

BR7701071



**A FRAGILIDADE DO REVENIDO REVERSÍVEL EM ENSAIOS  
DE TRAÇÃO À TEMPERATURA AMBIENTE**

**Ney Freitas de Quadros  
Ubirajara Quaranta Cabral**

**PUBLICAÇÃO IEA 439  
CMN 61**

**OUTUBRO/1976**

**A FRAGILIDADE DO REVENIDO REVERSÍVEL EM ENSAIOS  
DE TRAÇÃO À TEMPERATURA AMBIENTE**

**Ney Freitas de Quadros**  
**Ubirajara Quaranta Cabral**

**COORDENADORIA DE METALURGIA NUCLEAR**  
**(CMN)**

**INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA**  
**SÃO PAULO - BRASIL**

**APROVADO PARA PUBLICAÇÃO EM ABRIL/1976**

#### **CONSELHO DELIBERATIVO**

**Eng<sup>o</sup> Hécio Modesto de Costa**  
**Eng<sup>o</sup> Ivano Humbert Marchesi**  
**Prof. Admar Cervellini**  
**Prof. Sérgio Mascarenhas de Oliveira**  
**Dr. Klaus Reinach**  
**Dr. Roberto D'Utra Vaz**

#### **SUPERINTENDENTE**

**Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Pieroni**

**INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA**  
**Caixa Postal 11.049 (Pinheiros)**  
**Cidade Universitária "Armando de Salles Oliveira"**  
**SÃO PAULO - BRASIL**

---

**NOTA: Este trabalho foi conferido pelo autor depois de composto e sua redação está conforme o original, sem qualquer correção ou mudança.**

# A FRAGILIDADE DO REVENIDO REVERSÍVEL EM ENSAIOS DE TRAÇÃO A TEMPERATURA AMBIENTE<sup>(1) (\*)</sup>

Ney Freitas de Quadros<sup>(2)</sup> e  
Jubirajara Quaranta Cabral<sup>(3)</sup>

## RESUMO

Foram efetuados ensaios de tração em corpos-de-prova sem entalhe a temperatura ambiente e três velocidades de deformação:  $2,5 \times 10^{-4}$ ;  $2,5 \times 10^{-3}$ ; e  $1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  em um aço de baixa liga Ni-Cr-Mo com a finalidade de se observar a variação de suas propriedades mecânicas com o fenômeno da fragilidade do revenido reversível (FRR). As amostras fragilizadas apresentaram uma susceptibilização de  $50^\circ\text{C}$  em um tratamento térmico a  $500^\circ\text{C}$  durante 48 h. Os ensaios mostraram que a velocidade de deformação de  $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  existem diferenças significativas (através de um critério estatístico) entre os alongamentos do material no estado estrutural frágil e nos estados não frágil e regenerado. Fez-se uma pequena revisão sobre a fragilidade do revenido reversível e sugeriu-se uma hipótese para o mecanismo do fenômeno.

## 1 - INTRODUÇÃO

A FRR é um fenômeno verificado em aços que, após tempera, são tratados termicamente em uma faixa determinada de temperaturas (geralmente entre  $400$  e  $600^\circ\text{C}$ ), ou são resfriados lentamente nesta faixa após revenido em temperaturas acima de  $600^\circ\text{C}$ <sup>(4,1,18,39,22.6)</sup>.

Greaves e Jones<sup>(13)</sup>, em 1920, estabeleceram uma técnica eficiente para o estudo da fragilidade de revenido reversível, através da qual conseguiram separar os efeitos da transformação responsável pelo fenômeno. Greaves<sup>(12)</sup> e Greaves et al<sup>(14)</sup>, um ano antes, haviam tentado medir a susceptibilidade à FRR em um aço Ni-Cu em ensaios de tração à temperatura ambiente, não obtendo sucesso. No entanto, submetendo as amostras a ensaios de impacto, lograram obter uma "razão de susceptibilização", que, mais tarde, seria criticada por Jolivet e Vidal<sup>(20)</sup>, os quais estabeleceram um método correto de medir a sensibilidade de um aço à fragilização, que consistia no levantamento das curvas de transição do material no estado não-frágil e fragilizado. Logo depois, Hollomon<sup>(18)</sup>, fazendo uma das melhores revisões sobre o assunto, mostra a importância do levantamento das curvas de transição para o estudo do fenômeno, analisando ainda o trabalho de Lea e Arnold<sup>(19,18)</sup>, que haviam realizado ensaios à temperatura ambiente sem obter maior sucesso que Greaves<sup>(12)</sup>.

Ainda em 1945, Vidal<sup>(32)</sup> observou-se que a grandeza que media o grau de fragilização passava por um máximo a altas temperaturas (cerca de  $575^\circ\text{C}$ ). Em 1953, Preece e Carter<sup>(28)</sup> encontraram os mesmos resultados para aços de alta pureza (contendo fósforo); estas observações levaram-nos a pensar em um efeito de superenvelhecimento. No entanto, em 1957, Powers<sup>(27)</sup> determinou quantitativamente a reversão do tratamento de fragilização após um aquecimento de aços susceptibilizados a temperaturas

(1) Contribuição Técnica nº 1226 Apresentada ao XXIX Congresso Anual da ABM; Porto Alegre RS; julho de 1974.

(2) Membro de ABM. Engenheiro Industrial Metalúrgico; Mestre em Ciências; Pesquisador Sênior da Coordenadoria de Metalurgia Nuclear do Instituto de Energia Atômica; São Paulo SP.

(3) Membro de ABM. Engenheiro de Minas e Metalurgia; Doutor em Ciências; Chefe do Programa de Metalurgia e Ciências dos Materiais da COPPE/UFRJ; Rio de Janeiro RJ

(\*) Laureado com o Prêmio Morro do Niquel de 1975.

acima de 600°C. Estava assim determinado o caráter reversível da fragilidade do revenido, o qual já havia sido relatado em 1919 por Greaves (op. cit.) Na figura 1, N representa um aço que sofreu um revenido a 630°C, F representa o mesmo aço após fragilização e R o material "regenerado" após um reaquecimento a 630°C. Woodfine<sup>(38)</sup> também havia mostrado que um tratamento de revenido prolongado, a altas temperaturas, reduz a susceptibilidade do aço a um tratamento de fragilização posterior.

