

# Caracterização da ductilidade em fluência dos aços inoxidáveis AISI 321 e AISI 441 pela metodologia *Sag Test*

Denilson Pereira Melo <sup>1</sup>  
Paulo Sérgio Moreira <sup>1</sup>  
Geraldo Lúcio de Faria <sup>1\*</sup> 

## Resumo

As regulamentações ambientais estão cada vez mais rigorosas em relação à emissão de gases pelos automóveis. Por esse motivo, as grandes montadoras tiveram que pensar em soluções para continuar oferecendo motores potentes, mas menos poluentes. Nesse cenário, há uma tendência mundial de se substituir os clássicos motores aspirados por motores turbinados. Com a implementação do sistema turbo, as temperaturas máximas de trabalho de alguns componentes do escapamento aumentam de 900 °C para 1050 °C e, conseqüentemente, a seleção de materiais para a manufatura dos mesmos é algo crítico. Nesse contexto, esse trabalho avaliou a ductilidade em fluência (*Sag Test*) do aço inoxidável ferrítico AISI 441, geralmente utilizado na manufatura de coletores e catalizadores de veículos com motores aspirados, comparando-o com o desempenho do aço inoxidável austenítico AISI 321. Concluiu-se que o comportamento em fluência dos aços AISI 321 e AISI 441 são semelhantes nas temperaturas de 900 °C e 950 °C. Entretanto, na temperatura de 1000 °C o aço AISI 441 apresentou uma expressiva mudança de comportamento, atingindo uma flecha máxima de 26 mm após 100 h de ensaio, enquanto o aço AISI 321 apresentou apenas 5 mm. Baseado nos resultados obtidos, pode-se afirmar que o aço AISI 441 apresenta desempenho limitado em fluência para aplicação em escapamentos automotivos com motorização turbo.

**Palavras-chave:** AISI 441; AISI 321; Fluência; *Sag Test*; Escapamento automotivo.

## Characterization of the creep-ductility of AISI 321 and AISI 441 stainless steels applying the *Sag Test* methodology

## Abstract

Environmental regulations are increasingly strict in relation to the emission of pollutants by vehicles. For this reason, the car manufacturers had to think about solutions to continue offering powerful, but less polluting engines. In this scenario, there is a worldwide trend to replace the classic aspirated engines with turbocharged engines. Due to the implementation of the turbo system, the maximum working temperatures of some exhaust components increase from 900 °C to 1050 °C and, consequently, the material selection for their manufacture is critical. In this context, this work evaluated the creep behavior (*Sag Test*) of the ferritic stainless steel AISI 441, generally used in the manufacture of collectors and catalysts for aspirated engine vehicles, comparing it with the performance of AISI 321 austenitic stainless steel. The creep behaviors of AISI 321 and AISI 441 steels are similar at 900 °C and 950 °C. However, at 1000 °C, AISI 441 steel presented a significant behavior change, reaching a maximum deflection of 26 mm after 100 h of testing, while AISI 321 steel presented only 5 mm. Based on the obtained results, it can be stated that AISI 441 steel presents limited creep performance for application in automotive exhausts with turbo engine.

**Keywords:** AISI 441; AISI 321; Creep-ductility; *Sag Test*; Automotive exhaust system.

<sup>1</sup>Rede Temática em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.

\*Autor correspondente: geraldofaria@yahoo.com.br



## 1 Introdução

Um desafio atual da indústria automotiva é continuar oferecendo ao mercado automóveis potentes e seguros, porém mais leves. Nos últimos anos, as regulamentações ambientais, principalmente na Europa, têm sido mais rigorosas em termos de emissão de poluentes pelos veículos. Por esse motivo, os engenheiros de grandes montadoras tiveram que pensar em soluções para continuar oferecendo motores potentes, mas menos poluentes. Nesse cenário, tem-se percebido uma tendência mundial de se substituir os clássicos motores aspirados por motores turbo, que são mais modernos e eficientes. Essa é uma diretriz do mercado automotivo mundial não apenas para veículos esportivos, mas também para qualquer veículo utilitário [1].

Em um motor aspirado convencional, o ar chega aos cilindros sob pressão atmosférica, e no motor turbo, uma turbina aproveita a energia dos gases de exaustão para fornecer ao motor ar pressurizado. Em automóveis com motorização não turbinada à gasolina, os componentes do escapamento, como coletores e catalizadores, podem atingir temperaturas de trabalho de até 900 °C. No entanto, com a introdução do sistema turbo, uma consequência imediata é o aumento da temperatura de trabalho desses componentes, podendo chegar até 1050 °C [2-5].

Nesse cenário, a seleção de materiais para a manufatura dos componentes do escapamento automotivo é algo crítico. Nos motores aspirados, considerando-se 900 °C como temperatura máxima de trabalho de componentes como coletores e catalizadores, os aços inoxidáveis AISI 439, AISI 441 e AISI 409 têm sido utilizados por diversas montadoras, em função de suas características como boa resistência à corrosão, baixa susceptibilidade à corrosão intergranular, bom desempenho em fluência e aparência. Entretanto, com o aumento da temperatura de trabalho em decorrência da utilização do sistema turbo, estudos complementares precisam ser feitos com o objetivo de se avaliar o comportamento desses aços nesse novo cenário. Alguns pesquisadores já vêm desenvolvendo trabalhos a esse respeito e têm mostrado que com o aumento da temperatura, a estabilidade de fases secundárias é afetada e a precipitação, ou dissolução das mesmas, a depender da temperatura de trabalho, pode deteriorar o desempenho dos materiais sob alguns aspectos [2,3,5].

Nesse sentido, e percebendo uma lacuna de conhecimento a respeito do comportamento de ductilidade em fluência pela metodologia *Sag Test* em temperaturas elevadas, esse trabalho propõe avaliar o desempenho em fluência do aço inoxidável ferrítico AISI 441, geralmente utilizado na manufatura de coletores e catalizadores de

veículos com motores não turbinados, comparando-o com o desempenho do aço inoxidável austenítico AISI 321, de maior custo de fabricação, mas que tem sido cogitado como possível candidato para a fabricação desses componentes para automóveis com motorização turbo.

## 2 Materiais e métodos

### 2.1 Materiais

As chapas dos aços AISI 321 e AISI 441, segundo a norma DIN EN10088-1 [6], com espessura de 2mm foram fornecidas pela Empresa Aperam South America para o desenvolvimento desse estudo. A Tabela 1 apresenta a composição química dos referidos aços.

### 2.2 Métodos

#### 2.2.1 Caracterização do estado de entrega

Amostras representativas da seção longitudinal do estado de entrega dos aços avaliados nesse estudo foram submetidas a procedimentos padronizados de lixamento e polimento, conforme orienta a norma ASTM E3 [7]. O Aço AISI 321 foi eletroliticamente atacado com reativo à base de álcool etílico e ácido nítrico com concentração de 60%. O aço AISI 441 foi eletroliticamente atacado com o reativo aquoso de ácido oxálico com concentração de 10%.

