como correspondente à transformação de Curie de magnético para paramagnético (BOISSONNET et al., 2017).

A investigação da difração de raio-X está apresentada na Figura 4.9. Nela é possível observar a indexação dos picos de martensita/ferrita nos planos correspondentes da estrutura cristalina cúbica de corpo centrada, por possuírem a estrutura cristalina

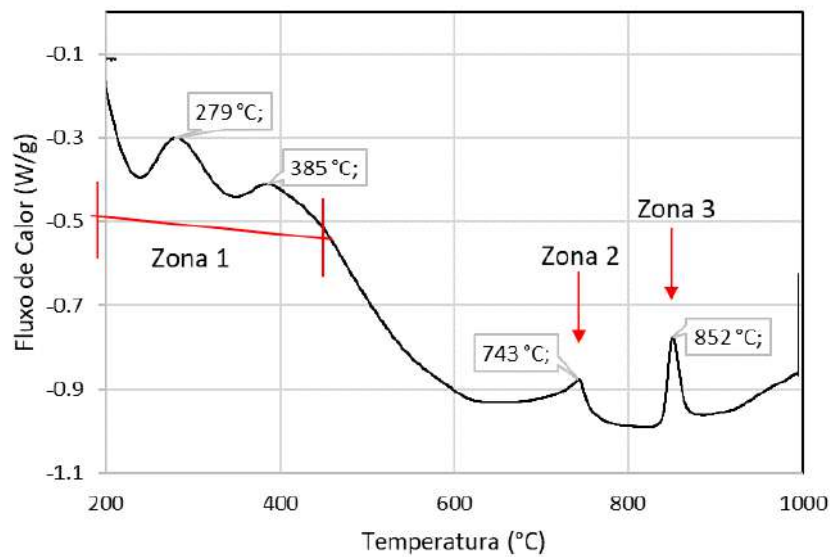


Figura 4.8 – Curva de DSC, aço Mod-9Cr como recebido, taxa de aquecimento 20 °C/min.

semelhantes, não é possível distinguir essas fases por DRX. Como o aço Mod-9Cr é formado por uma microestrutura martensítica revenida com uma pequena quantidade de ferrita (6,8% nesses aços), e estabilizada por endurecimento da solução sólida e precipitação, o DRX está em acordo. Como a precipitação no material como recebido tende a ser menor, está pode ter sido no limite de sensibilidade do equipamento (2%) e por isso não foi detectada.

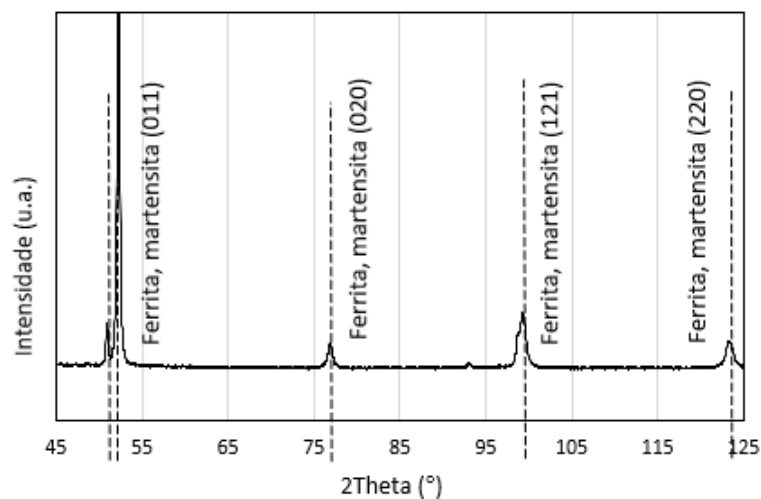


Figura 4.9 – Difratograma de DRX da amostra Mod-9Cr como recebida e indexação das fases martensítica-ferrítica.

4.2.4 Microestrutura

As formações discutidas, com a presença de duas fases matrizes e estruturas precipitadas pode ser visualizada pela investigação microestrutural através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada ao detetor de espectroscopia de energia dispersiva (EDS), Figura 4.10. Na Figura 4.10a é observado a microestrutura do Mod-9Cr como recebido. A amostra mostra a martensita revenida com uma pequena quantidade de ferrita (6-8% nesses aços segundo a literatura), e estabilizada pelo endurecimento da solução e precipitação. Na Figura 4.10a é observado as ripas de martensita e os precipitados, tanto no contorno de grão da austenita prévia, quanto no seu interior. Existem dois tipos de precipitados de carbonetos $M_{23}C_6$ localizados nos contornos de grão de austenita prévia e em outros contornos de ripas de martensita, e carbonitretos MX finamente dispersos dentro das ripas. Sendo observado concentrações de Cr, tanto no interior, quanto em clusters maiores, Figura 4.10b. Um concentrado de vanádio e outro de tântalo, o qual se associam com o carbono formando precipitados de MX, Figura 4.10e,f.

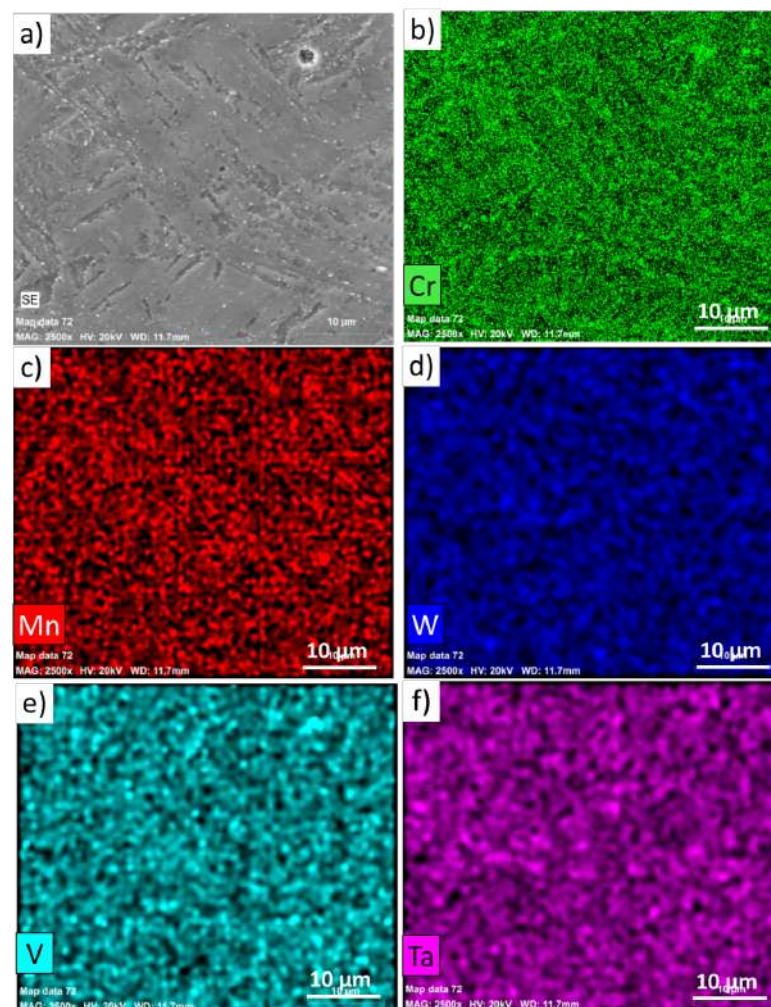


Figura 4.10 – Microestrutura do aço Mod-9Cr como recebido a) Ripas martensíticas e precipitação; Mapeamento por EDS b) Cr, c) Mn, d) W, e) V, f) Ta.

4.3 Comportamento mecânico dos materiais como recebido em temperatura ambiente e em alta temperatura

4.3.1 Aço Mod-310

Nas Tabelas 4.1 e 4.2 estão apresentados os valores de limite de escoamento (σ_Y) e de resistência (σ_{UTS}) medidos durante o ensaio de tração em temperatura ambiente e à 675 °C.

Tabela 4.1 – Propriedades medidas em tração a temperatura ambiente da amostra Mod-310 como recebida.

	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência (MPa)
1	448,52	731,24
2	459,55	725,91
3	458,10	752,97
4	431,35	768,54
Média	449,38	744,67
Erro experimental	$\pm 12,72$	$\pm 19,36$

Tabela 4.2 – Propriedades medidas em tração a 675 °C da amostra Mod-310 como recebida.

	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência (MPa)
1	239,20	425,16
2	224,80	433,61
3	235,53	417,27
Média	233,18	425,35
Erro experimental	$\pm 8,47$	$\pm 9,25$

Na Tabela 4.3 é apresentado os valores das propriedades do ensaio de tração à temperatura ambiente, comparando-os com os resultados obtidos em função daqueles indicados pela norma ASTM A240 (ASTM, 2018), para Aço AISI 310 na condição comercial. Os valores das propriedades mecânicas estão coerentes e dentro do intervalo previsto em norma com limite de escoamento em 449 MPa e um mínimo de 205 pela norma. E um limite de resistência de 744 MPa, com um mínimo de norma de 515 MPa.

Tabela 4.3 – Propriedades mecânicas da liga Mod-310 como recebida, comparação com a ASTM A240 (ASTM, 2018).

	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência (MPa)
Mod-310	449	745
ASTM A240 Gr. 310 H	>205	>515

Outro ponto observado ao longo desta investigação foi a superfície de fratura das amostras após os ensaios de tração em temperatura ambiente e em alta temperatura, 675 °C. Em temperatura ambiente, a superfície de fratura geralmente exibe características típicas de um padrão de fratura dúctil, com uma aparência brilhante e uma textura fibrosa. Essa fratura dúctil é resultado da deformação plástica do material, onde ocorre um alongamento significativo antes da falha. Assim, começando com a observação das superfícies de fratura dos ensaios de tração à temperatura ambiente (Limite de resistência = 744 MPa), foi visto uma fratura completamente dúctil, com a nítida formação de microcavidades tanto na região central quanto nas bordas do CP, Figura 4.11a c. Em alta temperatura, a fratura se caracteriza como uma mistura de dúctil (microcavidades), porém com vasta formação de fratura transgranular, cisalhante a 45 °, como visualizado na Figura 4.11d. Na região das bordas do ensaio em alta temperatura que se percebe uma fratura similar ao deslizamento por cisalhamento, Figura 4.11e.

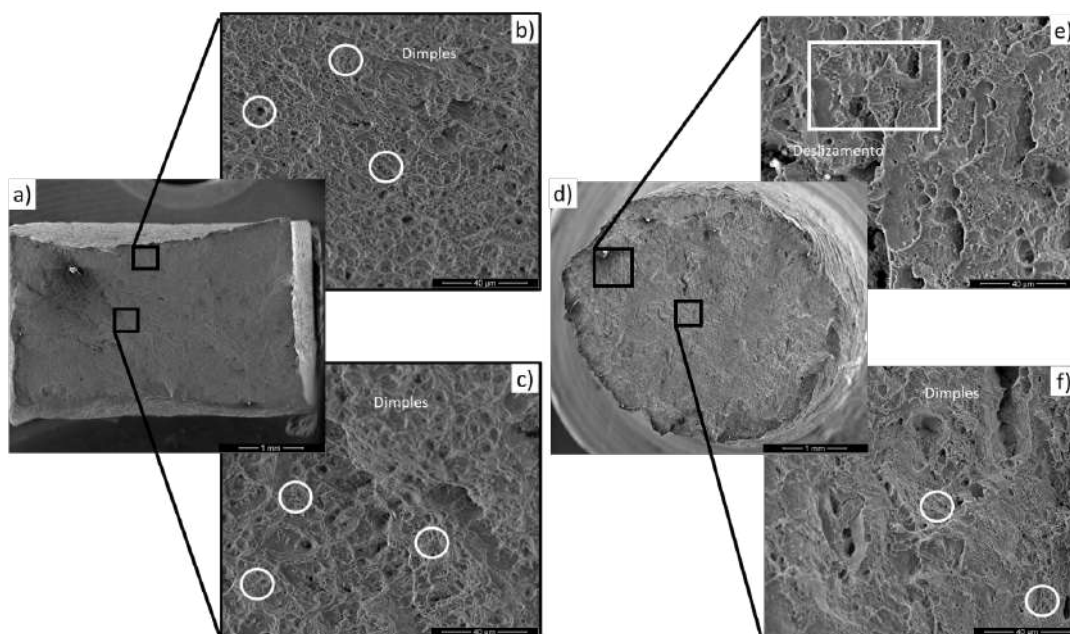


Figura 4.11 – Superfícies de fratura do aço Mod-310 após o ensaio de tração: a, b, c) temperatura ambiente; d, e, f) 675 °C.

4.3.2 Aço Mod-9Cr

Nas Tabelas 4.4 e 4.5 estão apresentados os valores de limite de escoamento (σ_Y) e de resistência (σ_{UTS}) medidos durante o ensaio de tração em temperatura ambiente e à 625 °C.

Para o ensaio de tração à temperatura ambiente foi feita a comparação dos resultados obtidos em função daqueles indicados pela norma ASTM A335 (ASTM, 2021a), para ASTM A355 Gr. P91mod na condição comercial, Tabela 4.6. Observa-se que todos os

Tabela 4.4 – Propriedades medidas em tração a temperatura ambiente da amostra Mod-9Cr como recebida.

	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência (MPa)
1	740,59	919,27
2	748,25	896,13
3	752,16	907,35
4	760,5	935,82
Média	750,38	914,64
Erro experimental	±8,12	±16,65

Tabela 4.5 – Propriedades medidas em tração a 625 °C da amostra Mod-9Cr como recebida.

	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência (MPa)
1	401,65	433,22
2	399,14	432,43
3	403,89	431,57
Média	401,56	432,41
Erro experimental	±2,69	±0,93

valores das propriedades mecânicas estão coerentes e dentro do intervalo previsto em norma.

Tabela 4.6 – Propriedades mecânicas da liga Mod-9Cr como recebida, comparação com a norma ASTM A335 (ASTM, 2021a).

	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência (MPa)
Como recebido Mod-9Cr	750	914
ASTM A335 Gr. P91mod	>415	>585

Outro ponto observado ao longo desta investigação foi a superfície de fratura das amostras após os ensaios de tração em temperatura ambiente e em alta temperatura, 625 °C. A visão geral da superfície de fratura para o aço Mod-9Cr como recebido após o ensaio de tração em temperatura ambiente é mostrada na Figura 4.12a c. A Figura 4.12a, apresenta a vista superior da superfície de fratura aonde é possível observar a fratura principal, e fraturas secundárias internas, com uma morfologia de divisão (“splitting”). Esse tipo de fratura ocorre devido a presença de trincas de fratura paralelas à direção do carregamento e perpendiculares à falha final (BLACH; FALAT; ŠEVC, 2019). Enquanto a 625 °C é observado a fratura taça-cone, com uma região dúctil central e as bordas com uma fratura frágil do tipo cisalhante, Figura 4.12d f.

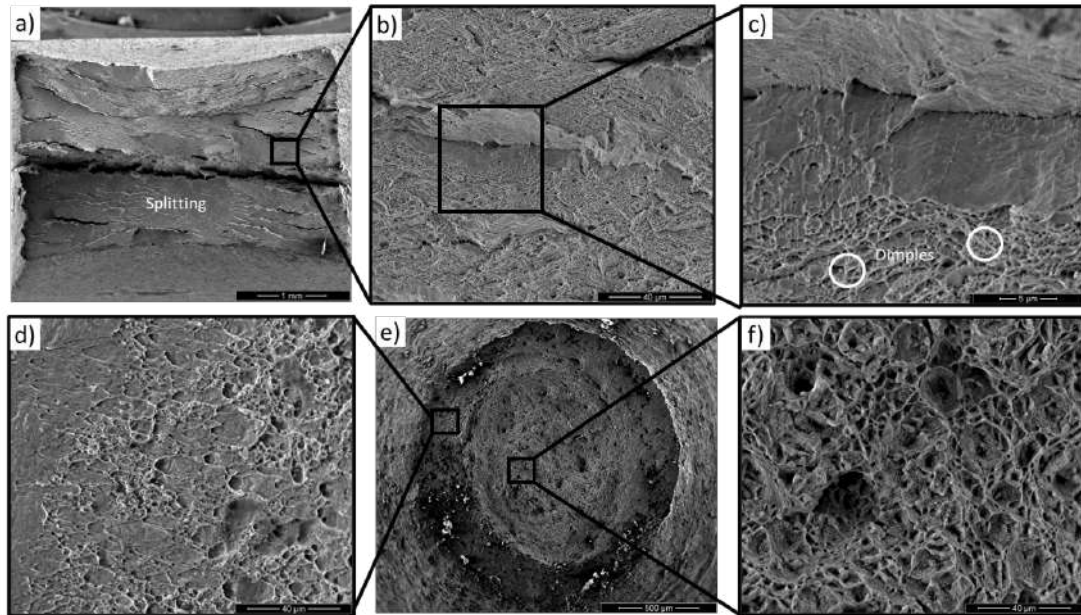


Figura 4.12 – Superfícies de fratura do aço Mod-9Cr proposto após o ensaio de tração: a, b, c) temperatura ambiente; d, e, f) 625 °C.

4.4 Comportamento do aço Mod-310 submetido a fluência

4.4.1 Ensaio de Fluência

As condições experimentais e os tempos de fratura para cada ensaio de fluência em amostras como recebidas estão mostrados na Tabela 4.7. Foram ensaiadas 5 condições de fluência em CPs do tipo DEN, sendo 3 numa mesma tensão (300 MPa) variando a temperatura (650 a 700 °C), e 3 numa mesma temperatura (675 °C) variando a tensão (280 a 320 MPa). Como pode ser observado tanto com o aumento da temperatura, quanto pelo aumento da tensão, houve uma diminuição do tempo de vida útil até a fratura. Assim como observado por CONTIN; BUENO (2013), em amostras sem entalhe circulares testadas a 700 °C, a carga influenciou significativamente no tempo do ensaio.

Tabela 4.7 – Condições de ensaio e tempo de fratura do aço Mod-310, em CPs DEN.

	280 MPa	300 MPa	320 MPa
650 °C		$t_f=284,2$ h	
675 °C	$t_f=402,2$ h	$t_f=237,3$ h	$t_f=128,9$ h
700 °C		$t_f=101,6$ h	

As curvas de deformação versus tempo normalizado (t/t_f , t_f = tempo de fratura) realizado em uma faixa de tensões de 280 MPa, 300 MPa e 320 MPa a uma temperatura de 675 °C são mostrados na Figura 4.13. A análise desses gráficos revela que houve pequenas mudanças na curva de fluência. Com uma taxa de crescimento da trinca do

regime estacionário muito similar entre si, de 6,15, 9,35 e 11,04 mm, para 280, 300 e 320 MPa, respectivamente. Isso indica que, dentro dessa faixa de tensões e temperatura, o material apresenta um comportamento estável em termos de fluência e propagação de trincas, mas ainda assim com uma taxa crescente de propagação de trinca com o aumento da tensão. A baixa variação na curva de fluência sugere que o material resiste de forma consistente à deformação plástica em condições de alta temperatura. Isso indica uma estabilidade na resposta mecânica do material, nessas tensões aplicadas.

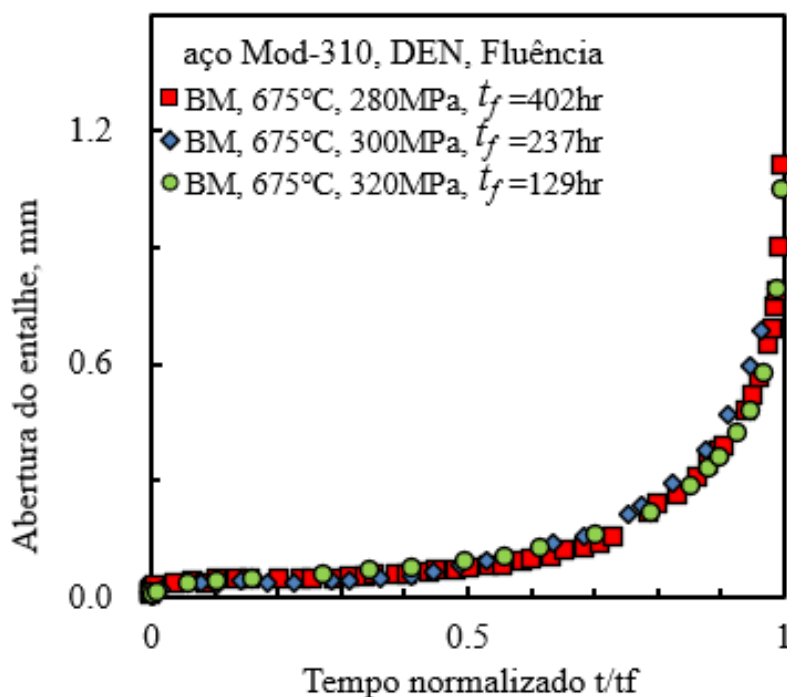


Figura 4.13 – Curvas de deformação por fluência versus tempo normalizado (t/t_f) para o aço Mod-310 em temperatura 675 °C.

A análise dos dados variando as temperaturas em 650, 675 e 700 °C e mantendo a tensão constante em 300 MPa é apresentado na Figura 4.14. Nesse foi observado variações significativas na curva de fluência e na taxa de crescimento da trinca, indicando que a temperatura exerce um papel crucial no comportamento do material em termos de fluência e propagação de trincas, com taxas de crescimento variando de 1,3; 9,3 e 13,9 mm, para 650, 675 e 700 °C, respectivamente. Além disso, nota-se que a fluência secundária representa maioritariamente a vida em fluência dos materiais. Porém, a medida que a temperatura sobe ela se torna predominante para a fluência terciária. Em especial as curvas de 675 e 700 °C, a 300 MPa, as quais apresentam uma curva dominada pelo estágio terciário, representando cerca de 40 e 50% da sua vida útil, respectivamente, de forma que a taxa de crescimento da trinca mostrou-se influenciada pela temperatura. Observou-se uma tendência de aumento na taxa de crescimento da trinca com o aumento da temperatura. Os resultados obtidos por SHI; NORTHWOOD (1993), para amostras cilíndricas sem entalhe de AISI 310, corroboram

com os resultados obtidos neste trabalho nos quais a taxa de deformação secundária aumenta à medida que a tensão também aumenta. Isso sugere que a propagação das trincas é mais rápida em temperaturas mais elevadas, indicando uma maior suscetibilidade à fluência em altas temperaturas.