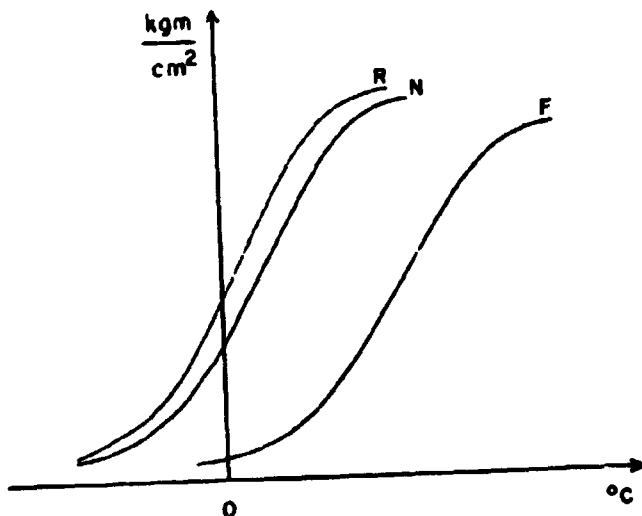


Figura 1 – Curva de impacto para os três estados estruturais: N – não frágil; R – regenerado; F – fragilizado.

Uma característica fundamental do fenômeno da fragilidade do revenido reversível (FRR) é que a fratura de um material susceptibilizado apresenta-se essencialmente intergranular<sup>(4,22,10)</sup>, principalmente em ensaios de tração a baixas temperaturas<sup>(10)</sup>. Por esta razão, as teorias que procuram explicar o fenômeno baseiam-se sempre em um mecanismo que possa explicar um enfraquecimento da coesão entre os grãos, em suma, que possa explicar a transição do modo da fratura, de transgranular (material não susceptibilizado) para intergranular (material fragilizado) Isto deu origem as duas correntes teóricas mais importantes: (a) A causa primordial da FRR seria uma precipitação de uma nova fase nos contornos de grão dos aços fragilizados<sup>(18,20)</sup>; (b) A FRR seria resultado de uma segregação de determinados elementos para os contornos de grão<sup>(4,39,22,23)</sup>

Alguns autores<sup>(4,6,28,23,40,26,24)</sup> analisaram o mecanismo da precipitação concluindo que não respondia algumas questões fundamentais, além de não se ter uma evidência direta de precipitados em contornos de grãos.

Quanto ao segundo mecanismo, desde que foi aventado por McLean e Northcott<sup>(23)</sup>, muitas são as evidências favoráveis. Woodfine<sup>(39,38)</sup> mostrou que certos reagentes atacavam seletivamente os contornos de grãos da antiga austenita em aços fragilizados, o que seria uma evidência indireta da segregação de alguns elementos para esta região. Inman e Tipler<sup>(19)</sup>, em 1958, mostraram uma evidência direta da segregação de fósforo para os contornos de grão de um aço fragilizado. No entanto, Woodfine<sup>(39)</sup> não concordava com a teoria de uma segregação de equilíbrio<sup>(23)</sup>, propondo uma modificação para uma dupla segregação; a primeira se verificando durante a austenitização e a segunda no tratamento de fragilização. Outros autores<sup>(2,3)</sup> propuseram uma segregação não em equilíbrio, cuja força motriz seria um fluxo contráctil de lacunas dos contornos do grão, que, através de interações com as discordâncias, multiplicando-as, causaria um endurecimento do contorno de grão. Westbrook e Wood<sup>(35,36)</sup> mostraram que a segregação de átomos solutos para os contornos de grãos causaria uma

fragilização local por um simples mecanismo de endurecimento por solução sólida. Capus<sup>(6)</sup> propôs uma teoria que também envolve uma segregação dupla. Em resumo, até 1968, aceitava-se que o mecanismo da fragilidade do revenido reversível estaria ligada a uma segregação de átomos (quer fossem de elementos de liga, quer fossem de impurezas) para os contornos de grão da antiga austenita; o que estava em desacordo, e que, até agora, não foi resolvido<sup>(25)</sup>, é como esta segregação funciona para causar o enfraquecimento dos contornos de grãos.

A partir de 1968, Harris<sup>(16,17)</sup>, desenvolvendo uma técnica de análise através da emissão de elétrons Auger, utilizada anteriormente por Lander<sup>(21)</sup>, demonstrou definitivamente que a segregação para os contornos de grão realmente ocorre, e se dá durante o tratamento de fragilização, o que foi confirmado por outros autores<sup>(33,34,15)</sup>.

Uma vez estabelecido que a segregação de impurezas e de elementos de liga para os contornos de grão em aços fragilizados é a fonte primária da FRR, restaria citar quais os elementos que interferem no mecanismo do fenômeno. Uma vez que já foram citadas inúmeras revisões, que estudam exaustivamente o assunto, far-se-á apenas um ligeiro apanhado sobre estes elementos, remetendo-se o leitor principalmente aos trabalhos de Low<sup>(22)</sup> e de Narayan e Murphy<sup>(25)</sup> para uma idéia mais completa sobre a função de cada um deles no mecanismo da fragilidade do revenido reversível (FRR) (\*).

#### Elementos que promovem a FRR

- Aumentam notavelmente o  $\Delta T$  - antimônio, fósforo (quando em interação com manganês e silício, ou níquel e cobre).
- Aumentam bastante o  $\Delta T$  - fósforo, samário, arsênio, manganês (quando em interação com silício), silício (quando em interação com manganês), molibdênio (quando em teores acima de 0,75%).
- Aumentam o  $\Delta T$  - vanádio (quando em interação com menos de 0,75% Mo, aumenta o efeito benéfico deste), boro, silício, enxofre, cromo (quando em interação com Ni-Mo-V), nitrogênio<sup>(30)</sup>, titânio.

#### Elementos que não influenciam a FRR (ou cujo efeito é muito discutível)

- Alumínio, cobre, germânio e bismuto.

#### Elementos que inibem a FRR

- Reduzem bastante o  $\Delta T$  - molibdênio, até 0,75% (em quantidades maiores aumenta o  $\Delta T$ ), vanádio (quando em interação com o molibdênio).
- Reduzem o  $\Delta T$  - zircônio (entre 0,05 e 0,5%), neodímio (entre 0,15 e 0,25%), terras raras em geral, mischmetal (50% Ce-Na-Nd), lantânio.

Alguns autores<sup>(13,14)</sup> estudaram o comportamento de um aço fragilizado em ensaios de tração em comparação ao material não-fragilizado, não tendo observado diferenças significativas entre as grandezas explicitadas pelo ensaio. Woodfine<sup>(39)</sup> cita que, em ensaios de tração à baixa temperatura um aço fragilizado havia apresentado uma estrição menor e que, em aço que sofreu uma fragilização muito severa, o mesmo aconteceu. Em 1967, Cabral<sup>(4)</sup> realizou ensaios de tração à temperatura de 300°C e a

(\*) Um dos grandes problemas a ser explicado por uma teoria completa da FRR é a definição do papel do molibdênio.

uma velocidade de deformação de aproximadamente  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , encontrando diferenças significativas entre a estrição e o alongamento do material nos estados frágil e não-frágil, atribuindo este fato a um mecanismo de interação de átomos intersticiais (carbono e nitrogênio) com as discordâncias: a esta temperatura, apenas os átomos intersticiais têm energia de ativação suficiente para se moverem com as discordâncias<sup>(1)</sup>.