Para a caracterização microestrutural e obtenção das imagens das microestruturas, foram utilizados o microscópio óptico LEICA DM 2700 M e o microscópio eletrônico de varredura (MEV) VEGA-3 da marca TESCAN, acoplado a um detector de energia dispersiva (EDS) da fabricante *Oxford Instruments*. O tamanho médio de grão dos aços foi medido por meio da aplicação do método automático do diâmetro equivalente médio, padronizado pelas normas ASTM E112 e ASTM E 1382, com 95% de confiança [8,9].

Para a caracterização mecânica dos materiais estudados, ensaios de dureza Vickers [10] e de tração [11] foram realizados na temperatura ambiente. Para a realização dos ensaios de dureza, dez medidas aleatórias foram feitas em amostras representativas dos dois aços para a obtenção da dureza média dos materiais. Para isso, utilizou-se um durômetro universal da fabricante Otto Wolpert-Werk com carga de 10 kgf; Para a realização dos ensaios de tração, para cada aço no estado de entrega, três corpos de prova de seção útil retangular com comprimento útil de 30 mm e

**Tabela 1.** Composições químicas dos aços inoxidáveis estudados nesse trabalho (% em peso)

Aço	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Ti	Nb	Mo	N <sub>2</sub> (p.p.m.)
AISI 321	0,01	0,82	0,03	0,001	0,50	17,0	9,0	0,149	0,012	0,06	118
AISI 441	0,01	0,22	0,03	0,0004	0,45	17,6	0,29	0,135	0,392	0,03	123

área de seção transversal de 12 mm<sup>2</sup> [10] foram usinados e ensaiados em uma máquina servo-hidráulica MTS (capacidade 10 ton.) com taxa de deslocamento de pistão de 2 mm/min.

## 2.2.2 Ensaios de fluência pela metodologia *Sag Test*

Esta metodologia de ensaio foi desenvolvida pioneiramente no *Centre Recherche Isbergues* (França) [5]. O ensaio consiste em colocar corpos de prova planos, com dimensões padronizadas, fixos em 4 pontos de suas extremidades em um dispositivo denominado *Sag Test*, onde é necessário que haja espaço para que os corpos de prova se deformem sem tocar nas superfícies do dispositivo. Para cada condição de tempo e temperatura, são ensaiados três corpos de prova para determinação da flecha média de fluência. As dimensões padronizadas dos corpos de prova e do suporte são apresentadas na Figura 1A e uma imagem esquemática do dispositivo montado com um corpo de prova posicionado para ensaio é apresentada na Figura 1B.

A Equação 1 foi utilizada para estimar, por meio da teoria clássica de flexão, a tensão trativa máxima ( $\sigma_{\max}$ ) na superfície externa convexa dos corpos de prova de fluência durante os ensaios. Verificou-se que, considerando pequenas variações de massa, entre os corpos de prova dos aços AISI 441 e AISI 321, o nível máximo de tensão de tração nos ensaios de fluência variou entre 2,2 MPa e 2,4 MPa. Na Equação 1, P é o peso do corpo de prova, L é a distância entre os pontos de apoio nos corpos de prova (200 mm), b e h são, respectivamente, a largura (20 mm) e a espessura (2 mm) do corpo de prova.

$$\sigma_{\max} = \frac{3.P.L}{2.b.h^2} \quad (1)$$

No presente trabalho, este dispositivo, com os corpos de prova devidamente posicionados, foi levado a um forno tipo mufla modelo Linn do fabricante Elektro Therm nas temperaturas 900 °C, 950 °C e 1000 °C pelos intervalos de tempo de 5 h, 25 h, 50 h e 100 h. Após o tempo de residência

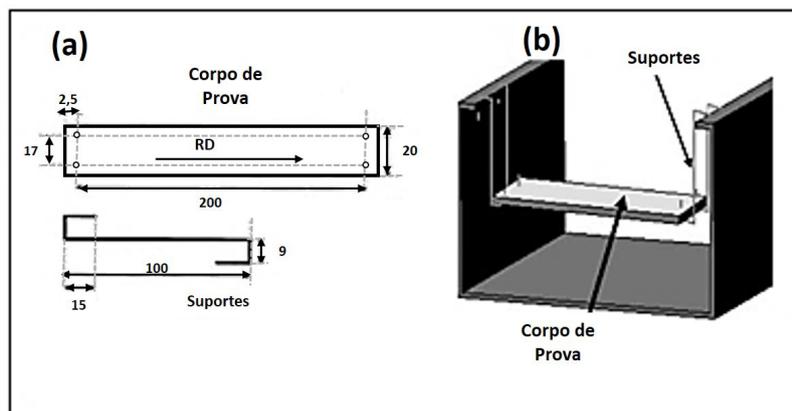
dos corpos de prova nas isothermas, eles foram removidos do interior do forno e, após o resfriamento ao ar, tiveram suas flechas medidas com o auxílio de um micrômetro (relógio comparador). Os experimentos de fluência foram realizados no Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica (LTM) da Universidade Federal de Ouro Preto, fazendo-se uso de um dispositivo *Sag Test* fabricado para o desenvolvimento deste trabalho.

## 3 Resultados e discussão

### 3.1 Caracterização do estado de entrega

O aço AISI 321 se caracteriza pelo elevado teor de Ni, elemento que contribui fortemente para a estabilização da fase austenita em uma larga faixa de temperatura. Deve-se destacar também a significativa adição de Ti como elemento estabilizante, o que faz desse aço uma boa opção para aplicações que envolvam o aumento da temperatura, uma vez que garantirá baixa susceptibilidade à corrosão intergranular [12-14]. A concentração de Nb nesse aço (0,012%) não é elevada o suficiente para ativar o seu efeito como elemento estabilizante. A norma DIN 10088-2 afirma que para compor efeito estabilizante nesse aço, a concentração de Nb deveria ser três vezes o teor de carbono do aço mais 0,3%, ou seja, deveria ser pelo menos 0,33% [6].

O aço AISI 441 é um aço inoxidável ferrítico estabilizado ao Ti e Nb. A presença desses elementos nesse aço, além de propiciarem a formação de carbonitretos como Nb(C,N), Ti(C,N) e Fe<sub>3</sub>Nb<sub>3</sub>C, também pode dar origem à fase Laves que, no aço AISI 441, possui estequiometria Fe<sub>2</sub>Nb e estrutura cristalina hexagonal. O efeito da fase Laves no comportamento mecânico em elevada temperatura do aço AISI 441 tem sido muito debatido. Alguns autores têm reportado que o rápido coalescimento da fase Laves em temperaturas elevadas prejudica a resistência mecânica do aço à tração a quente e à fluência [15,16].



