

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA**

**Efeito da Temperatura de Solubilização na
Precipitação de Fase Sigma de um Aço
Inoxidável Superdúplex**

Aline da Silva

Itajubá, Março de 2011.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA

Aline da Silva

**Efeito da Temperatura de Solubilização na
Precipitação de Fase Sigma de um Aço
Inoxidável Superdúplex**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Materiais para Engenharia como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Ciências em Materiais para Engenharia.

Área de Concentração: Metais

Orientadora: Profa. Dra. Mírian de Lourdes Noronha Motta
Melo

Co-orientador: Prof. Dr. Edmilson Otoni Corrêa

Março de 2011.

Itajubá - M.G.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Mauá –
Bibliotecária Margareth Ribeiro- CRB_6/1700

S586e

Silva, Aline da

Efeito da temperatura de solubilização na precipitação de fase sigma de um aço inoxidável superdúplex / Aline da Silva.-- Itajubá, (MG) : [s.n.], 2011.

69 p. : il.

Orientadora: Profa. Dra. Mirian de Lourdes N. Motta Melo.

Coorientador: Prof. Dr. Edmilson Otoni Corrêa.

Dissertação(Mestrado) – Universidade Federal de Itajubá.

1. Fase sigma. 2. Aços inoxidáveis dúplex. 3. Solubilização. 4. Envelhecimento. I. Melo, Mirian de Lourdes N. Motta, orient. II. Corrêa, Edmilson Otoni, coorient. III. Universidade Federal de Itajubá. IV. Título.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS PARA
ENGENHARIA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Efeito da Temperatura de Solubilização na
Precipitação de Fase Sigma de um Aço
Inoxidável Superdúplex

Autor: **Aline da Silva**

Orientadora: **Profa. Dra. Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo**

Co-orientador: **Prof. Dr. Edmilson Otoni Corrêa**

Composição da Banca Examinadora:

Prof. Dr. Osmar Roberto Bagnato - USF/LNLS

Prof. Dr. Geovani Rodrigues - IEM/UNIFEI

Prof. Dr. Edmilson Otoni Corrêa - IEM/UNIFEI

Profa. Dra. Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo, Presidente - IEM/UNIFEI.

Dedicatória

*Aos meus pais, Vera e Luiz, com amor e gratidão,
e ao meu filho, Henrique, com amor.*

Agradecimentos

A minha orientadora, Profa. Dra. Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo pela dedicação, paciência, amizade e conhecimentos transmitidos durante a elaboração desse trabalho.

Ao meu co-orientador, Prof. Dr. Edmilson Otoni Corrêa, pelo apoio e amizade.

Ao Prof. Dr. Ângelo Fernando Padilha pela doação do aço estudado neste trabalho, por disponibilizar a técnica de ferritoscopia, pelas sugestões e pela disponibilidade em ajudar.

Aos funcionários do Laboratório de Metalurgia e Materiais do IEM da UNIFEI: Antônio Benedito da Silva, Marcos Cirilo dos Santos e Jonas Mendes pela grande ajuda prestada.

Ao aluno de doutorado Eduardo Miguel da Silva, pela ajuda prestada.

Ao aluno de pós-doutorado Carlos Alberto Rodrigues, pela disponibilidade em ajudar sempre que preciso.

A funcionária Claudinete do DEMA-FEM-UNICAMP, pelas análises de microscopia eletrônica de varredura.

A aluna de doutorado da FEM/UNICAMP Alessandra Cremasco pelo auxílio na execução dos ensaios de Difração de Raios X.

Aos colegas do curso de Mestrado em Materiais para Engenharia, pelas conversas e momentos de descontração.

Aos meus pais, Vera e Luiz, e aos meus irmãos, Weslei, Lícia e Juninho pelo apoio e incentivo.

Ao Mauricio, pelo carinho e companheirismo.

A CAPES, através do Programa de bolsas, pelo apoio financeiro.

E a todos que direta ou indiretamente me auxiliaram neste trabalho.

O que você mentaliza continuamente norteia sua vida, traça seu destino.

Masaharu Taniguchi

Resumo

Silva, A. (2011), *Efeito da Temperatura de Solubilização na Precipitação de Fase Sigma de um Aço Inoxidável Superdúplex*, Itajubá, 69p. Dissertação (Mestrado em Materiais para Engenharia) - Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Itajubá.

Aços inoxidáveis dúplex e superdúplex apresentam uma importante classe dos aços inoxidáveis, pois combinam os benefícios das fases austenita e ferrita, resultando em aços com melhores propriedades mecânicas e maior resistência à corrosão. Um problema destes aços é a precipitação de algumas fases deletérias durante tratamento térmico. A fase de maior relevância é a fase sigma, porque provoca perda das propriedades. Este trabalho tem como objetivo estudar a precipitação da fase sigma no aço superdúplex UNS S32520. Para tanto foram realizados tratamentos térmicos de solubilização em três temperaturas diferentes (1050, 1150 e 1250°C) seguidos de resfriamento rápido em água e envelhecimento posterior a 850°C por 10 minutos, 30 minutos, 60 minutos, 3 horas e 10 horas. Os resultados mostraram que maiores temperaturas de solubilização provocam aumento no tamanho de grão e da fração volumétrica de ferrita, o que leva a precipitação de fase sigma no aço para tempos de envelhecimento maiores. Além disso, pode ser verificado que a dureza do material está diretamente relacionada a fração volumétrica de fase sigma presente no aço.

Palavras-chave

Fase sigma, aços inoxidáveis dúplex, solubilização, envelhecimento.

Abstract

Silva, A. (2011), *Effect of the Solution Annealing Temperature on Sigma Phase Precipitation in Superdúplex Stainless Steel*, Itajubá, 69p. MSc. Dissertation - Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Itajubá, 69p.

Dúplex stainless steels and superdúplex present an important class of stainless steels, they combine the benefits of austenite and ferrite phases, resulting in steels with better mechanical properties and greater corrosion resistance. A problem of these steels is the precipitation of some phases during heat treatment. The phase of greater relevance is the sigma phase, because it causes a loss of properties. This work aims to study the precipitation of sigma phase in steel UNS S32520 superdúplex. For that will be performed solution annealing heat treatments at three different temperatures (1050, 1150 and 1250 ° C) followed by aging at 850 ° C for 10 minutes, 30 minutes, 60 minutes, 3 hours and 10 hours, followed by rapid cooling in water. The results showed that higher solution treatment temperatures causes an increase in grain size and volume fraction of ferrite, which leads to precipitation of sigma phase in steel for aging times greater. Moreover, it can be verified that the hardness of the material is directly related to the volume fraction of sigma in the steel.

Keywords

Sigma, dúplex stainless steels, solution annealing, aging.

Sumário

SUMÁRIO.....	i
LISTA DE FIGURAS.....	iii
LISTA DE TABELAS.....	vi
LISTA DE SIMBOLOS E ABREVIATURAS.....	vii
CAPITULO 1.....	1
INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Introdução.....	1
1.2 Objetivos.....	2
CAPITULO 2.....	3
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1 Aços Inoxidáveis.....	3
2.2 Aços Inoxidáveis Dúplex e Superduplex.....	4
2.2.1 Precipitação de Fases em Aços Inoxidáveis Dúplex e Superduplex.....	7
2.2.2 Fase sigma.....	11
2.3 Técnicas de Caracterização Microestrutural.....	13
2.3.1 Difração de Raios X.....	13
2.3.2 Microscopia Óptica.....	15
2.3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	16
2.3.4 Medidas de Microdureza.....	18
2.3.5 Determinação da Fração Volumétrica de Ferrita.....	19
CAPITULO 3.....	21
MATERIAIS E MÉTODOS.....	21
3.1 Materiais.....	21
3.2 Fluxograma do Procedimento Experimental.....	21
3.3 Tratamentos Térmicos: Solubilização e Envelhecimento.....	23

3.4 Caracterização Microestrutural.....	24
3.4.1 Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura.....	24
3.4.2 Difração de Raios X.....	25
3.5 Ensaio de Microdureza.....	25
3.6 Determinação da Fração Volumétrica de Ferrita.....	25
CAPITULO 4.....	26
RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	26
4.1 Resultados.....	26
4.1.1 Quantificação das Fases.....	26
4.1.2 Composição Química das Amostras Solubilizadas.....	28
4.1.3 Análise Microestrutural.....	29
4.1.4 Ensaio de Microdureza.....	43
4.2 Discussão dos Resultados.....	44
4.2.1 Relação entre Fração Volumétrica de Ferrita e de Fase Sigma.....	44
4.2.2 Relação entre Fase Sigma e Microdureza.....	45
4.2.3 Análise das Micrografias.....	47
CAPITULO 5.....	49
CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	49
5.1 Conclusões.....	49
5.2 Sugestões para Trabalhos Futuros.....	50
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	51

Lista de Figuras

Figura 2.1:	Diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni.....	6
Figura 2.2:	Diagrama esquemático tempo-temperatura-transformação (TTT) das possíveis transformações de fases que podem ocorrer em aços inoxidáveis dúplex.....	9
Figura 2.3:	Seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni à 1300°C.....	10
Figura 2.4:	Seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni à 1000°C.....	10
Figura 2.5:	Seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni à 800°C.....	11
Figura 2.6:	Seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Mo à 650°C.....	11
Figura 2.7:	Diferentes morfologias da fase sigma após envelhecimento isotérmico: (a) 950°C, (b) 850°C e (c) 750°C.....	13
Figura 2.8:	Difratograma do aço inoxidável superdúplex UNS S32750 envelhecidas a 800°C por 60 e 15 minutos.....	14
Figura 2.9:	Difratograma do aço inoxidável superferrítico após o ciclo térmico de 1°C/min até 850°C.....	14
Figura 2.10:	Microestrutura típica encontrada no aço inoxidável dúplex UNS S31803 solubilizado por 30 minutos a 1120°C.....	15
Figura 2.11:	Microestrutura encontrada no aço inoxidável dúplex UNS S31803 envelhecido por 30 minutos a 850°C.....	16
Figura 2.12:	Microscopia eletrônica de varredura. (a) aço dúplex UNS S31803 atacado com V2A-Beizee. (b) aço superdúplex UNS S32520, atacado com <i>Glyceregia</i> . Ambos envelhecidos a 750°C por 1 h.....	17
Figura 2.13:	Microdureza Knoop da austenita e ferrita das amostras do aço UNS S31308 envelhecidas por 96h nas temperaturas indicadas.....	19
Figura 2.14:	Microdureza do aço UNS S31308 envelhecido a 600°C nos tempos indicados.....	19