Em 1968, Carr et al.<sup>(7)</sup> realizaram uma série de ensaios de tração a várias temperaturas ( de  $-196$  a  $200^\circ\text{C}$ ), sem citar a velocidade de deformação usada, constatando algumas diferenças no alongamento na tensão de fratura, no limite de resistência e em algumas tensões a deformações de 0,19%. No entanto, não se preocuparam muito em fazer um estudo estatístico mais pormenorizado para determinar quais os níveis de confiança e qual o desvio padrão de cada grandeza, de maneira que não se pode afirmar que as diferenças encontradas são significativas. Contudo, grosseiramente, pode-se dizer que a fragilização afeta as propriedades mecânicas de alguns aços, o que foi confirmado recentemente por Viswanathan e Sherlock<sup>(34)</sup> em relação à estrição à temperatura ambiente, de alguns aços ao Ni-Cr-Mo-V, que encontraram estrições da ordem de 50% menores que nos mesmos aços não fragilizados. Infelizmente estes autores também não relataram a velocidade de deformação em que foram realizados os ensaios.

Esta contribuição é parte de um estudo sistemático sobre ensaios de tração a várias temperaturas e a várias velocidades de deformação em corpos-de-prova sem entalhe. Serão apresentados apenas os ensaios realizados à temperatura ambiente, a velocidades de deformação que variaram entre  $2,5 \times 10^{-4}$  e  $1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

## 2 – MATERIAIS E MÉTODOS

Usou-se um aço ao Ni-Cr-Mo, SAE 4340, recebido em forma de barras de 19 mm de diâmetro. As análises químicas e espectrográficas de raios-X revelaram a seguinte composição em peso: 0,39% C; 0,26% Si; 0,68% Mn; 0,015% Al; 0,032% P; 0,23% Mo; 0,74% Cr; 1,81% Ni; 0,009% S e 0,08% Cu.

A austenitização foi realizada em um forno de mufla à temperatura de  $850^\circ \pm 30^\circ\text{C}$ , durante 1 h, e os corpos-de-prova foram resfriados ao óleo, resultando uma estrutura completamente martensítica, como pode ser observado na figura 2.

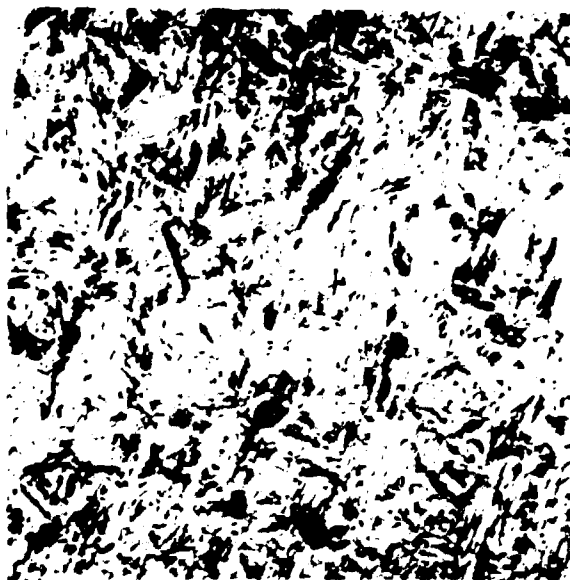


Figura 2 – Aço SAE 4340 temperado. Aumento de 915 X.

O primeiro tratamento de revenido foi realizado num forno a banho de sal (semi-muffa) a  $630^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ , durante 1 h, usando-se um sal neutro; o tratamento de fragilização (revenido) foi realizado a  $500^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  durante 48 h, em outro forno a banho de sal, usando-se um sal FS-230 da Brasimet; o tratamento de regeneração foi exatamente igual ao primeiro revenido. A seqüência dos tratamentos está mostrada na figura 3. Em resumo, todos os corpos-de-prova foram temperados e submetidos ao primeiro revenido ( $630^{\circ}$ ), tendo sido resfriados ao óleo após o citado tratamento, a fim de "congelar" a estrutura característica de cada revenido (letra N, figura 3). A seguir, dois terços do lote foram submetidos a um segundo revenido ( $500^{\circ}\text{C}$  durante 48 h), a fim de fragilizar o material (letra F, fig. 3) tendo sido resfriados ao óleo. Finalmente, foi realizado o terceiro revenido sobre a metade das amostras fragilizadas, a  $630^{\circ} \pm 10^{\circ}\text{C}$ , durante 1 h, seguido de resfriamento ao óleo, obtendo-se assim o material no estado regenerado (R, figura 3).