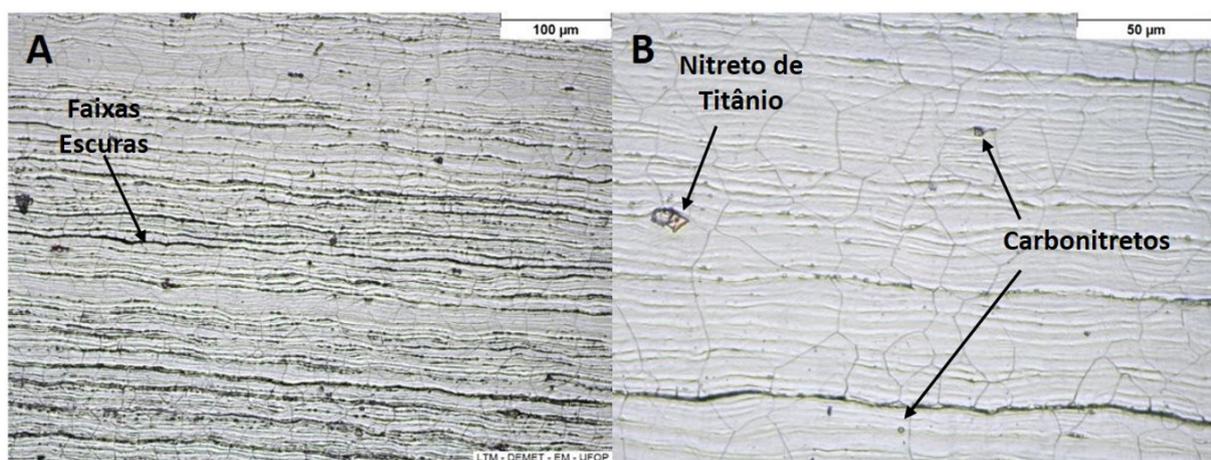
**Figura 1.** (a) Geometria e dimensões dos corpos de prova e suportes para ensaios de fluência (base de medida em mm); (b) dispositivo *Sag Test* com corpo de prova posicionado para o ensaio.

A Figura 2 apresenta micrografias do aço AISI 321 em seu estado de entrega. Como esperado, observa-se uma microestrutura austenítica homogênea, com grãos poligonais de tamanho médio ( $19\pm 6$ )  $\mu\text{m}$ . Percebe-se ainda a presença de carbonitretos, que são identificados pela sua morfologia poligonal e cor alaranjada, alguns deles relativamente grosseiros e outros mais refinados. É marcante a presença de algumas faixas escuras alinhadas no sentido de laminação. Nesse tipo de aço, pode haver segregação química inerente do processo de fabricação, que durante a laminação são direcionadas e alinhadas, podendo inclusive dar origem a sítios preferenciais de precipitação de carbonetos de cromo, ou de ferro [17].

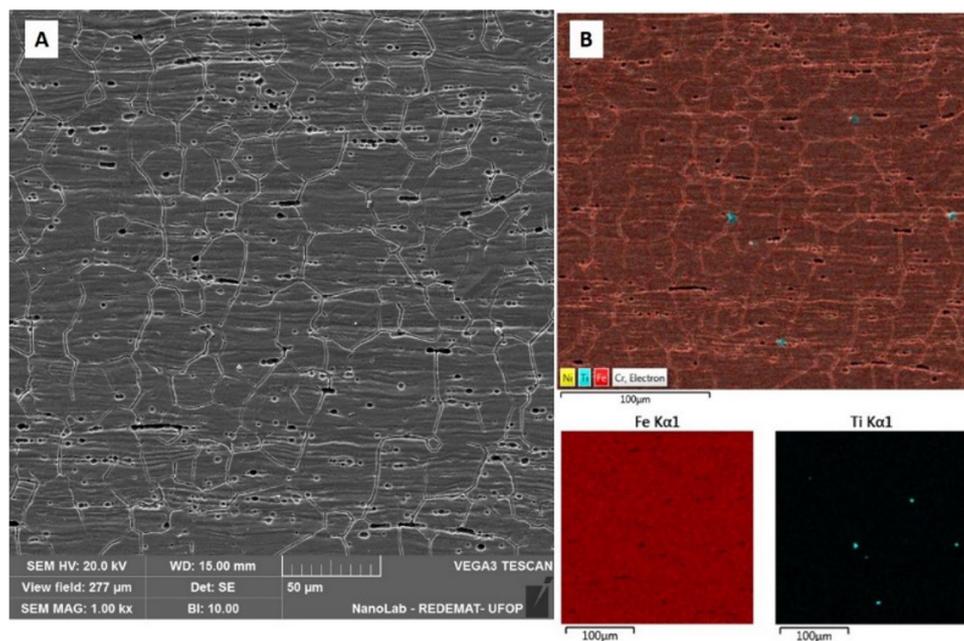
Buscando avaliar a natureza dos carbonitretos presentes no aço AISI 321, análises foram feitas utilizando-se o detector

EDS. Na Figura 3, pode-se observar que os precipitados maiores com morfologia poligonal são nitretos de titânio ( $\text{Ti}_2\text{N}$ ) e os precipitados menores, não facetados, seriam carbonetos de titânio ( $\text{TiC}$ ). A literatura técnica destaca que a distribuição desses precipitados tem grande relevância para o comportamento em fluência dos aços inoxidáveis, pois a depender do mecanismo de fluência preponderante, os precipitados podem atuar positivamente, dificultando a movimentação de discordâncias, ou negativamente uma vez que a precipitação, ou o coalescimento de precipitados como  $\text{TiC}$  e  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  nos contornos de grãos austeníticos podem criar sítios preferenciais para a nucleação de vazios em fluência [17-19].

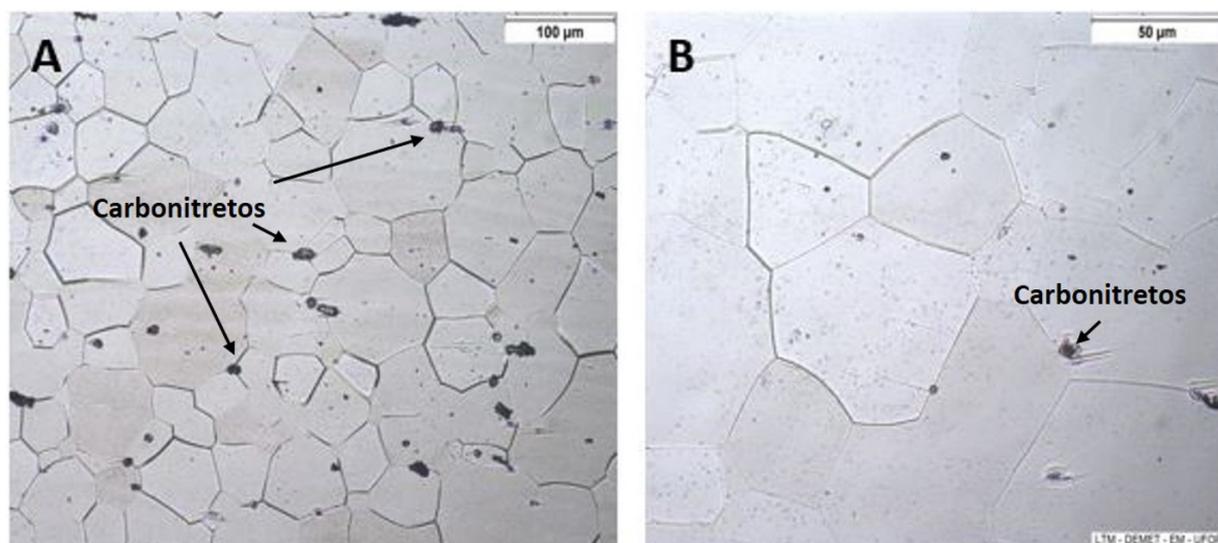
A Figura 4 apresenta micrografias do aço AISI 441 em seu estado de entrega. Como esperado, observa-se uma



**Figura 2.** (A) Micrografia do Aço Inoxidável Austenítico AISI 321, no estado de entrega, seção longitudinal, aumento de 200x – MO; (B) Micrografia do Aço Inoxidável Austenítico 321, no estado de entrega, seção longitudinal, aumento de 500x – MO. Ataque Eletrolítico  $\text{HNO}_3$  60%.