Figura 2.15:	Princípio de funcionamento do ferritoscópico.....	21
Figura 3.1:	Fluxograma do procedimento experimental.....	22
Figura 3.2:	Amostras do aço UNS S32520 após tratamento de solubilização.....	23
Figura 4.1:	Frações volumétricas de ferrita e de fase sigma das amostras solubilizadas na temperatura T1 = 1050°C após envelhecimento a 850°C.....	27
Figura 4.2:	Frações volumétricas de ferrita e de fase sigma das amostras solubilizadas na temperatura T2 = 1150°C após envelhecimento a 850°C.....	27
Figura 4.3:	Frações volumétricas de ferrita e de fase sigma das amostras solubilizadas na temperatura T3 = 1250°C após envelhecimento a 850°C.....	28
Figura 4.4:	Micrografias das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2, T3 e envelhecidas a 850°C por 10, 30, 60, 180 e 600 minutos.....	30
Figura 4.5:	Amostra Solubilizada na temperatura de 1050°C.....	31
Figura 4.6:	Amostra Solubilizada na temperatura de 1150°C.....	31
Figura 4.7:	Amostra Solubilizada na temperatura de 1250°C.....	32
Figura 4.8:	Difratograma das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2 e T3.....	32
Figura 4.9:	Amostra solubilizada na temperatura de 1050°C e envelhecida a 850°C por 10 minutos.....	33
Figura 4.10:	Amostra solubilizada na temperatura de 1150°C e envelhecida a 850°C por 10 minutos.....	34
Figura 4.11:	Amostra solubilizada na temperatura de 1250°C e envelhecida a 850°C por 10 minutos.....	34
Figura 4.12:	Difratograma das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2 e T3 e envelhecidas a 850°C por 10 minutos.....	35
Figura 4.13:	Amostra solubilizada na temperatura de 1050°C e envelhecida a 850°C por 30 minutos.....	35
Figura 4.14:	Amostra solubilizada na temperatura de 1150°C e envelhecida a 850°C por 30 minutos.....	36
Figura 4.15:	Amostra solubilizada na temperatura de 1250°C e envelhecida a 850°C por 30 minutos.....	36
Figura 4.16:	Difratograma das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2 e T3 e envelhecidas a 850°C por 30 minutos.....	37
Figura 4.17:	Amostra solubilizada na temperatura de 1050°C e envelhecida a 850°C por 60 minutos.....	37

Figura 4.18: Amostra solubilizada na temperatura de 1150°C e envelhecida a 850°C por 60 minutos.....	38
Figura 4.19: Amostra solubilizada na temperatura de 1250°C e envelhecida a 850°C por 60 minutos.....	38
Figura 4.20: Difratoograma das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2 e T3 e envelhecidas a 850°C por 60 minutos.....	39
Figura 4.21: Amostra solubilizada na temperatura de 1050°C e envelhecida a 850°C por 180 minutos.....	39
Figura 4.22: Amostra solubilizada na temperatura de 1150°C e envelhecida a 850°C por 180 minutos.....	40
Figura 4.23: Amostra solubilizada na temperatura de 1250°C e envelhecida a 850°C por 180 minutos.....	40
Figura 4.24: Difratoograma das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2 e T3 e envelhecidas a 850°C por 180 minutos.....	41
Figura 4.25: Amostra solubilizada na temperatura de 1050°C e envelhecida a 850°C por 600 minutos.....	41
Figura 4.26: Amostra solubilizada na temperatura de 1150°C e envelhecida a 850°C por 600 minutos.....	42
Figura 4.27: Amostra solubilizada na temperatura de 1250°C e envelhecida a 850°C por 600 minutos.....	42
Figura 4.28: Difratoograma das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2 e T3 e envelhecidas a 850°C por 600 minutos.....	43
Figura 4.29: Variação da microdureza em função do tempo de envelhecimento.....	43
Figura 4.30: Variação da fração volumétrica de fase sigma em função do tempo de envelhecimento.....	45
Figura 4.31: Dureza em função da fração volumétrica de sigma das amostras solubilizadas na temperatura de 1050°C e envelhecidas a 850°C por 10, 30, 60, 180 e 600 minutos.....	46
Figura 4.32: Dureza em função da fração volumétrica de sigma das amostras solubilizadas na temperatura de 1150°C e envelhecidas a 850°C por 10, 30, 60, 180 e 600 minutos.....	46
Figura 4.33: Dureza em função da fração volumétrica de sigma das amostras solubilizadas na temperatura de 1250°C e envelhecidas a 850°C por 10, 30, 60, 180 e 600 minutos.....	47

Lista de Tabelas

Tabela 2.1:	Características principais de algumas fases encontradas em aços inoxidáveis dúplex.....	8
Tabela 2.2:	Principais elementos presentes nas fases <i>chi</i> e <i>sigma</i> , determinados por EDS após envelhecimento a 750°C por 1h no aço dúplex UNS S31803.....	17
Tabela 2.3:	Principais elementos presentes nas fases <i>chi</i> e <i>sigma</i> , determinados por EDS após envelhecimento a 750°C por 1h no aço superdúplex UNS S32520.....	18
Tabela 2.4:	Medidas da quantidade de ferrita (em% vol) em aços inoxidáveis dúplex e superdúplex após envelhecimento a 750°C por 1, 2, 4 e 8 h.....	20
Tabela 3.1:	Composição química (% em massa) do aço estudado.....	21
Tabela 4.1:	Fração volumétrica de ferrita, obtida por ferritoscopia, para as amostras solubilizadas nas temperaturas de 1050°C, 1150°C e 1250°C.....	28
Tabela 4.2:	Composição química das amostras solubilizadas.....	29

Lista de Símbolos e Abreviaturas

AID – Aços inoxidáveis dúplex

AISD – Aços inoxidáveis superdúplex

ccc – estrutura cubica de corpo centrado

cfc – estrutura cubica de face centrada

PRE – *pitting resistance equivalent*

PRE_w – *pitting resistance equivalent* para aços com adição de tungstênio

MEV – microscópio eletrônico de varredura

MET – microscópio eletrônico de transmissão

EDS – espectroscopia por dispersão de energia

γ – austenita

α – ferrita

σ – fase sigma

$\gamma 2$ – austenita secundária

Capítulo 1

INTRODUÇÃO

1.1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis dúplex são ligas Fe-Cr-Ni-Mo, com microestrutura composta por uma matriz ferrítica e a fase austenítica precipitada na forma de ilhas. Após trabalho a quente e tratamento térmico de solubilização é comum apresentarem microestrutura fortemente orientada na direção de laminação, consistindo de placas ou lamelas alternadas de ferrita e austenita [SILVA e MEI, 2006].

Estes aços são caracterizados por uma combinação favorável das propriedades dos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos: têm elevada resistência mecânica, boa tenacidade, boa resistência à corrosão em diversos meios e excelente resistência à corrosão sob tensão [SILVA e MEI, 2006].

Uma nova classe desses aços, os aços inoxidáveis superdúplex (AISD), tem sido desenvolvidos recentemente com melhor resistência à corrosão que os aços inoxidáveis dúplex, particularmente maior resistência à corrosão por pite, devido à suas maiores concentrações de cromo, molibdênio e nitrogênio. [HONEYCOMBE e BHADSHIA 2006].

Esses aços são amplamente utilizados na indústria química ou em aplicações *offshore*, onde uma combinação de alta resistência à corrosão e boa resistência mecânica é necessária [POHL et al., 2007; PADILHA e PLAUT, 2009].

O contínuo desenvolvimento de aços inoxidáveis dúplex resultou na composição de aços complexos contendo quantidades consideráveis de elementos de liga. Estes elementos

são, é claro, introduzido no aço por uma ou mais reações com o objetivo final de obter melhores propriedades mecânicas e/ou maior resistência à corrosão. Como de costume, os benefícios de tais adições invariavelmente vêm acompanhados a inevitáveis desvantagens, sendo a mais importante a potencial instabilidade microestrutural do material [PADILHA e PLAUT, 2009].

Durante o processamento (tratamento térmico, soldagem, conformação a quente) ou, em uso (envelhecimento isotérmico) pode ocorrer precipitação de fases intermetálicas indesejáveis como as fases chi (χ), alfa-linha (α'), sigma (σ) além de carbonetos e nitretos, como consequência da instabilidade microestrutural desses aços. A precipitação da fase σ é de grande interesse para os aços inoxidáveis austeníticos, ferríticos e dúplex, pois a ela associam-se efeitos que causam tanto redução das propriedades mecânicas quanto diminuição da resistência à corrosão do aço [ESCRIBA et al., 2006].

É de grande importância entender as condições que levam a formação da fase sigma para evitá-la durante o processamento ou uso, e assim conservar as propriedades do aço e otimizar sua utilização.

1.2 OBJETIVO

O objetivo deste trabalho foi verificar o efeito da temperatura de solubilização na precipitação da fase sigma do aço inoxidável superdúplex UNS S32520 (UR 52N+) após tratamentos térmicos de solubilização nas temperaturas de 1050°C, 1150°C e 1250°C e envelhecimento a 850°C nos tempos de 10, 30, 60, 180 e 600 minutos.

Capítulo 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS

A palavra “aço” significa que o ferro constitui a maior parte do material, enquanto o uso do adjetivo “inoxidável” significa ausência de manchas, ferrugem ou corrosão em ambientes onde os aços ‘normais’ são sensíveis. A fim de dar “inoxibilidade” para aços o cromo deve ser adicionado, pelo menos, cerca de 10% em peso. Este teor de cromo pode formar um óxido de cromo aderente e auto regenerativo na superfície do aço em ambientes relativamente favoráveis. No entanto, para proteção contra corrosão e oxidação em ambientes mais hostis (por exemplo, em ambientes úmidos ou em ambientes poluídos) maiores teores de Cr devem ser adicionados [LO et al, 2009].

Enquanto o sistema Fe-Cr constitui a base, aços inoxidáveis modernos contêm, além, de cromo uma série de outros elementos de liga, cuja presença melhora as propriedades. O molibdênio é adicionado para aumentar a resistência contra a corrosão por pites e cloretos e níquel para obter austenita e melhorar a tenacidade, por exemplo. Apesar de uma mistura de elementos de liga poder estar presentes nos aços inoxidáveis, o seu conteúdo total é normalmente mantida abaixo do teor de ferro, pela razão de manter a liga resultante sendo um aço com custo aceitável [LO et al, 2009].