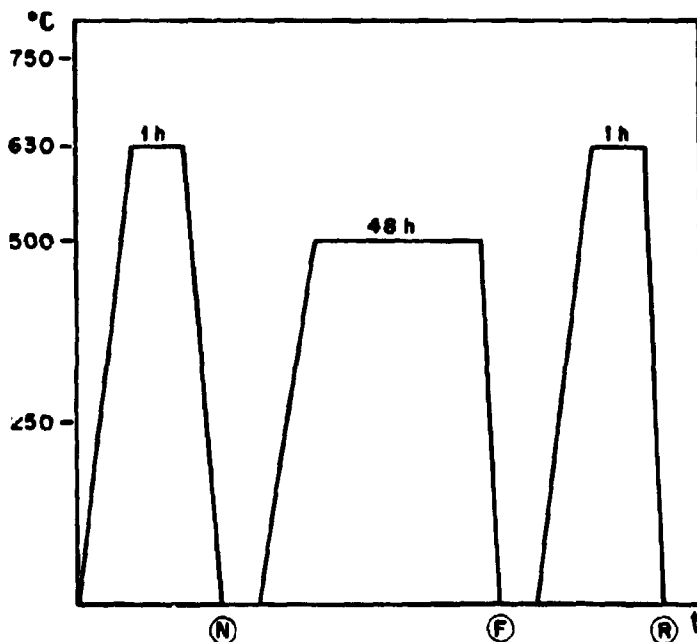


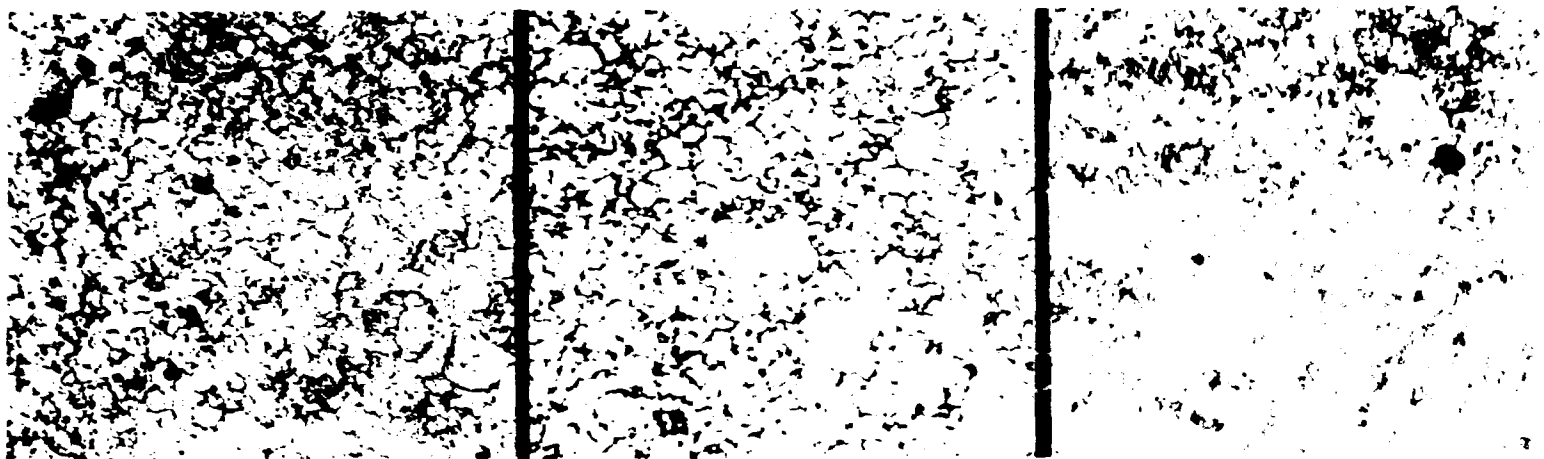
Figura 3 - Esquema de uma série de tratamentos térmicos efetuados.

Foram retiradas amostras do material nos três estados estruturais: não-frágil (N); frágil (F) e regenerado (R). Após a seqüência normal de lixamento, as amostras foram polidas em alumina até  $0,05\mu$ , desenvolvendo-se uma técnica de polimento diferencial de acordo com Woodfine<sup>(38)</sup>. As amostras foram atacadas com uma solução aquosa saturada de ácido pícrico durante 20 min e com picral saturado por mais 5 min. A figura 4 mostra, pela ordem, com aumento de 300 x: aço 4340 não-frágil; aço 4340 fragilizado e aço 4340 regenerado. Como pode ser observado, os contornos de grãos da antiga austenita aparecem mais atacados no material fragilizado, como se esperava<sup>(38,39,22)</sup>.

Ensaio de dureza foram realizados, usando-se cone de diamante, carga de 150 kgf e escala Rockwell C. Os resultados são uma média aritmética de 10 medidas em cada amostra; foram usados cinco corpos-de-prova para cada estado estrutural, verificando-se que, como era de se esperar<sup>(4,39,22)</sup>, não há diferenças significativas entre as durezas do material no estado não-frágil e fragilizado (Tabela I), sendo que o material regenerado apresenta uma tendência a uma menor dureza, uma vez que sofreu dois tratamentos térmicos a  $630^{\circ}$  durante 1 h, cada um, e o tratamento de fragilização ( $500^{\circ}\text{C}$ , 48 h).

Os ensaios de impacto foram realizados em uma máquina de 30 kgm. Para os ensaios à baixa temperatura usou-se uma câmara fria tipo Amslen e como meio refrigerante o nitrogênio líquido. Usou-se um corpo-de-prova tipo Charpy com entalhe em V<sup>(30)</sup>. Foram levantadas as curvas de transição





**Figura 4** – Aço SAE 4340 – à esquerda: martensita revenida, contornos de grãos austeníticos; no centro: o material fragilizado, contornos de grãos austeníticos; à direita: o mesmo material regenerado, quase não se notam os contornos nos grãos.

para os três estados estruturais do material. Os pontos de maior importância representam a média de três ensaios, enquanto os outros representam a média de dois ensaios.

**Tabela I**  
Resultados dos ensaios de dureza

Corpo-de-prova	Dureza Rc
Não frágil	29
Fragilizado	28
Regenerado	26

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina Instron de 10 t, usando-se uma célula de tensão GRM. O corpo-de-prova usado foi o padrão da Instron para ensaios a alta temperatura. As medidas, antes e após cada ensaio, foram tomadas através de um microscópio de medição Zeiss.

### 3 – RESULTADOS EXPERIMENTAIS

Curvas de transição do aço SAE 4340 – A tabela II apresenta os resultados dos ensaios de impacto e a figura 5 as curvas de transição para o aço SAE 4340 nos três estados estruturais.

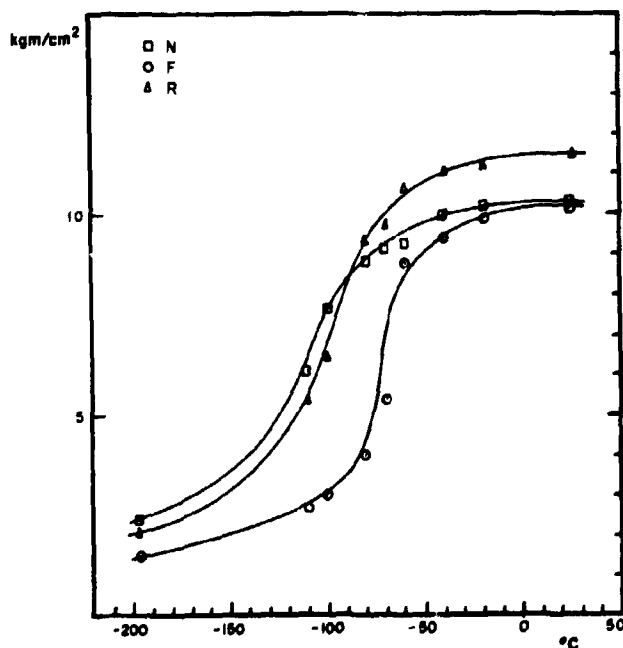


Figura 5 – Curvas de transição do aço SAE 4340.