**Figura 3.** (A) Micrografia do aço inoxidável austenítico AISI 321, no estado de entrega, seção longitudinal, aumento 1000x – MEV; (B) Mapa de análise EDS realizado no aço AISI 321 no estado de entrega, seção longitudinal.



**Figura 4.** (A) Micrografia do aço inoxidável ferrítico 441, no estado de entrega, seção longitudinal, aumento de 200x. (B) Micrografia do aço inoxidável ferrítico, no estado de entrega, seção longitudinal, aumento de 500x – MO. Ataque Eletrolítico Oxálico 10%.

microestrutura ferrítica equiaxial, com grãos poligonais de tamanho médio ( $40 \pm 15$ )  $\mu\text{m}$ . Comparado ao aço AISI 321, percebe-se que o aço AISI 441 possui um maior tamanho médio de grão. Apesar do tamanho médio de grão ferrítico ser 40  $\mu\text{m}$ , verifica-se população significativa de grãos com tamanho abaixo de 30  $\mu\text{m}$  e acima de 50  $\mu\text{m}$ . Zimny também relata a ocorrência dessa variação no tamanho de grão do aço AISI 441 estudado por ele, atribuindo-a às características do processo de fabricação [20].

Percebe-se também a presença de carbonitretos, sendo alguns deles relativamente grosseiros com morfologia poligonal e outros mais refinados sem facetas bem definidas. Avaliou-se a natureza dos carbonetos presentes com análises por meio de detector EDS na amostra do aço AISI 441. A Figura 5 apresenta imagens de elétrons secundários (MEV) e mapas EDS obtidos. Observa-se a presença de carbonitretos de Ti e Nb. Em algumas regiões, percebe-se que nitretos de titânio previamente formados atuaram como sítios preferenciais para a nucleação de carbonetos de Nb. Não foram encontradas evidências de fase Laves no aço AISI 441 em seu estado de entrega, o que está de acordo com a literatura, uma vez que a formação de fase Laves nesse aço acontece entre 600 °C e 900 °C com uma cinética relativamente lenta e, portanto, não aconteceria no seu processo convencional de fabricação [20-22].

Ensaio de dureza Vickers foram realizados nas amostras do estado de entrega. Os aços AISI 321 e AISI 441 apresentaram, respectivamente, durezas de  $(143 \pm 2)$   $\text{HV}_{10}$  e  $(152 \pm 2)$   $\text{HV}_{10}$ . Destaca-se que esses valores de dureza estão de acordo com o esperado para essas classes de aço no estado como fabricado [23,24].

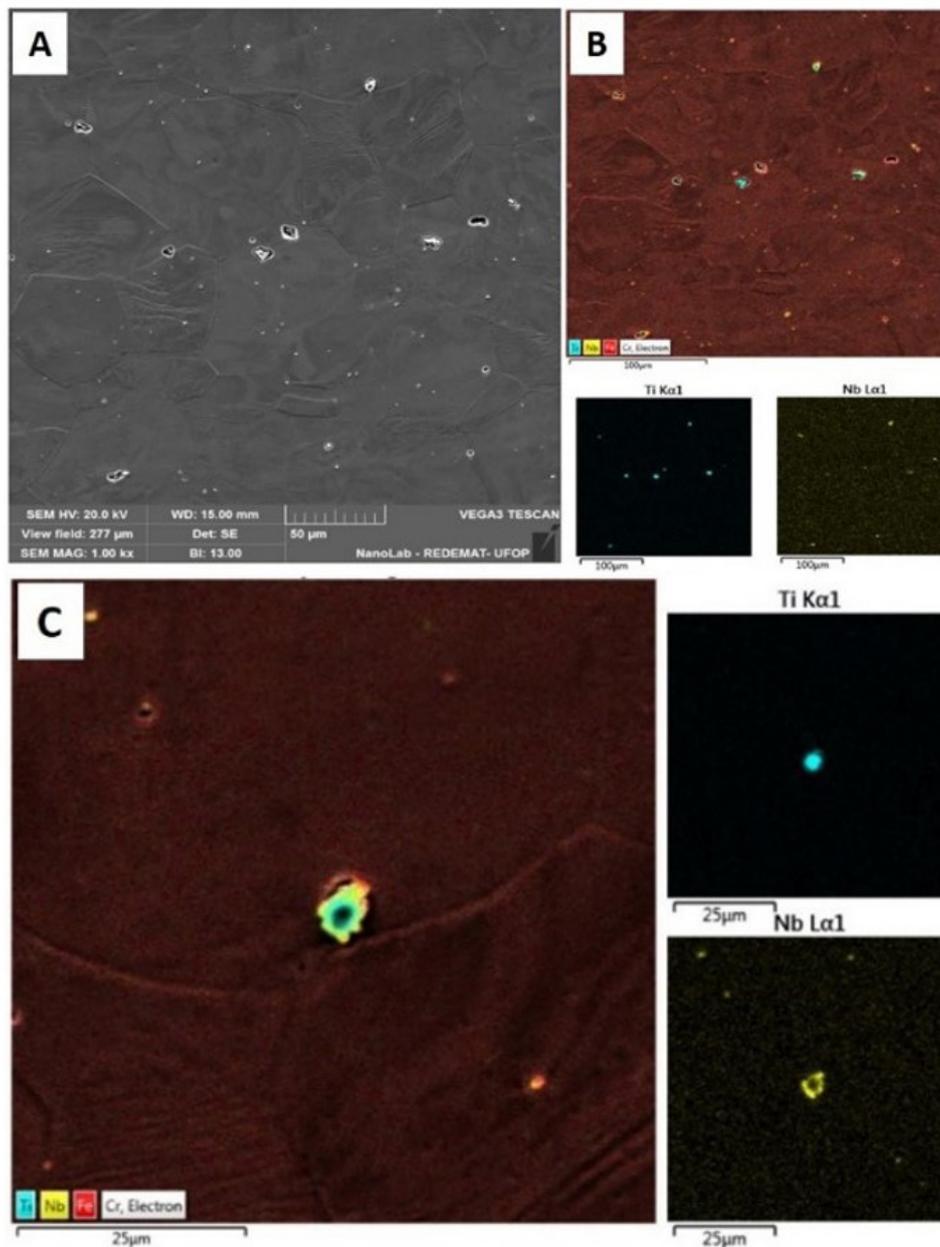
A Figura 6 e a Tabela 2 apresentam dados sobre o comportamento em tração dos aços estudados, na temperatura ambiente. Percebe-se que o aço AISI 441 apresenta maior limite de escoamento quando comparado com o aço AISI 321.

No entanto, o limite de resistência do aço AISI 321, assim como a sua deformação total, são expressivamente maiores do que os verificados para o aço AISI 441. Isso indica que durante a deformação plástica, o aço AISI 321 possui maior capacidade de encruamento e, concomitantemente, a nucleação de microcavidades é retardada em relação ao observado para o aço AISI 441.