Para fins de classificação e discussão de suas propriedades, os aços inoxidáveis são agrupados em cinco categorias [SILVA e MEI, 2006]:

1. Martensíticos – São ligas de ferro e cromo (11-18%) com teor de carbono, em geral, acima de cerca de 0,1%. Mais recentemente, entretanto, estão sendo desenvolvidos e usados aços denominados “supermartensíticos”, os quais possuem carbono abaixo de 0,1% e extra baixos teores de elementos residuais.
2. Ferríticos – São ligas Fe + Cr essencialmente ferríticas a todas as temperaturas, e que não endurecem por tratamento térmico de têmpera. Normalmente têm teores de cromo mais elevados do que os aços martensíticos e têm, naturalmente, menores teores de carbono.
3. Austeníticos – São ligas à base de ferro, cromo (16-30%) e níquel (8-35%) predominantemente austeníticas após tratamento térmico comercial. O teor de carbono é, em geral, inferior a 0,08%. Outros aços inoxidáveis austeníticos incluem aqueles em que, por questão de custo, parte do níquel é substituída por manganês ou nitrogênio (elementos estabilizadores da austenita). Aços com maiores teores de elementos de ligas têm sido desenvolvidos e, em alguns casos, classificados como “superausteníticos”.
4. Ferrítico-austenítico (dúplex) – Microestruturas contendo austenita e ferrita em frações aproximadamente iguais são obtidas com composições balanceadas de ferro, cromo (18-27%), níquel (4-7%), molibdênio (1-4%) e outros elementos, especialmente nitrogênio e apresentam propriedades muito interessantes para diversas aplicações. Em vista da elevação do preço do níquel nos anos 1990 e 2000, este grupo de aços vem sendo muito pesquisado e uma nova geração tem sido apresentada ao mercado com a denominação “superdúplex” como o UNS S32760.
5. Endurecidos por precipitação – Ligas ferro, cromo (12-17%), níquel (4-8%), molibdênio (0-2%) contendo adições que permitam o endurecimento da martensita de baixo carbono pela precipitação de compostos intermetálicos (alumínio, cobre, titânio e/ou nióbio).

2.2 AÇOS INOXIDÁVEIS DÚPLEX E SUPERDÚPLEX

Os aços inoxidáveis tradicionais não apresentam a combinação adequada de resistências mecânica e resistência à corrosão, necessárias em uma série de aplicações.

Uma categoria de aços inoxidáveis, relativamente nova, denominada dúplex reúne essas características de forma satisfatória. Esses materiais surgiram na década de 70 nos Estados Unidos e na Europa e somente a partir da década de 90 vem sendo utilizados no Brasil [MARTINS e CASTELETTI, 2007].

Os aços inoxidáveis dúplex (AID) são aços em que a microestrutura consiste de duas fases principais: austenita (γ – cfc) e ferrita (α - ccc) em proporções aproximadamente iguais [SILVA e MEI, 2006; MARTINS e BONAVINA, 2003; SENATORE et al., 2007; GUNN, 2003].

Os AIDs podem ser divididos em dois grupos de acordo com seu teor de carbono [POHL, 1995; PADILHA e PLAUT, 2009]:

- 1 – aços com baixo teor de carbono (de 0,01 %peso até 0,08 %peso de carbono). Em geral essas ligas são trabalhadas mecanicamente (ligas forjadas);
- 2 – aços com alto teor de carbono (de 0,3 %peso até 0,5 %peso de carbono). Esses aços são usados na condição bruta de fusão.

Os aços inoxidáveis com baixo teor de carbono solidificam em uma estrutura ferrítica e a austenita se forma no estado sólido. Durante o trabalho a quente, entre 900°C e 1200°C, a microestrutura é formada de lamelas alternadas de ferrita e austenita. No caso dos aços inoxidáveis com alto teor de carbono, a primeira fase que solidifica é também a ferrita. O líquido residual rico em carbono solidifica formando austenita e uma rede de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ rico em cromo [PADILHA et al., 2006].

Ambos os produtos fundidos e forjados tem frações volumétricas equivalentes de ferrita e austenita, mas os componentes forjados apresentam uma textura de deformação obtida por trabalho a quente. O balanço de fase ideal para os modernos produtos forjados varia entre os fabricantes, mas uma fração volumétrica de 45% à 60% de austenita pode ser esperada. Essa microestrutura balanceada é conseguida através do controle simultâneo da composição química e da temperatura de recozimento [GUNN, 2003].

Os aços dúplex são baseados no diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni (Figura 2.1) [POHL et al., 2007].

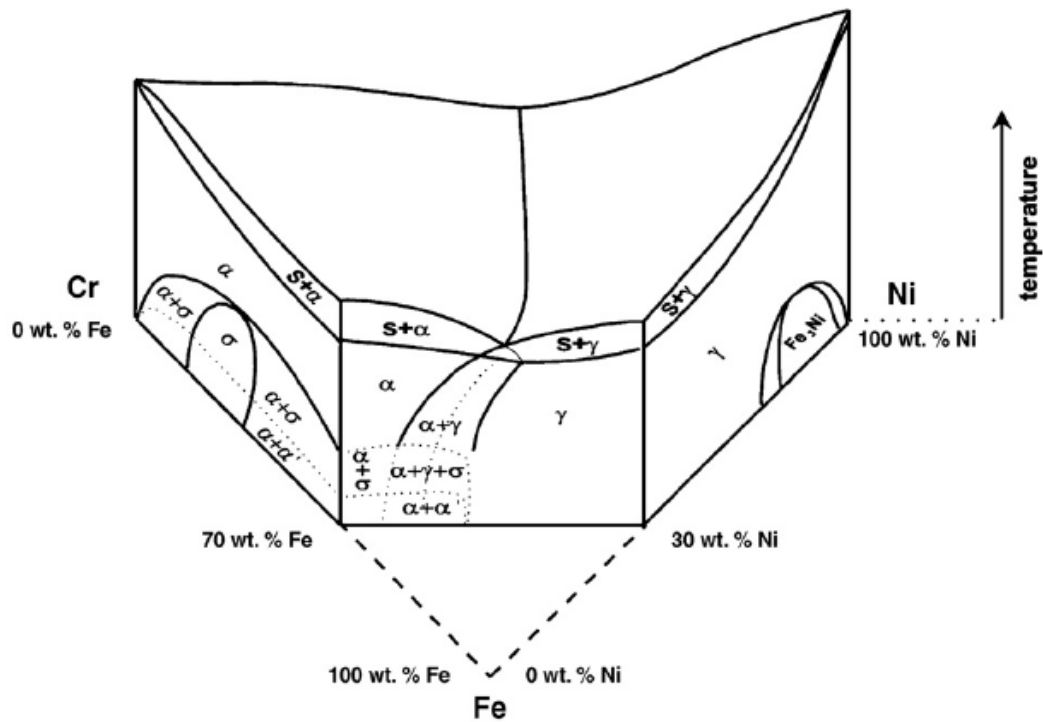


Figura 2.1: Diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni [POHL et al., 2007].

Os aços inoxidáveis dúplex solidificam completamente no campo da ferrita. Em seguida ocorre a transformação no estado sólido para a austenita, que é naturalmente reversível, de modo que um aumento significativo da temperatura, por exemplo, de 1050°C a 1300°C, leva a um aumento no teor de ferrita [GUNN, 2003]. A austenita nucleia por volta de 1300°C (2370°F) e cresce primeiro nos contornos de grão da ferrita e, posteriormente, nos grãos de ferrita [PADILHA et al., 2006].

Em razão da sua microestrutura bifásica esses aços apresentam uma combinação favorável das propriedades dos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos: têm elevada resistência mecânica, boa tenacidade e ductilidade além de boa resistência à corrosão em diversos meios e excelente resistência à corrosão sob tensão [SILVA e MEI, 2006; POHL, 1995; POHL e STORZ, 2004].

Esta combinação favorável de propriedades faz esta classe de aços inoxidáveis amplamente empregada em indústrias de petróleo e gás, petroquímica, papel e celulose e indústrias de controle da poluição [PADILHA et al., 2006]

Uma nova classe desses aços, os aços inoxidáveis superdúplex (AISD), tem sido desenvolvidos recentemente com melhor resistência à corrosão que os aços inoxidáveis dúplex, particularmente maior resistência à corrosão por pite, devido à suas maiores concentrações de cromo, molibdênio e nitrogênio [HONEYCOMBE e BHADESHIA 2006].

No final dos anos 60, foi proposta a seguinte equação (Equação 2.1) para relacionar a resistência à corrosão por pite, ou PRE (*Pitting Resistance Equivalent*) ao teor desses três elementos [PADILHA et al., 2006; PADILHA e PLAUT, 2009; MARTINS e CASTELETTI, 2007; SILVA e MEI, 2006]:

$$\text{PRE} = \% \text{Cr} + 3,3 \% \text{Mo} + 16 \% \text{N} \quad (2.1)$$

Algumas ligas contêm uma adição de tungstênio, que é outro elemento que age para aumentar a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis. Para essas ligas, a resistência à corrosão por pite é expresso como PRE_w , de acordo com a Equação 2.2 [ALVAREZ-ARMAS, 2008]:

$$\text{PRE}_w = \% \text{Cr} + 3.3 \% \text{Mo} + 16 \% \text{N} + 1.65 \% \text{W} \quad (2.2)$$

O número PRE ou PRE_w é comumente usado para classificar a família a que pertence uma liga. Os AIDs cujos valores de PRE forem da ordem de 35 a 40, constituem a família dos aços inoxidáveis dúplex e aqueles cujos PRE forem superiores a 40, constituem a família dos inoxidáveis superdúplex [MARTINS e CASTELETTI, 2007; PADILHA e PLAUT, 2009; PADILHA et al., 2006; GUNN, 2003].

2.2.1 Precipitação de Fases em Aços Inoxidáveis Dúplex e Superdúplex

Devido à alta quantidade de elementos de liga, os aços inoxidáveis dúplex constituem sistemas termodinamicamente metaestáveis no estado solubilizado à temperatura ambiente e qualquer adsorção de calgr que eles recebem, faz com que busquem uma condição energética mais estável, que é conseguida através da precipitação de carbonetos e intermetálicas [MARTINS e CASTELETTI, 2005; PADILHA e PLAUT, 2009; ROMANA, 2009]. A Tabela 2.1 apresenta as características principais de algumas fases encontradas em aços inoxidáveis dúplex.