Para a medida de susceptibilização do material escolheu-se um nível de energia absorvida (arbitrariamente) de 5 kgm/cm<sup>2</sup>. O grau de fragilização apresentou um valor de 50°C. A diferença de temperatura de transição entre o material frágil e o regenerado foi de 40°C (Figura 5).

**Tabela II**  
Resultados dos ensaios de impacto; valores médios

Temperatura do ensaio (°C)	Energia absorvida (kgm/cm <sup>2</sup> )		
	Não-frágil	Frágil	Regenerado
25	10,30	10,10	11,50
- 20	10,20	9,90	11,20
- 40	10,00	9,40	11,10
- 60	9,30	8,80	10,70
- 70	9,20	5,40	9,80
- 80	8,90	4,00	9,40
-100	7,70	3,00	6,50
-110	6,10	2,70	5,40
-196	2,40	1,50	2,10

**Ensaio de tração à temperatura ambiente** – A primeira preocupação foi determinar os critérios de significabilidade, o que foi realizado de acordo com Dieter<sup>(9)</sup> e Wine<sup>(37)</sup>, com algumas aproximações, devido ao escasso número de corpos de prova. Após determinar o desvio padrão para cada parâmetro, aplicou-se o fator de Student para pequenas amostragens. A tabela III mostra os resultados do desvio padrão para os níveis de confiança de 90%, 95% e 99% (respectivamente:  $S_{90}$ ,  $S_{95}$  e  $S_{99}$ ). Evidentemente, para que uma diferença possa ser tida como significativa, deve-se ter:  $D = 2 S$ , e por isto, estas diferenças, com o respectivo nível de confiança, foram colocadas na parte inferior da tabela.

**Tabela III**  
Desvios padrões e diferenças significativas entre os valores das características mecânicas determinadas pelos ensaios a 25°C

Parâmetro estatístico	Limite de escoamento (kg/mm <sup>2</sup> )	Limite de resistência (kg/mm <sup>2</sup> )	Alongamento (%)	Estricção (%)
S	2,00	2,13	0,56	1,66
$S_{90}$	1,80	1,92	0,51	1,49
$S_{95}$	2,30	2,45	0,65	1,91
$S_{99}$	3,35	3,85	1,01	2,99
$D_{90}$	3,60	3,84	1,02	2,98
$D_{95}$	4,61	4,90	1,30	3,82
$D_{99}$	7,22	7,70	2,02	5,98

Os estados não frágil, frágil e regenerado serão representados, respectivamente, pelas letras N, F e R, seguidos dos índices 1, 2 e 3, que significam, respectivamente, as seguintes velocidades de deformação:

$$1 - 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$$

$$2 - 2,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$$

$$3 - 1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$$

**Tabela IV**  
Propriedades mecânicas do aço SAE 4340

Amostra	Limite de escoamento (kg/mm <sup>2</sup> )	Limite de resistência (kg/mm <sup>2</sup> )	Alongamento (%)	Estricção (%)
N <sub>1</sub>	97,00	107,10	18,81	63,70
N <sub>2</sub>	95,21	104,60	15,17	67,59
N <sub>3</sub>	94,28	103,80	14,42	66,74
F <sub>1</sub>	88,82	100,90	15,10	64,26
F <sub>2</sub>	91,19	102,00	16,96	65,06
F <sub>3</sub>	88,54	99,41	15,53	65,76
R <sub>1</sub>	87,76	97,86	17,87	67,19
R <sub>2</sub>	86,20	97,07	18,81	68,31
R <sub>3</sub>	88,54	98,63	14,96	64,30

As figuras 8, 9, 10 e 11 apresentam os gráficos das propriedades mecânicas à temperatura ambiente. Pode-se observar que a estricção foi a única propriedade a não apresentar diferenças significativas entre o material frágil e não-frágil.

A figura 6 mostra o efeito da velocidade de deformação sobre o limite de escoamento do material nos três estados estruturais. A diferença entre os limites de escoamento (LE) do material frágil e a do não-frágil é de 8,12 kg/mm<sup>2</sup> à menor velocidade de deformação, admitindo um nível de confiança de 99%; o mesmo acontece entre o LE do material não-frágil e regenerado. Conclui-se que a esta velocidade de deformação, o ensaio efetuado pode evidenciar a FRR. A metade inferior da figura 8 mostra os resultados obtidos a 250°C, apenas para comparação.

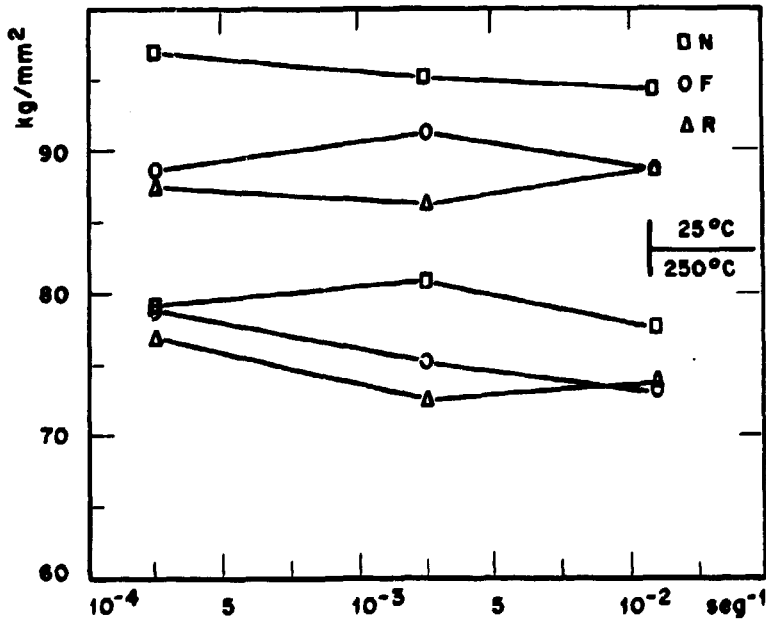


Figura 6 — Limite de escoamento versus velocidade de deformação a 25°C.