Esse comportamento era esperado em função da ocorrência do efeito TRIP no aço AISI 321. Segundo diversos autores, o aço AISI 321 é um aço austenítico que, durante carregamento monotônico, apresenta a transformação martensítica induzida por deformação como mecanismo de encruamento. A verificação desse fenômeno justifica a maior capacidade de encruamento e o maior alongamento desse aço quando comparado ao AISI 441 [25-27]. A Figura 7 apresenta as regiões de deformação uniforme verdadeira em tração e as respectivas derivada de primeira ordem para cada um dos aços estudados. Observa-se que enquanto para o aço AISI 441 a derivada de primeira ordem diminui continuamente com o aumento da deformação, para o aço AISI 321, a partir de aproximadamente 0,12 de deformação verdadeira, a derivada aumenta até aproximadamente 0,30, para só então voltar a diminuir. Esse comportamento é uma evidência notória da ocorrência do efeito TRIP [26].

### 3.2 Ensaio de fluência pela metodologia *Sag Test*

A Figura 8 apresenta os resultados obtidos por meio da realização dos ensaios de fluência pela metodologia *Sag Test*. Como descrito em Materiais e Métodos, os dois aços foram avaliados em três temperaturas: 900 °C, 950 °C e 1000 °C. Pode-se observar que tanto o aço AISI 321 quanto o aço AISI 441 apresentaram bom desempenho em fluência nas temperaturas de 900 °C e 950 °C. As flechas máximas medidas para os aços AISI 321 e AISI 441 foram 4mm



**Figura 5.** (A) Micrografia do aço inoxidável ferrítico AISI 441, no estado de entrega, seção longitudinal, aumento 1000x – MEV; (B) Mapa de análise EDS realizado no aço AISI 441 no estado de entrega, seção longitudinal. (C) Mapa de análise EDS ilustrando carbonetos de Nb formados na interface de uma partícula de nitreto de titânio. Ataque Eletrolítico Oxálico 10%.

**Tabela 2.** Principais parâmetros medidos por tração para os aços AISI 321 e AISI 441

AISI 321		AISI 441	
Limite de Escoamento (MPa)	245±14	Limite de Escoamento (MPa)	299±12
Limite de Resistência (MPa)	682±10	Limite de Resistência (MPa)	478±2
Deformação Total (%)	63±5	Deformação Total (%)	46±6
Redução de Área (%)	69,0±0,8	Redução de Área (%)	65±2

e 5mm, respectivamente, para 100 h de ensaio a 950 °C. Entretanto, com o aumento da temperatura para 1000 °C, verificou-se uma mudança brusca de comportamento do aço AISI 441, que com 100 h de ensaio nessa temperatura, apresentou uma fecha média de 26 mm.

Como já apresentado na introdução, o aço AISI 441 já é utilizado em alguns componentes de escapamento automotivo em função de suas boas características como elevada resistência à corrosão, baixa susceptibilidade à corrosão intergranular e bom desempenho em fluência nas

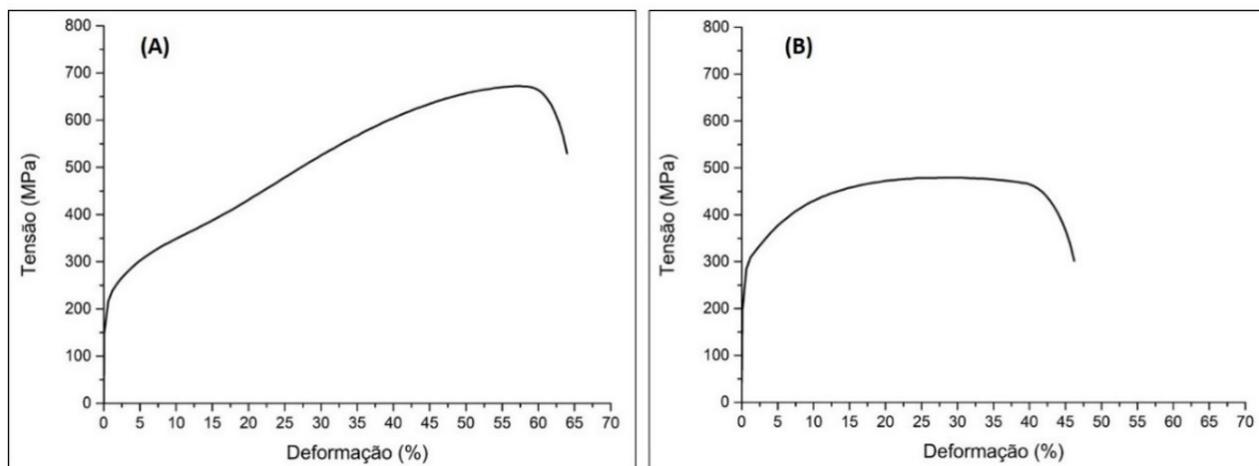


Figura 6. Curvas  $\sigma \times \epsilon$  de engenharia obtidas à temperatura ambiente para os aços (A) AISI 321 e (B) AISI 441.

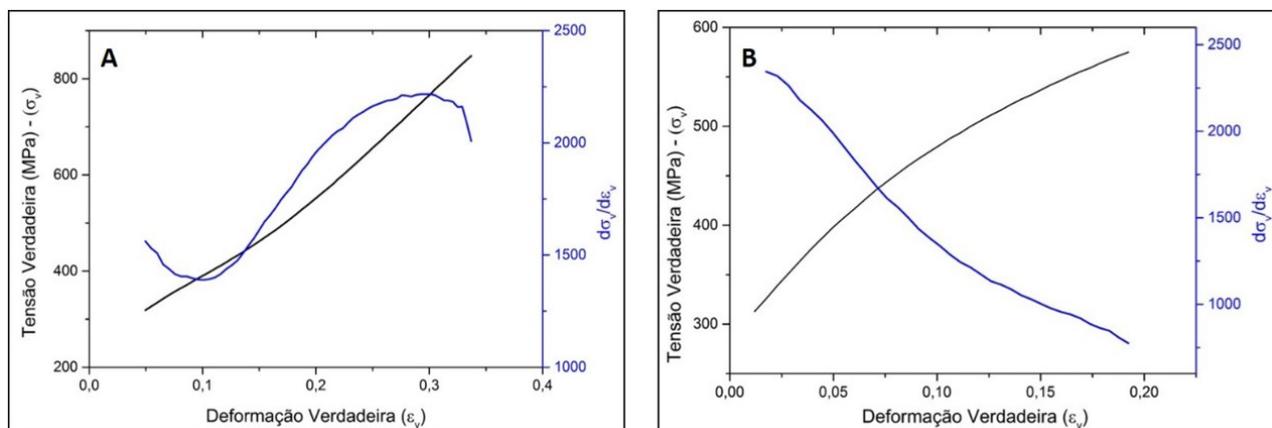


Figura 7. Região de encruamento uniforme da curva verdadeira  $\sigma_v \times \epsilon_v$  para os aços (A) AISI 321 e (B) AISI 441, com suas respectivas derivadas de primeira ordem.