Tabela 2.1: Características principais de algumas fases encontradas em aços inoxidáveis dúplex [PADILHA e PLAUT, 2009].

Fase	Estrutura Cristalina	Átomos por Célula Unitária	Parâmetro de Rede	Composição
Sigma (σ)	Tetragonal	30	a = 0,87 - 0,92 c = 0,4554 - 0,48	(Fe, Ni) _x (Cr, Mo) _y
Chi (χ)	ccc	58	a = 0,881 – 0,895	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀ ; (Fe,Ni) ₃₆ Cr ₁₈ Mo ₄
Laves (η)	Hexagonal	12	a = 0,473 – 0,483	Fe ₂ Mo; Fe ₂ Nb; Fe ₂ Ta; Fe ₂ Ti; Fe ₂ W
M₂₃C₆	cfc	116	a = 1,057 – 1,06	(Cr,Fe,Mo) ₂₃ C ₆ ; Cr ₁₆ Fe ₅ Mo ₂ C ₆
M₇C₃	Pseudo-hexagonal	40	a = 1,395 – 1,400 c = 0,452 – 0,453	(Cr,Fe) ₇ C ₃
M₆C	cfc	112	a = 1,085 – 1,128	(Fe,Mo,Nb,Cr) ₆ C
M₂N	hexagonal	9	a = 0.478 - 0.48; c = 0.4440.447	(Cr,Fe) ₂ N

A precipitação de fases intermetálicas é normalmente associada a consequências indesejáveis, como empobrecimento da matriz em elementos de liga como o cromo, molibdênio e nióbio bem como a perda de ductilidade, tenacidade e resistência à corrosão [PADILHA et al., 2006].

Uma grande variedade de fases podem se formar nesses aços no intervalo de temperatura de 300 – 1000°C durante o envelhecimento isotérmico (processamento ou uso) ou tratamento térmico incorreto [NILSSON, 1992]. O diagrama esquemático da Figura 2.2 mostra as possíveis transformações de fases em aços inoxidáveis dúplex.

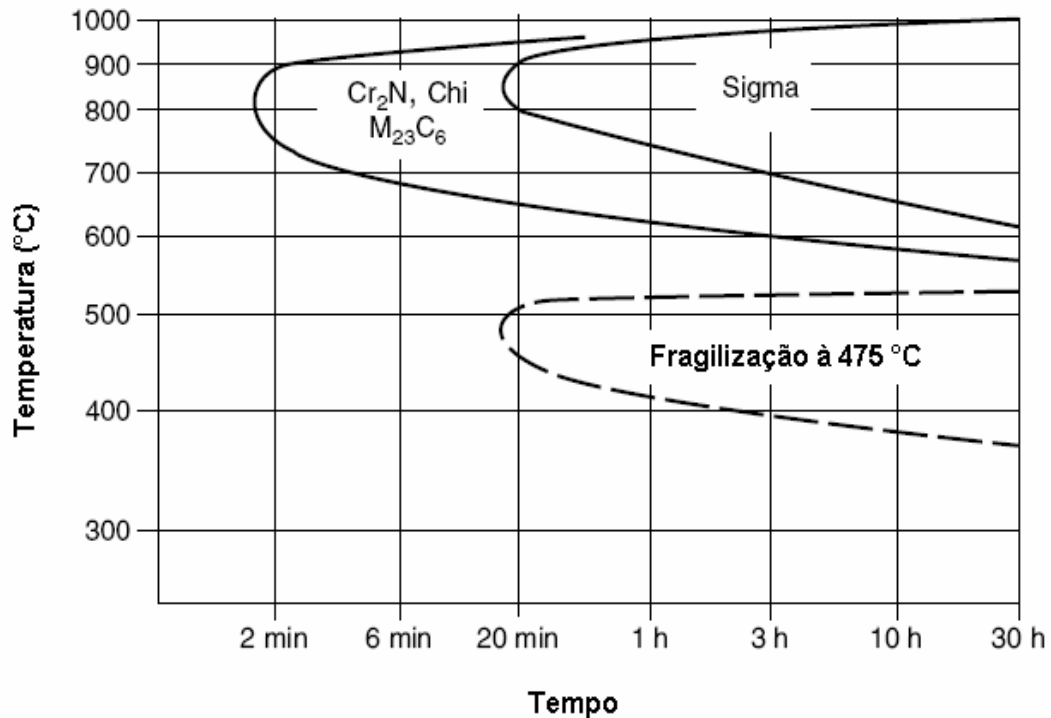
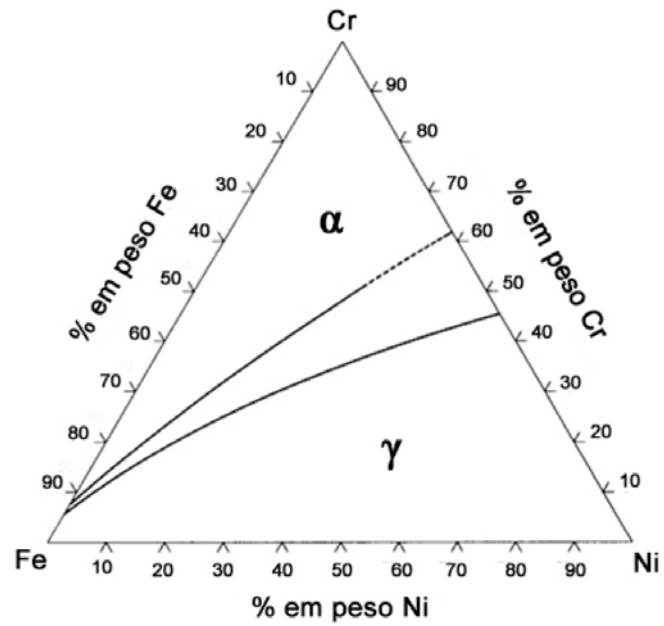


Figura 2.2: Diagrama esquemático tempo-temperatura-transformação (TTT) das possíveis transformações de fases que podem ocorrer em aços inoxidáveis dúplex [PADILHA e PLAUT, 2009].

Os aços inoxidáveis superdúplex mostram maior propensão à precipitação de fases, devido ao seu maior teor de Cr, Mo e W [GUNN, 2003].

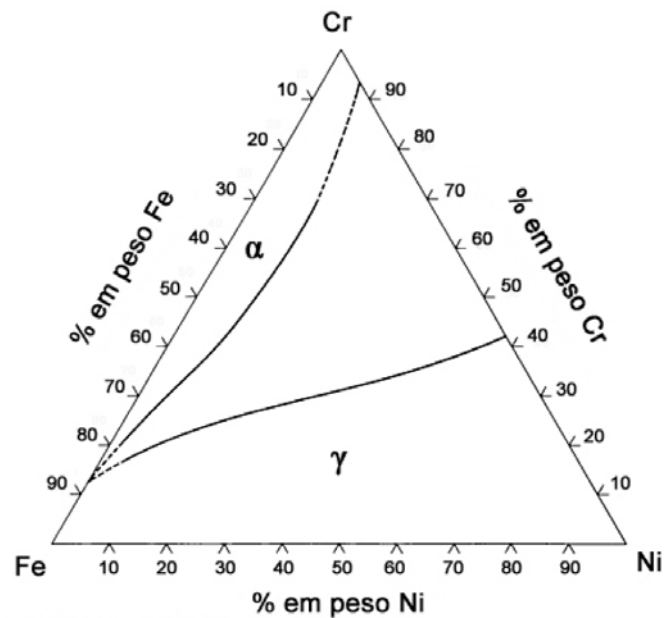
Os precipitados podem ser dissolvidos novamente durante o tratamento térmico de solubilização, que para os aços inoxidáveis superdúplex deve ser realizado na temperatura de 1050°C ou acima. Poucos minutos entre 1050 - 1070°C são suficientes para os aços UNS S32550 e UNS S32750, já para os aços superdúplex que contêm tungstênio, como o UNS S32760, a temperatura de 1100°C é recomendada [GUNN, 2003].

As Figuras 2.3 e 2.4 mostram as seções isotérmicas dos diagramas ternário Fe-Cr-Ni à 1300°C e à 1000°C, respectivamente. Nessas temperaturas o aço se encontra solubilizado, apresentando apenas duas fases: ferrita e austenita.



Obs.: $\alpha = (\alpha\text{Fe, Cr})$; $\gamma = (\gamma\text{Fe, Ni})$

Figura 2.3: Seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni à 1300°C [ASM Handbook, 2006].



Obs.: $\alpha = (\alpha\text{Fe, Cr})$; $\gamma = (\gamma\text{Fe, Ni})$

Figura 2.4: Seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni à 1000°C [ASM Handbook, 2006].

2.2.2 Fase Sigma (σ)

A fase sigma é provavelmente o composto intermetálico mais encontrado em aços inoxidáveis como mostra a seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni da Figura 2.5 e a seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Mo da Figura 2.6 .

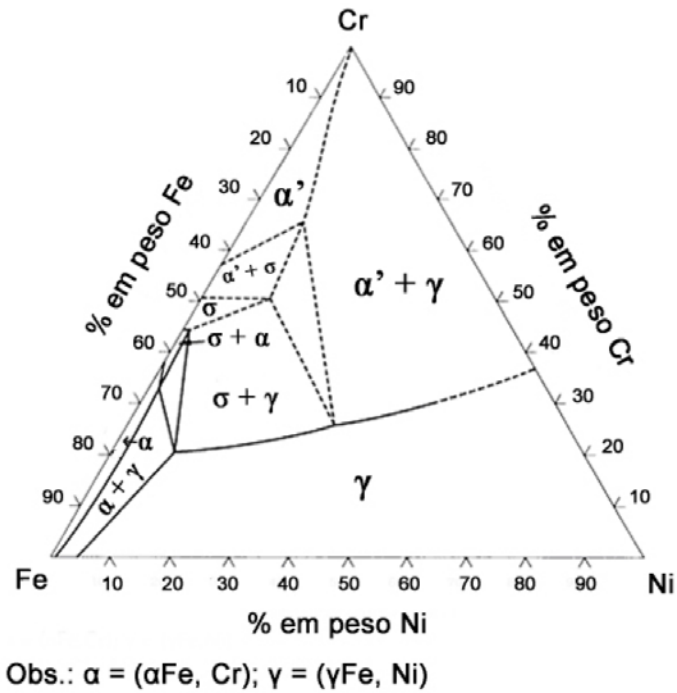


Figura 2.5: Seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni à 800°C [ASM Handbook, 2006].