A figura 7 mostra a variação do LR com a velocidade de deformação. A única diferença encontrada entre o LR do material frágil e o LR do material não-frágil foi à menor velocidade de deformação, admitindo-se um nível de confiança de 95%, não sendo muito significativa

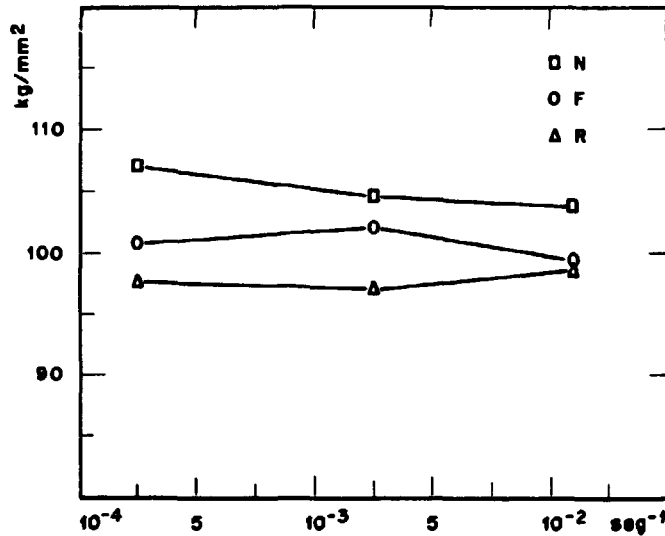


Figura 7 -- Limite de resistência versus velocidade de deformação a 25°C

A figura 8 apresenta a variação do alongamento com a velocidade de deformação. Observa-se que, à menor velocidade de deformação, o alongamento do material fragilizado é cerca de 20% menor que o do material não-frágil, admitindo um nível de confiança de mais de 99%. À velocidade intermediária, existe diferença significativa (mais de 99% de confiabilidade) apenas entre o material não-frágil e o regenerado.

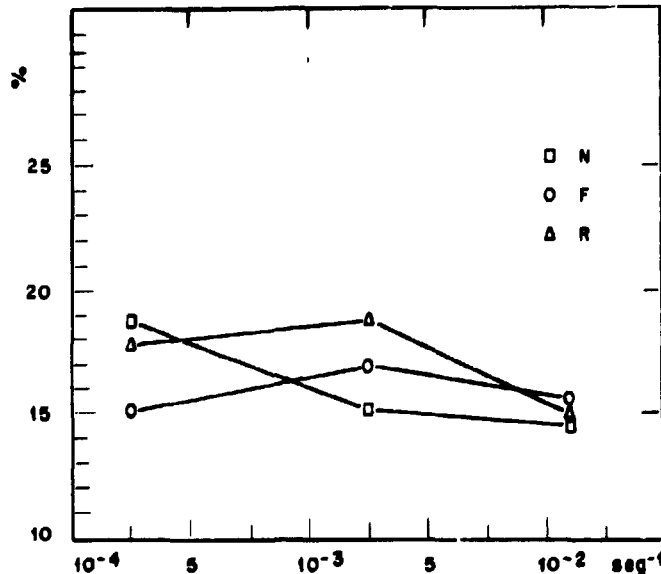


Figura 8 -- Alongamento versus velocidade de deformação a 25°C.

A estrição não apresenta diferenças significativas em nenhuma das três velocidades de deformação estudadas (Figura 9)

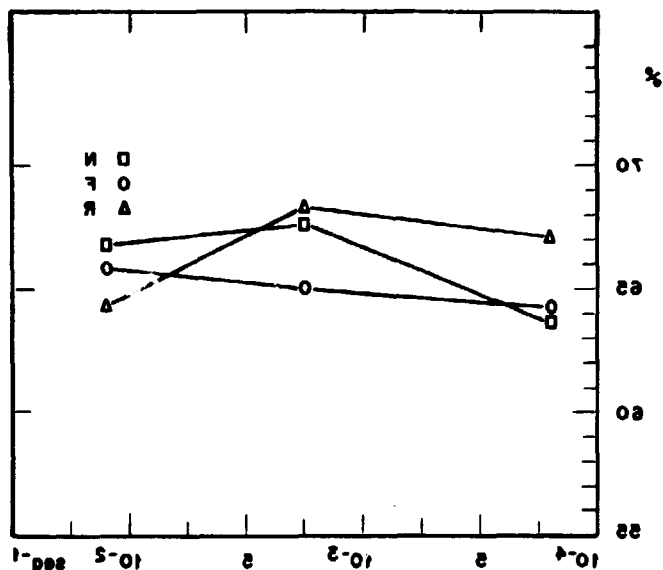


Figura 9 - Estricção versus velocidade de deformação a 25°C.

Determinou-se o coeficiente de encruamento  $n$  para o ensaio à velocidade de deformação de  $2,5 \times 10^{-4} s^{-1}$ , obtendo-se os valores:  $n_F = 0,1165$ ;  $n_N = 0,1090$ ; e  $n_R = 0,1098$ .

#### 4 - DISCUSSÃO

Da análise dos resultados experimentais conclui-se que o alongamento e o LE acusaram diferenças significativas, entre o material fragilizado e o não-frágil à menor velocidade de deformação usada. Estas diferenças só foram aceitas quando se tinha um grau de confiabilidade de mais de 99%, o que parece bastante razoável, mesmo levando em conta a pequena amostragem (a maior parte do ensaio era realizada com três corpos-de-prova, às vezes até com dois; ensaios foram realizados com 5 corpos-de-prova, a fim de se determinarem os parâmetros estatísticos).

Pelas figuras 4, 5 e 6 pode-se observar que o tamanho de grão da antiga austenita é o mesmo para os três estados estruturais, o que é fundamental para estudar-se o comportamento do material tanto no ensaio de impacto quanto no de tração<sup>(5)</sup>.

A tabela I mostra que as durezas são aproximadamente iguais. O material regenerado acusou uma tendência a ser menos resistente à indentação, o que era de se esperar, tendo em vista os tratamentos térmicos que sofreu.

A estricção não apresentou variações significativas em relação aos três estados estruturais, em nenhuma das velocidades de deformação estudadas, o que vem confirmar o que foi dito por outros autores<sup>(39,22,26)</sup>; isto porque o abaixamento na estricção só foi observado para casos de fragilização muito severa. Woodfine<sup>(39)</sup> submeteu um aço altamente fragilizado a ensaios de tração a 77K, encontrando uma grande redução na estricção do material fragilizado (de 57% no material não-frágil passou a 37% no material fragilizado). Como a 25°C não se obtiveram reduções significativas na estricção do material frágil, resolveu-se realizar ensaios a 77K, à velocidade de deformação de  $2,5 \times 10^{-4} s^{-1}$ , que tinha acusado um decréscimo bastante razoável do alongamento à temperatura ambiente. A tabela V apresenta os resultados destes ensaios. Como pode ser observado, apenas a estricção acusou uma diminuição significativa (de 47,79% passou a 40,12%), e assim mesmo, bem menor que a relatada por Woodfine (op. cit). Isto se deve ao fato de que o grau de fragilização obtido foi de apenas 50°C, enquanto que, no aço usado pelo pesquisador<sup>(39)</sup>, este grau era de 137°C.