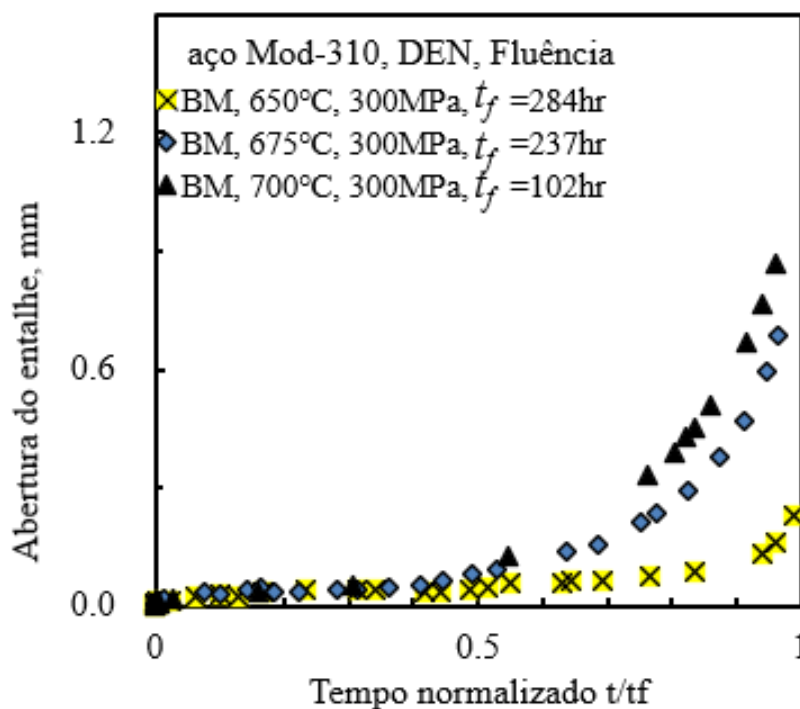


Figura 4.14 – Curvas de deformação por fluência versus tempo normalizado (t/t_f) para o aço Mod-310 em tensão 300 MPa.

Outra consideração importante foi que as condições de menores temperaturas (650 °C) resultaram em menores comprimentos de trinca final. BHADURI (2018), argumenta que a medida que a temperatura de exposição decai maior é a chance de uma fratura intergranular que é mais catastrófica e tende a se romper em menores tempos. Isso é um indicativo dessa diminuição da vida útil do componente em menores temperaturas.

4.4.2 Modelo de previsão da vida útil do aço Mod-310 submetido a fluência – Yokobori Q^*

O parâmetro Q^* descrito por YOKOBORI; T. (1989) foi então utilizado para caracterizar a taxa de crescimento de trinca no aço Mod-310. citeauthorYOKOBORI1989 (1989) considera que o fenômeno de crescimento de trinca é um processo dependente termicamente ativado. Utilizando dessa forma o conceito de energia de ativação (ΔH), fator de intensidade de tensão (K) e expoente de tensão (n), expresso na equação Q^* (Equação 3.5) para caracterizar o tempo de crescimento da trinca por fluência para o

aço Mod-310. De forma que relaciona a tensão e a temperatura regredindo os tempos de fratura e testando novas condições de serviço.

A energia de ativação para o crescimento de trinca pelo parâmetro Q^* por sua vez é derivada da inclinação das curvas de Arrhenius, cujo eixo vertical é o log do valor inverso do tempo de fratura (t/t_f) e o eixo horizontal é o inverso do valor absoluto da temperatura. A energia de ativação descreve a dependência da temperatura na vida útil do crescimento da trinca. Os gráficos de Arrhenius tendem a ser lineares e, portanto, pode-se obter uma linha gradiente para energia de ativação e constante dos gases R .

A caracterização da vida de crescimento da trinca do aço Mod-310 foi realizada com base no conceito Q^* . O gráfico Arrhenius correspondente é mostrado na Figura 4.15. O fator de intensidade K_{in} , Equação 3.3, foi calculado usando-se dados experimentais da Tabela 4.8. Sendo que foi traçado o gráfico de K_{in} versus o inverso do tempo, Figura 4.16, onde é possível obter uma relação gradiente cuja inclinação representa o expoente "n" de Q^* da Equação 3.4.

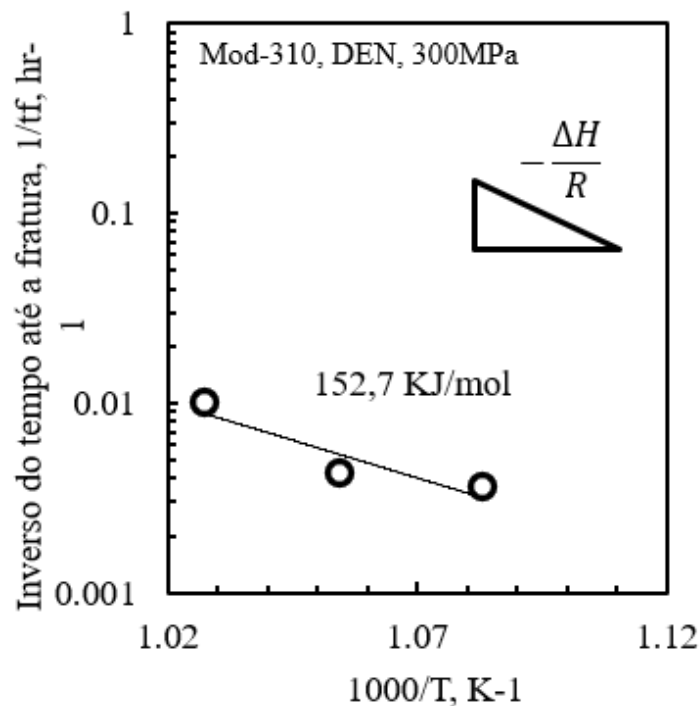


Figura 4.15 – Relação entre o inverso do tempo de fratura por fluência e temperatura, para o aço Mod-310 a 300 MPa.

De acordo com ENNIS; CZYRSKA-FILEMONOWICZ (2003), a nova geração de aços para usinas termelétricas deve poder operar por 100.000 horas sob cargas de 25 a 30 MPa a uma temperatura máxima de 650 °C. De forma que estudo mais recentes estipulam que esse nível de tensão deve atingir cerca de 100 MPa (SANDSTRÖM, 2014). Isso se deve a ASTM, que estabelece um fator de segurança de pelo menos 4 para a tensão de projeto permitida para de vasos de pressão e caldeiras, o que resultaria em 25 MPa, para

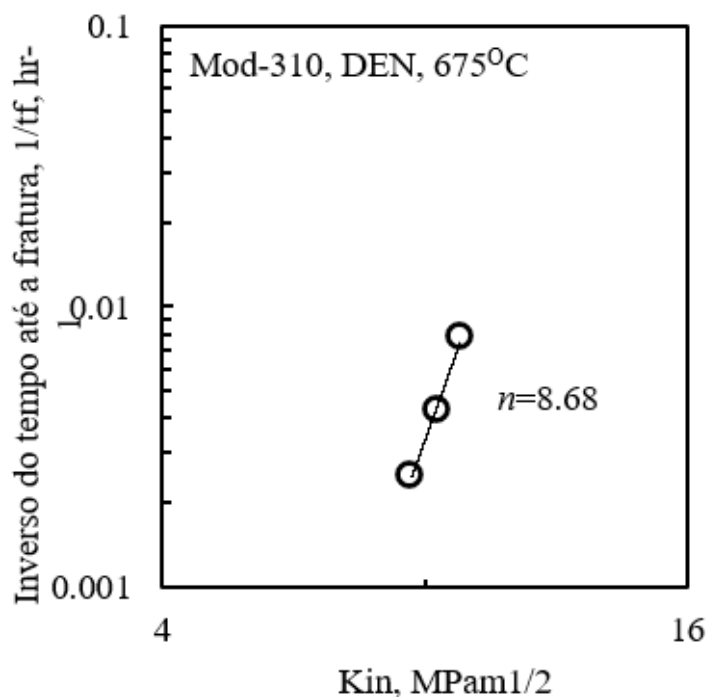


Figura 4.16 – Relação entre tempo normalizado de fratura e K_{in} , para o aço proposto à 675 °C.

Tabela 4.8 – Relação entre tempos de fratura calculados e experimentais.

Tensão (MPa)	Temperatura (°C)	K_{in}	Q^*	t_f calculado (h)	t_f experimental (h)
300	650	8,270	-1,57449	424,24	284,2
300	700	8,269	-0,55263	151,67	101,6
300	675	8,271	-1,04909	249,99	237,3
280	675	8,790	-0,52052	146,84	128,9
320	675	7,713	-1,65499	460,04	402,2

condição de serviço, mesmo o aço suportando 100 MPa. Ao executar essa análise utilizando o parâmetro Q^* considerando um tempo de trabalho de 100.000 horas e temperatura de 650 ° C, foi obtida uma carga de serviço de 141,9 MPa, mostrando um grande potencial para o uso deste aço para novas usinas termelétricas.

4.4.3 Análise do dano superficial do aço Mod-310 após o ensaio de fluência

Com a análise da vista lateral da fratura, é observada uma evolução da formação de trincas ao longo dos contornos dos grãos na Figura 4.17. Nota-se a iniciação da trinca na ponta do entalhe, como visto na Figura 4.17, uma vez que este se comporta como um concentrador de tensão (OZEKI et al., 2016; SHIGEYAMA et al., 2013). Dessa forma, as trincas tendem a crescer a partir dos dois entalhes na direção a 45°, até que se encontra na parte central da amostra. Essa região é característica das fraturas por fluência, em que

vários autores (GOYAL; LAHA, 2014; OZEKI et al., 2016; SHIGEYAMA et al., 2013; ITO; YAJIMA; ARAI, 2018) discutem a formação de lacunas no material ao longo dos ensaios de fluência. Esses vazios se concentram no entalhe e propagam na direção diagonal, o que levaria a uma diminuição da resistência local e facilitaria a propagação de trincas, estando em concordância com a simulação feita por elementos finitos realizada por esses autores (GOYAL; LAHA, 2014; OZEKI et al., 2016). De fato, foi verificado que a distribuição da tensão ao longo da amostra ocorre nessa mesma direção (GARCIA et al., 2020).



Figura 4.17 – Superfície lateral da fratura, aço Mod-310, após ensaio de fluência em 675°C, 300MPa, $t_f=237,3$ hr.

4.5 Microestrutura e comportamento dos materiais após ensaio de fluência-fadiga

4.5.1 Ensaio de fluência-fadiga

4.5.1.1 Aço Mod-310

Quatro corpos de prova usinados de aço Mod-310 em configuração C(T) foram testados sob condições de fadiga (FCG - fatigue crack growth) e de fluência-fadiga (CFCG - creep-fatigue crack growth) a 675 °C com uma taxa de tensão (R) de 0,1. O primeiro ensaio foi um teste FCG de linha de base de 1 Hz e 0 s e os seguintes três testes foram ensaiados em CF CG em 1 Hz e tempos de espera de 5s, 60s e 600s, de forma que durante esse tempo os CPs permanecem sob mecanismos de fluência. Os CPs possuem comprimento de trinca inicial médio de $a_i= 20,0$ mm e uma intensidade de tensão inicial média de $\Delta K_i =20$

$\text{MPa}\sqrt{m}$ (Equação 3.3) foi aplicada. Um resumo das condições de ensaio e seus resultados estão mostrados na Tabela 4.9.

Como pode ser observado na Tabela 4.9 o número de ciclos até a falha diminuiu com o aumento do tempo de espera. Este resultado é consistente com outros relatados em várias ligas, incluindo aços inoxidáveis austeníticos (JIANG et al., 2009), aços ferríticos (JI et al., 2015) e superligas à base de níquel (ZRNÍK et al., 2001), onde a introdução de um tempo de espera em qualquer lugar no ciclo de carregamento reduziu a quantidade de ciclos em fadiga em comparação com o ciclo contínuo, mesmo para tempos de espera curtos. Dessa forma a vida em fluência-fadiga representa uma queda significativa da quantidade de ciclos, o que em certo ponto significa uma diminuição na durabilidade da liga. Essa queda pode ser associada à maior propagação de trincas intergranulares durante a fluência, com a introdução de tempos de espera cada vez mais longos (GARCIA et al., 2020). À medida que o tempo de espera aumenta, é esperado que o número de ciclos até a fratura não exiba uma diminuição significativa, indicando que tempos de espera mais longos não vão impor danos adicionais e caracterizariam um estado mais próximo da fluência pura no material (ALSMADI; MURTY, 2021).

Tabela 4.9 – Resumo das condições de ensaio de fluência-fadiga e seus resultados para o aço Mod-310.

Material	f (Hz)	Temp. (° C)	t_h , tempo de espera (s)	a_i (mm)	ΔK_i ($\text{MPa}\sqrt{m}$)	CFCG - Ciclos (horas)	a_f (mm)
Mod-310	1	675	0	20,06	20,30	22.780 (06:23)	32,10
			5	20,32	20,61	15.222 (21:08)	31,52
			60	19,92	19,73	5.266 (87:45)	31,00
			600	19,62	19,42	963 (160:46)	30,24

Ao plotar os dados em função de da/dt vs K , como mostrado na Figura 4.18, os testes com tempos de espera 5, 60 e 600 s mergem um sobre o outro para formar uma única banda de dispersão. Essa relação entre os conjuntos de dados mostra que o modo primário de crescimento da trinca é independente do número de ciclos, mas dependente do tempo. Isso demonstra uma boa relação com um comportamento de um material frágil em fluência, assim o fator de intensidade de tensão, K , é suficiente para caracterizar as taxas de crescimento de trincas por fluência-fadiga para esses tempos de espera (SAXENA, 2015). Essa suposição é corroborada pelos estudos realizados por GARCIA et al. (2023) sobre o comportamento de crescimento de trincas por fluência-fadiga em AISI 310 em uma faixa de temperaturas entre 650 e 700°C. Os autores estudaram a natureza do crescimento da trinca durante o carregamento por fluência com várias tensões de carregamento e mostraram que para tempos de fratura maiores (ou seja, acima de 171 h de exposição), o crescimento da fratura era essencialmente frágil intergranular, enquanto apenas para tempos menores (ou seja, cerca de 30 h) o crescimento de trincas frágeis transgranulares dominava havendo

uma transiente entre fratura dúctil (microcavidades) e frágil nesses tempos.

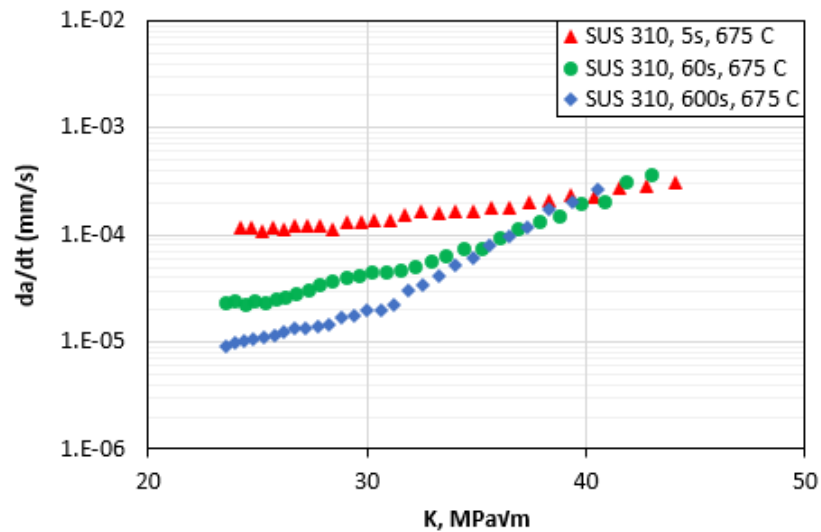


Figura 4.18 – Relação entre da/dt e K para amostras com diferentes tempos de espera.

4.5.1.1.1 Relação entre a taxa de crescimento de trinca em fluência-fadiga por ΔK

Na Figura 4.19 é observado os resultados de FCG e CFCG relacionando o comportamento da taxa de crescimento da trinca (da/dN) do aço Mod-310 a 675 °C em função do fator de intensidade de tensão (ΔK) para os tempos de espera de 0, 5, 60 e 600 s.

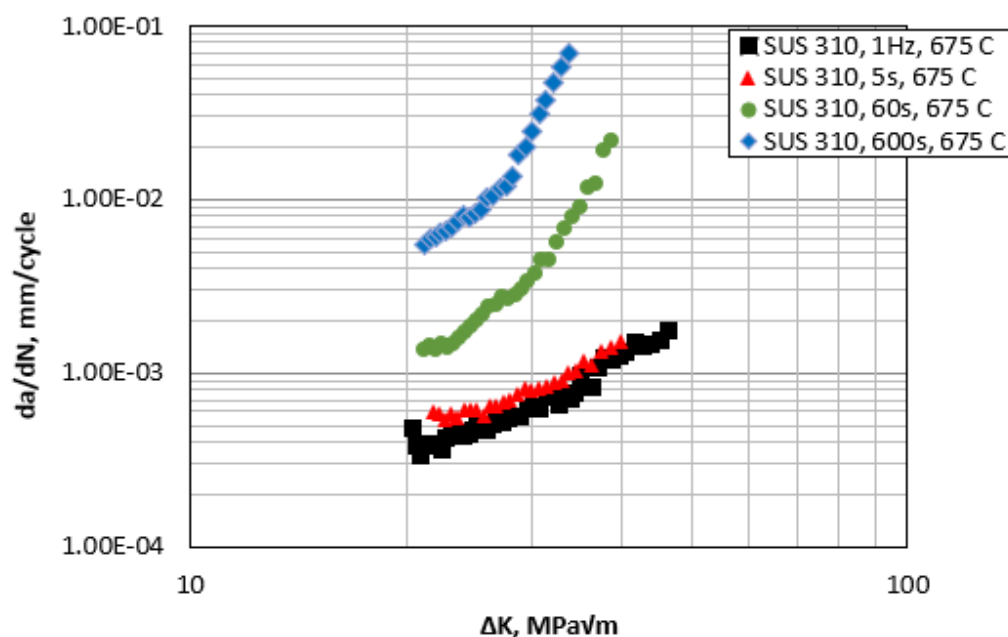


Figura 4.19 – Taxas de crescimento de trinca para CFCG e FCG.

Pode-se observar que no aço Mod-310, o carregamento por fluência-fadiga mostrou um efeito de tendência crescente nas taxas de crescimento de trincas. Para um tempo de

espera de 5 s, as taxas de CFCG mostraram diferença mínima em comparação com as taxas de FCG em 0 s, com uma certa sobreposição das taxas FCG e CFCG, em 0 s e 5 s de tempo de espera, durante a evolução do ΔK . No entanto, à medida que o tempo de espera aumenta, a taxa também aumenta, ficando distinguível entre si.

Para CFCG com tempo de espera de 60 s e 600 s, há um aumento drástico nas taxas de crescimento de trinca em relação às taxas de 0 s e 5 s. À medida que ΔK aumenta, as taxas de crescimento da trinca começam a ficar ainda mais acentuadas, tornando-se muito mais altas em relação as taxas de FCG. Aproximadamente no intervalo de ΔK , situado entre 26 e 31 MPa \sqrt{m} , foi observada uma mudança na inclinação, ficando ainda mais íngreme em comparação com o FCG.

O aumento nas taxas de crescimento de trincas para CFCG com tempo de espera de 60 e 600 s é provavelmente o resultado do aumento dos efeitos da interação fluência-fadiga no procedimento de carregamento intermitente. Dessa forma, em carga cíclica e estática para amostras de metal em alta temperatura, o comportamento de crescimento da trinca é afetado pela deformação por fluência na ponta da trinca, causando transientes no comportamento de crescimento da trinca (SAXENA, 1986). Assim o aumento nas taxas de crescimento de trincas para o CFCG com tempo de espera de 60 e 600 s sugere que essa taxa é dependente do tempo. Esses resultados são semelhantes aos observados por MICHEL; SMITH (1977) em aço inoxidável AISI 304 e 316 aços, e NARASIMHACHARY; SAXENA (2013) em P91. Desta forma, o aumento da taxa de crescimento de trinca no gráfico da/dN mostra depender do tempo de espera para o aço Mod-310 o que faz com que a simulação desse gráfico possa utilizar o conceito dúctil da norma ASTM E2760 (ASTM, 2019b).

Outra característica desse material, foi a formação de um gancho característico no gráfico de da/dN e ΔK , em especial o ensaio sem tempo de espera, FCG. Durante este período, as taxas de crescimento da trinca tendem a primeiro diminuir com o aumento do ΔK e subsequentemente aumentar, desenvolvendo o padrão de gancho, como notado em outros trabalhos (JING et al., 2017; YOKOBORI, 1999). Este comportamento transitório implica que, mesmo para essa frequência de carregamento e forma de onda, da/dN não se correlaciona exclusivamente com ΔK , embora as condições elásticas lineares dominem a amostra.

YOKOBORI (1999) observou que essa tendência pode ser uma importante previsão da vida útil porque essa região normalmente ocupa 30 a 40% da vida total da fratura por fluência. Inicialmente, devido a altas tensões elásticas na região da ponta da trinca, a deformação por fluência ocorre rapidamente, e desacelera com o tempo, à medida que as tensões na ponta da trinca relaxam devido à redistribuição. Ao mesmo tempo, devido ao aumento do tamanho da trinca, o ΔK aplicado aumenta. Essas forças concorrentes de relaxamento de tensão e aumento em ΔK resultam em uma tendência para a taxa de

crescimento da trinca primeiro diminuir e, em seguida, aumentar, resultando no "gancho" em da/dN versus ΔK .

4.5.1.1.2 Deslocamento da linha de carga

Seguindo para a avaliação do crescimento de trincas por fluência-fadiga em espécimes C(T) do aço Mod-310, foi utilizado o método de deslocamento da linha de carga (LLD - load line displacement) em relação ao comprimento da trinca. Sendo que a LLD representa a abertura vertical (amplitude) da ponta da trinca em relação a cada ciclo/tempo de carregamento. Dessa forma representa a parte da deformação total que excede a deformação elástica devido as cargas cíclicas, avaliando a capacidade do material de suportar deformações plásticas repetidas sem falha. As características do deslocamento da linha de carga na temperatura de 675 °C sob o fator de intensidade de tensão inicial $20 \text{ MPa}\sqrt{m}$ estão mostradas na Figura 4.20. O eixo horizontal representa o tempo normalizado t/t_f , onde t é o tempo instantâneo de aplicação da carga e t_f é a vida útil do crescimento da trinca para cada corpo de prova.

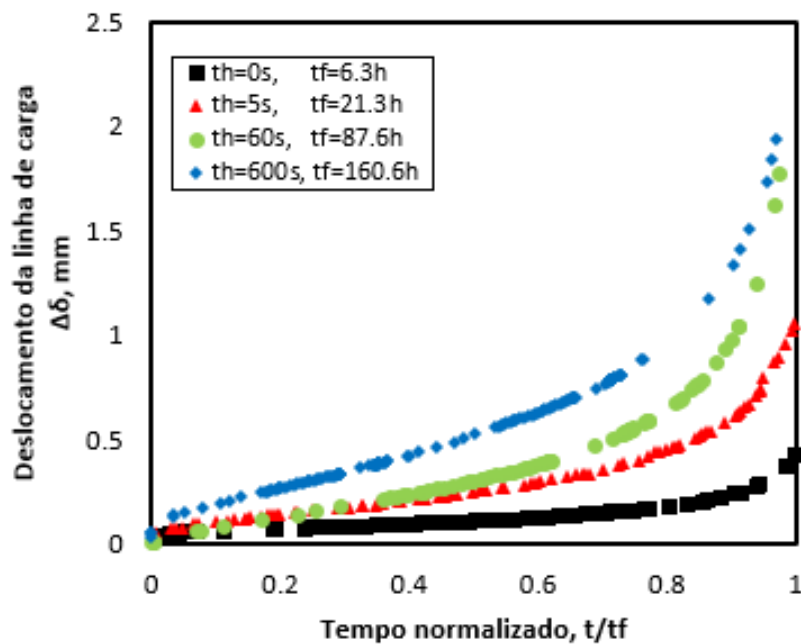


Figura 4.20 – Característica do deslocamento da linha de carga nas condições de fluência-fadiga.