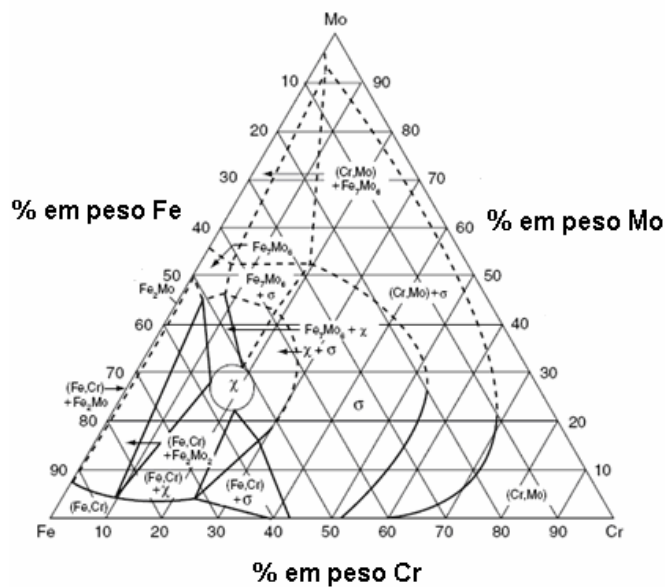


Figura 2.6: Seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Mo à 650°C [PADILHA et al., 2006].

A precipitação da fase sigma em aços inoxidáveis pode ocorrer em aços austeníticos, ferríticos e em estruturas tipo dúplex com as fases austenita e ferrita. A precipitação deste intermetálico (Fe-Cr-Mo), de estrutura tetragonal, com 30 átomos por célula unitária, provoca perda de resistência e resulta em uma matriz empobrecida de cromo e molibdênio [PADILHA et al., 2006; PADILHA e PLAUT, 2009; POHL et al., 2007].

No caso dos aços inoxidáveis dúplex, a precipitação pode ser completa, em poucas horas e consumirá toda ferrita da microestrutura [PADILHA et al., 2006].

A precipitação da fase sigma nos aços dúplex pode ser representada pela reação eutetóide : $\alpha \rightarrow \gamma_2 + \sigma$, onde γ_2 é uma austenita empobrecida de cromo e molibdênio se comparada com a austenita original [PADILHA e PLAUT, 2009; PADILHA et al., 2006]. A precipitação ocorre predominantemente nos contornos de grãos, especialmente nos pontos tripos [NILSON, 1992; PADILHA e PLAUT, 2009].

O aumento nos níveis de cromo e molibdênio desloca o início da precipitação para tempos mais curtos e temperaturas mais elevadas [PADILHA et al., 2006].

Em aços inoxidáveis dúplex a precipitação da fase sigma é observada na faixa de temperatura de 600 a 1000°C. O intervalo de temperatura onde a sua taxa de precipitação é máxima é de 750 a 850°C [POHL e STORZ, 2004].

Dependendo da temperatura de formação, diferentes morfologias podem ser encontradas para a fase sigma. Temperaturas mais baixas (750°C) levam a uma formação de fase sigma com morfologia do tipo *coral-like*, temperaturas mais elevadas (950°C) resultam em uma fase sigma maior e mais compacta e em temperaturas de 850°C uma estrutura intermediária é encontrada, como pode ser observado na Figura 2.7 [POHL et al., 2007]:

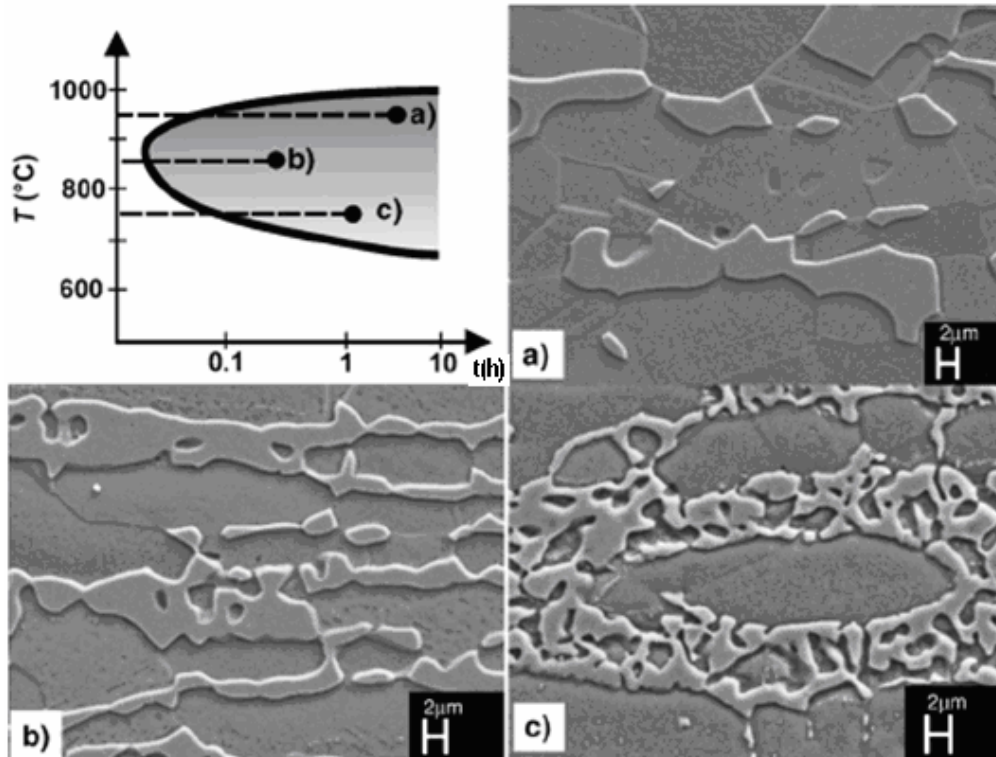


Figura 2.7: Diferentes morfologias da fase sigma após envelhecimento isotérmico: (a) 950°C, (b) 850°C e (c) 750°C [POHL et al., 2007].

2.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

2.3.1 Difração de Raios X

Dentre as várias técnicas de caracterização de materiais, a técnica de difração de raios X é a mais indicada na determinação das fases cristalinas presentes no material. Isto é possível porque na maior parte dos sólidos (cristais), os átomos se ordenam em planos cristalinos separados entre si por distâncias da mesma ordem de grandeza dos comprimentos de onda dos raios X. Ao incidir um feixe de raios X em um cristal, o mesmo interage com os átomos presentes, originando o fenômeno de difração [PICCOLI et al., 2006].

A identificação das fases presentes é baseada na comparação de um perfil desconhecido com o conjunto de difração padrão coletado e mantido pelo JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) [PICCOLI et al., 2006].

A difração de raios X foi uma das técnicas utilizadas por PARDAL et al [PARDAL et al 2009] e por ESCRIBA et al. [ESCRIBA et al., 2006] para detectar a precipitação de fase sigma nos aços inoxidáveis estudados em seus trabalhos. A Figura 2.8 e a Figura 2.9 mostram os difratogramas obtidos por Pardal et al. e Escriba et al. respectivamente.

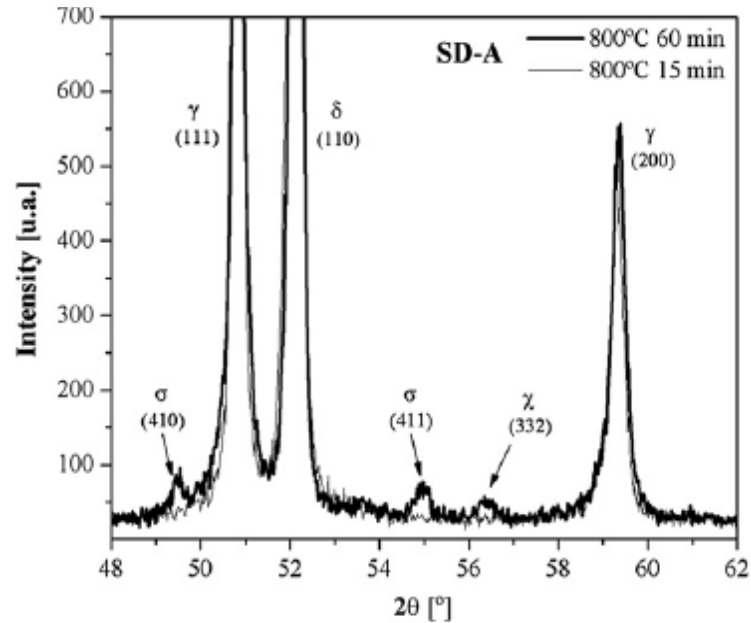


Figura 2.8: Difratograma do aço inoxidável superduplex UNS S32750 envelhecidas a 800°C por 60 e 15 minutos [PARDAL et al., 2009].

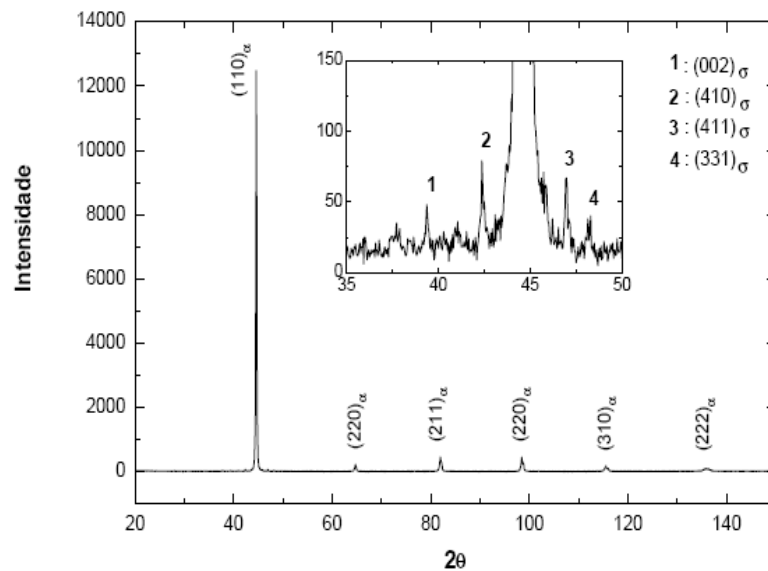


Figura 2.9: Difratograma do aço inoxidável superferrítico após o ciclo térmico de 1°C/min até 850°C. Observam-se em detalhe os picos associados à precipitação de fase sigma [ESCRIBA et al., 2006].