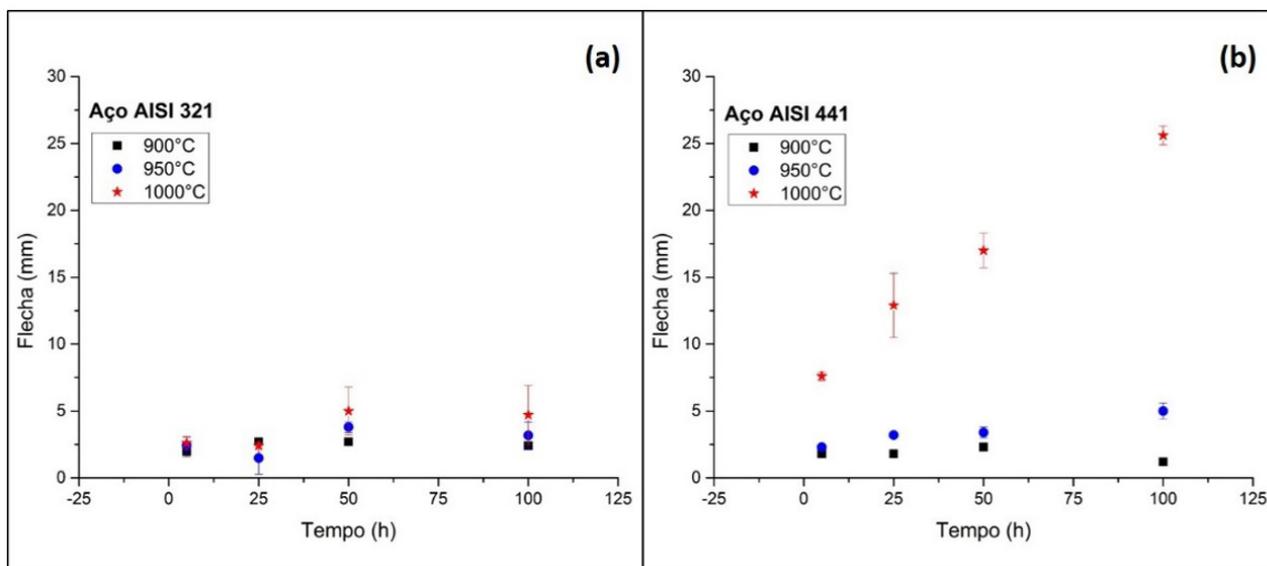


Figura 8. Flechas de fluência medidas para chapas de 2mm dos aços (a) AISI 321 e (b) AISI 441 em função da temperatura e do tempo de ensaio.

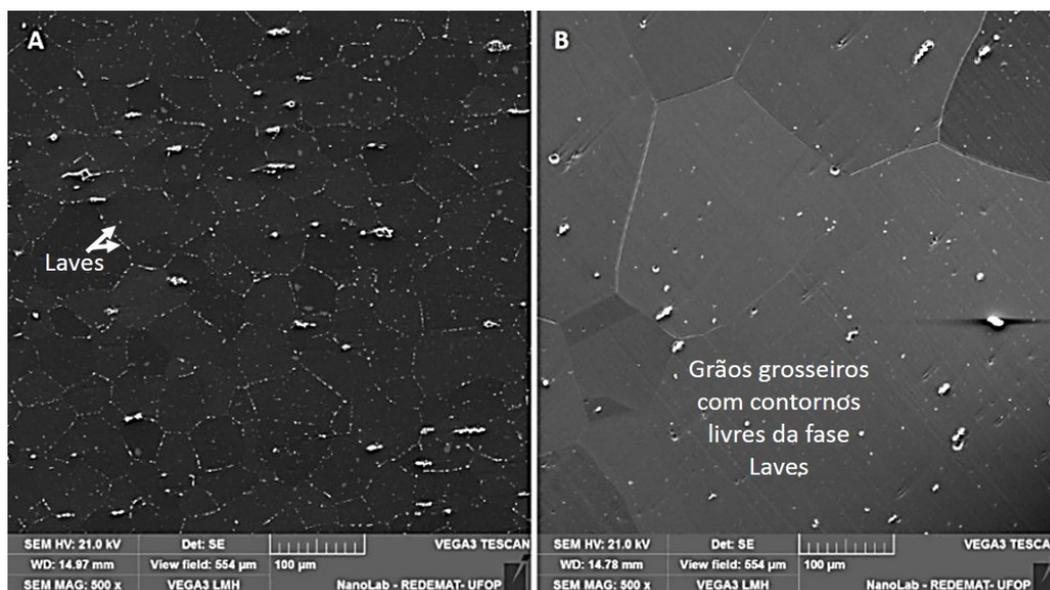
temperaturas usualmente verificadas nesse componente automotivo. Segundo alguns autores [4,5], o aço AISI 441, em automóveis com motorização não turbinada a gasolina, são utilizados na manufatura de coletores e catalizadores que podem chegar a uma temperatura de trabalho de até 900°C. Os resultados obtidos nesse trabalho mostram que nessa temperatura de trabalho, o desempenho em fluência do aço AISI 441 é satisfatório, justificando sua utilização e não a do aço AISI 321. Essa afirmação se faz ainda mais justificada ao se observar que o aço AISI 321 possui um custo significativamente mais elevado do que o AISI 441.

Em motorizações turbo, as temperaturas de trabalho de coletores e catalizadores podem chegar a 1050 °C. Portanto, na temperatura de 1000 °C, esse aço com 100 h de ensaio, se deformou 420% a mais do que o verificado na temperatura de 900 °C. Nesse cenário, o aço AISI 321 passaria a ser a melhor opção entre os aços avaliados nesse estudo.

Segundo a literatura [28], o fenômeno de fluência nesse tipo de aço pode ser controlado principalmente por dois mecanismos que são: a) fluência por difusão [transporte de átomos pela matriz (Nabarro-Henrring), transporte de átomos pelos contornos de grão (Coble), ou transporte de átomos pelo núcleo das discordâncias (Harper-Dorn)] e b) fluência por deslizamento de discordâncias controlado pelo mecanismo de escalada. Os mecanismos de fluência por difusão Nabarro-Henrring e Coble são fortemente sensíveis ao tamanho de grão da estrutura ( $\alpha 1/d^2$  e  $1/d^3$ ), enquanto o de Harper-Dorn e o mecanismo por deslizamento de discordâncias não, sendo eles mais influenciados pela mobilidade das discordâncias. No presente estudo, caso os mecanismos de fluência preponderantes fossem os de difusão

Nabarro-Henrring e Coble, quanto maior o tamanho de grão da estrutura, esperar-se-ia que menor seria a deformação experimentada pelo material em fluência. Se o mecanismo Harper-Dorn fosse o mais atuante, a taxa de fluência não seria significativamente dependente do tamanho de grão da estrutura, mas sim da taxa de geração de lacunas na estrutura. Caso o mecanismo mais ativo fosse deslizamento de discordâncias, o tamanho de grão da estrutura teria pouca influência, mas a presença de restrições à mobilidade de discordâncias, como precipitados, propiciaria melhor desempenho em fluência [29-33].