Na Figura 4.20 é possível observar, pela característica de deslocamento da linha de carga, uma região de taxa de deslocamento constante (relação linear), a qual ocupa cerca de 70-80% da vida total de crescimento da trinca. Nesta região, se nota também que a taxa de crescimento da trinca aumenta à medida que cresce os tempos de espera do ensaio, entre 0 e 600 s. O seu valor máximo foi observado na condição de $t_h=600$ s,

considerando que todas as condições tiveram aproximadamente o mesmo comprimento de trinca. À medida que o t_h se torna maior, espera-se que o valor do deslocamento da linha de carga sature atingindo a condição de fluência.

Pode-se observar que o ensaio com menor tempo de espera proporcionou uma maior taxa de aumento do deslocamento quando comparado ao mesmo tempo acumulado, implicando na aceleração da deformação por ciclos de carga. Isso ocorre porque a deformação por fluência ocorre globalmente, mas a deformação plástica da fadiga está concentrada apenas perto da ponta da trinca.

As características do crescimento da trinca ao longo do tempo em temperatura de 675 °C estão mostradas na Figura 4.21. O eixo vertical representa o comprimento de crescimento da trinca, Δa , e o eixo horizontal representa o tempo normalizado t/t_f , onde t é o tempo de aplicação da carga e t_f é a vida útil do crescimento da trinca para cada corpo de prova.

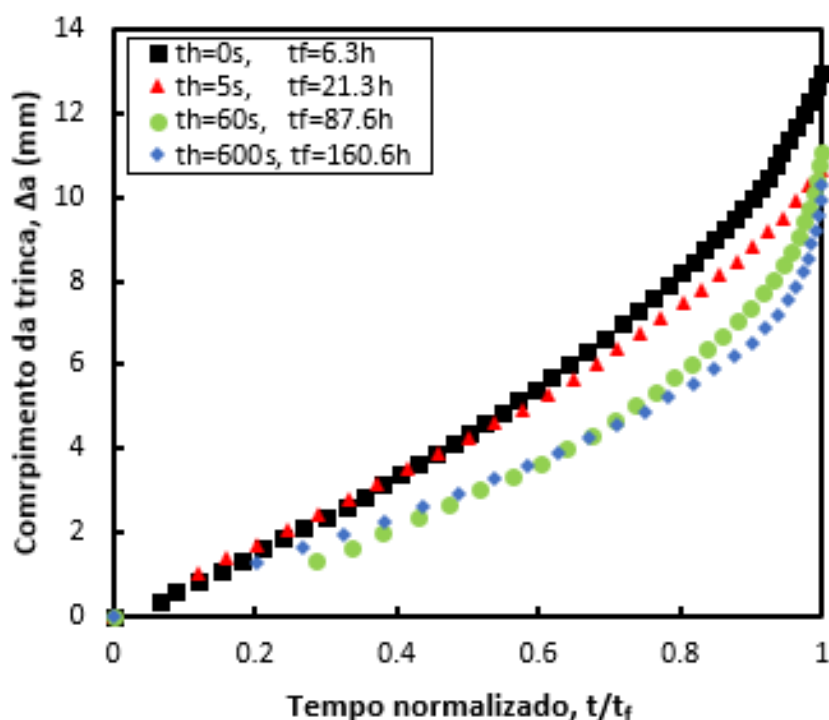


Figura 4.21 – Relação entre o comprimento de crescimento da trinca e o tempo normalizado nas condições de fluência-fadiga.

Com o aumento do tempo de espera, a taxa de crescimento da trinca atinge seu valor mínimo em comparação com as condições de menor tempo em tensão (fadiga), conforme mostrado na Figura 4.21. De forma que assume o maior valor em condição de fadiga, 0 s. Com base nisso, as características do crescimento da trinca são sensíveis ao efeito do tempo de espera em tensão. Ou seja, o valor da taxa de crescimento do comprimento da trinca diminui com o aumento do tempo de espera e tende a saturar nos tempos de 60 e

600 s, visto pela quase mescla entre esses dois gráficos na Figura 4.21.

4.5.1.2 Aço Mod-9Cr

Quatro corpos de prova usinados de aço Mod-9Cr em configuração C(T) foram ensaiados sob condições de fadiga (FCG - fatigue crack growth) e de fluência-fadiga (CFCG - creep-fatigue crack growth) a 625 °C com uma taxa de tensão (R) de 0,1. O primeiro ensaio foi um teste FCG de linha de base de 0 s e os seguintes três testes foram ensaios em CFCG com tempos de espera de 5s, 60s e 600s. Todos possuindo um comprimento de trinca inicial médio de $a_{\text{inicial}} = 20,0$ mm e uma intensidade de tensão inicial crescente de $\Delta K_i = 22 \text{ MPa}\sqrt{m}$. Um resumo das condições de ensaio e seus resultados estão mostrados na Tabela 4.10.

Como pode ser observado na Tabela 4.10 o número de ciclos até a falha em relação ao aumento do tempo de espera foi diminuindo, de forma que mesmo resistindo a um maior tempo de exposição este representou quantidades muito menores de ciclos resistidos. Este resultado é consistente com os apresentados para o aço Mod-310. Dessa forma a vida em fluência-fadiga representa uma queda significativa da quantidade de ciclos, o que em certo ponto significa uma diminuição na durabilidade da liga. Um destaque para o ensaio com $t_h = 600$ s, como observado na Tabela 4.10, o mesmo teve pouco crescimento da sua trinca, tendo encerrado o ensaio em $a_f = 19,84$ mm enquanto a média dos outros foram de $a_f = 30$ mm. Nesse caso, o ensaio não se rompeu, ele foi interrompido dado o tempo disponível. Por causa disso não é possível fazer aferições sobre esse ensaio principalmente quanto a sua curva de da/dN vs ΔK .

Tabela 4.10 – Resumo das condições de ensaio de fluência-fadiga e seus resultados para o aço Mod-310.

Material	f (Hz)	Temp. (° C)	t_h , tempo de espera (s)	a_i (mm)	ΔK_i (MPa \sqrt{m})	CFCG - Ciclos (horas)	a_f (mm)
Mod-9Cr	1	625	0	19,46	22,30	71.180 (19:46)	31,34
			5	16,42	25,50	63.787 (88:35)	29,56
			60	20,86	28,03	14.886 (252:14)	33,66
			600	18,12	27,25	2.432 (406:00)	19,84

Ao plotar os dados em função de da/dt vs K , mostrado na Figura 4.22, os testes com tempos de espera 5 e 60 s seguem uma mesma taxa de deformação. Ou seja, o crescimento da trinca é independente do número de ciclos, mas dependente do tempo. Assim o parâmetro do fator de intensidade de tensão, K , é suficiente para caracterizar as taxas de crescimento de trincas por fluência-fadiga para esses tempos de espera (SAXENA, 2015).

Essa suposição é corroborada pelos estudos realizados por NARASIMHACHARY; SAXENA (2013) sobre o comportamento de crescimento de trincas por fluência-fadiga em P91 a 625 °C. Os autores estudaram a natureza do crescimento da trinca durante o carregamento por fluência-fadiga com vários tempos de espera, apresentando seus resultados em função de ΔK .

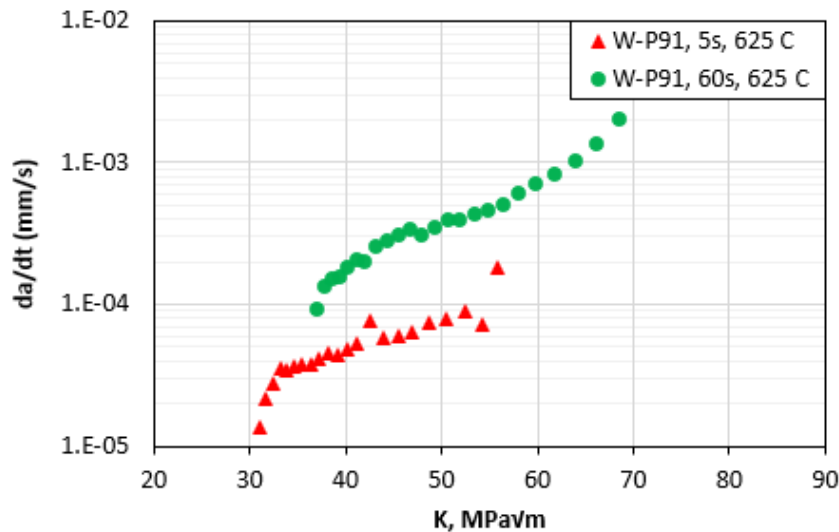


Figura 4.22 – Relação entre da/dt e K para amostras com diferentes tempos de espera, aço Mod-9Cr.

4.5.1.2.1 Relação entre a taxa de crescimento de trinca em fluência-fadiga por ΔK

Na Figura 4.23 é observado os resultados de FCG e CFCG relacionando o comportamento da taxa de crescimento da trinca (da/dN) do aço Mod-9Cr proposto a 625 °C em função do fator de intensidade (ΔK) para os tempos de espera de 0, 5, 60 e 600 s. Como abordado, o ensaio a 600 s, foi muito extenso com crescimento de apenas 2 mm de trinca e por isso interrompido. Dessa forma a sua curva de da/dN não é significativa sendo distinguível apenas um ponto.

Pode-se observar que no aço Mod-9Cr, assim como para o aço Mod-310, o carregamento por fluência mostrou um efeito de tendência crescente nas taxas de crescimento de trincas. Em um tempo de espera de 5 s, as taxas de CFCG se colapsa com as taxas de FCG em 0 s. Sendo que, à medida que o tempo de espera aumenta, a taxa também aumenta, ficando distinguível entre si.

Para CFCG com tempo de espera de 60 s e 600 s (único ponto), há um aumento drástico nas taxas de crescimento de trinca em relação as taxas de 0 s e 5 s. Sendo observado um ponto de inflexão em ΔK nas curvas dos tempos de espera de 5 e 60 s, no qual a taxa acentua, em $36 \text{ MPa}\sqrt{m}$ para 5 s e $46 \text{ MPa}\sqrt{m}$ para 60 s. Assim como no aço Mod-310, o aumento nas taxas de crescimento de trincas para CFCG com tempo de

espera de 60 e 600 s é provavelmente o resultado do aumento dos efeitos da interação fluência-fadiga. O aumento da taxa da/dN para os tempos de espera sugere que as taxas de crescimento de trincas em temperaturas de 625 °C dependem do tempo com a propagação da trinca durante o período de espera.

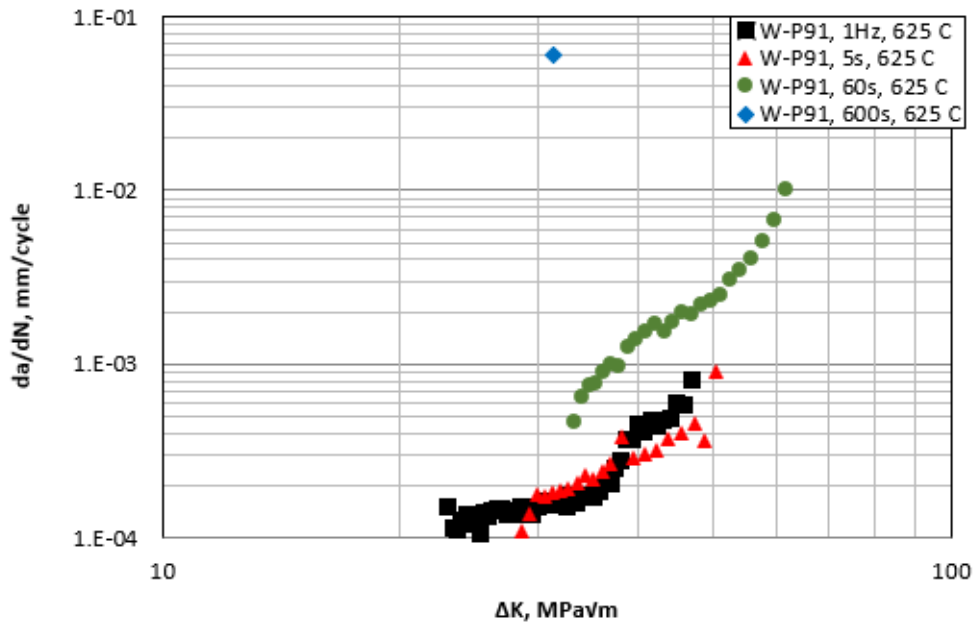


Figura 4.23 – Taxas de crescimento de trinca para CFCG e FCG, Mod-9Cr a 625 °C.

4.5.2 Modelos de previsão da vida útil em fluência-fadiga

4.5.2.1 Aço Mod-310

4.5.2.1.1 ASTM E2760

Em relação aos dados da taxa de crescimento da trinca por fadiga, Figura 4.19, dois modelos de taxa de crescimento da trinca por fluência-fadiga podem ser aplicados segundo a norma ASTM E2760 (ASTM, 2019b). Esses modelos estão associados à combinação dos efeitos do tempo de espera devido à fluência e aos efeitos da ciclagem contínua. O objetivo desses modelos é prever tempos de espera mais longos combinando dados FCG e CFCG conhecidos. O primeiro modelo é normalmente utilizado com materiais que possuem características de fluência frágil que é o principal modo de crescimento de trinca dependente do tempo. Este modelo é representado pela Equação 4.1, sendo obtido da norma ASTM E2760 (ASTM, 2019b).

$$\frac{da}{dN} = C_{fat}(\Delta K)^{m_{fat}} + C_{creep}(\Delta K)^{m_{creep}}\sqrt{t_h} \quad (4.1)$$

Os valores de m e C são encontrados ajustando uma curva de potência ao conjunto de dados do gráfico da/dN vs ΔK experimental da Figura 4.19, de forma a determinar

a sua inclinação e interceptação. Sendo m_{fat} e C_{fat} , Tabela 4.11, valores de inclinação e interceptação encontrados ajustando uma curva aos dados de 0 s na Figura 4.20. Os valores de m_{creep} e C_{creep} , Tabela 4.11, foram encontrados ajustando uma curva para o ensaio com tempo de espera de 60 s, da Figura 4.19.

Tabela 4.11 – Resumo das constantes gráficas utilizadas para cálculo de da/dN.

Mod-310, 1Hz, 675 °C	C_{fat}	2,72E-06
	m_{fat}	1,8
Mod-310, 60s, 675 °C	C_{creep}	3,00E-10
	m_{creep}	3,4

Um segundo modelo que pode ser aplicado é utilizado para materiais que possuem características de fluência dúctil, ou seja, possuem modos de crescimento de trinca dependentes do ciclo. Este modelo é representado na Equação 4.2, também da norma ASTM E2760 (ASTM, 2019b).

$$\frac{da}{dN} = C_{fat}(\Delta K)^{m_{fat}} + C_{creep} (K_{max})^{m_{creep}} t_h \quad (4.2)$$

Como já discutido anteriormente, o aço Mod-310 tem comportamento de da/dN dúctil, e por isso será empregada a segunda equação para cálculo da curva de concordância. Procede-se então para realizar a curva de simulação entre as medidas calculadas e o experimental como visto na Figura 4.24.

A Figura 4.24 mostra as medidas experimentais e o modelo simulado de crescimento de trincas para FCG e CFCG com tempo de espera de 0 s, 5 s, 60 s e 600 s. Os dados experimentais mostram uma forte concordância com os resultados da modelagem. Em geral, os valores experimentais e computacionais coincidem, exceto para comprimentos de trincas que resultam em um ΔK maior que $25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, como observado na Figura 4.24. Essa discrepância para grandes valores de ΔK é provavelmente devido ao aumento do tamanho da zona plástica da ponta da trinca, pois a mesma se aproxima do final do seu crescimento, logo antes da fratura.

4.5.2.1.2 Cálculo pelo Modelo Strip-yield

Pode-se também fazer a previsão de vida útil pelo modelo de strip-yield, o qual consegue simular o crescimento de trincas por fadiga e fluência-fadiga. O modelo é baseado no método de função de peso para calcular o fator de intensidade K e os deslocamentos de abertura de trincas (COD - crack opening displacement, abertura vertical da trinca) para vários tipos de amostras de fratura. Este é capaz de prever com segurança o fechamento de trincas induzidas por plasticidade e as cargas de abertura para dessas trincas. Com base nesses dados, o modelo prevê as taxas de crescimento de trincas (da/dN) em função

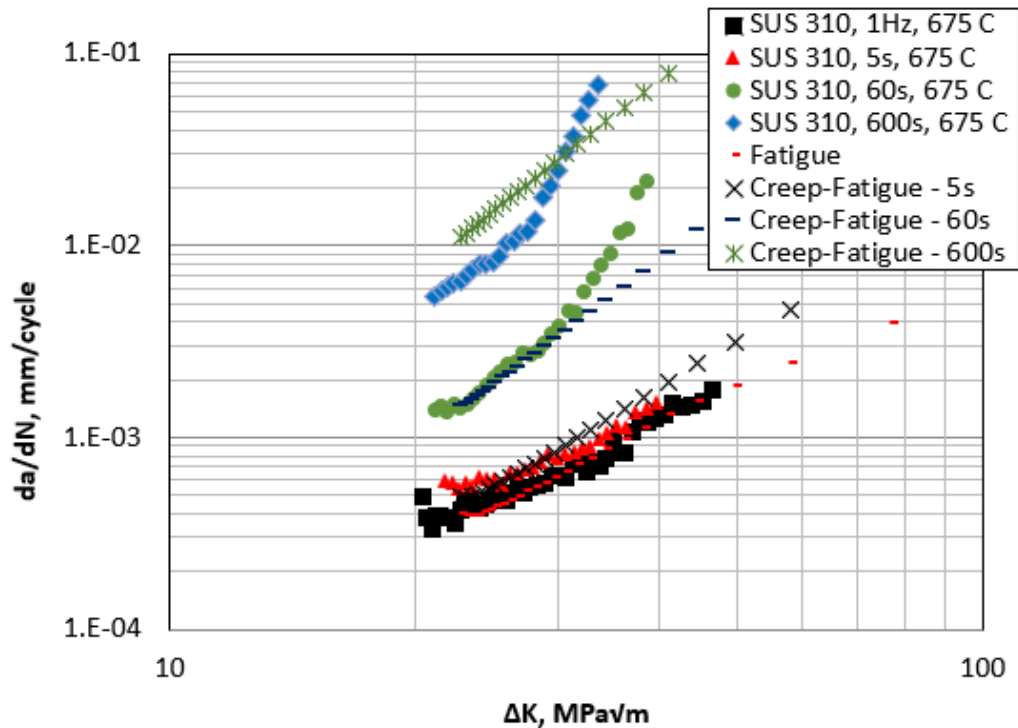


Figura 4.24 – Comparação entre as medidas experimentais e as previsões pela ASTM E2760 das taxas de FCG e CFCG para o aço Mod-310 a 675 °C. Marcadores fechados, ensaio experimental, marcadores abertos, simulação.

do fator de intensidade aplicado (ΔK), predizendo a quantidade de ciclos necessários para um determina crescimento de trinca. As propriedades do material usadas neste estudo foram: (a) Constantes de fluência de Norton, $A = 4,33 \cdot 10^{-11} \text{ MPa} \cdot \text{n} \cdot \text{h}^{-1}$ e $n = 9,1$, (b) propriedades mecânicas, $E = 148 \text{ GPa}$, $\sigma_Y = 233,2 \text{ MPa}$, $\sigma_{UTS} = 425,4 \text{ MPa}$ a 675 °C, todas calculadas com ajuste no gráfico da Figura 4.19 ou medidas nas seções 4.3 e 4.4. As constantes de material usadas nas equações de fadiga e crescimento de trincas de fadiga estão prescritas na Tabela 4.11.

Assim executando a função Strip-yield foram obtidos os dados calculados apresentados na Tabela 4.12. Nota-se a boa congruência entre os valores medidos e os modelados. Com uma diferença máxima de 8,4% entre o medido e o simulado, permitindo assim utilizar o modelo para fazer previsões cada vez mais abrangentes sobre as diversas condições de serviço que esse material pode ser projetado.

É possível observar a curva da/dN por ΔK gerada pela modelagem em Strip-yield na Figura 4.25. O modelo Strip-yield foi capaz de gerar uma curva em boa concordância com os dados experimentais. Sendo observado uma diferenciação entre o calculado e o experimental a partir de $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Nota-se que quando o fator de intensidade atinge $25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, o crescimento da trinca já está em seu estágio acelerado, não representando mais uma condição viável de serviço. Dessa forma o modelo se apresenta com uma ótima congruência entre o gráfico de taxa de crescimento da trinca, visto que ele deixa de confluir apenas em

Tabela 4.12 – Resultados da simulação por Strip-yield, com seus respectivos valores experimentais, aço Mod-310.

Material	Comprimento da trinca final (mm)	CFCG Ciclos
Mod-310, 1Hz, 675 C	32,1	22780
Modelo – CT 130	31,7	22700
Mod-310, 5s, 675 C	31,52	15222
Modelo – CT 127	29,1	13200
Mod-310, 60s, 675 C	31,00	5266
Modelo – CT 135	29,8	5140
Mod-310, 600s, 675 C	30,24	963
Modelo – CT 138	27,9	880

uma intensidade que já não é mais usual. O modelo ainda tenta recriar o gancho inicial do ensaio de FCC, mostrando ainda mais a capacidade do mesmo em convergir os valores à medida que o modelo é retroalimentado.

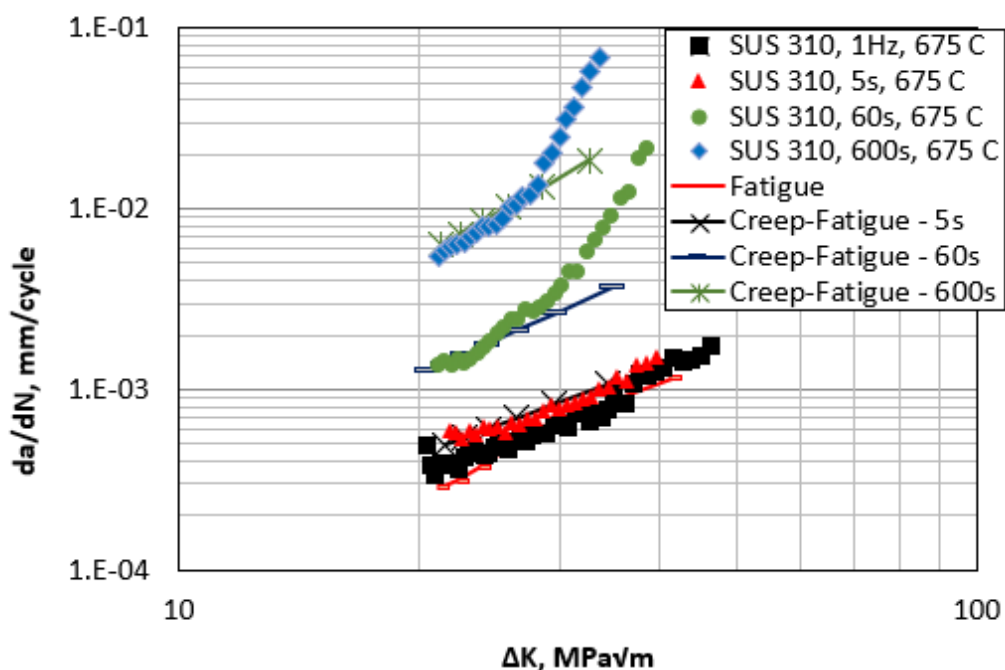


Figura 4.25 – Comparação entre as medidas experimentais e as previsões por Strip-yield das taxas de FCG e CFCG para o aço Mod-310 a 675 °C. Marcadores fechados, ensaio experimental, marcadores abertos, simulação.