2.3.2 Microscopia Óptica

Embora numerosas ferramentas eletrônicas sofisticadas, como o microscópio eletrônico de varredura (MEV) e o microscópio eletrônico de transmissão (MET), estejam disponíveis para caracterização microestrutural de materiais, o microscópio óptico continua sendo um instrumento muito importante. O MET e MEV superaram duas das mais importantes limitações do microscópio óptico: a resolução e a profundidade de foco, no entanto eles não reduziram sua importância, pois as limitações do MET e do MEV são os pontos fortes do microscópio óptico, logo os microscópios óptico e eletrônico são técnicas complementares e não competitivas [BORGES, s.d.].

O microscópio óptico tem numerosas aplicações, uma delas é a determinação das fases estruturais presentes e a maneira como essas fases estão distribuídas [BORGES, s.d.].

As Figuras 2.10 e 2.11 mostram a microestrutura do aço inoxidável dúplex UNS S31803 estudado por Magnabosco [MAGNABOSCO, 2009]. A Figura 2.10 apresenta a microestrutura típica desse aço após tratamento térmico de solubilização e a Figura 2.11 apresenta a microestrutura desse aço após tratamento térmico de envelhecimento, mostrando as mudanças microestruturais ocorridas que puderam ser acompanhadas por microscopia óptica.

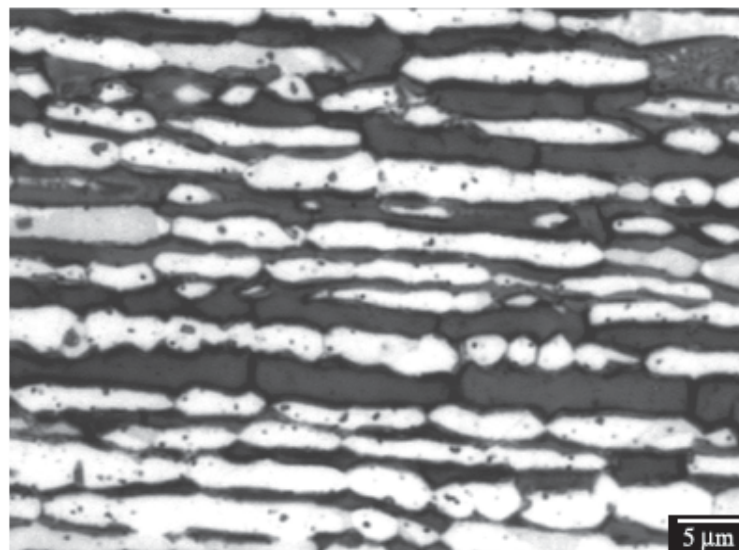


Figura 2.10: Microestrutura típica encontrada no aço inoxidável dúplex UNS S31803 solubilizado por 30 minutos a 1120°C, mostrando a austenita (clara) e a ferrita (escura).

Ataque: *Behara* modificado [MAGNABOSCO, 2009].

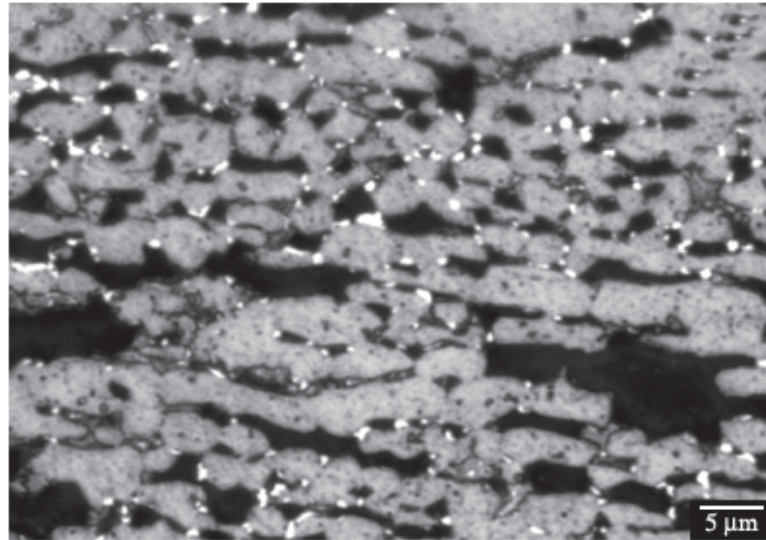


Figura 2.11: Microestrutura encontrada no aço inoxidável dúplex UNS S31803 envelhecido por 30 minutos a 850°C, mostrando a austenita (cinza), ferrita (escura) e a fase sigma.

Ataque: *Behara* modificado [MAGNABOSCO, 2009].

2.3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

O microscópio eletrônico de varredura MEV é um dos mais versáteis instrumentos disponíveis para a observação e análise de características microestruturais de objetos sólidos [DEDAVID et al., 2008].

O princípio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) consiste em utilizar um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para explorar a superfície da amostra, ponto a ponto, por linhas sucessivas e transmitir o sinal do detector a uma tela catódica cuja varredura está perfeitamente sincronizada com aquela do feixe incidente [DEDAVID et al., 2008].

A interação do feixe de elétrons com a superfície da amostra emite uma série de radiações tais como: elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raios X característicos, elétrons Auger, fótons, etc. Estas radiações quando captadas corretamente fornecem informações características sobre a amostra (topografia da superfície, composição, cristalografia, etc.) [MALISKA, s.d.].

Na microscopia eletrônica de varredura os sinais de maior interesse para a formação da imagem são os elétrons secundários e retroespalhados. À medida que o feixe de elétrons primários vai varrendo a amostra estes sinais vão sofrendo modificações de acordo com as variações da superfície. Os elétrons secundários fornecem a imagem da topografia da superfície da amostra e são os responsáveis pela obtenção das imagens de alta resolução, já os retroespalhados fornecem imagem característica de variação de composição.

O MEV tem seu potencial ainda mais desenvolvido com a adaptação na câmara da amostra de detectores de raios X permitindo a realização de análise química na amostra em observação. Este procedimento facilita a identificação a de precipitados e mesmo de variações de composição química dentro de um grão [MALISKA, s.d.]. Dois tipos de detectores que captam raios X característicos podem ser utilizados: por dispersão de energia (EDS) ou por dispersão em comprimento de onda (WDS), sendo a espectroscopia por dispersão de energia (EDS), mais utilizada [DEDAVID et al., 2008].

Escriba et al. [ESCRIBA et al., 2010], estudaram a precipitação de fases intermetálicas em dois aços inoxidáveis, um do tipo dúplex UNS S31803 e um do tipo superdúplex UNS S32520, utilizando técnicas complementares de análise, entre elas, microscopia eletrônica de varredura (MEV) com microanálise química por dispersão de energia (EDS). A Figura 2.12 e as Tabelas 2.2 e 2.3 mostram alguns resultados obtidos por Escriba et al. [ESCRIBA et al., 2010].

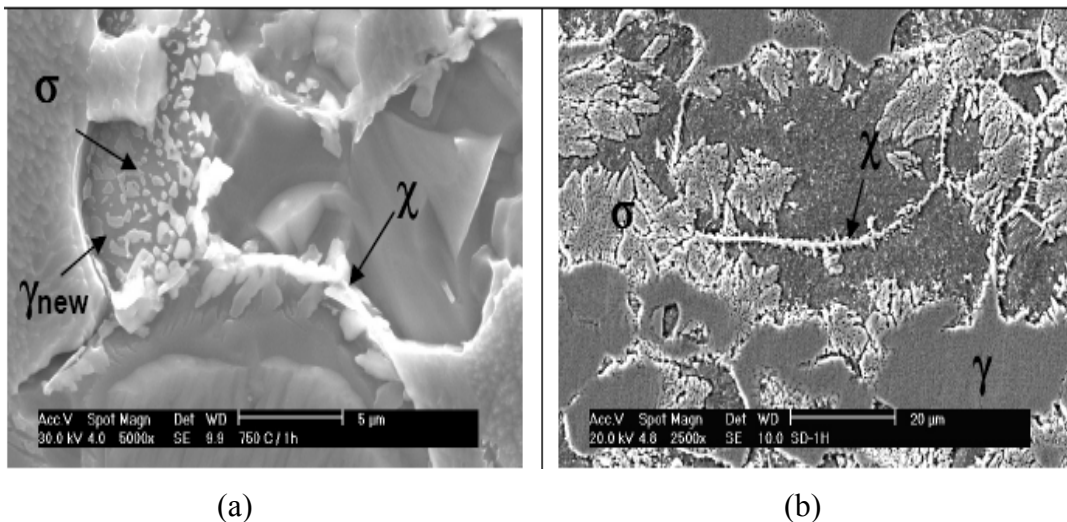


Figura 2.12: Microscopia eletrônica de varredura. (a) aço dúplex UNS S31803 atacado com V2A-Beizee. (b) aço superdúplex UNS S32520, atacado com *Glyceregia*. Ambos envelhecidos a 750°C por 1 h [ESCRIBA et al., 2010].

Tabela 2.2: Principais elementos presentes nas fases *chi* e *sigma*, determinados através de EDS após envelhecimento a 750°C por 1h no aço inoxidável dúplex UNS S31803 (wt%) [ESCRIBA et al., 2010].

	Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
χ	1,1 \pm 0,1	10,6 \pm 0,7	24,2 \pm 0,9	1,8 \pm 0,5	59,5 \pm 0,5	4,2 \pm 0,4
σ	0,8 \pm 0,1	6,8 \pm 0,7	29,5 \pm 2,6	1,8 \pm 0,1	53,5 \pm 0,7	5,6 \pm 0,4

Tabela 2.3: Principais elementos presentes nas fases *chi* e *sigma*, determinados através de EDS após envelhecimento a 750°C por 1h no aço superdúplex UNS S32520 (wt%) [ESCRIBA et al., 2010].

	Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
χ	0,5±0,1	9,7±0,6	26,3±0,6	1,6±0,3	54,8±0,7	5,5±0,6
σ	0,5±0,1	5,9±0,1	28,7±0,4	1,8±0,6	57,4±0,2	3,8±0,1

2.3.4 Medidas de Microdureza

A dureza é uma das medidas mais utilizadas em metalurgia, em razão, sem dúvida, da facilidade e rapidez com que a medida pode ser realizada. Em análise microestrutural, principalmente em trabalhos científicos, há preferência para a utilização de escalas de microdureza em detrimento das escalas de dureza. Duas razões contribuem para isto: as escalas de microdureza cobrem toda faixa de durezas dos materiais, permitindo, inclusive, medir a dureza da micro-região de interesse e os equipamentos disponíveis apresentam uma ampla faixa de cargas que vão desde algumas gramas até dezenas de quilos. As duas principais escalas de microdureza são a Vickers e a Knoop, elas diferem entre si quanto à geometria do penetrador [PADILHA e AMBROZIO FILHO, 1985].

Alguns fenômenos, como endurecimentos por precipitação coerente e recristalização são estudados com auxílio de medidas de microdureza. Outro campo em que a microdureza pode ser de grande utilidade é o da análise microestrutural de matérias polifásicos [PADILHA e AMBROZIO FILHO, 1985].

As alterações microestruturais entre 550°C e 650°C para o aço UNS S31308 (SAF 2205) estudadas por BORBA e MAGNABOSCO [BORBA e MAGNABOSCO, 2008] foram acompanhadas indiretamente através do ensaio de microdureza Vickers e microdureza Knoop. As Figuras 2.13 e 2.14 mostram os gráficos obtidos por eles através das medidas de microdureza.

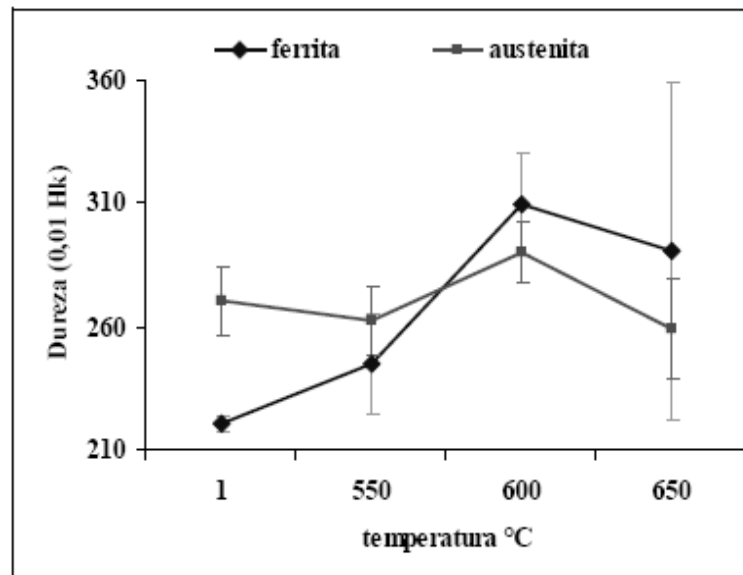


Figura 2.13: Microdureza Knoop (0,01 HK) da austenita e ferrita das amostras do aço UNS S31308 envelhecidas por 96h nas temperaturas indicados. A temperatura de 25°C representando a amostra no estado solubilizado [BORBA e MAGNABOSCO, 2008].

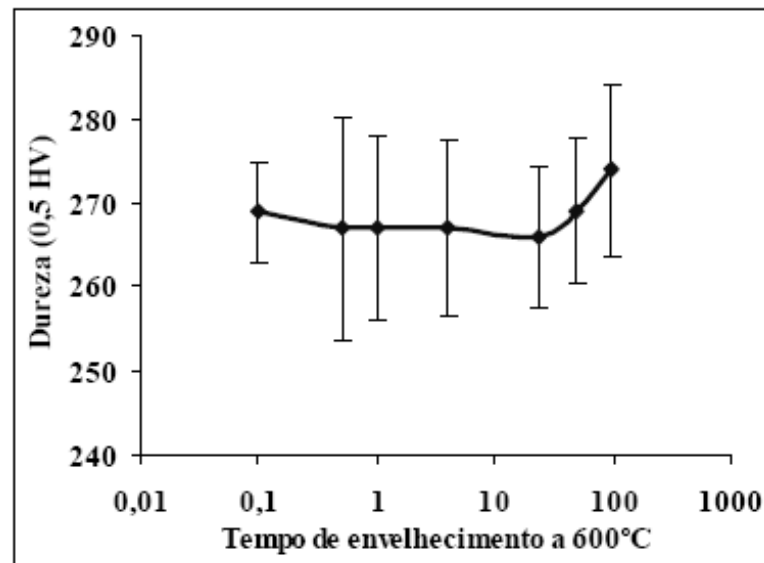


Figura 2.14: Microdureza do aço UNS S31308 envelhecido a 600°C nos tempos indicados. O tempo de 0,1 h representa a amostra solubilizada [BORBA e MAGNABOSCO, 2008]

2.3.5 Determinação da Fração Volumétrica de Ferrita

O ferritoscópio é um aparelho que emprega um campo magnético para determinar a quantidade de ferrita (fase ferromagnética) presente na amostra [TAVARES, 2008].

A medida do ferritoscópio é baseada no método da indução magnética. Um campo magnético gerado por uma bobina interage com a(s) fase(s) magnética(s) da amostra. As

mudanças no campo magnético induzem uma voltagem proporcional à quantidade de fase ferromagnética numa segunda bobina. Essa voltagem é então avaliada [TAVARES et al., 2006]. A Figura 2.15 ilustra o método de indução magnética de medição, usando como exemplo de um revestimento austenítico [HELMUT, 2006].

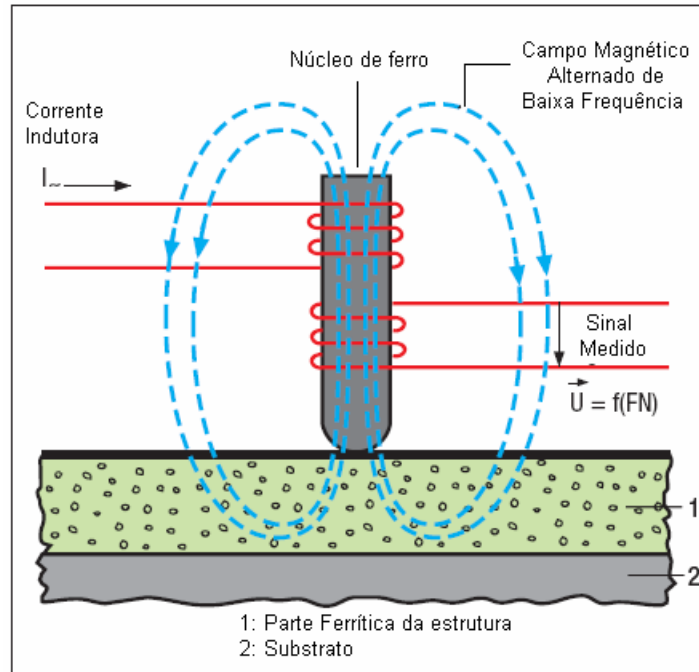


Figura 2.15: Princípio de funcionamento do ferritoscopia [HELMUT, 2006].

A determinação da quantidade de ferrita através do ferritoscopia é um método de medição não destrutivo, simples e fácil de ser executado [HELMUT, 2006].

Escriba et al. [ESCRIBA et al., 2010], em seu estudo sobre a precipitação de fases intermetálicas em aços inoxidáveis, utilizaram esse método para determinação da porcentagem de ferrita em suas amostras. A Tabela 2.4 mostra alguns resultados obtidos por Escriba et al. [ESCRIBA et al., 2010].

Tabela 2.4: Medidas da quantidade de ferrita (em% vol) em aços inoxidáveis dúplex e superdúplex após envelhecimento a 750°C por 1, 2, 4 e 8 h [ESCRIBA et al., 2010].

Tempo (h)	Porcentagem volumétrica da fase ferrita (%)	
	Dúplex	Superdúplex
1	27,3±0,2	12,8±0,2
2	22,7±0,2	2,4±0,1
4	14,0±0,1	0,6±0,1
8	6,9±0,1	0

Capítulo 3

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

O material estudado é o aço superdúplex UNS S32520 (UR 52N+), na forma de chapa com 5,4 mm de espessura, cuja composição química é mostrada na Tabela 3.1.

Tabela 3.1: composição química (% em massa) do aço estudado.

C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Mo	N	Cu	O
0,024	0,295	0,867	0,0004	0,0464	24,90	6,50	4,04	0,218	1,399	0,005

3.2 FLUXOGRAMA DO PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A Figura 3.1 apresenta o fluxograma das etapas do procedimento experimental desenvolvido neste trabalho.