**Tabela V**  
**Ensaio de Tração a 77°K, à velocidade de**  
**deformação de  $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$**

Amostra	Limite de escoamento (kg/mm <sup>2</sup> )	Limite de resistência (kg/mm <sup>2</sup> )	Alongamento (%)	Estricção (%)
N	134,63	144,87	17,09	47,79
F	131,00	143,95	16,62	40,12
R	129,45	139,53	17,33	44,61

Carr et al.<sup>(7)</sup> haviam realizado ensaios de tração a várias temperaturas em um aço SAE 3140, e, à temperatura ambiente, encontraram um abaixamento de cerca de 20% para 14,5% no alongamento do material fragilizado; a falha fundamental é que não citaram a velocidade de deformação em que o ensaio foi realizado (relataram apenas a velocidade de deslocamento do cabeçote móvel).

Utilizando-se a construção de Considère<sup>(31)</sup> verificou-se que o coeficiente de encruamento do material fragilizado era cerca de 7% maior que o do material não fragilizado, à velocidade de deformação menor. Isto indica que as discordâncias não se movem tão facilmente no material frágil quanto no não fragilizado.

Os resultados experimentais somados com a pequena revisão da literatura sobre a fragilidade do revenido reversível sugerem um novo mecanismo para o fenômeno. Em primeiro lugar, o limite de escoamento do material N é maior que o do material F, o que está de acordo com os tratamentos térmicos realizados. Como o LE representa aproximadamente a tensão necessária para o início do movimento das discordâncias, era de se esperar este resultado, uma vez que o material fragilizado está com os átomos solutos segregados nos contornos de grão, apresentando menos obstáculos (dentro dos grãos) para o início do movimento das discordâncias. Por outro lado, o alongamento tem mais a ver com a dificuldade imposta ao movimento das discordâncias até o momento da fratura; isto indica que o material F apresenta maiores obstáculos à movimentação destes defeitos, após iniciado o movimento, o que é confirmado pelo coeficiente de encruamento maior apresentado pelo mesmo à velocidade de deformação de  $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Os serrilhados que apareceram nas curvas tensão/deformação em todos os ensaios indicam a existência da atmosfera de Cottrell nos três estados estruturais<sup>(8)</sup>; a existência das atmosferas de Snoeck também é possível, uma vez que a velocidade de deformação é uma variável importante. Conclui-se que os átomos intersticiais são importantes em qualquer modelo que tente explicar o mecanismo da fragilidade do revenido reversível. A única diferença entre o material frágil e o não-frágil deve residir, portanto, nas interações destes átomos intersticiais com as discordâncias e com os outros átomos solutos.

Como se sabe, os elementos formadores de carbonetos como o manganês, cromo, molibdênio e vanádio, podem atrair átomos de carbono para suas vizinhanças<sup>(11)</sup>, formando verdadeiras "nuvens" em torno dos mesmos. Sugere-se então que o fenômeno da FRR esteja relacionado com um mecanismo de ordenação de curto alcance e aglomeração; os átomos intersticiais (carbono e nitrogênio), durante a fragilização a 500°C formariam estas "nuvens" em torno dos átomos substitucionais, que, por sua vez, seriam segregados para os contornos dos grãos reduzindo a energia superficial do contorno (e portanto a energia superficial de fratura intergranular)<sup>(6)</sup>, e, ao mesmo tempo, empobrecendo as atmosferas de Cottrell, o que facilitaria o início do movimento das discordâncias (menor LE). Quando as discordâncias se movem no plano de escorregamento provocam um rearranjo dos átomos neste plano, determinando uma ordenação de curto alcance e um aumento do coeficiente de encruamento. Low<sup>(22)</sup> mostrou que elementos como o molibdênio e o tungstênio em determinadas quantidades inibem a FRR. Elementos

deste tipo, embora com menor mobilidade a 500°C que os átomos de carbono e nitrogênio, podem ser o núcleo de 'nuvens' dos últimos. Por outro lado, acima de certas porcentagens, o molibdênio e tungstênio podem aumentar a susceptibilidade do material ao fenômeno. No primeiro caso eles diminuiriam a segregação dos intersticiais, assim como de átomos de manganês (por terem grande afinidade com o carbono, portanto com as nuvens de carbono em torno do molibdênio e do tungstênio) diminuindo assim a fragilização. No segundo caso, poderia haver uma saturação de vizinhos mais próximos em pares de átomos do tipo Mo-C, Mo-Mn, W-C, W-Mn, etc., e estes átomos passariam a formar pares do tipo Mo-Mo, Mn-Mn etc. (aglomeração), libertando parte dos intersticiais e aumentando a segregação tanto do molibdênio quanto do manganês, para o contorno dos grãos.

## CONCLUSÕES

É possível evidenciar o fenômeno da FRR em ensaios de tração à temperatura ambiente. A evidenciação do fenômeno depende da velocidade de deformação.

O alongamento e o limite de escoamento do aço SAE 4340 no estado frágil apresentaram diferenças significativas em relação ao material não-frágil.

Sugeriu-se um modelo para o mecanismo da FRR que torna possível explicar o papel do molibdênio sobre o fenômeno.

## AGRADECIMENTOS

O autor agradece ao Prof. Dr. Tharcisio Damy de Souza Santos, ao Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Pieroni e demais colegas do IEA o suporte necessário para a realização deste trabalho. Agradece à COPPE, ao BNDE e ao CNPq, que forneceram o suporte financeiro e sob cujos auspícios foi realizada a Tese de Mestrado.

## ABSTRACT

Tensile tests were carried out on unnotched test pieces at room temperature and three strain rates:  $2.5 \times 10^{-4}$ ,  $2.5 \times 10^{-3}$  and  $1.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  in a low alloy Ni-Cr-Mo steel to observe the variation in its mechanical properties with the occurrence of reversible temper brittleness. The brittle samples showed a sensitivity of 50°C in a 48 hour heat treatment at 500°C. The tests showed that at the strain rate of  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  there are statistically significant differences between the elongations of the material in the brittle and in the nonbrittle and regenerated states. A short review of reversible temper brittleness is given and a theory suggested for the mechanism.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ADENIS, D. & BLANCHARD, P. *Fragilité et fragilisation des métaux et alliages*. Paris, Dunod, 1963.
2. AINSLIE, N. G. et alii. Sulfur segregation at alpha-iron grain boundaries. 2. *Acta metall.*, Toronto, **8**:528-38, 1960.
3. BRAMMAR, I. S. & HONEYCOMBE, R. W. K. Formation of sulphides at grain boundaries in some pure iron alloys. *J. Iron Steel Inst.*, London, **202**:335-42, 1964.
4. [CABRAL, U. Q. Paris, Faculté des Sciences de Paris, 1967. (Tese de doutoramento)].
5. CAPUS, J. M. Austenite grain size and temper brittleness. *J. Iron Steel Inst.*, London, **200**:922-7, 1962.