4.5.2.1.3 Relação frequência e a vida útil (método Yokobori)

A relação entre a frequência de carregamento f e o tempo até a fratura t_f para aço Mod-310 são mostradas na Figura 4.26. O eixo vertical representa $1/t_f$ e o eixo horizontal representa f . Sendo a frequência f já definida na seção de Materiais e métodos pela Equação 3.1:

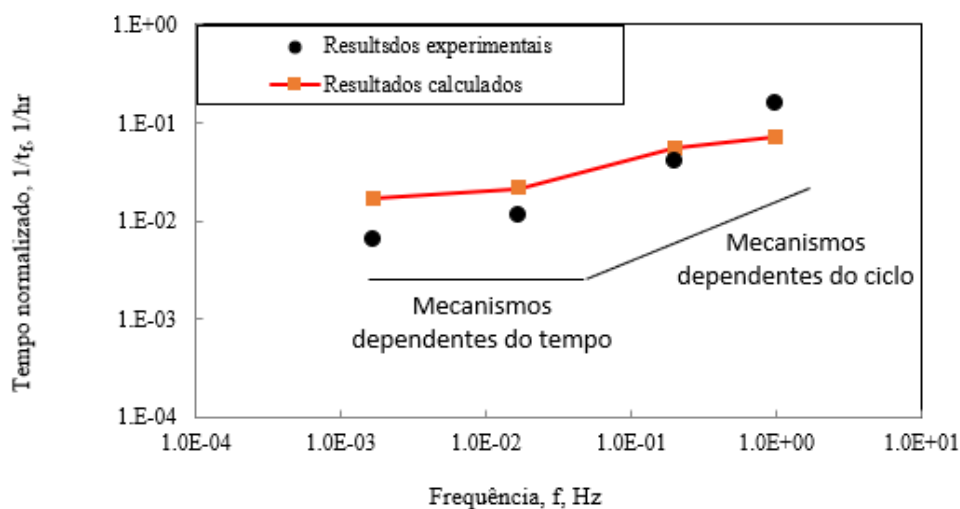


Figura 4.26 – Relação entre frequência e o tempo normalizado nas condições de fluência-fadiga, aço Mod-310.

A partir do gráfico da Figura 4.26 é estabelecido uma relação entre a frequência e o tempo de fratura. De tal forma que isso permite fazer uma estimativa entre os mecanismos dependentes do tempo e dependentes de ciclo. O mecanismo de ciclo refere-se à interação entre as fases de carga e descarga durante o ciclo de carga. Durante a fase de carga, ocorre uma deformação plástica devido a aplicação da carga. Isso leva ao aumento da concentração de tensões e a formação de defeitos como microcavidades e deslizamentos de discordâncias. Na fase de descarga, ocorre a recuperação elástica parcial das deformações, reduzindo as concentrações de tensões. O ciclo de carga e descarga repetido resulta em acumulação progressiva de deformação plástica, o que pode levar ao dano cumulativo e a propagação de trincas. Por outro lado, o mecanismo de tempo está relacionado à duração da exposição à carga e à temperatura elevada. Durante a fluência, ocorrem mecanismos de deformação, como a movimentação de discordâncias, deslizamento de contornos de grão e a difusão de átomos e lacunas, resultando em uma deformação contínua e progressiva do material. Em condições de fluência-fadiga, a exposição prolongada a altas temperaturas e cargas cíclicas acelera o processo de danificação e pode levar à falha do material devido à propagação de trincas. Portanto, os mecanismos de ciclo e de tempo interagem entre si durante a fluência-fadiga. Os ciclos de carga e descarga contribuem para a acumulação de deformação plástica e a formação de defeitos, enquanto o tempo de exposição à carga e à temperatura elevada durante a fluência influencia a taxa de deformação e a progressão do dano.

Assim, segundo YOKOBORI; KAJI; KURIYAMA (2001), quando o crescimento da trinca é dominado pelo mecanismo dependente do ciclo, a relação entre $\log 1/t_f$ e f é linear com um gradiente de 45° . Por outro lado, quando o crescimento da trinca é dominado pelo mecanismo dependente do tempo, a relação entre $\log 1/t_f$ e f é linear e

paralela ao eixo $\log f$, ou seja, há uma relação linear horizontal entre eles. Portanto, a partir da relação experimental entre $1/t_f$ e f , pode-se determinar se o crescimento da trinca é dominado pelo mecanismo dependente do ciclo, dependente do tempo ou seu transiente (YOKOBORI; KAJI; KURIYAMA, 2001). Além disso, quando o crescimento da trinca é dominado interativamente pelo mecanismo dependente do tempo e dependente do ciclo, a relação entre $\log 1/t_f$ e f mostrará características de transição do mecanismo dependente do tempo para o mecanismo dependente do ciclo.

Na Figura 4.26, os resultados experimentais para tempo de espera altos, 60 e 600 s ($1,7E-2$ e $1,7E-3$ Hz) tendem a começar paralelos ao eixo $\log f$, dessa forma, o crescimento é dominado pelo mecanismo dependente do tempo nessa faixa. Em contraste, para tempos de espera 5 e 0 s ($1,7E-1$ e 1Hz), os resultados experimentais são lineares com algum gradiente, formando uma inclinação em diagonal. Supõe-se que nessa faixa, o crescimento da trinca será afetado pelo mecanismo dependente do ciclo.

A partir desses resultados, a característica da frequência com o crescimento da trinca mostrou múltiplos efeitos de mecanismos dependentes do tempo e dependentes do ciclo como uma região de transição instável. Além disso, outros autores discutem que essa característica ainda é afetada pela temperatura de ensaio e os diferentes materiais (YOKOBORI et al., 2015; YOKOBORI; KAJI; KURIYAMA, 2001). Então, YOKOBORI et al. (2004), propõem um método teórico considerando os efeitos interativos dos mecanismos dependentes do ciclo e dependentes do tempo, a fim de estabelecer a lei da vida em fratura sob as condições interativas de fluência-fadiga.

Atingindo características de transição para o crescimento da trinca dos mecanismos dependentes do ciclo para os dependentes do tempo com uma transição descontínua em um ponto de inflexão, conforme mostrado em Figura 4.26. Assim YOKOBORI et al. (2004) parte para a fundamentação teórica desse fenômeno através das seguintes equações:

$$\frac{1}{t_f} = A(1 + \exp(-F(z))) \approx 1 + \exp(-F(z)) \quad (4.3)$$

Aonde,

$$F(z) = w_1 \frac{3z^3 + z}{z^4 \left(1 - \frac{1}{2\exp(P)}\right)} - w_2 \ln Z \quad (4.4)$$

$$w_1 = 1 - \left(1 - \frac{P}{2}\right) \quad (4.5)$$

$$w_2 = \left(1 - \frac{P}{2}\right) \quad (4.6)$$

Sendo A uma constante, P é um fator promotor do mecanismo dependente do tempo, assumindo um valor que varia de 0 a 2 e z um valor adimensional da frequência de carga ($=f/f_0$), sendo f_0 o valor da frequência de controle para ajustar a superfície teórica curva ao experimental. Nesta análise, o valor de f_0 é definido como 10-5Hz. Enquanto w_1 e w_2 correspondem a proporções de influência da fluência e fadiga, respectivamente. Há de se notar portanto a boa congruência entre os resultados calculados e os experimentais vista na Figura 4.26.

4.5.2.1.4 Comparação entre os modelos de previsão de vida útil para fluência-fadiga

Tomando em consideração os três métodos de previsão estudados é elaborada as seguintes Tabelas 4.13 até 4.17 para comparação.

Tabela 4.13 – Resultados experimentais e suas respectivas das simulações por: Strip-yield, ASTM 2760 e Yokobori, 0 s.

Condição:	Trinca a_f , (mm)	CFCG (Ciclos)	CFCG (horas)	ΔK	da/dN
Mod-310, 0 s, 675 °C					
Experimental	32,1	22.780	06:23	41,619	0,149E-02
Strip-yield	31,7	22.700	06:18	41,482	0,116E-02
ASTM 2760				40,987	0,129E-02
Yokobori			14:12		

Tabela 4.14 – Resultados experimentais e suas respectivas das simulações por: Strip-yield, ASTM 2760 e Yokobori, 5 s.

Condição:	Trinca a_f , (mm)	CFCG (Ciclos)	CFCG (horas)	ΔK	da/dN
Mod-310, 5 s, 675 °C					
Experimental	31,52	15.222	21:22	36,326	0,112E-02
Strip-yield	29,1	13.200	22:00	34,370	0,107E-02
ASTM 2760				36,183	0,139E-02
Yokobori			18:04		

Tabela 4.15 – Resultados experimentais e suas respectivas das simulações por: Strip-yield, ASTM 2760 e Yokobori, 60 s.

Condição:	Trinca a_f , (mm)	CFCG (Ciclos)	CFCG (horas)	ΔK	da/dN
Mod-310, 60 s, 675 °C					
Experimental	31,00	5.266	89:13	35,824	1,14E-02
Strip-yield	29,8	5.140	87:05	34,979	0,368E-02
ASTM 2760				36,183	0,609E-02
Yokobori			47:08		

Tabela 4.16 – Resultados experimentais e suas respectivas das simulações por: Strip-yield, ASTM 2760 e Yokobori, 600 s.

Condição:	Trinca a_f , (mm)	CFCG (Ciclos)	CFCG (horas)	ΔK	da/dN
Mod-310, 600 s, 675 °C					
Experimental	30,24	963	160:46	32,816	5,76E-02
Strip-yield	27,9	880	146:54	32,705	1,84E-02
ASTM 2760				33,005	3,82E-02
Yokobori			60:00		

Como pode ser observado em todas as condições de carregamentos foi obtido uma boa curva de concordância entre os experimentais e os diversos modos de previsão. Vale notar o quão preciso foi o modelo de Strip-yield para calcular a vida útil do material. Enquanto o método da ASTM apresentou uma boa congruência entre a curva de da/dN por ΔK . A previsão por Yokobori, foi a que mais se distanciou entre o experimental e o calculado. Porém, está consegue auxiliar na demonstração visual da dependência dos mecanismos de tempo e de ciclo no ensaio de fluência-fadiga.

4.5.2.2 Aço Mod-9Cr

4.5.2.2.1 ASTM E2760

Em relação aos dados da taxa de crescimento da trinca por fadiga da Figura 4.23, dois modelos de taxa de crescimento da trinca por fluência-fadiga podem ser aplicados segundo a norma ASTM E2760 (ASTM, 2019b). Para o aço Mod-9Cr, assim como o aço Mod-310, foi utilizado a equação e crescimento dúctil (Equação 4.2, ASTM E2760 (ASTM, 2019b)). Os valores de m e C encontrados ajustando a curva de potência ao conjunto de dados do gráfico da/dN vs ΔK experimental da Figura 4.23, estão apresentados na Tabela 4.17.

Tabela 4.17 – Resumo das constantes gráficas utilizadas para cálculo de da/dN .

Mod-9Cr, 1Hz, 625 °C	C_{fat}	4,07E-07
	m_{fat}	1,8
Mod-9Cr, 60s, 625 °C	C_{creep}	1,11E-8
	m_{creep}	2,0

A curva calculada sobreposta a curva experimental está apresentada na Figura 4.27. Procede-se para a realização da curva de simulação entre as medidas calculadas e o experimental. Os dados experimentais mostram uma forte concordância com os resultados da modelagem, Figura 4.27. Em geral, os valores experimentais e computacionais coincidem, exceto para comprimentos de trincas com tempo de espera 60 s, que divergem em ΔK maior que $57 \text{ MPa}\sqrt{m}$. Assim, como comentado, essa discrepância para os valores altos de ΔK (maior que $30 \text{ MPa}\sqrt{m}$) é provavelmente devido ao aumento do tamanho da zona plástica da ponta da trinca, pois a mesma se aproxima do final do seu crescimento, logo antes da fratura, que usualmente ocorre nos CPs experimentais a partir de $35 \text{ MPa}\sqrt{m}$. Além disso, não foi obtido uma boa concordância entre o calculado e o experimental com tempo de espera de 600 s, isso pode ter decorrido dos poucos dados experimentais conseguidos.

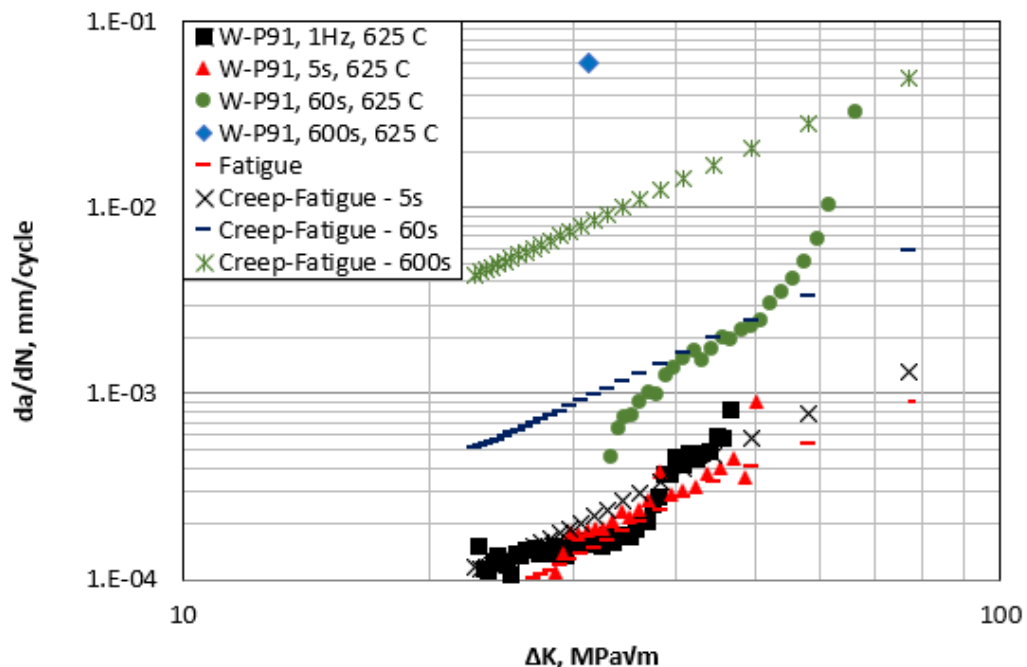


Figura 4.27 – Comparação entre as medidas experimentais e as previsões pela ASTM E2760 das taxas de FCG e CFCG para o aço Mod-9Cr a 625 °C. Marcadores fechados, ensaio experimental; marcadores abertos, simulação.

4.5.2.2.2 Relação frequência e a vida útil (método Yokobori)

A relação entre a frequência de carregamento f e o tempo até a fratura t_f também foi empregada para o aço Mod-9Cr como pode ser visto na Figura 4.28. O eixo vertical representa $1/t_f$ e o eixo horizontal representa f .

Assim como para o aço Mod-310, é possível estabelecer uma relação entre a frequência e o tempo de fratura no aço Mod-9Cr. De tal forma que isso permite fazer uma estimativa entre os mecanismos dependentes do tempo e dependentes de ciclo. Na Figura 4.28, os resultados experimentais para tempo de espera altos, 60 e 600 s ($1,7E-2$ e $1,7E-3$ Hz) tendem a começar paralelos ao eixo $\log f$, dessa forma, o crescimento é dominado pelo mecanismo dependente do tempo nessa faixa. Em contraste, para tempos de espera 5 e 0 s ($1,7E-1$ e 1 Hz), os resultados experimentais são lineares com algum gradiente, formando uma inclinação em diagonal. Supõe-se que nessa faixa, o crescimento da trinca será afetado pelo mecanismo dependente do ciclo.

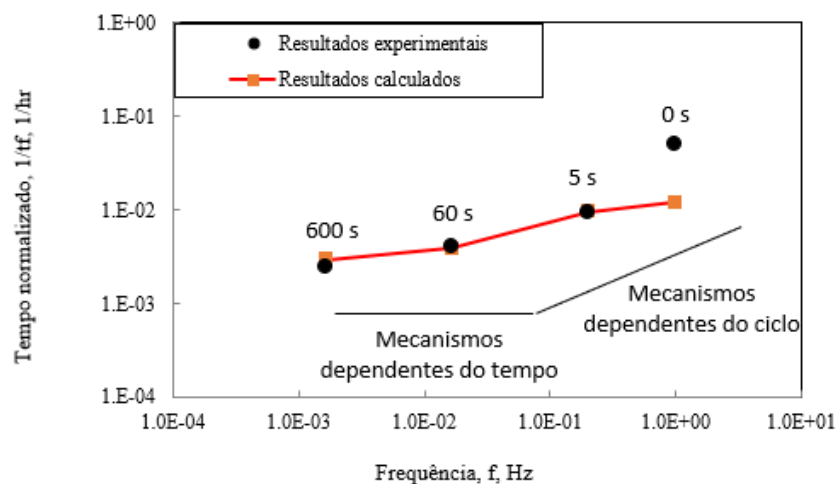


Figura 4.28 – Relação entre frequência e o tempo normalizado nas condições de fluência-fadiga, aço Mod-9Cr.

De forma que a relação calculada entre frequência e tempo de fratura pela equação de Yokobori (Equação 4.2), é expressa na Figura 4.28 pela linha laranja. Como observado, para essa configuração a Equação 4.2 foi mais correlatada que para o aço Mod-310. Isso pode ter ocorrido para forte dependência dos mecanismos de tempo que esse material teve, com tempo para a fratura muito maiores que os de aço Mod-310. Nessas condições a curva de Yokobori, só não conseguiu uma boa concordância com o ensaio de fadiga pura, 0 s, ou seja, menos dependente do tempo. Na Tabela 4.18 é possível observar justamente essa boa correlação encontrada para os tempos de fratura experimental e calculados.

Tabela 4.18 – Resultados calculados pelo método de Yokobori, com seus respectivos valores experimentais, aço Mod-9Cr.

Material	Tempo até a fratura (h)
Mod-9Cr, 1Hz, 625 C	19:46
Calculado	83:00
Mod-9Cr, 5 s, 625 C	88:35
Calculado	105:20
Mod-9Cr, 60 s, 625 C	252:14
Calculado	259:20
Mod-9Cr, 600 s, 625 C	406:00
Calculado	340:00

4.5.3 Análise da fratura após o ensaio de fluência-fadiga

4.5.3.1 Aço Mod-310

A Figura 4.29 apresenta de forma macroscópica as superfícies de fratura do aço Mod-310. Macroscopicamente, os espécimes CFCG exibiram uma topografia muito mais áspera do que a amostra FCG. Isso pode ter ocorrido, devido às trincas secundárias que aumentam a deformação da superfície de fratura. Sob perfis de carregamento CFCG, a trinca secundária e a deformação da superfície de fratura aumentaram com o tempo de espera. Este aumento na topografia é especialmente visível em trincas de maior comprimento, maior ΔK , como visto na Figura 4.29.

Além disso, é possível ver fratura bem linear e plana apenas para FCC, Figura 4.29. Para os demais ensaios de CFCG, nota-se a plasticidade durante o ensaio com a formação de trincas secundárias que levaram a diferentes caminhos de propagação. Essa plasticidade induzida observada nos ensaios de CFCG causou uma certa curvatura localizada. Isso ocorre, porque durante o ensaio de fluência-fadiga, a deformação plástica progressiva causada pela combinação de cargas cíclicas e fluência pode levar à curvatura do espécime. Essa curvatura ocorre devido à redistribuição das tensões resultantes da deformação plástica localizada. A plasticidade induzida leva a um acúmulo de deformação em áreas específicas do CP, resultando em gradientes de tensão e deformação ao longo de sua extensão. Esses gradientes de tensão e deformação podem gerar momentos flexionantes que causam a curvatura do mesmo. Em alguns casos, a curvatura pode ser significativa o suficiente para afetar a precisão e a confiabilidade dos resultados experimentais. Dessa forma quando as trincas entraram nesse estágio plástico foi interrompido o ensaio e considerado apenas os dados coletados até então.

Como discutido, a vida de fluência-fadiga do aço Mod-310 diminuiu com o aumento do tempo de espera, ou seja, menos ciclos de carregamento. Partindo para a investigação da superfície do dano e da fratura das amostras após os ensaios de fluência-fadiga, foi



Figura 4.29 – Superfície de fratura após fluência-fadiga, aço Mod-310, da esquerda para a direita: 0 s, 5 s, 60 s e 600 s.

possível acompanhar a progressão da fratura por fluência-fadiga no material.

As superfícies de fratura do aço Mod-310 submetidas a ensaios de fluência-fadiga em diferentes tempos de espera foram caracterizadas usando microscopia eletrônica de varredura (MEV), Figura 4.30. Observa-se uma mudança nos mecanismos de fratura de dúctil para frágil, uma vez que os aços inoxidáveis passam por um processo de fragilização dependente do tempo e da temperatura, causado pela difusão de Lacunas termicamente ativadas por um longo período. Além disso, ao observar as superfícies de fratura por fluência-fadiga, foi observada uma transição de uma fratura predominantemente transgranular para uma fratura intergranular, dependendo do tempo de espera do ensaio e conseqüentemente da maior influência da fluência na fratura.

Para $t_h=0$ s e 6 h de exposição é bem nítida a fratura transgranular caracterizada pela presença da clivagem, além de marcas de estrias causadas pela fadiga, indicando falha por fadiga junto com a direção da propagação da trinca iniciada na superfície da amostra, Figura 4.30a b. Para a amostra com tempo de espera de 5 s e 21 h de exposição, há o mesmo estereótipo de fratura frágil característica observada para 0 s, Figura 4.30c, com uma grande predominância de fratura transgranular por clivagem. Com formações de microtrincas nessa superfície, observadas na região interna da seção transversal de propagação da fratura, mostrando um crescimento relativo da fratura intergranular na região. Além disso, no detalhe da Figura 4.30d é possível ver uma superfície de fratura ondulada com o rompimento fibroso da microestrutura, estrias típicas da fratura por fadiga. Na amostra a $t_h=60$ s e 89 h há um crescimento substancial da região intergranular,

a ponto de se tornar predominante, Figura 4.30e f. Nota-se a presença do contorno de grãos em toda a amostra. No detalhe da Figura 4.30f é observado a estrutura facetada do grão austenítico com uma microtrinca no contorno. No tempo de espera de 600 s e 160 h, trincas maiores foram encontradas (Figura 4.30h). Além disso a oxidação já começa a dominar nesse tempo de exposição, o que limita a observação da superfície de fratura.