A metodologia de ensaio *Sag Test* permite uma importante avaliação a respeito da ductilidade em fluência dos aços, sendo difícil afirmar com certeza qual é o principal mecanismo de fluência atuante. Entretanto, baseando-se nos resultados obtidos, pode-se discutir algumas possibilidades. Com este objetivo, deve-se pontuar que: 1) nos ensaios de fluência executados, o nível de tensão máxima atuante é relativamente baixo, entre 2,2 MPa e 2,4 MPa; 2) até a temperatura de 950 °C, o desempenho dos dois aços foi muito semelhante; 3) ao se comparar o desempenho dos aços AISI 321 e AISI 441 na pior situação estudada, ou seja, 100 h a 1000 °C, percebe-se claramente que o aço AISI 441 apresentou o pior desempenho em fluência, mesmo ele possuindo o maior tamanho de grão e a maior concentração de Nb em sua composição química; 4) ao se caracterizar a microestrutura do aço AISI 441 submetido ao ensaio de 100 h a 1000 °C, percebe-se significativa dissolução de precipitados ricos em Nb (Figura 9); 5) ao se caracterizar a microestrutura do aço AISI 441 submetido a ensaio de 100 h a 1000°C, percebe-se um expressivo crescimento de grão ferrítico de (40±15) µm para (210±100) µm; 6) segundo a



**Figura 9.** Micrografias de amostras do aço AISI 441 submetidas a ensaios de fluência de 100h (A) a 900 °C e (B) a 1000 °C, destacando o crescimento de grão ferrítico e a significativa dissolução de precipitados com o aumento da temperatura – aumento 500x – MEV ataque eletrolítico oxálico 10%.

literatura, aços inoxidáveis ferríticos possuem elevada energia de falha de empilhamento, ou seja, elevada mobilidade de discordâncias comparado aos austeníticos [29,32].

Pontuadas essas observações, pode-se afirmar que nos ensaios de fluência, a diferença de tamanho de grão verificada entre os aços AISI 321 e AISI 441 parece não justificar a diferença de comportamento em fluência dos dois aços, tendo em vista que o comportamento deles nas temperaturas de 900 °C e 950 °C foi semelhante. Com o aumento da temperatura e a dissolução de precipitados ricos em Nb no aço AISI 441 (Figura 9), verificou-se um grande aumento da sua deformação por fluência. Considerando que os precipitados atuavam como barreira à movimentação de discordâncias, a dissolução parcial deles, associada à maior energia de falha de empilhamento desse aço, parece ter forte influência sobre essa mudança de comportamento.

Segundo a literatura, e conforme confirmado na caracterização microestrutural do aço estudado nesse trabalho, o aço AISI 441 em seu estado de entrega possui uma rede de precipitados do tipo (Nb,Ti)(C,N), porém ao se comparar a Figura 5A, que apresenta o aço em seu estado de entrega, com a Figura 9A, que ilustra a microestrutura após 100 h a 900 °C, é possível verificar um aumento expressivo de precipitados nos contornos e no volume dos grãos. Segundo a literatura, e conforme já apresentado em discussão anterior, nessa temperatura haveria a precipitação da fase Laves ( $Fe_2Nb$ ) que atuaria como barreira à movimentação de discordâncias. No entanto, com o aumento da temperatura, haveria a dissolução dessa fase rica em Nb, que seria quase completamente dissolvida na temperatura de 1000 °C, como ilustra a Figura 9B. Com a dissolução da fase Laves e uma dissolução parcial de carbonetos de Nb, a mobilidade local das discordâncias aumentaria.

Ao se considerar o conceito dos mapas de deformação de Frost e Ashby [28] e os níveis de tensão atuantes nos ensaios *Sag Test* avaliados neste trabalho, pode-se supor que os mecanismos de fluência mais atuantes seriam os de fluência por difusão (baixo nível de tensões e elevadas temperaturas). Entretanto, como o tamanho de grão parece não ter exercido forte influência sobre a deformação em fluência, mas sim a dissolução de precipitados, isto parece indicar que, entre os mecanismos de fluência por difusão, o mais atuante seria aquele mais influenciado pela mobilidade local de discordâncias. Segundo a literatura [28,33], o mecanismo Harper-Dorn é atuante em ensaios de fluência com corpos de prova submetidos a tensões relativamente baixas e a temperaturas elevadas (Coeficiente de Norton  $n=1$ ). Neste mecanismo, a movimentação de discordâncias atua como fonte e sorvedouro de lacunas, favorecendo a difusão atômica em altas temperaturas e, conseqüentemente, a deformação por fluência. Segundo Yavari et al. [33], o mecanismo de controle da taxa de fluência em Harper-Dorn é influenciado pela mobilidade de discordâncias. Os autores afirmam que a presença de precipitados implicaria em uma significativa diminuição da deformação por fluência, pois, a restrição à mobilidade das discordâncias levaria a

uma redução na taxa de formação de lacunas, restringindo processos difusionais. Nos ensaios de fluência executados neste trabalho, a relação entre a tensão máxima e o módulo de cisalhamento foi de aproximadamente  $3 \times 10^{-5}$  enquanto a temperatura homóloga (temperatura de ensaio normalizada pela temperatura de fusão do material) variou de 0,7 a 0,8. Ao se avaliar estes valores com mapas de deformação típicos de aços inoxidáveis disponíveis na literatura [28], se tem mais uma evidência de que a fluência por difusão parece ser o mecanismo mais atuante, sendo, possivelmente, o Harper-Dorn o mais atuante.

#### 4 Conclusões

Com relação às propriedades mecânicas medidas à temperatura ambiente, as durezas médias dos aços AISI 321 e AISI 441 são, respectivamente, 143 HV<sub>10</sub> e 152 HV<sub>10</sub>. O aço AISI 441 apresentou maior limite de escoamento (299 MPa) do que o aço AISI 321 (245 MPa). No entanto, os valores de limite de resistência e a deformação total do aço AISI 321 (682 MPa e 63%), que experimentou o efeito TRIP em tração, foram superiores aos verificados para o AISI 441 (478 MPa e 46%). Apesar do aço AISI 441 possuir maior dureza e maior limite de escoamento à temperatura ambiente, ele apresentou pior desempenho em fluência. Isto permite concluir que as propriedades mecânicas medidas a frio não refletem o desempenho mecânico do material na faixa de temperatura estudada.

Os desempenhos em fluência dos aços AISI 321 e AISI 441, com base na metodologia *Sag Test*, foram semelhantes nas temperaturas de 900 °C e 950 °C. As flechas máximas medidas para os ensaios realizados na temperatura de 950 °C foram 4 mm e 5 mm para os aços AISI 321 e AISI 441 respectivamente. Entretanto, na temperatura de 1000 °C, o aço AISI 441 apresentou uma expressiva mudança de comportamento, atingindo uma flecha máxima de 26 mm após 100 h de ensaio, enquanto o aço AISI 321 apresentou, na mesma condição, flecha máxima de apenas 5 mm.