6. \_\_\_\_\_ The mechanism of temper brittleness In: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, Philadelphia, Penn *Temper embrittlement in steel*. Philadelphia, Penn., 1968 p 3-19. (ASTM-STP-407)
- 7 CARR, F L et alii Mechanical properties and fracture surface topography of a thermally embrittled steel In: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, Philadelphia, Penn. *Temper embrittlement in steel*. Philadelphia, Penn , 1968 p 203-36 (ASTM-STP-407)
8. COTTRELL, A. H *Dislocations and plastic flow in crystals*. London, Oxford University Press, 1953.
9. DIETER JR , G. E *Mechanical metallurgy* New York, McGraw-Hill, 1961
10. ENTWISLE, A. R Low temperature fractures in tempered alloy steels *J. Iron Steel Inst.*, London, 169:36-8, 1951.
11. GLENN, J Effect of alloying elements on the high-temperature: tensile strength of normalized low-carbon steel. *J. Iron Steel Inst.*, London, 186:21-48, 1957
12. GREAVES, R H Temper-brittleness of nickel-chrome steel *J. Iron Steel Inst.*, London, 100:329-39, 1: 19.
13. \_\_\_\_\_ & JONES, J A. Temper brittleness of nickel-chromium steels. *J. Iron Steel Inst.*, London, 110:171, 1920.
14. \_\_\_\_\_ et alii. Further communication on temper-brittleness of nickel-chrome steel. *J. Iron Steel Inst.*, London, 100:340-8, 1919.
15. GUTTMANN, M. & KRAHE, P. R Grain boundary segregation and desegregation of antimony in temper-brittle steel, identified and measured by the elastic scattering of energetic ions. *Scr. metall.*, Long Island City, N. Y., 5:479-84, 1971
16. HARRIS, L A. Analysis of materials by electron-excited Auger electrons. *J. appl. Phys.*, Lancaster, Pa , 39:1419-27, 1968.
17. \_\_\_\_\_. Some observations of surface segregation by Auger electron emission. *J. appl. Phys.*, Lancaster, Pa , 39:1428-31, 1968.
18. HOLLOMON, J. H. Temper brittleness. *Trans. Am. Soc. Metals.*, Chicago, 36:473-540, 1948.
19. INMAN, M. C. & TIPLER, H. R. Grain boundary segregation of phosphorus in a Ge-P alloy and the effect upon mechanical properties. *Acta metall.*, Toronto, 6:73-84, 1958.
20. JOLIVET, H. & VIDAL, G. Valeur de l'essai de résilience pour l'étude de la fragilité de révenu. *Revue Métall.*, Paris, 41(11/12):378-88; 403-8, 1944.
21. LANDER, J. J. Auger peaks in the energy spectra of secondary electrons from various materials. *Phys. Rev.*, Ithaca, N. Y., 91:1328-8, 1953.
22. LOW JR., J. R. *Temper brittleness: a review of recent work*. Schenectady, N. Y., General Electric Research Lab., Oct. 1959. (Internal rep. 59-RL-2290M).
23. McLEAN, D. & NORTHCOTT, L. Microexamination and electrode potential measurements of temper-brittle steels. *J. Iron Inst.*, London, 158:169-77, 1948.
24. McMAHON JR , C. J. Temper brittleness: an interpretative review. In: AMERICAN SOCIETY

FOR TESTING MATERIALS, Philadelphia, Penn. *Temper embrittlement in steel*. Philadelphia, Pa., 1968 p.127-67. (ASTM STP-407)

25. NARAYAN, R & MURPHY, M C A review of temper embrittlement as it affects major steam turbine and generator rotor forgings *J. Iron Steel Inst.*, London, 211:493-501, 1973.
26. POWERS, A E The influence of Mo and W on temper embrittlement *Trans. Am. Soc. Metals*, Chicago, 48:149-64, 1956
27. \_\_\_\_\_. A study of temper brittleness in Cr Mn steel containing large amounts of molybdenum, tungsten and vanadium *J. Iron Steel Inst.*, London, 186:323-8, 1957
28. PREECE, A & CARTER, R D Temper brittleness in high-purity iron base alloys *J. Iron Steel Inst.*, 173:387-98, 1953.
29. SADOVSKII, V D Discussion of temper brittleness [Transl from: *Metallov. Obrab. Metall.*, Moskva, (6):24-31, 1967] (H Brucher transl n 3890 e 4043).
30. SZCZPANSKI, M *The brittleness of steel*. New York, Wiley, 1963.
31. TEGARD, W. J. M. *Elements of mechanical metallurgy* New York, MacMillan, 1956.
32. VIDAL, G Sur la fragilité de revenu des aciers au chrome, au molybdène, au tungstène. *Revue Métall.*, Paris, 42:145-55, 1945
33. VISWANATHAN, R Temper embrittlement in a Ni-Cr steel containing as a impurity. *Metal Trans.*, New York, 2:809-15, 1971.
34. \_\_\_\_\_ & SHERLOCK, T P Long time isothermal temper embrittlement in Ni-Cr-Mo-V steels *Metal Trans.* New York, 3:459-68, 1972
35. WESTBROOK, J H. & WOOD, D. L. Embrittlement of grain boundaries by equilibrium segregation. *Nature*, London, 192:1280-1, 1961
36. \_\_\_\_\_ & WOOD, D. L. A source of grain-boundary embrittlement. *J. Inst. Metals*, London, 91:174-82, 1963.
37. WINE, R H. *Statistics for scientists and engineers*. Englewood Cliffs, N. J., Prentice-Hall, 1964.
38. WOODFINE, B. C. Some aspects of temper brittleness. *J. Iron Steel Inst.*, London, 173:140-255, 1953.
39. \_\_\_\_\_. Temper brittleness: a critical review of the literature. *J. Iron Steel Inst.*, London, 173:229-40, 1953.
40. \_\_\_\_\_. *Temper brittleness: a critical review of the literature*. \_\_\_\_\_. *Some aspects of temper brittleness*. PREECE, A & CARTER, R D. *Temper brittleness in high purity iron base alloys*. AUSTIN, C. W. et alii *Effect of arsenic and antimony of temper brittleness*. *J. Iron Steel Inst.*, London, 174:360-1, 1953. [Discussão, durante o Annual General meeting do ISI, 1953].