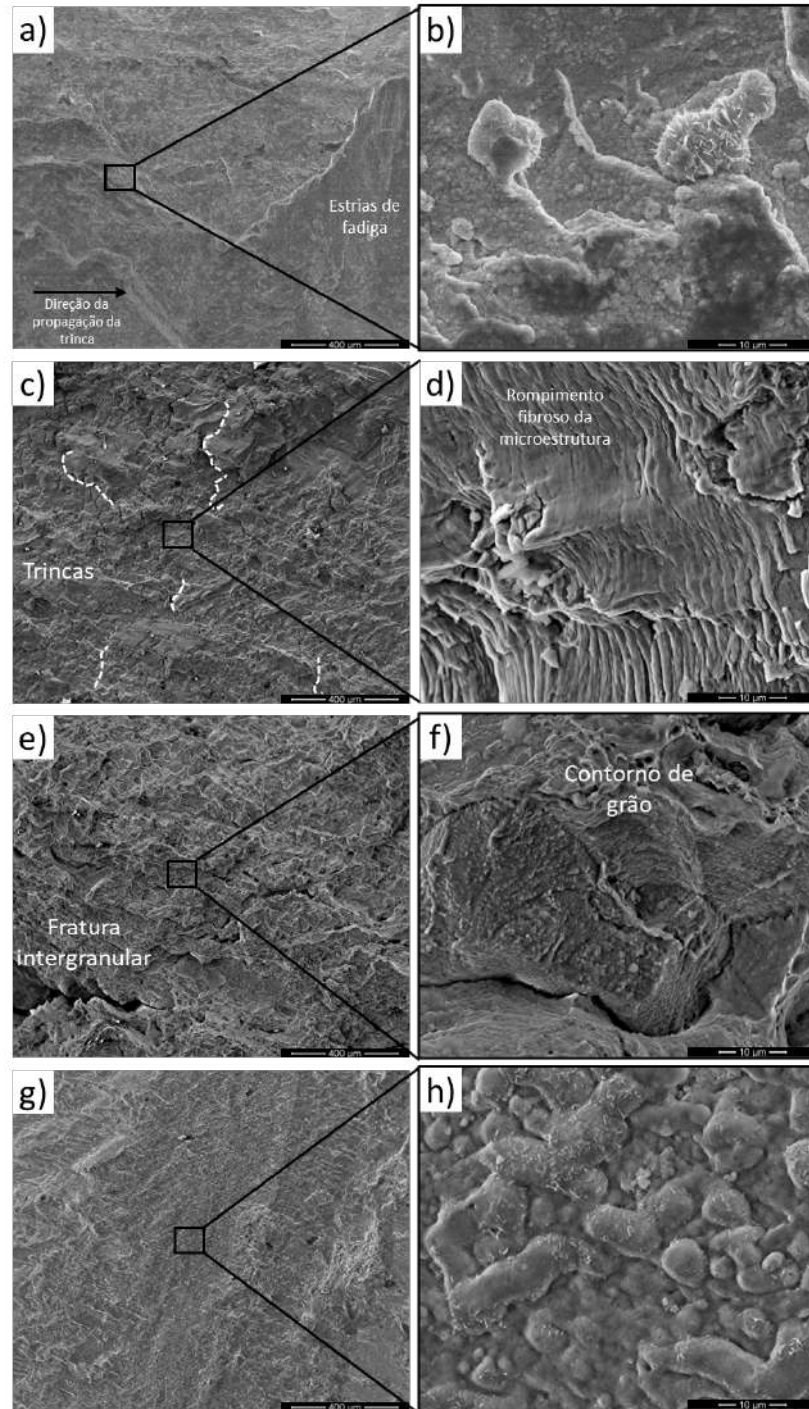


Figura 4.30 – Superfícies de fratura aço Mod-310: a, b) 0 s; c, d) 5 s; e, f) 60 s; g, h) 600 s.

4.5.3.2 Aço Mod-9Cr

A Figura 4.31 apresenta de forma macroscópica as superfícies de fratura do aço Mod-9Cr. Nela é possível ver fratura bem linear e plana apenas para todos os ensaios. O aço P91 é conhecido por apresentar uma grande plasticidade quando em fluência, então esses espécimes foram entalhados nas laterais de forma a manter o planicidade da propagação da trinca. Os aços ferríticos/martensíticos à temperatura ambiente normalmente apresentam fratura transgranular, porém quando aquecidos, exibem uma fratura típica intergranular (SAMANT; SINGH; SINGH, 2018).

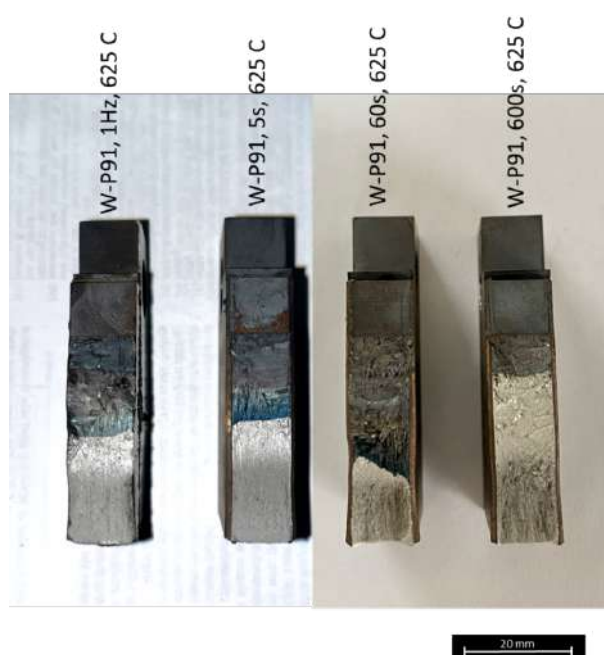


Figura 4.31 – Superfície de fratura após fluência-fadiga, aço Mod-9Cr, da esquerda para a direita: 0 s, 5 s, 60 s e 600 s.

A Figura 4.32 mostra as superfícies típicas de fratura por fluência-fadiga do aço Mod-9Cr ensaiadas à temperatura de 625 °C, a uma taxa de tensão de 0,1, para tempos de espera de 0, 5, 60 e 600 s. Fractografias obtidas da região de crescimento de trinca mostram uma fratura por quase-clivagem e cristas/cumes de ruptura de plasticidade (tear ridge), Figura 4.32.

Para a amostra com tempo de espera 0 s, a superfície de fratura é áspera e facetada, com características de fratura transgranular, Figura 4.32b. Com o aumento do tempo de espera e, conseqüentemente maior tempo de exposição, começa a deixar mais claro os contornos de grãos da fratura intergranular. Em $t_h=5$ s, Figura 4.32d, é possível identificar as marcas de estrias causadas pela fadiga. Nessa condição, também fica mais evidente as facetadas dos contornos de grãos e a deposição de inclusões na superfície de fratura. À $t_h=60$ s, Figura 4.32f, fica bem característico a formação dos cumes de ruptura, ou seja,

pequenas protuberâncias que se formam. E para o fractograma de $t_h=600$ s, Figura 4.32h, é possível observar múltiplas trincas secundárias e suas ramificações. Isso pode ser devido a formação de micro-vazios ao redor das partículas de carboneto e fusão desses vazios com carregamento cíclico adicional.

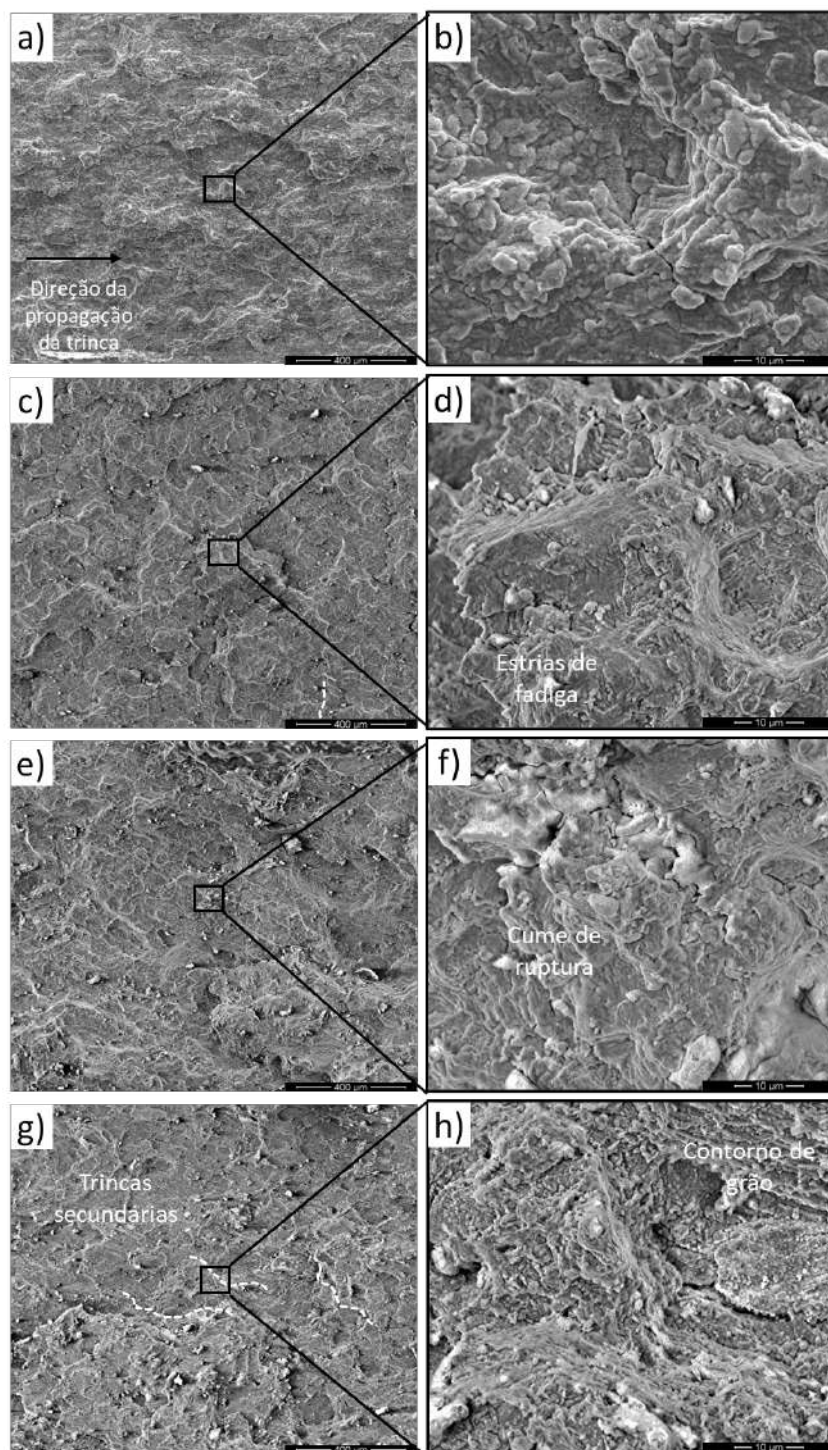


Figura 4.32 – Superfícies de fratura aço Mod-9Cr: a, b) 0 s; c, d) 5 s; e, f) 60 s; g, h) 600 s.

4.5.4 Análise das fases presentes nos materiais após o ensaio de fluência-fadiga

4.5.4.1 Aço Mod-310

Foi realizada a investigação por DRX das amostras envelhecidas por fluência-fadiga à 675 °C em diferentes tempos de fluência-fadiga, Figura 4.33. Como, o difratograma de DRX da amostra como recebida sugere a presença de uma fase única austenítica. Porém, agora expandido a análise para as amostras ensaiadas termicamente em fluência-fadiga, foi observado que com o início de exposição em temperatura de 675 °C, houve a formação de picos de outras fases/precipitados. Os principais precipitados identificados foram a fase Z (CrNbN) e MX de NbN (nitreto de nióbio). A fase Z tem uma composição de NbCrN com uma estrutura cristalina tetragonal, cujos parâmetros de rede indexados são: $a = 0,428$ nm e $c = 0,736$ nm, e o do MX é tetragonal NbN, com $a = 0,687$ nm e $c = 0,429$ nm. Como visto no mapeamento por EDS da Figura 4.3, a amostra como recebida já apresenta os precipitados de NbCrN e NbN primários, que não podem ser dissolvidos na temperatura do ensaio de fluência-fadiga (675 °C). Portanto, as amostras envelhecidas por fluência-fadiga contêm fases secundárias de NbCrN e NbN, bem como as primárias, considerando as intensidades de pico significativamente aumentadas de NbCrN e NbN. LI et al. (2018) discute que na fase inicial do envelhecimento (0–100 h), o conteúdo relativo de NbN aumenta enquanto o de NbCrN diminui, o que resulta do NbN precipitado secundariamente. Quando o envelhecimento é superior a 100 h, o conteúdo relativo de NbN e NbCrN, aumenta e diminui por sua vez, respectivamente, indicando que o NbCrN é formado a partir do NbN durante o envelhecimento a longo prazo.

A baixa precipitação de $M_{23}C_6$, como observado através do DSC da amostra como recebida, sugere a sua pouca formação no material, o que pode ter limitado a sua detecção pelo limite do equipamento de DRX. Inclusive o cálculo teórico de formação de $M_{23}C_6$, dado a quantidade de C disponível no material, não passaria de 1vol.%. Já a fase sigma, sugerida no DSC apenas para temperaturas acima de 900 °C, não foi observada nesse material.

Assim procede-se para a análise de Rietveld para quantificar as fases apresentadas no material, refinando os seguintes parâmetros: fator de escala, célula unitária, W esquerdo, assimetria e orientação preferencial). Com isso, foi possível identificar a variação da fração volumétrica da fase Z na matriz austenítica. Já para o precipitado de NbC, sua quantificação não passou de 0%. Para NbN é possível observar sua presença no aço como recebido, reforçando a ideia de NbN primário, que aumenta ao longo do tempo (formando o NbN secundário) até o momento que ele passa a se transformar para a fase Z (secundária). Os resultados, apresentados na Tabela 4.19, mostram que a evolução quantitativa das frações da fase Z está de acordo com o que foi observado qualitativamente nas imagens de MEV. Este cálculo sugere que o carboneto de NbC foi completamente dissolvido na matriz e que o NbN gradualmente se transformou em CrNbN durante o envelhecimento

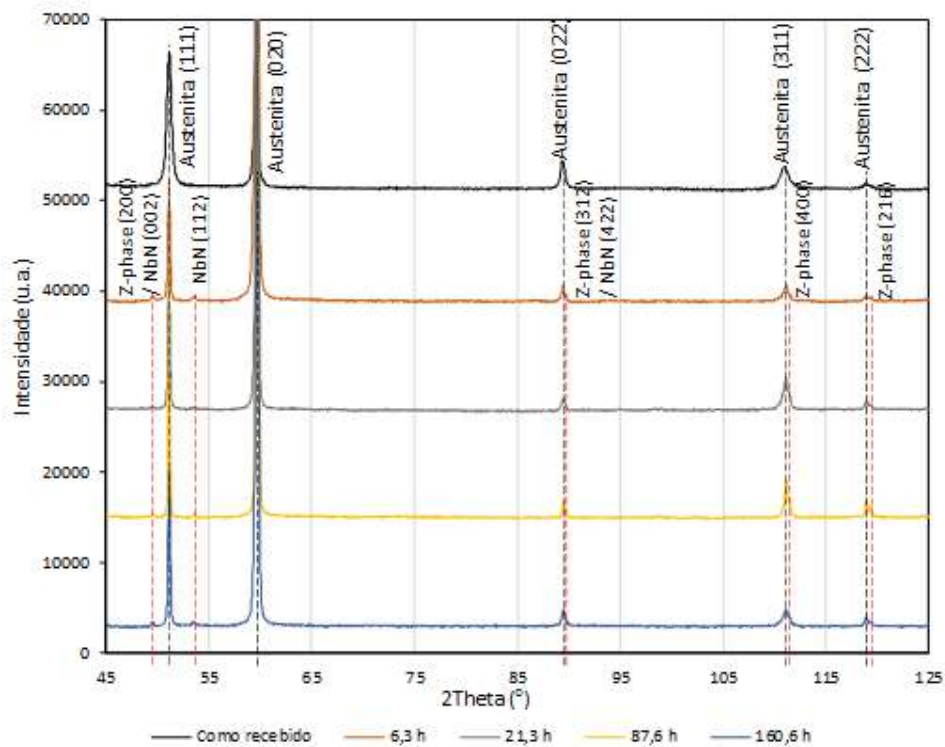


Figura 4.33 – Difratograma de DRX das amostras do aço Mod-310 envelhecidas por fluência-fadiga à 675 °C, e indexação das fases.

térmico a 675 °C.

Tabela 4.19 – Resultados calculados pelo método de Yokobori, com seus respectivos valores experimentais, aço Mod-9Cr.

Fase	0 h	6 h	21 h	87 h	160 h
NbN	0,1	0,5	1,6	0,7	0,1
Austenita	99,8	99,5	98,4	98,2	95,6
NbC	0	0	0	0	0
Fase Z	0,1	0	0	1,1	4,4

Essa presença no NbN maior que o NbC, está em acordo com os trabalhos de MEI (1983) O autor calculou termicamente a solubilidade do Nb numa liga Fe-C-Nb com 0,021C, observando que a 1200°C haveria a formação de carboneto de nióbio com 0,301Nb. Enquanto na mesma temperatura para uma liga Fe-N-Nb com 0.021N haveria a formação do nitreto de nióbio com 0,041Nb. Isto significa que na mesma temperatura e com composições equivalentes de carbono e nitrogênio, o nitreto de nióbio seria formado com uma quantidade de nióbio 8 vezes menor que a necessária para formar o carboneto de nióbio. Em outras palavras, haveria, portanto, uma maior facilidade para se formar o nitreto do que o carboneto de nióbio na austenita.

4.5.4.2 Aço Mod-9Cr

Foi realizada a investigação por DRX das amostras envelhecidas por fluência-fadiga à 625 °C do aço Mod-9Cr em diferentes tempos de fluência-fadiga, apresentadas na Figura 4.34. Como discutido na seção anterior, o difratograma de DRX da amostra como recebida sugere a presença de duas fases, a martensita e a ferrita, por ambas terem estrutura cubica de corpo centrado não é possível distingui-las pelo DRX. Expandido para as amostras ensaiadas termicamente em fluência-fadiga, foi observado que com o início de exposição em temperatura de 675 °C, houve a formação de picos de outras fases/precipitados. Havendo picos marcantes identificados como carboneto rico em Cr do tipo $M_{23}C_6$, em especial o $Cr_{23}C_6$. Além disso, os picos em torno dos ângulos 2-theta 47° e 51° representam um precipitado do tipo MX enriquecido em Fe (fase FeC), que também foi detetado nos padrões de DRX. A fase de Fe_2W Laves também foi identificada, porém seus picos são concorrentes com os de $M_{23}C_6$, não permitindo distingui-los. Sendo esse atrelado à migração e ao enriquecimento do elemento W nos contornos de grão e ao redor das partículas $M_{23}C_6$ durante o envelhecimento por fluência-fadiga, o que beneficiaria a formação de Fe_2W e co carboneto WC, também identificado nos difratogramas.

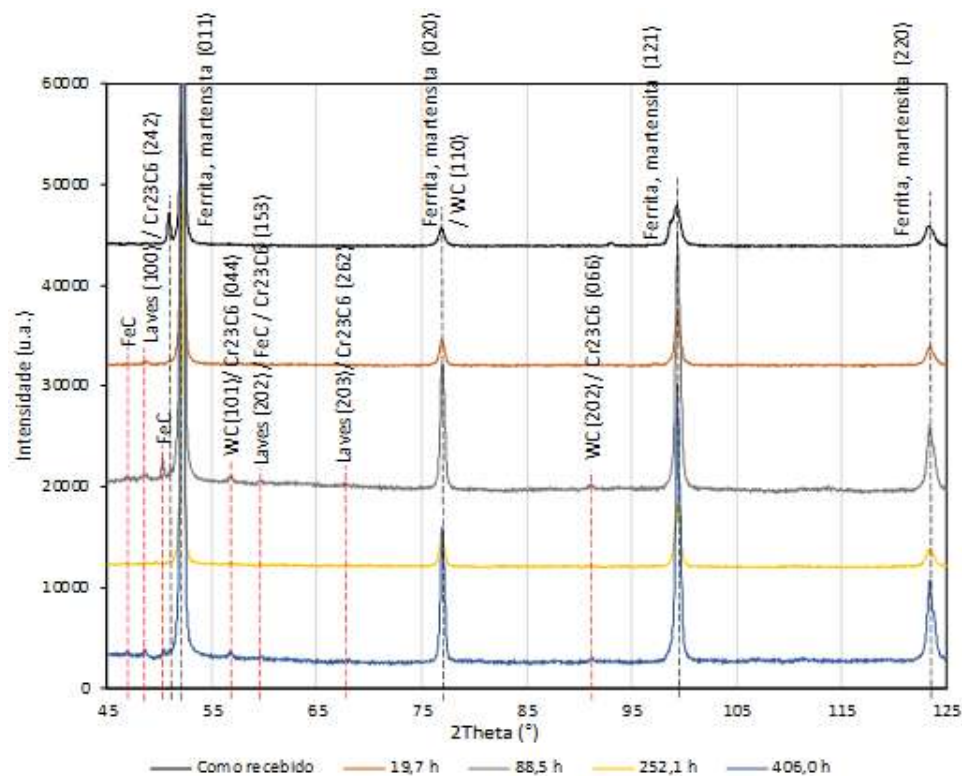


Figura 4.34 – Difratograma de DRX das amostras do aço Mod-9Cr envelhecidas por fluência-fadiga à 625 °C, e indexação das fases.

4.5.5 Microestrutura dos materiais após o ensaio de fluência-fadiga

4.5.5.1 Aço Mod-310

O material após o ensaio de fluência-fadiga, por 6,3, 21,3, 87,6 e 160,6 horas tiveram suas microestruturas investigadas por MEV, Figura 4.35.

A matriz austenítica do aço Mod-310 após 6,3 h de fluência-fadiga é apresentada na Figura 4.35a b. Pode-se observar a presença de precipitados esféricos facetados no interior do grão, seta azul, e nenhuma modificação de sua matriz. Com tempo de exposição aumentado, para 160,6 h, Figura 4.35d f, há um aumento dessas estruturas precipitadas no interior do grão. Como discutido, essas estruturas granuladas e facetadas foram identificadas com um maior teor de Cr e C. Wang et al. (WANG et al., 2022) associam essa morfologia granular no interior do grão com a precipitação de $M_{23}C_6$, rica em Cr. Tanto a quantidade quanto o tamanho do $Cr_{23}C_6$ precipitado nos contornos e no interior do grão da austenita aumentam com o tempo de exposição do Mod-310, Figura 4.35a g, manifestado também pelo espessamento dos contornos, seta laranja. Isso ocorre porque o precipitado $Cr_{23}C_6$ é uma precipitação do tipo difusão controlada pela nucleação e difusão dos átomos de C e Cr nos grãos de austenita, precipitando preferencialmente no contorno de grão da austenita devido a sua maior energia e maior taxa de difusão atômica em comparação com o interior dos grãos de austenita (ZHANG et al., 2017).