Apesar da dificuldade em se avaliar com precisão os mecanismos de fluência mais atuantes aplicando-se a metodologia aqui proposta, pode-se sugerir que provavelmente o mecanismo de fluência preponderante nos casos estudados foi o de difusão com importante componente Harper-Dorn. A dissolução significativa de precipitados ricos em Nb no aço AISI 441, associada a elevada energia de falha de empilhamento dos aços inoxidáveis ferríticos, teria facilitado a mobilidade de discordâncias na temperatura de 1000 °C, aumentando a taxa de geração de lacunas, facilitando a difusão e, portanto, justificando a mudança de desempenho do referido aço.

Recomenda-se que estudos mais aprofundados sejam conduzidos com o objetivo de refinar a caracterização dos mecanismos de fluência atuantes nos aços estudados nesse trabalho. Aplicando-se ensaios convencionais de fluência [34] poder-se-á confirmar se as hipóteses apresentadas neste

artigo procedem. Recomenda-se ainda realizar a seleção adequada de materiais para a manufatura de coletores e catalizadores de automóveis com motorização turbo, uma vez que o aço AISI 441, geralmente utilizado em escapamentos de motores não turbinados, apresenta desempenho limitado em fluência a 1000 °C.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq (processo: 303426/2017-9) pelo apoio financeiro para o desenvolvimento desse trabalho, assim como à empresa Aperam South America pelo fornecimento de materiais.

## Referências

- 1 Inoue Y, Kikuchi M. Present and future trends of stainless steel for automotive exhaust system. Nippon Steel Technical Report. 2003;28:62-69.
- 2 Juuti T, Mannien T, Uusikallio S, Kõmi J, Porter D. New ferritic stainless steel for service temperatures up to 1050°C utilizing intermetallic phase transformation. *Metals*. 2019;9(664):1-11.
- 3 Hua M, Garcia CI, DeArdo AJ, Tither G. Dual-Stabilized ferritic stainless steels for demanding applications such as automotive exhaust systems. *Ironmaking & Steelmaking*. 1997;24:41-44.
- 4 Solução em aço inox para o segmento automotivo. 2016 [acesso em 29 jan. 2020]. Disponível em: <https://www.aperam.com/sites/default/files/documents/Aperam%20-%20Inox%20no%20setor%20Automotivo.pdf>.
- 5 Faria RA. Efeito dos elementos Ti e Nb no comportamento em fadiga de aços inoxidáveis ferríticos utilizados no sistema de exaustão de veículos automotores [tese]. Ouro Preto: REDEMAT; 2006.
- 6 Deutsches Institut für Normung. DIN EN10088-1: stainless steels – Part 1: list of stainless steels. Berlin: DIN; 2014.
- 7 American Society for Testing and Materials. ASTM E3-11: Standard guide for preparation of metallographic specimens. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2017.
- 8 American Society for Testing and Materials. ASTM E112-12: standard test methods for determining average grain size. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2012.
- 9 American Society for Testing and Materials. ASTM E1382-97: standard test methods for determining average grain size using semiautomatic and automatic image analysis. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2015.
- 10 American Society for Testing and Materials. ASTM E92-17: standard test methods for vickers hardness and knoop hardness of metallic materials. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2017.
- 11 American Society for Testing and Materials. ASTM E8/E8M-16a: standard test methods for tension testing of metallic materials. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2016.
- 12 Payer JH, Staehle RW. The dissolution behavior of Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> and TiC related to the stainless steels in which they occur. *Corrosion*. 1975;31(1):30-38.
- 13 Hoffmann C, Mccevely AJ. The effect of high temperature low cycle fatigue on the corrosion resistance of austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*. 1982;13:923-927.
- 14 Schwind M, Kallqvist J, Nilsson JO, Agren J, Andren HO.  $\sigma$ -phase precipitation in stabilized austenitic stainless steels. *Acta Materialia*. 2000;48:2473-2481.
- 15 Fujita N, Bhadeshia HKDH, Kikuchi M. Precipitation sequence in niobium-alloyed ferritic stainless steel. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. 2004;12:273-284.
- 16 Morris DC, Munos-Morris MA, Baudin C. The high-temperature strength of some Fe<sub>2</sub>Al alloys. *Acta Materialia*. 2004;52:2827-2836.
- 17 Mankari K, Acharyya SG. Failure analysis of AISI 321 stainless steel welded pipes in solar thermal power plants. *Engineering Failure Analysis*. 2018;86:33-43.
- 18 Min KS, Lee SC, Nam SW. Effects of TiC and Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbides on creep-fatigue properties in AISI 321 stainless steel. *Steel Mater. Trans*. 2002;43:2808-2812.
- 19 Min KS, Nam SW. Correlation between characteristics of grain boundary carbides and creep-fatigue properties in AISI 321 stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*. 2003;322:91-97.
- 20 Zimny CI. The evolution of laves phase precipitation in AISI 441 under SOFC operation conditions and the effects on oxide growth [dissertation]. Bozeman, Montana: Montana State University; 2016.
- 21 Sello MP, Stumpf WE. Laves phase precipitation and its transformation kinetics in ferritic stainless steel type AISI 441. *Materials Science and Engineering A*. 2011;528(3):1840-1847.

- 22 Sello MP, Stumpf WE. Laves phase embrittlement of the ferritic stainless steel type AISI 441. *Materials Science and Engineering A*. 2010;527:5194-5202.
- 23 Alencar RAF. Estudo do efeito de mudanças sucessivas na trajetória de deformação no comportamento mecânico dos aços inoxidáveis AISI 430 e AISI 441 [dissertação]. Belo Horizonte: CEFET-MG; 2016.
- 24 Mousa SM. Improvement the hardness of stainless steel 321 by magnetic abrasive finishing process. *Al-Nahrain Journal for Engineering Sciences*. 2017;20:838-845.
- 25 Olson GB, Cohen M. Kinetics of strain-induced martensitic nucleation. *Metallurgical Transactions A*. 1975;6:791-795.
- 26 Dan WJ, Li SH, Zhang WG, Lin ZQ. The effect of strain-induced martensitic transformation on mechanical properties of TRIP steel. *Materials & Design*. 2008;29:604-612.
- 27 Lo KH, Shek CH, Lai JKL. Recent Developments in Stainless Steels. *Materials Science and Engineering*. 2009;65:39-104.
- 28 Frost HJ, Ashby MF. Deformation mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics. Oxford, UK: Pergamon Press, 1982.
- 29 Dollman M. The Influence of microstructure on the creep properties of 441 ferritic stainless steel [dissertation]. Cape Town: University of Cape Town; 2003.
- 30 Cain V. High temperature creep behavior of niobium bearing ferritic stainless steels. [dissertation]. Cape Town: University of Cape Town; 2005.
- 31 Lai JKL. Precipitation and creep behavior of AISI type 321 steel. *High Temperature Technology*. 1988;6(2):73-77.
- 32 Stouffer DC, Dame LT. Inelastic deformation of metals: models, mechanical properties and metallurgy. Canada: Wiley; 1996.
- 33 Yavari P, Miller DA, Langdon, TG. An investigation of harper-dorn creep: mechanical and microstructural characteristics. *Acta Metallurgica*. 1981;30(4):871-879.
- 34 American Society for Testing and Materials. ASTM E139-11: standard test methods for conducting creep, creep-rupture, and stress-rupture test of metallic materials. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2018.

Recebido em: 31 Jun. 2020

Aceito em: 2 Dez. 2020