Microestruturas como essas também foram observadas por TAVARES et al. (2009) nos contornos de grão após 210 h de ensaios em temperaturas de 600 a 700 °C. MALEDE et al. (2018) também submeteram amostras do aço Mod-310 a 700 °C e observaram uma fase rica em Cr, correspondente a fase σ . Os carbonetos $M_{23}C_6$ são relatados para facilitar a formação da fase σ nos contornos de grão durante o envelhecimento (VIHERKOSKI et al., 2014).

Outra estrutura observada por EDS na seção anterior, foram precipitados granular arredondado, com tamanho bem maior que o precipitado de $M_{23}C_6$. Essa estrutura foi associada aos elementos Nb e N, sendo observado em uma quantidade quase constante com o passar do tempo, identificadas com os retângulos vermelhos nas Figuras 4.35f j. Essa morfologia está associada à formação do nitreto de nióbio e fase Z, conforme relatado por Burja et al. (BURJA et al., 2019). O nióbio, assim como o titânio, é usado para estabilizar a austenita nos aços, (LI et al., 2018), com a vantagem de ter menor tendência a formar grandes e prejudiciais nitretos do que o titânio, são mais propensos a formar carbonetos, o que também se sugere dada a concentração de C nesse precipitado. O carbonitreto de nióbio, por sua vez, é conhecido por diminuir a ductilidade a quente (YANG et al., 2019). Os nitretos de nióbio e os carbonitretos retardam o aparecimento de recristalização dinâmica durante o trabalho a quente, além de inibir o crescimento de grão de austenita durante o recozimento em alta temperatura e, portanto, desempenham um

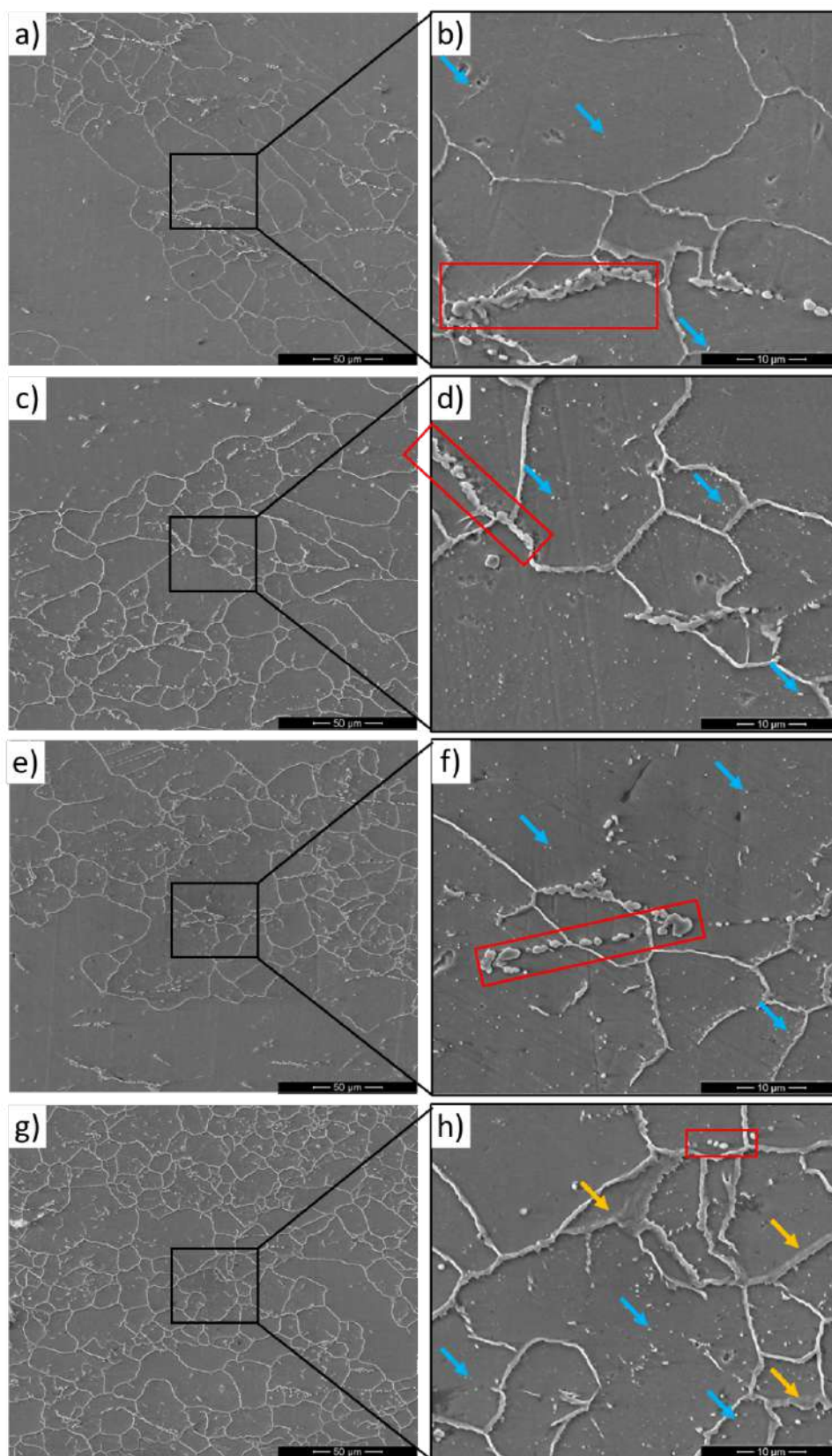


Figura 4.35 – Micrografias SEM da amostra submetida ao ensaio de fluência-fadiga por: a), b) 6,3 h; c), d) 21,3 h; e), f) 87,6 h; g), h) 160,6 h.

papel importante no refino de grãos (GUNDUZ et al., 2016).

Dessa forma, esses precipitados se mantiveram distribuídos aleatoriamente em pequenas estruturas granulares. Porém após as 6 h de envelhecimento por fluência-fadiga, os precipitados se agruparam em estruturas de agregação na matriz e ao longo do contorno de grão. A distinção entre os precipitados de MX e a fase Z é difícil uma vez que possuem tamanho de partícula pequeno e similares.

Assim, a sequência de formação de fases no aço Mod-310 investigado durante a fluência-fadiga a 675 °C é resumida pelos seguintes passos. Inicialmente há o precipitado NbN, NbC primários no material como recebido; com 6 h de exposição foi observado a formação de clusters de NbN na superfície da amostra e a precipitação de estruturas granulares de $Cr_{23}C_6$ no interior dos grãos; à medida que o tempo de fluência-fadiga aumenta, os precipitados de $Cr_{23}C_6$ gradativamente ficam mais grossos ao longo dos contornos, enquanto os clusters de NbN secundário também aumentam; a fase Z secundária, detetada por DRX no intervalo de fluência-fadiga de 87 h e 160 h, aparece na amostra, com concentrados de Cr com Nb. Dessa forma a microestrutura da liga como recebida é composta de uma matriz austenítica e fases de nitreto primário de tamanho micrométrico. Os precipitados com forma irregular devem ser o NbCrN não dissolvido, as partículas menores circulares seriam NbN e as partículas granulares o $M_{23}C_6$ (Figura 4.35). Alguns NbCrN primários se distribuem de forma descontínua ao longo dos contornos de grão devido a sua temperatura de precipitação ser mais alta do que o ponto crítico, enquanto os contornos de grãos tendem a ser preenchidos com NbCrN primário (STRAUMAL et al., 2008). Um número crescente de NbN se precipita no interior dos grãos da amostra envelhecida por fluência-fadiga em um tempo de 86 h (Figura 4.35f). Após o envelhecimento por 160,6 h, uma quantidade considerável de NbCrN secundário será gerada, a partir do consumo de NbN, uma vez que LU; ZWAAG; XU (2017) relata que o NbN secundário se forma antes do NbCrN secundário no processo de envelhecimento. A interface semi-coerente entre NbN e NbCrN, de baixa energia interfacial, reduz a barreira de nucleação do NbCrN secundário e como resultado, o NbCrN secundário nucleia preferencialmente no NbN secundário. Sendo o NbCrN é mais estável que o NbN no aço austenítico a 675 °C. O Nb e N necessários para o crescimento do NbCrN secundário são fornecidos pelos precipitados de NbN, que são eventualmente completamente consumidos. Como resultado, o teor relativo de NbCrN aumenta gradualmente à medida que o de NbN diminui quando o tempo de envelhecimento se prolonga até 160,6 h.

4.5.5.2 Aço Mod-9Cr

O material após o ensaio de fluência-fadiga, por 19,7; 88,5; 252,1 e 406 horas tiveram suas microestruturas investigadas por MEV, Figura 4.36. Pode ser observado que para o Mod-9Cr exposto, os precipitados nos contornos de grão engrossaram e a largura da ripa

de martensita que também aumenta em comparação com as exposições ao longo do tempo, quadrados vermelhos na Figura 4.36. Sendo vistos carbonetos nos contornos de grão, principalmente $M_{23}C_6$, setas azuis na Figura 4.36. Precipitados MX foram precipitados no interior dos grãos. Além disso, quanto maior a exposição, os precipitados de $M_{23}C_6$, engrossam no contorno de grão. No entanto, não houve aumento significativo no tamanho dos precipitados MX continuando sendo pequenas partículas no interior do grão, seta laranja na Figura 4.36.

O engrossamento gradual dos precipitados de contornos de grão e ripas juntamente com os precipitados da matriz com o aumento da exposição à fluência a 625 °C, fica bem distinguível a partir de 252,1 horas de exposição, Figura 4.36f. De forma que a distinção entre contornos de grão e ripas torna-se insignificante com engrossamento excessivo do precipitado devido a longas exposições de fluência, Figura 4.36h, tornando difícil de distingui-los.

Dessa forma, durante o envelhecimento por fluência-fadiga, é vista a evolução microestrutural na seguinte ordem: recuperação da matriz martensítica (crescimento das ripas de martensita); engrossamento dos precipitados (principalmente, $M_{23}C_6$); e precipitação de novas fases intermetálicas frágeis (fases Laves, fase Z) em contornos de grão e de subgrão (ripas martensita). O engrossamento dos precipitados e a precipitação de novas fases intermetálicas frágeis resulta na instabilidade microestrutural, deterioram a resistência à fluência e as propriedades de fratura (GHASSEMI-ARMAKI et al., 2009). O precipitado $M_{23}C_6$ ocorre, principalmente, nos contornos de grão da austenita prévia e atuam como obstáculos para a movimentação de discordâncias. Assim, com o engrossamento das partículas de $M_{23}C_6$ e facilidade pela grande solubilidade de Fe e Cr, o seu efeito de “pinning” (fixador) perde força (XIAO et al., 2013). Além disso, partículas $M_{23}C_6$ conseguem estabilizar a estrutura ripada da martensita revenida, com mais eficiência que o MX e fase Laves (PRAT et al., 2010). Assim, a prevenção do engrossamento das partículas $M_{23}C_6$ é importante para melhorar a resistência à fluência do aço Mod-9Cr.

A fase laves, composta por $[(Fe, Cr)_2(W, Mo)]$, leva a um esgotamento de W e Mo como elementos endurecedores em solução sólida na matriz e, assim, a redução desse efeito no aço Mod-9Cr. Porém DIMMLER et al. (2003) discute que a fase de laves com tamanho de partícula pequeno (pouca exposição a altas temperaturas) pode aumentar a resistência à fluência pelo efeito de endurecimento por precipitação.

O MX (ou seja, M = metais, X = C/N), exhibe menor tamanho em comparação com $M_{23}C_6$ e fase laves, se distribuem nos contornos e, principalmente, no interior dos grãos (CHEN et al., 2014). Por terem tamanhos menores que o $M_{23}C_6$, ao calcular a equação de pinning de Zener (1949), o esforço gerado pelos carbonitretos MX devem ser maiores do que as dos carbonetos $M_{23}C_6$. Além disso o MX tem dificuldade para engrossar, atuando de forma consistente como obstáculos para a migração de discordâncias (ZHOU et al.,

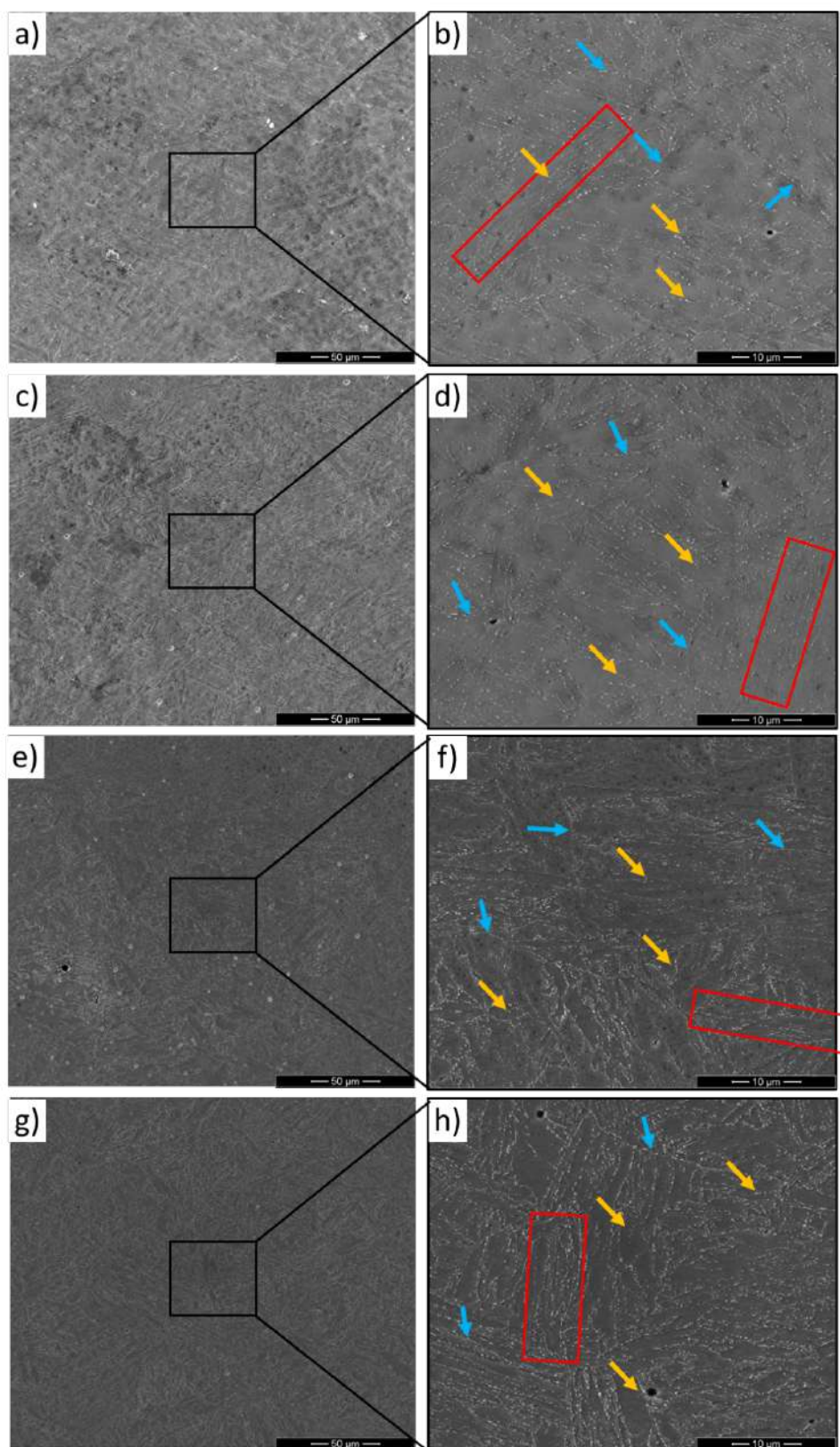


Figura 4.36 – Micrografias SEM da amostra do aço Mod-9Cr submetida ao ensaio de fluência-fadiga por: a), b) 19,7 h; c), d) 88,5 h; e), f) 252,1 h; g), h) 406 h.

2015).

4.5.6 Microdureza dos materiais após o ensaio de fluência-fadiga

4.5.6.1 Aço Mod-310

Na Figura 4.37 é mostrada a distribuição da microdureza Vickers dos CPs de aço Mod-310 como recebido até o envelhecimento em fluência-fadiga a 675 °C por até 160 h.

Com o envelhecimento por fluência-fadiga, a microdureza média diminuiu, com a diminuição da dispersão experimental, Figura 4.37. O endurecimento, devido à precipitação, foi largamente dominado pela perda de Cr e Nb em solução sólida e/ou pela recuperação das discordâncias. Sendo que o amolecimento a 675°C até 21,3 h é provavelmente consequência da recuperação de discordâncias, que ocorre durante o primeiro estágio de fluência (MCLEAN; DYSON, 2000). A estabilização a partir de 21,3 h pode ser explicada pelo início da taxa de fluência constante do estágio estacionário da fluência (MCLEAN; DYSON, 2000).

A partir daí (entre 21,3 h e 160 h), as microdurezas Vickers do aço ensaiado se mantiveram relativamente constante dentro de um intervalo, mesmo com o aumento do tempo de envelhecimento. A dureza mais alta foi de 259 mHV, enquanto a mais baixa foi de 248 mHv, ou seja, menor que 4% de diferença, indicando um início de um patamar. Isso pode estar atrelado a estabilidade microestrutural que esse aço apresenta mesmo com longos tempos de exposição em altas temperaturas.

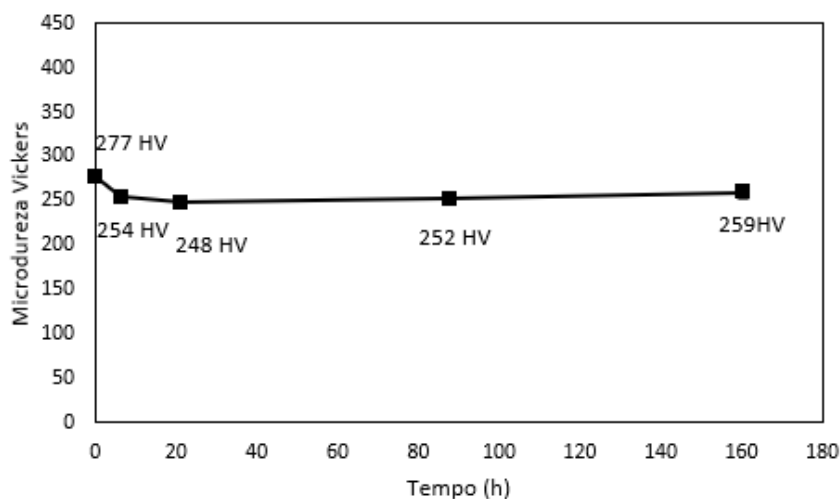


Figura 4.37 – Relação da microdureza do aço Mod-310 com o tempo de exposição em fluência-fadiga a 675 °C.

4.5.6.2 Aço Mod-9Cr

Na Figura 4.38, é mostrada a distribuição da microdureza Vickers dos CPs de aço 9Cr como recebido até o envelhecimento em fluência-fadiga a 625 °C por até 406 h. O aço Mod-9Cr ensaiado apresenta uma redução de dureza de cerca de 15%, Hv = 285, abaixo

do valor inicial de $Hv = 326$ para o corpo de prova como recebido. Sabe-se que para esse material quanto maior a taxa de deformação por fluência, o mecanismo de dano passa de cavitação para uma degradação microestrutural com engrossamento de precipitados e/ou, por exemplo, discordâncias e amolecimento estrutural (CHOUDHARY; SAMUEL, 2011). Assim, pode-se inferir que o mecanismo de deformação por fluência-fadiga do Mod-9Cr é predominantemente governado pela combinação de cavitação e degradação microestrutural. Isto pode ter levado a diminuição dos valores de microdureza durante as 406 h de exposição térmica acumulada. Autores como WANG et al. (2015), argumentam que essa redução das forças de tensão e fluência no P91 exposto a temperatura de 650 °C, podem ter sido geradas pelo engrossamento dos precipitados, dissolução de precipitados MX finos úteis e recuperação das discordâncias durante a exposição térmica. Considera-se que a precipitação da fase Laves pode ter levado à perda do fortalecimento por solução sólida e acelerado o engrossamento do subgrão

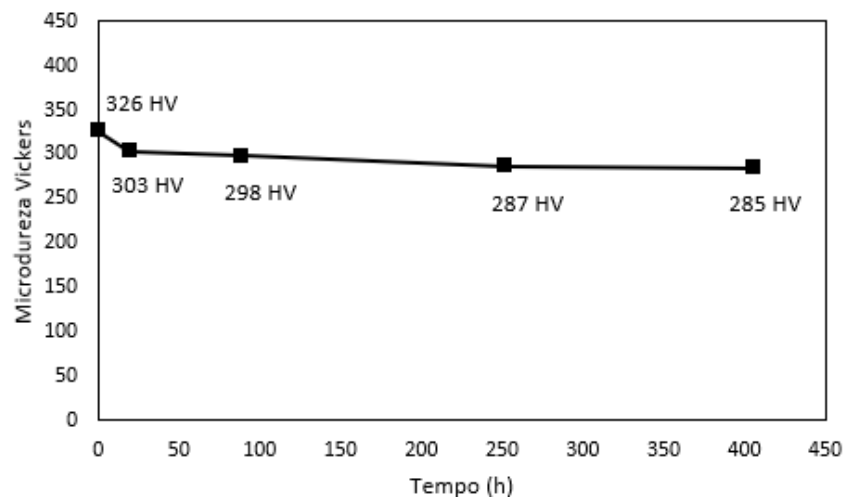


Figura 4.38 – Relação da microdureza do aço Mod-9Cr com o tempo de ensaio em fluência-fadiga a 625 °C.

5 CONCLUSÃO

Diante da análise crítica abrangente e aprofundada dos resultados obtidos ao longo desta investigação, emerge uma série de conclusões que contribuem para a compreensão e caracterização dos comportamentos desses materiais. Delineado as constatações que emanam da análise das propriedades mecânicas, transformações microestruturais e comportamentos mecânicos dos aços Mod-310 e Mod-9Cr, sob diferentes condições de temperatura, tensão e tempos de exposição.

i. Em relação ao material como recebido.

As observações revelam que os aços Mod-310 e Mod-9Cr exibem distintas microestruturas e diagramas de fases. No caso do aço Mod-310, a matriz austenítica domina, com a precipitação de carbonetos e carbonitretos primários, delineando uma rede de estruturas entrelaçadas. Por sua vez, o aço Mod-9Cr apresenta predominância da fase martensítica, com precipitação de carbonetos e carbonitretos diversos, reforçando a matriz martensítica e conferindo características específicas à sua microestrutura. A avaliação das propriedades mecânicas revelou comportamentos distintos para cada aço, com uma notável redução dos limites de resistência em altas temperaturas, culminando em modos de fratura característicos, seja fratura frágil transgranular ou fratura dúctil com microcavidades, para suas fraturas em alta temperatura, respectivamente.

ii. Em relação ao comportamento em fluência.

As análises dos ensaios de fluência do aço Mod-310 revelam padrões significativos nas curvas de fluência para ambos os aços. As características das regiões de fluência estacionária, primária e terciária emergem em resposta às mudanças nas condições de tensão e temperatura. A amplitude de abertura do entalhe demonstra notável sensibilidade à temperatura, enquanto a influência da tensão é menos pronunciada. A modelagem baseada no parâmetro Q^* se mostrou congruente com os tempos de fratura obtidos nos ensaios, indicando a ausência de ruptura prematura. A simulação demonstrou um potencial de aplicação desse aço em tensões de 100 MPa a 650 °C por 100.000h, consolidando-o com um grande potencial em aplicações na nova geração de usinas termoelétricas ultra supercríticas avançadas.

iii. Em relação ao comportamento em fluência-fadiga.

A análise sistemática revelou tendências coerentes no crescimento de trincas para os aços Mod-310 e Mod-9Cr. O efeito do tempo de espera sobre as taxas de crescimento de trincas se mostrou evidente, influenciando diretamente o comportamento das curvas da/dN versus ΔK . As características de iniciação e propagação de trincas foram distintas entre os aços, com o Mod-9Cr apresentando uma maior resistência ao crescimento de trincas

em comparação ao Mod-310. A previsão da vida útil demonstrou a boa concordância de todos os 3 modelos com os resultados dos ensaios. A equação proposta pela ASTM E2760, apresentou uma melhor concordância entre a relação da/dN por ΔK , o que se mostra interessante para o cálculo da taxa de crescimento da trinca em fluência-fadiga. O modelo de Strip-yield mostrou um ótimo ajuste com o comprimento da trinca em relação à quantidade de ciclos, importante para a previsão da vida útil do material, sendo possível utilizar estes resultados para situações de projetos para prever o tempo previsto até a fratura. O modelo de Yokobori conseguiu separar as frequências de carregamento em dois grupos, um que considera os mecanismos de deformação dependente do ciclo e o outro dependente dos tempos. Assim, cada um dos três métodos consegue fornecer informações importantes para o projeto estrutural em fluência-fadiga.

A análise fractográfica conferiu insights adicionais, evidenciando os modos de fratura predominantes em diferentes situações de ensaio. A influência das precipitações secundárias nas microestruturas dos materiais foi observada, com efeitos variados na resistência à corrosão e endurecimento. O papel das fases precipitadas na interação com mecanismos de deformação e fratura foi claramente delineado, contribuindo para os comportamentos distintos observados em fluência-fadiga. Apresentando um crescimento de trinca transgranular para FCG, e um transiente para fratura intergranular para o modo CFCG.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se trabalho adicional nas seguintes áreas:

- Efeitos da tensão e da deformação na vida útil do material

Todos os ciclos usados para traçar as relações básicas de fluência e fadiga (ΔK vs da/dN) nesse estudo envolveram tensões constantes. Conforme discutido no capítulo de revisão, as variáveis relacionadas à fratura dos aços em alta temperatura, não se limitam à magnitude e o tempo de espera, mas também aos valores de tensão máxima e média, ambiente de ensaio, temperatura, variações de carregamento, frequência etc. De forma que a ênfase em uma ou mais dessas variáveis dependerá do material e das condições gerais do ensaio. Assim, a introdução de tensões, tempos de espera e outras variáveis produzirá diferentes estados de tensões, os quais irão influenciar nos seus tempos de ruptura e levaria a variações nas suas curvas características. Portanto, a investigação comparando os efeitos que diferentes variáveis (temperatura, razão de carregamento, atmosfera, formas de carregamento) nos tempos de deformação e tensão seria um acréscimo ao estudo da fluência-fadiga.

- Efeito do meio ambiente versus fluência na degradação das propriedades de fadiga com aumento do tempo

Há discussões sobre até que ponto o ambiente e a deformação dependente do tempo (fluência) são responsáveis pela degradação das propriedades de fadiga em ciclos envolvendo tensões ou deformações. Em outros casos, como em muitas superligas que apresentam resistência a danos por fluência, os efeitos ambientais podem influenciar as taxas de iniciação e propagação de trincas. Sugere-se que as interações material-ambiente reduziriam o período de iniciação de trinca em temperaturas mais alta. Assim, à medida que a vida útil para fratura aumenta, é possível que o ambiente também tenha uma forte influência nas taxas de propagação de trincas. Uma imagem mais precisa de qual é o equilíbrio entre a fluência e os efeitos do ambiente na vida requer um programa de ensaios conduzidos em atmosferas neutras, partindo do vácuo (neutra) em materiais bases ou fragilizados (como a fragilização por hidrogênio e envelhecimento prévio). Estudos de fratura em corpos de prova à vácuo serão mais fáceis de interpretar, pois a oxidação das superfícies de fratura será reduzida ao mínimo, explicitando a influência das suas condições prévias de ensaio a fluência-fadiga.

- Efeito da fadiga térmica

Outro assunto que necessita de considerável atenção é a fadiga térmica. A capacidade dos métodos preditivos para lidar com ciclos complexos nos quais a temperatura varia ao

longo do ciclo depende de:

- (i) Sensibilidade à temperatura dos métodos de coleta e predição;
- (ii) Regimes em que o material opera na faixa de temperatura de interesse.

Um programa de ciclos de fadiga térmica nos aços seria uma útil adição tanto para a compreensão dos ensaios de alta temperatura.

- Efeitos da caracterização do material

Um estudo de caracterização de material mais extenso em relação ao comportamento CFCG e CCG melhoraria a compreensão dos modos de falha em tempos de espera em temperatura elevada. Isso pode incluir ensaios adicionais e análise de microestrutura usando EBSD, MET e técnicas de seccionamento de amostras. A análise por MET pode fornecer uma visão sobre o movimento de discordâncias nos contornos de grão, assim como a indexação dos precipitados e fases no material. O seccionamento permitiria que o caminho da trinca primária e secundárias com suas interações grão/contorno fossem observados. Além disso, ainda necessita-se investigar os mecanismos que causam o aumento na taxa de crescimento de trincas em tempos de espera mais longos.

- Efeito do número limitado de ensaios

Há alguma dúvida quanto aos efeitos do tempo de espera maiores nas taxas de crescimento da trinca, já que este estudo limitou-se a tempos de espera de 600 s no corpo de prova C(T), e não avançou nas condições de alto ciclo (restrita a 1 Hz). Devido à reduzida quantidade de ensaios é aconselhável, em primeiro lugar, validar o procedimento de ensaio intermitente para os aços estudados e, em segundo lugar, realizar mais ensaios de CFCG em vários tempos de espera para investigar os efeitos de tempos mais longos e em FCG para altas frequências.

- Efeito do entalhe lateral nos CPs no modelo de Strip-yield

Para evitar a plasticidade induzida no material Mod-9Cr, foi realizado um entalhe lateral. Porém, a previsão pelo modelo de Strip-yield ainda não foi validada nessas condições. Assim necessita-se mais ensaios nessas circunstâncias a fim de retroalimentar o modelo e torná-lo mais preciso.

- Efeito dos elementos de liga nos materiais

O desenvolvimento de novos materiais para aplicações em alta temperatura, como os aços inoxidáveis austeníticos, ferríticos, martensíticos e as ligas à base de níquel, tem sido impulsionado pelo aprimoramento da composição química com a adição de elementos de ligas como o nióbio (Nb) e o tungstênio (W), estudados em certas quantidades nesse

trabalho. A incorporação desses elementos de ligas tem como objetivo melhorar as propriedades dos materiais, como a resistência à fluência, a resistência mecânica, a tenacidade e a estabilidade dimensional em altas temperaturas. Os elementos, N, V, Mo, Ta, Co também já mostraram potencial para aplicações em ligas resistentes à altas temperaturas e por isso o desenvolvimento de novos aços com diferentes adições se faz necessário.

- Efeito das técnicas de fabricação

As técnicas de fabricação de peças também têm evoluído para atender às demandas de alta temperatura. A manufatura aditiva, ou impressão 3D, permite a produção de geometrias complexas e designs otimizados, o que é especialmente vantajoso para a fabricação de componentes personalizados em aplicações de alta temperatura. A soldagem, por sua vez, continua sendo essencial para a união de diferentes partes e a formação de estruturas robustas, enquanto a usinagem possibilita a conformação precisa dos materiais para alcançar tolerâncias exigentes em componentes de alto desempenho. Assim a investigações dessas diferentes formas de fabricação de peças também se faz necessária para aprofundar os conhecimentos em fluência-fadiga dos componentes.

- Desenvolvimento do equipamento de fluência-fadiga

Buscando consolidar o tema de fluência-fadiga e a investigação dos tópicos levantados nessa seção se faz como um futuro objetivo o desenvolvimento do equipamento de fluência-fadiga. O qual viria para agregar no estudo experimental de fluência-fadiga com: ensaios extras; investigação do crescimento de trinca; múltiplas características de carga, temperatura e tempo de ciclo. Tendo como ponto chave desenvolver e retroalimentar o modelo unificado de fluência-fadiga. Sendo ainda peça de avaliação a estabilidade microestrutural no desenvolvimento de novos materiais e técnicas de fabricação, como por exemplo manufatura aditiva, bem como estabelecer uma aplicabilidade da formulação geral a múltiplos materiais metálicos. Ao final, pretende-se validar este sistema como uma boa e eficaz alternativa tecnológica na complementação ou até mesmo na substituição de técnicas tradicionais usadas na previsão da vida útil do material.

REFERÊNCIAS

- ABE, F. Grade 91 heat-resistant martensitic steel. *Coal power plant materials and life assessment*, p. 3–51, 2014.
- ABE, F.; KERN, T.; VISWANATHAN, R. *Creep-resistant steels*. San Diego: Elsevier, 2008.
- ABESPETRO. *CADERNO 2022*. 2022. 02 ago. de 2022. Disponível em: <<https://abespetro.org.br/wp-content/uploads/2022/08/Caderno-ABESPetro-2022.pdf>>.
- ALSMADI, Z.; MURTY, K. High-temperature effects on creep-fatigue interaction of the alloy 709 austenitic stainless steel. *Int. J. Fatigue*, v. 143, n. 105987, 2021.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM E8/E8M*: Standard test methods for tension testing of metallic materials. Philadelphia, 2016.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM E3-11*: Standard guide for preparation of metallographic specimens. Philadelphia, 2017.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM A240/A240M*: Standard specification for chromium and chromium-nickel stainless steel plate, sheet, and strip for pressure vessels and for general applications. Philadelphia, 2018.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM E1457*: Standard test method for measurement of creep crack growth times and rates in metals. Philadelphia, 2019.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM E2760*: Standard test method for creep-fatigue crack growth testing. Philadelphia, 2019.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM E2714*: Standard test method for creep-fatigue testing. Philadelphia, 2020.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM A335/A335M*: Standard specification for seamless ferritic alloy-steel pipe for high-temperature service. Philadelphia, 2021.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM E112-13*: Standard test methods for determining average grain size. Philadelphia, 2021.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM E384*: Standard test method for microindentation hardness of materials. Philadelphia, 2022.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM E647*: Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates. Philadelphia, 2023.
- AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS. *ASME*: Boiler and pressure vessel code, section viii. New York, 2019.
- ANDRADE, E. On the viscous flow in metals, and allied phenomena. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A*, v. 84, n. 567, p. 1–12, 1910.

ANDRADE, E. The flow in metals under large constant stresses. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A*, v. 90, n. 619, p. 329–342, 1914.

ANP. *Boletim da produção de petróleo e gás natural. Número 107*. 2019. Jul. de 2019. Disponível em: <<http://www.anp.gov.br/arquivos/publicacoes/boletinsanp/producao/2019-04-boletim.pdf>>.

BARCIK, J. The kinetics of σ -phase precipitation in aisi310 and aisi316 steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 3, n. 14, p. 635–641, 1983.

BARENBLATT, G. The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture. *Adv. Appl. Mech.*, v. 7, p. 55–129, 1962.

BARNARD, P. Austenitic steel grades for boilers in ultra-supercritical power plants. *Materials for Ultra-Supercritical and Advanced Ultra-Supercritical Power Plants*, p. 99–119, 2007.

BHADURI, A. Creep and stress rupture. *Mechanical Properties and Working of Metals and Alloys*, p. 264, 2018.

BI, H.; WANG, Z.; SHIMADA, M.; KOKAWA, H. Nucleation and mechanical enhancements in polyethylene-graphene nanoplate composites. *Materials Letters*, v. 19, n. 57, p. 2803–2806, 2003.

BLACH, J.; FALAT, L.; ŠEVC, P. Fracture characteristics of thermally exposed 9cr–1mo steel after tensile and impact testing at room temperature. *Engineering Failure Analysis*, v. 16, n. 5, p. 1397–1403, 2019.

BOISSONNET, G.; BOULESTEIX, C.; BONNET, G.; BALMAIN, J.; PEDRAZA, F. Thermal transport properties of new coatings on steels for supercritical steam power plants. *Oxidation of Metals*, v. 88, p. 191–202, 2017.

BROOKS, J.; THOMPSON, A.; WILLIAMS, J. A fundamental study of the beneficial effects of delta ferrite in reducing weld cracking. *Welding Journal*, v. 63, n. 3, p. 71–83, 1984.

BSAT, S.; HUANG, X. Corrosion behaviour 310 stainless steel in superheated steam. *Oxidation of Metals*, v. 84, n. 5, p. 621–631, 2015.

CHANG, W. Tensile embrittlement of turbine blade alloys after high-temperature exposure. *Superalloys Processing*, v. 72, n. 10, 1972.

CHEN, L.; ZENG, Z.; ZHAO, Y.; ZHU, F.; LIU, X. Microstructures and high-temperature mechanical properties of a martensitic heat-resistant stainless steel 403nb processed by thermo-mechanical treatment. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 45, p. 1498–1507, 2014.

CHOUDHARY, K.; SAMUEL, I. Creep behaviour of modified 9cr–1mo ferritic steel. *Journal of nuclear materials*, v. 412, n. 1, p. 82–89, 2011.

COFFIN, L. *Fatigue at high temperature*. [S.l.]: ASTM International, 1973.

COLOMBIER, L.; HOCHMANN, J. *Stainless and heat resisting steels*. [S.l.]: Edward Arnold, 1967.

- CONTIN, A.; BUENO, L. Creep behavior of type 310 stainless steel. part 1: Parameters from the norton, arrhenius and monkman-grant relations. *Anais do 68^o Congresso Anual da ABM*, v. 68, p. 4413–4425, 2013.
- DAS, R.; ALBERT, K.; SWAMINATHAN, J.; BHADURI, K.; MURTY, S. Effect of boron on creep behaviour of inter-critically annealed modified 9cr-1mo steel. *Procedia Engineering*, v. 55, p. 402–407, 2013.
- DAVID, S.; GOODWIN, G.; BRASKI, D. *Solidification behavior of austenitic stainless steel filler metals*. TN: Oak Ridge National Lab, 1980.
- DESCHAMPS, A.; DANOIX, F.; GEUSER, F. D.; EPICIER, T.; LEITNER, H.; PEREZ, M. Low temperature precipitation kinetics of niobium nitride platelets in fe. *Materials Letters*, v. 65, n. 14, p. 2265–2268, 2011.
- DIETER, G. *Mechanical Metallurgy*. LONDON: McGraw-Hill Book Company, 1981.
- DIMMLER, G.; WEINERT, P.; KOZESCHNIK, E.; CERJAK, H. Quantification of the laves phase in advanced 9–12 *Materials characterization*, v. 51, n. 5, p. 341–352, 2003.
- DIMOPULOS, V.; NIKBIN, K.; WEBSTER, G. Influence of cyclic to mean load ratio on creep/fatigue crack growth. *Metallurgical Transactions A*, v. 19, n. 4, p. 873, 1988.
- DOBSON, P. Why new us supercritical units should consider t/p92 piping. *Power*, v. 150, n. 3, p. 77–80, 2006.
- DUGDALE, D. Yielding of steel sheets containing slits. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v. 8, n. 2, p. 100–104, 1960.
- ELBER, W. Fatigue crack growth under cyclic tension. *Eng. Fract. Mech.*, v. 2, n. 1, p. 37–45, 1970.
- ENNIS, P. J.; CZYRSKA-FILEMONOWICZ, A. Recent advances in creep-resistant steels for power plant applications. *Sadhana*, v. 28, n. 3-4, p. 709–730, 2003.
- FAN, Z.; CHEN, X.; CHEN, L.; JIANG, J. Fatigue–creep behavior of 1.25 cr0. 5mo steel at high temperature and its life prediction. *International Journal of Fatigue*, v. 29, n. 6, p. 1174–1183, 2007.
- FISCHER, C.; SCHWEIZER, C.; SEIFERT, T. . assessment of fatigue crack closure under in-phase and out-of-phase thermomechanical fatigue loading using a temperature dependent strip yield model. *Int. J. Fatigue*, v. 78, p. 22–30, 2015.
- FOLKHARD, E. *Welding Metallurgy of Stainless Steels*. 1. ed. New York: Springer, 1988.
- FREIRE, L. M.; PIOZIN, E.; COURCELLE, A.; GUILBERT, T.; SENNOUR, M. Creep behaviour at high temperature of a stabilized austenitic steel for gen-iv nuclear power plants. *4th international ECCC conference*, 2017.
- GARCIA, J.; BRANDAO, L.; COSTA, U.; SALGADO, J.; NUNES, L.; PAULA, A.; MONTEIRO, S. Experimental creep behavior and life prediction through observation and numerical analysis for aisi 310. *Journal of Materials Research and Technology*, 2020.

- GARCIA, J.; MONTEIRO, A.; CASANOVA, A. B.; HUAMAN, N.; MONTEIRO, S.; BRANDAO, L. Microstructural analysis of phase precipitation during high temperature creep in aisi 310 stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 23, p. 5953–5966, 2023.
- GARIN, J.; MANNHEIM, R. Sigma-phase precipitation upon industrial-like heating of cast heat-resistant steels. *J Mater Process Technol.*, v. 209, p. 3143–3148, 2009.
- GHASSEMI-ARMAKI, H.; CHEN, P.; MARUYAMA, K.; YOSHIKAWA, M.; IGARASHI, M. Static recovery of tempered lath martensite microstructures during long-term aging in 9–12. *Materials Letters*, v. 63, n. 28, p. Materials Letters, 2009.
- GITTUS, J. H.; COOK, A. H.; POIRIER, J. P.; MURRELL, S. A. F.; WEERTMAN, J. High-temperature deformation of two phase structures [and discussion]. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, v. 288, n. 1350, p. 121–146, 1978.
- GOLDMAN, N. L.; HUTCHINSON, J. W. Fully-plastic crack problems: The center cracked strip under plane strain. *Int. J. Solids Struct.*, v. 11, p. 575–592, 1975.
- GOYAL, S.; LAHA, K. Creep life prediction of 9cr–1mo steel under multiaxial state of stress. *Materials Science and Engineering: A*, v. 615, p. 348–360, 2014.
- GRIFFITH, A. Vi. the phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical transactions of the royal society of london. Series A*, v. 221, n. 582-593, p. 163–198, 1921.
- HALD, J. Microstructure and long-term creep properties of 9–12. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, v. 85, n. 1-2, p. 30–37, 2008.
- HANDBOOK. *Powder metal technologies and applications*. 7. ed. [S.l.]: ASM International, 1998. 1146 p.
- HE, J.; SANDSTRÖM, R.; VUJIC, S. Creep, low cycle fatigue and creep-fatigue properties of a modified hr3c. *Procedia Structural Integrity*, v. 2, p. 871–878, 2016.
- HOLDSWORTH, S. Creep-fatigue failure diagnosis. *Materials*, v. 8, n. 11, p. 7757–7769, 2015.
- HSIEH, C.; WU, W. Overview of intermetallic sigma phase precipitation in stainless steels. *ISRN Metallurgy*, 2012.
- HÄTTESTRAND, M.; ANDREN, H. Influence of strain on precipitation reactions during creep of an advanced 9. *Acta materialia*, v. 49, n. 12, p. 2123–2128, 2001.
- IRWIN, G. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *ASME J. Appl. Mech*, v. 24, p. 361–364, 1957.
- ISO 14577-1: Metallic materials–instrumented indentation test for hardness and materials parameters–part 1. [S.l.], 2015.
- ITO, K.; YAJIMA, H.; ARAI, M. Creep life prediction method by using high-temperature indentation creep test. *Multidisciplinary Digital Publishing Institute Proceedings*, v. 2, n. 8, p. 450, 2018.

- JI, D.; ZHANG, L.; REN, J.; WANG, D. Creep-fatigue interaction and cyclic strain analysis in p92 steel based on test. *J. Mater. Eng. Perform.*, v. 24, p. 1441–1451, 2015.
- JIANG, H.; CHEN, X.; FAN, Z.; DONG, J.; JIANG, H.; LU, S. Dynamic strain aging in stress controlled creep–fatigue tests of 316l stainless steel under different loading conditions. *J. Nucl. Mater.*, v. 392, p. 494–497, 2009.
- JIANG, R.; JI, D.; SHI, H.; HU, X.; SONG, Y.; GAN, B. Effects of thermal exposure on high-cycle-fatigue behaviours in ni-based superalloy gh4169. *Materials Science and Technology*, v. 35, n. 10, p. 1265–1274, 2019.
- JIANG, R.; PROPRENTNER, D.; CALLISTI, M.; SHOLLOCK, B.; HU, X.; SONG, Y.; REED, P. Role of oxygen in enhanced fatigue cracking in a pm ni-based superalloy: Stress assisted grain boundary oxidation or dynamic embrittlement? *Corrosion Science*, v. 139, p. 141–154, 2018.
- JING, H.; SU, D.; XU, L.; ZHAO, L.; HAN, Y.; SUN, R. Finite element simulation of creep-fatigue crack growth behavior for p91 steel at 625 c considering creep-fatigue interaction. *International Journal of Fatigue*, v. 98, p. 41–52, 2017.
- KALYANASUNDARAM, V. Creep, fatigue and creep-fatigue interactions in modified 92013.
- KANNIRAJ, A. On high temperature materials: An overview of deformation and fracture maps of a super alloy stainless steel by analytical modeling. *International Journal of Modern Engineering Research Technology*, v. 5, p. 222–230, 2018.
- KIM, J.; LEE, S. Fatigue crack opening stress based on the strip-yield model. *Theor. Appl. Fract. Mec.*, v. 34, n. 1, p. 73–84, 2000.
- KIM, S.; WEERTMAN, J. Investigation of microstructural changes in a ferritic steel caused by high temperature fatigue. *Metallurgical Transactions A*, v. 19, n. 4, p. 999–1007, 1988.
- KOBAYASHI, D.; MIYABE, M.; ACHIWA, M.; SUGIURA, R. Analysis of damage behavior based on ebsd method and the law of fracture life under creep–fatigue conditions for the polycrystalline nickel-base superalloy. *Strength, Fracture and Complexity*, v. 9, n. 1, p. 95–109, 2015.
- KOSTKA, A.; TAK, K.; HELLMIG, R.; ESTRIN, Y.; EGGELER, G. On the contribution of carbides and micrograin boundaries to the creep strength of tempered martensite ferritic steels. *Acta Materialia*, v. 55, n. 2, p. 539–550, 2007.
- KOŽUH, S.; GOJI, M. Mechanical properties and microstructure of austenitic stainless steel after welding and post-weld heat treatment. *Kovove Materiary*, v. 47, p. 253–262, 2009.
- KRISHNA-KUMAR, K.; ANBURAJ, J.; DHANASEKAR, R.; SATISHKUMAR, T.; ABUTHAKIR, J.; MANIKANDAN, P.; R., S. Kinetics of cr 2 n precipitation and its effect on pitting corrosion of nickel-free high-nitrogen austenitic stainless steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, v. 29, p. 6044–6052, 2020.

- KUJANPAA, V.; SUUTALA, N.; TAKALO, T.; MOISIO, T. Correlation between solidification cracking and microstructure in austenitic and austenitic-ferritic stainless steel welds. *Welding Research International*, v. 9, n. 2, p. 55–75, 1979.
- LAHA, K.; CHANDRAVATHI, K.; PARAMESWARAN, P.; RAO, K.; MANNAN, S. Characterization of microstructures across the heat-affected zone of the modified 9cr-1mo weld joint to understand its role in promoting type iv cracking. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 38, n. 1, p. 58–68, 2007.
- LAIRD, C.; SMITH, G. Crack propagation in high stress fatigue. *Philosophical magazine*, v. 7, n. 77, p. 847–857, 1962.
- LANDES, D.; BEGLEY, J. A. A fracture mechanics approach to creep crack growth. *Mechanics of Crack Growth. ASTM STP 590*, p. 128–148, 1976.
- LEE, J.; KIM, I.; KIMURA, A. Application of small punch test to evaluate sigma-phase embrittlement of pressure vessel cladding material. *Journal of Nuclear Science and Technology*, v. 40, n. 9, p. 664–671, 2003.
- LI, J.; DASGUPTA, A. Failure-mechanism models for creep and creep rupture. *IEEE Transactions on Reliability*, v. 42, n. 3, p. 339–353, 1993.
- LI, M.; SOPPET, W.; MAJUMDAR, S.; RINK, D.; NATESAN, K. *Final report on improved creep-fatigue models on advanced materials for SFR applications*. Argonne: Argonne National Lab, 2012.
- LI, Y.; LIU, Y.; LIU, C.; LI, C.; LI, H. Mechanism for the formation of z-phase in 25cr-20ni-nb-n austenitic stainless steel. *Materials Letters*, v. 233, p. 16–19, 2018.
- LIU, D.; PONS, D. Crack propagation mechanisms for creep fatigue: A consolidated explanation of fundamental behaviours from initiation to failure. *Metals*, v. 8, n. 8, p. 623, 2018.
- LU, Q.; ZWAAG, S. V. D.; XU, W. Charting the ‘composition–strength’ space for novel austenitic, martensitic and ferritic creep resistant steels. *Journal of Materials Science Technology*, v. 33, n. 12, p. 1577–1581, 2017.
- MALEDE, Y.; MONTGOMERY, M.; DAHL, K.; HALD, J. Effect of microstructure on kcl corrosion attack of modified aisi 310 steel. materials at high temperatures. v. 35, n. 1-3, p. 243–254, 2018.
- MARUYAMA, K.; SAWADA, K.; KOIKE, J. Strengthening mechanisms of creep resistant tempered martensitic steel. *ISIJ international*, v. 41, n. 6, p. 641–653, 2001.
- MCLEAN, D. The physics of high temperature creep in metals. *Reports on Progress in Physics*, v. 29, n. 1, p. 1, 1966.
- MCLEAN, M.; DYSON, B. F. Modeling the effects of damage and microstructural evolution on the creep behavior of engineering alloys. *J. Eng. Mater. Technol.*, v. 122, n. 3, p. 273–278, 2000.
- MEHMANPARAST, A.; DAVIES, C.; NIKBIN, K. Evaluation of the testing and analysis methods in astm e2760-10 creep-fatigue crack growth testing standard for a range of steels. *Journal of ASTM International*, v. 8, n. 10, p. 1–18, 2011.

MEI, P. Efeitos da adição de nióbio na estrutura e propriedades dos aços com médio e alto teor de carbono. 1983.

MICHEL, D.; SMITH, H. *Effect of hold-time on elevated temperature fatigue crack propagation in fastneutron irradiated and unirradiated type 316 stain-less steel naval research laboratory*. Washington: Naval Research Laboratory, 1977.

MILLER, D.; PRIEST, R.; ELLISON, E. A review of material response and life prediction techniques under fatigue-creep loading conditions. *High-temperature materials and processes*, v. 6, n. 3-4, p. 155–94, 1984.

MORRA, P.; BÖTTGER, A.; MITTEMEIJER, E. Decomposition of iron-based martensite. a kinetic analysis by means of differential scanning calorimetry and dilatometry. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, v. 64, n. 3, p. 905–914, 2001.

NARASIMHACHARY, S.; SAXENA, A. Crack growth behavior of 9cr-1mo (p91) steel under creep-fatigue conditions. *Int J Fatigue*, v. 56, p. 106–113, 2013.

NEWMAN, J. A crack-closure model for predicting fatigue crack growth under aircraft spectrum loading. *Methods and models for predicting fatigue crack growth under random loading*, ASTM International, 1981.

NORTON, F. *The creep of steel at high temperatures*. [S.l.]: McGraw-Hill, 1929.

ORGAN, F.; GELL, M. The effect of frequency on the elevated temperature fatigue of a nickel-base superalloy. *Metallurgical Transactions*, v. 2, n. 4, p. 943–952, 1971.

OZEKI, G.; JR., Y.; A.T.; MATSUZAKI, T. Creep damage formation and crack initiation/growth behavior of notched specimen for directionally solidified ni-base superalloy by interrupted observation. *ASME 2016 Pressure Vessels and Piping Conference*, American Society of Mechanical Engineers, p. V005T12A002–V005T12A002, 2016.

PADILHA, A. Decomposition of austenite in austenitic stainless steels. *ISIJ international*, v. 42, n. 2, p. 325–327, 2002.

PANAIT, C.; BENDICK, W.; FUCHSMANN, A.; GOURGUES-LORENZON, A.; BÉSSON, J. Study of the microstructure of the grade 91 steel after more than 100,000 h of creep exposure at 600 c. *International journal of pressure vessels and piping*, v. 87, n. 6, p. 326–335, 2010.

PANDEY, C.; MAHAPATRA, M. Effect of long-term ageing on the microstructure and mechanical properties of creep strength enhanced ferritic p91 steel. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, v. 69, n. 139, p. 1657–1673, 2016.

PAUL, V.; SAROJA, S.; VIJAYALAKSHMI, M. Microstructural stability of modified 9cr-1mo steel during long term exposures at elevated temperatures. *Journal of Nuclear Materials*, v. 378, n. 3, p. 273–281, 2008.

PECKNER, D.; BERNSTEIN, I. M. *Handbook of Stainless Steels*. 1. ed. New York: McGraw-Hill, 1977.

PENG, Z.; LIU, S.; YANG, C.; CHEN, F.; PENG, F. The effect of phase parameter variation on hardness of p91 components after service exposures at 530–550 c. *Acta Materialia*, v. 143, p. 141–155, 2018.

- POTIRNICHE, G. A numerical strip-yield model for the creep crack incubation in steels. *Journal of ASTM International*, v. 9, n. 3, p. 1–3, 2012.
- POTIRNICHE, G. A closure model for predicting crack growth under creep-fatigue loading. *International Journal of Fatigue*, v. 125, p. 58–71, 2019.
- PRASAD, S.; RAJKUMAR, V.; KC, H. Numerical simulation of precipitate evolution in ferritic–martensitic power plant steels. *Calphad*, v. 36, p. 1–7, 2012.
- PRAT, O.; GARCIA, J.; ROJAS, D.; CARRASCO, C.; KAYSSER-PYZALLA, A. R. Investigations on coarsening of mx and m23c6 precipitates in 12resistant steels assisted by computational thermodynamics. *Materials Science and Engineering: A*, v. 527, n. 21-22, p. 5976–5983, 2010.
- RAMIREZ, J.; POTIRNICHE, G.; SHABER, N.; TAYLOR, M.; PUGESEK, H.; STEPHENS, R.; CHARIT, I. The influence of plasticity-induced crack closure on creep-fatigue crack growth in two heat-resistant steels. *International Journal of Fatigue*, v. 125, p. 291–298, 2019.
- RICE, J. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *Journal of applied mechanics*, v. 35, n. 2, p. 379–386, 1968.
- SADANANDA, K.; P., S. Creep crack growth in udimet 700. *Metall. Trans.*, v. 9A, p. 79–84, 1978.
- SALIFU, S.; DESAI, D.; KOK, S. Numerical investigation of creep-fatigue interaction of straight p91 steam pipe subjected to start-up and shutdown cycles. *Materials Today: Proceedings*, v. 38, p. 1018–1023, 2021.
- SALLES, S. *Conclusão da usina nuclear Angra 3 custará mais que o orçamento de 24 capitais*. 2022. 02 de fevereiro de 2022. Disponível em: <<https://www.cnnbrasil.com.br/business/conclusao-da-usina-nuclear-angra-3-custara-mais-que-o-orcamento-de-24-capitais>>.
- SALLES, S. *Petrobras busca investidores para o Polo GasLub em Itaboraí, no Rio de Janeiro*. 2022. 20 de julho de 2022. Disponível em: <<https://www.cnnbrasil.com.br/business/petrobras-busca-investidores-para-o-polo-gaslub-em-itaborai-no-rio-de-janeiro>>.
- SAMANT, S.; SINGH, V.; SINGH, N. Effect of tempering and rolling on fatigue crack growth behavior of modified 9cr-1mo steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, v. 27, p. 5898–5912, 2018.
- SANDSTRÖM, R. *Creep strength of austenitic stainless steels for boiler applications*. In: *Coal power plant materials and life assessment*. 1. ed. [S.l.]: Woodhead Publishing, 2014. 127-146 p.
- SANDSTRÖM, R.; FAROOQ, M.; IVARSSON, B. Influence of particle formation during long time ageing on mechanical properties in the austenitic stainless steel 310. *Materials at High Temperatures*, v. 29, n. 1, p. 1–7, 2012.
- SANDSTRÖM, R.; FAROOQ, M.; LUNDBERG, M. Precipitation during long time ageing in the austenitic stainless steel 310. *Materials at High Temperatures*, v. 29, n. 1, p. 8–16, 2012.

- SAWADA, K.; KUSHIMA, H.; TABUCHI, M.; KIMURA, K. Microstructural degradation of gr. 91 steel during creep under low stress. *Materials Science and Engineering: A*, v. 528, n. 16-17, p. 5511–8, 2011.
- SAWADA, K.; TANEIKE, M.; KIMURA, K.; ABE, F. Effect of nitrogen content on microstructural aspects and creep behavior in extremely low carbon 9cr heat-resistant steel. *ISIJ international*, v. 44, n. 7, p. 1243–9, 2004.
- SAXENA, A. Creep crack growth under non-steady-state conditions. *Fracture Mechanics*, ASTM International, v. 17, 1986.
- SAXENA, A. Creep and creep–fatigue crack growth. *International Journal of Fracture*, ASTM International, v. 191, p. 31–51, 2015.
- SHABER, N.; STEPHENS, R.; RAMIREZ, J.; POTIRNICHE, G.; TAYLOR, M.; I., C.; PUGESEK, H. Fatigue and creep-fatigue crack growth in alloy 709 at elevated temperatures. *Materials at High Temperatures*, v. 36, n. 62, p. 562–74, 2019.
- SHI, L.; NORTHWOOD, D. Creep of an aisi 310 type stainless steel and its numerical simulation using the Öström-lagneborg creep model. *Acta Metallurgica et Materialia*, v. 41, n. 12, p. 3393–3400, 1993.
- SHIGEYAMA, H.; SUGIURA, R.; MATSUZAKI, T.; JR., A. Y. Micro- and macro-creep damage formation for p92 under multiaxial stress related to circular notched specimen. *Materials Science and Technology*, v. 30, n. 1, p. 43–49, 2013.
- SHIM, J.; KOZESCHNIK, E.; JUNG, W.; LEE, S.; KIM, D.; SUH, J. Numerical simulation of long-term precipitate evolution in austenitic heat-resistant steels. *CALPHAD: Comput Coupling Phase Diagrams Thermochem*, v. 34, p. 105–112, 2010.
- SHIRAI, Y.; YOKOBORI, A.; SUGIURA, R.; FUKUDA, T.; MATSUMOTO, D.; ISHIKAWA, H.; ITO, K. The effect of load frequency on the temperature dependence of fracture life of notched specimens for 9-12cr steel under creep-fatigue conditions. *ASME 2015 Pressure Vessels and Piping Conference*, p. V06AT06A050–V06AT06A050, 2015.
- SHLYANNIKOV, N.; TUMANOV, V.; BOYCHENKO, V. A creep stress intensity factor approach to creep–fatigue crack growth. *Eng Fract Mech*, v. 142, p. 201–19, 2015.
- SINGH, S.; SINGH, A.; KUMAR, M.; MEENA, M.; DANGAYACH, G. Dissimilar metal welds used in ausc power plant, fabrication and structural integrity issues. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, v. 1017, n. 1, p. 012022, 2021.
- SOLANKI, K.; DANIEWICZ, S.; NEWMAN, J. Finite element modeling of plasticity-induced crack closure with emphasis on geometry and mesh refinement effects. *Engineering Fracture Mechanics*, v. 70, n. 12, p. 1475–89, 2003.
- SOURMAIL, T. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels. *Materials science and technology*, v. 17, n. 1, p. 1–14, 2001.
- SOUZA, C.; ABREU, H.; TAVARES, S.; REBELLO, J. The σ phase formation in annealed uns s31803 duplex stainless steel: texture aspects. *Materials Characterization*, v. 59, n. 9, p. 1301–1306, 2008.

- STEPHENS, R.; FATEMI, A.; STEPHENS, R.; FUCHS, H. *Metal Fatigue in Engineering*. 2. ed. New York: Wiley-Interscience, 2001.
- STRAUMAL, B. B.; GORNAKOVA, A. S.; KOGTENKOVA, O. A.; PROTASOVA, S. G.; SURSAEVA, V. G.; BARETZKY, B. Continuous and discontinuous grain-boundary wetting in Zn-10Al. *Physical Review B*, v. 78, n. 5, p. 054202, 2008.
- TAKAHASHI, Y. Study on creep-fatigue evaluation procedures for high-chromium steels—part i: Test results and life prediction based on measured stress relaxation. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, v. 85, n. 6, p. 406–22, 2008.
- TANEIKE, M.; SAWADA, K.; ABE, F. Effect of carbon concentration on precipitation behavior of M₂₃C₆ carbides and M_x carbonitrides in martensitic 9Cr steel during heat treatment. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 35, n. 4, p. 1255–62, 2004.
- TAUB, A. I.; FLEISCHER, R. L. Intermetallic compounds for high-temperature structural use. *Science*, v. 243, n. 4891, p. 616–621, 1989.
- TAVARES, S. S. M.; MOURA, V.; COSTA, V. C. D.; FERREIRA, M. L. R.; PARDAL, J. M. Microstructural changes and corrosion resistance of AISI 310S steel exposed to 600–800 °C. *Materials Characterization*, v. 60, n. 6, p. 573–578, 2009.
- TEDMON, C.; VERMILYEA, D.; ROSOLOWSKI, J. Intergranular corrosion of austenitic stainless steel. *J Electrochem Soc*, v. 118, p. 192–202, 1971.
- TRINDADE, O. *Com 13 novas termelétricas, região Norte produzirá mais energia que Itaipu*. 2022. 03 de julho de 2022. Disponível em: <<https://www.jornalterceiravia.com.br/2022/07/03/com-13-novas-termeletricas-regiao-norte-produzira-mais-energia-que-itaipu>>.
- VAGARALI, S. S.; LANGDON, T. G. Deformation mechanisms in h.c.p. metals at elevated temperatures—ii. creep behavior of a Mg-0.8Al alloy. *Acta Metallurgica*, v. 30, n. 6, p. 1157–1170, 1982.
- VIHERKOSKI, M.; HUTTUNEN-SAAKIVIRTA, E.; ISOTAHDON, E.; UUSITALO, M.; TIAINEN, T.; KUOKKALA, V. The effect of aging on heat-resistant cast stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*, v. 589, p. 189–198, 2014.
- VISWANATHAN, R.; PURGERT, R.; RAO, U. Materials technology for advanced coal power plants. *1st Int. Conf. on 'Super-high strength steels'*, Rome, 2005.
- WANG, X.; XU, Q.; YU, M.; HU, L.; LIU, H.; REN, Y. Laves-phase evolution during aging in 9Cr-1.8W-0.5Mo-VNb steel for use power plants. *Materials Chemistry and Physics*, v. 163, p. 219–228, 2015.
- WAREING, J. Creep-fatigue interaction in austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 8, n. 5, p. 711–21, 1977.
- XIAO, X.; LIU, G.; HU, B.; WANG, J.; MA, W. Coarsening behavior for M₂₃C₆ carbide in 12Cr study combined with DICTRA simulation. *Journal of Materials Science*, v. 48, p. 5410–5419, 2013.
- YADAV, H.; BALLAL, A.; THAWRE, M.; VIJAYANAND, V. Creep studies of cold worked austenitic stainless steel. *Procedia Structural Integrity*, v. 14, p. 605–611, 2019.

- YAN, W.; WANG, W.; SHAN, Y.; YANG, K. Microstructural stability of 9–12fer-rite/martensite heat-resistant steels. *Frontiers of Materials Science*, v. 7, n. 1, p. 1–27, 2013.
- YANG, Y.; LI, C.; WANG, N.; YANG, Z. Progress and prospects of innovative coal-fired power plants within the energy internet. *Global Energy Interconnection*, v. 2, n. 2, p. 60–79, 2019.
- YOKOBORI, A. Difference in the creep and creep crack growth behaviour between creep ductile and brittle materials. *Engineering fracture mechanics*, v. 62, n. 1, p. 61–78, 1999.
- YOKOBORI, A.; KAJI, Y.; KURIYAMA, T. Damage progression behavior under high temperature creep and fatigue conditions, advances in fracture research. *Proc. ICF*, v. 10, 2001.
- YOKOBORI, A.; SUGIURA, R.; SAKAMOTO, A.; JINNO, K.; NONAKA, I.; MATSUZAKI, T. Characterisation of creep–fatigue crack growth behaviour for alloy 617 on circular notched specimen. *Materials at High Temperatures*, v. 32, n. 3, p. 340–346, 2015.
- YOKOBORI, A.; SUGIURA, R.; TAKEUCHI, H.; OZEKI, G.; ISHIDA, A.; KOBAYASHI, D.; HOSONO, S. Law of fracture life for directionally solidified and poly-crystal nickel-base super alloys (cm247lc and in100) under creep–fatigue conditions based on non-equilibrium science. *Strength, Fracture and Complexity*, v. 8, n. 1, p. 25–44, 2013.
- YOKOBORI, A.; T., Y. New concept to crack growth at high temperature creep and creepfatigue. *Advances in Fracture Research*, v. 2, p. 1723–1735, 1989.
- YOKOBORI, A.; TOMIZAWA, H.; SAKATA, H.; KAKO, T.; KURIYAMA, T. Representation of the displacement rate between the loading points in terms of applied stress and temperature and its relation to creep crack growth rate, c, p and q parameters. *Engineering Fracture Mechanics*, v. 28, n. 5-6, p. 805–816, 1987.
- YOKOBORI, A.; YOKOBORI, T.; TOMIZAWA, H.; SAKATA, H. Parametric representation of crack growth rate under creep, fatigue and creep-fatigue interaction at high temperatures. *Journal of Engineering Materials and Technology*, v. 105, n. 1, p. 13–15, 1983.
- YOKOBORI, A. T.; AKAISHI, K.; SUGIURA, R.; KOBAYASHI, D. Theoretical representation of a characteristic curved surface for the life of fracture under the condition of high temperature creep and fatigue interaction based on non-equilibrium science. *Strength, fracture and complexity*, v. 2, n. 2, p. 35–45, 2004.
- YOUSEFI, M.; FARGHADIN, M.; FARZADI, A. Investigate the causes of cracks in welded 310 stainless steel used in the flare tip. *Engineering Failure Analysis*, v. 53, p. 138–147, 2015.
- YU, X.; BABU, S.; TERASAKI, H.; KOMIZO, Y.; YAMAMOTO, Y.; SANTELLA, M. Correlation of precipitate stability to increased creep resistance of cr–mo steel welds. *Acta Materialia*, v. 61, n. 6, p. 2194–206, 2013.
- ZHANG, Z.; DUAN, Y.; WANG, S.; CHEN, J.; WANG, A.; MAO, X.; HU, Z. Nanoindentation behavior and creep-induced cracking of long-term crept austenitic steel at 650° c. *Journal of Iron and Steel Research International*, p. 1–11, 2023.

ZHANG, Z.; HU, Z.; SCHMAUDER, S.; ZHANG, B.; WANG, Z. Low cycle fatigue properties and microstructure of p92 ferritic-martensitic steel at room temperature and 873 k. *Materials Characterization*, v. 157, p. 109923, 2019.

ZHANG, Z.; HU, Z.; TU, H.; SCHMAUDER, S.; WU, G. Microstructure evolution in hr3c austenitic steel during long-term creep at 650c. *Materials Science and Engineering: A*, v. 681, p. 74–84, 2017.

ZHENG, P.; LI, Y.; ZHANG, J.; SHEN, J.; NAGASAKA, T.; MUROGA, T.; ABE, H. On the thermal stability of a 9cr-ods steel aged at 700° c up to 10000 h-mechanical properties and microstructure. *Materials Science and Engineering: A*, v. 783, p. 139292, 2020.

ZHOU, X.; LIU, C.; YU, L.; LIU, Y.; LI, H. Phase transformation behavior and microstructural control of high-cr martensitic/ferritic heat-resistant steels for power and nuclear plants: A review. *Journal of Materials Science Technology*, v. 31, n. 3, p. 235–242, 2015.

ZHOU, X.; SHEN, Y. Z.; SHI, T. T.; JI, B.; XU, Z. Q. Identification of m6c carbides forming during short-term creep in 11cr-3w-3covnbtand ferritic/martensitic steel. *Solid State Phenomena*, v. 298, p. 3–12, 2019.

ZRNÍK, J.; SEMENAK, J.; VRCHOVINSKÝ, V.; WANGYAO, P. Influence of hold period on creep–fatigue deformation behaviour of nickel base superalloy. *Materials Science and Engineering: A*, v. 319, p. 637–642, 2001.