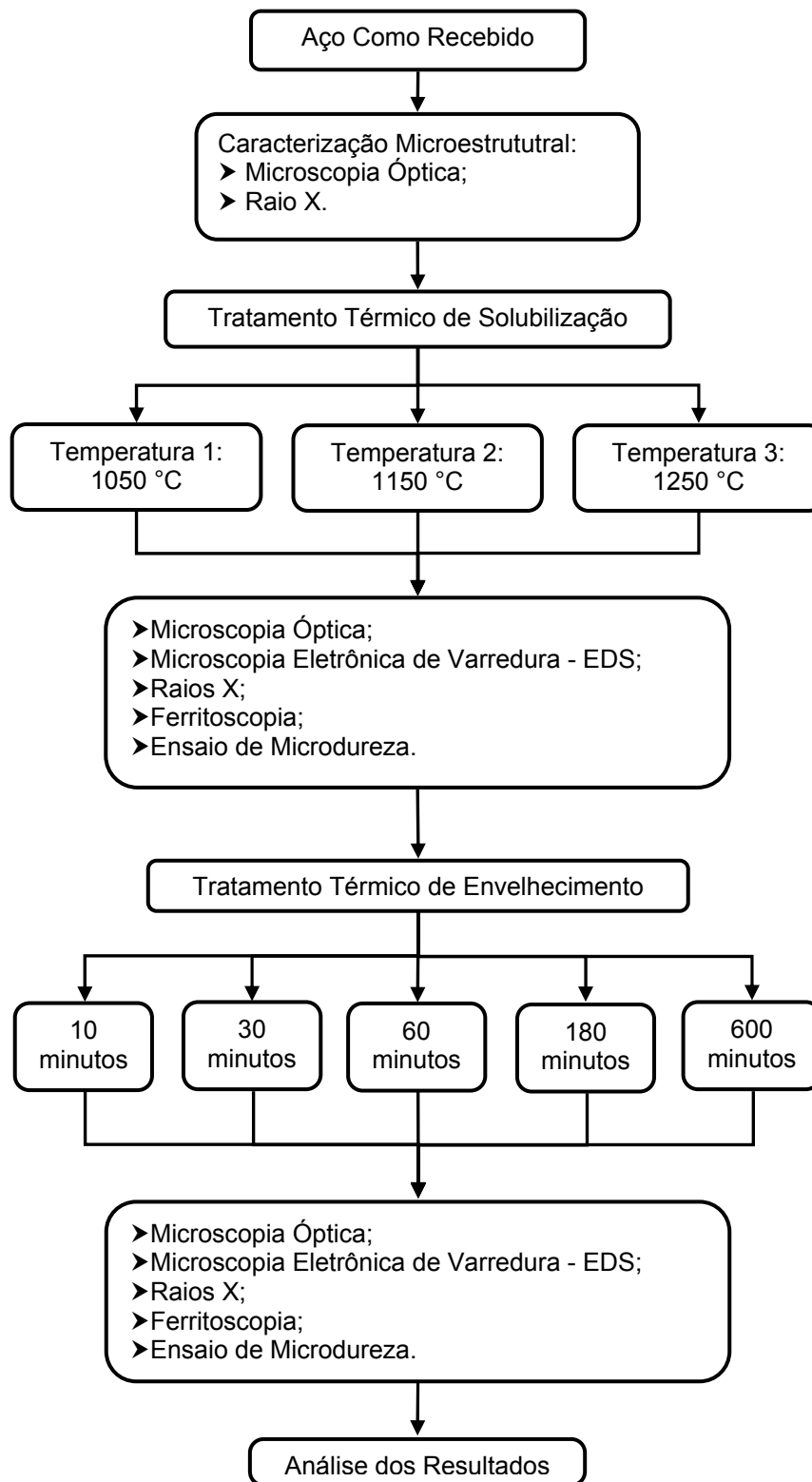


Figura 3.1: Fluxograma do procedimento experimental.

3.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS: SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO

Os tratamentos de solubilização e envelhecimento foram realizados no Laboratório de Materiais da UNIFEI em um forno elétrico da marca Brasimet do tipo câmara, modelo K-250 e temperatura máxima de 1300°C.

Inicialmente foram cortadas amostras do aço inoxidável superdúplex com 10 x 10 x 5,4 mm, conforme Figura 3.2. Visando obter quantidades diferentes de ferrita na estrutura do aço inoxidável superdúplex os tratamentos térmicos de solubilização foram feitos em três temperaturas diferentes (1050, 1150 e 1250°C), com duração de 30 minutos, seguidos de resfriamento rápido em água.

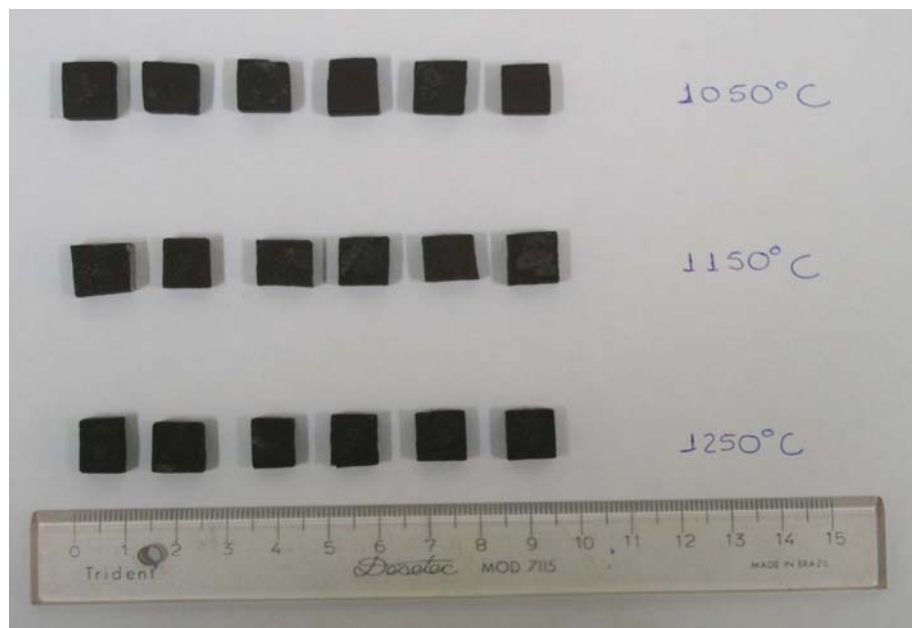


Figura 3.2: Amostras do aço UNS S32520 após tratamento de solubilização.

As amostras solubilizadas nas três temperaturas diferentes (1050, 1150 e 1250°C), foram envelhecidas a 850°C por 10, 30, 60, 180 e 600 minutos. O objetivo do tratamento térmico de envelhecimento é a precipitação de fase sigma.

3.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Para caracterização microestrutural foram utilizadas as técnicas de microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) com microanálise química por dispersão de energia (EDS), medidas com ferritoscópio e difração de raios X.

A preparação das amostras para a caracterização microestrutural incluiu as seguintes etapas: embutimento a quente, com máquina de embutir AROTEC BEM-30, lixamento com lixas com granas 220/320/400/600 até 1200 e polimento com alumina de 0,3 micra.

Para revelar as fases ferrita e austenita utilizou-se o ataque químico *Behara Modificado* (80ml de água destilada e deionizada, 20ml de ácido clorídrico, 1g de metabissulfito de potássio). A essa solução de estoque foram adicionadas 2g de bifluoreto de amônio. O tempo necessário do ataque foi de aproximadamente 15 segundos por amostra. Após o ataque as amostras foram lavadas com água deionizada e álcool etílico e secadas em ar quente. Para revelar a fase sigma as amostras foram atacadas eletroliticamente em uma solução de 20% de NaOH, com uma tensão de 5V por aproximadamente 3 segundos, em seguida as amostras foram lavadas com água deionizada e álcool etílico e secadas em ar quente.

3.4.1 Microscopia Óptica e Eletrônica de Varredura

Após os ataques químicos as amostras foram observadas em um microscópio óptico Zeiss Jenavert no Laboratório de Materiais da UNIFEI e em um microscópio eletrônico de varredura da marca Jeol, modelo JXA-840A da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP.

A morfologia e a distribuição das fases presentes no aço estudado foram observadas com ajuda da microscopia óptica e da microscopia eletrônica de varredura. A composição química das fases foi estudada através de EDS acoplado ao MEV e a medição da fração volumétrica da fase sigma foi realizada através da análise em microscópio óptico utilizando o software *analySIS FIVE*.

3.4.2 Difração de Raios X

A técnica de difração de raios X também foi utilizada nesse trabalho para identificação das fases presentes empregando-se um difratômetro X-PERT Pro modelo PW3040/60 marca Panalytical com varredura em intervalo angular de 20 a 90 graus, utilizando alvo de Cu e parâmetros de tensão e corrente de 40kV e 30 mA. Para esse ensaio as amostras foram lixadas utilizando-se lixa com grana 600, em seguida polidas utilizando-se alumina com 0,3 micra.

3.5 ENSAIO DE MICRODUREZA

As amostras foram submetidas a ensaios de microdureza, visando avaliar a influência das alterações microestruturais nas propriedades mecânicas do aço. Após a preparação metalográfica, mas sem o ataque químico, as amostras foram submetidas às medidas de microdureza na escala Vickers em um Microdurômetro HV-1000 da marca Digimes, com carga de 0,5 kgf (4,9 N), realizando-se 10 medidas em cada amostra. As medidas foram realizadas no Laboratório de Materiais da UNIFEI.

3.6 DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE FERRITA

A fração volumétrica de ferrita (ferromagnética) foi determinada através de um ferritoscópio da marca Fischer modelo MP30E. O ferritoscópio foi calibrado com padrões tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita. Para esse ensaio as amostras foram lixadas utilizando-se lixa com grana 600. Foram realizadas 20 medidas em cada amostra. As medidas foram realizadas no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

Capítulo 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 RESULTADOS

4.1.1 Quantificação de Fases

As Figuras 4.1 a 4.3 apresentam os resultados obtidos da fração volumétrica de ferrita e de fase sigma em função do tempo de exposição das amostras ao tratamento térmico de envelhecimento para as três temperaturas de solubilização. O tempo de zero minuto de envelhecimento corresponde às amostras apenas solubilizadas, sem envelhecimento.

Na Figura 4.1 estão retratados os resultados obtidos das frações volumétricas de ferrita e de fase sigma das amostras solubilizadas na temperatura $T1 = 1050^{\circ}\text{C}$. Verifica-se que a ferrita diminui enquanto a fase sigma aumenta.

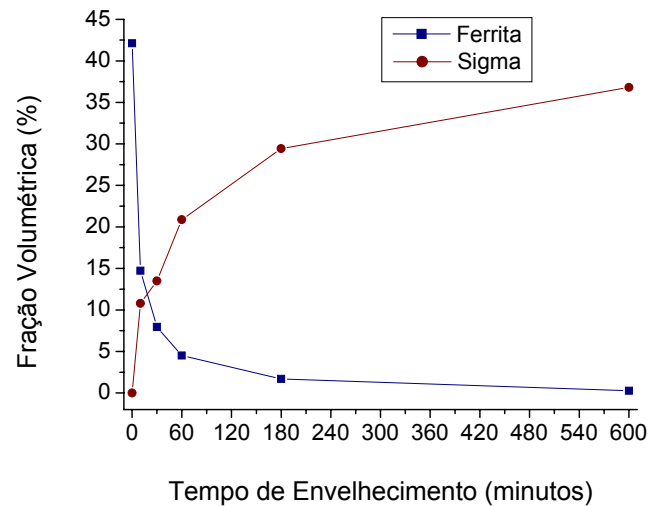


Figura 4.1: Frações volumétricas de ferrita e de fase sigma das amostras solubilizadas na temperatura $T_1 = 1050^{\circ}\text{C}$ após envelhecimento a 850°C .

Na Figura 4.2 estão retratados os resultados obtidos das frações volumétricas de ferrita e de fase sigma das amostras solubilizadas na temperatura $T_2 = 1150^{\circ}\text{C}$. Verifica-se que a ferrita diminui enquanto a fase sigma aumenta.

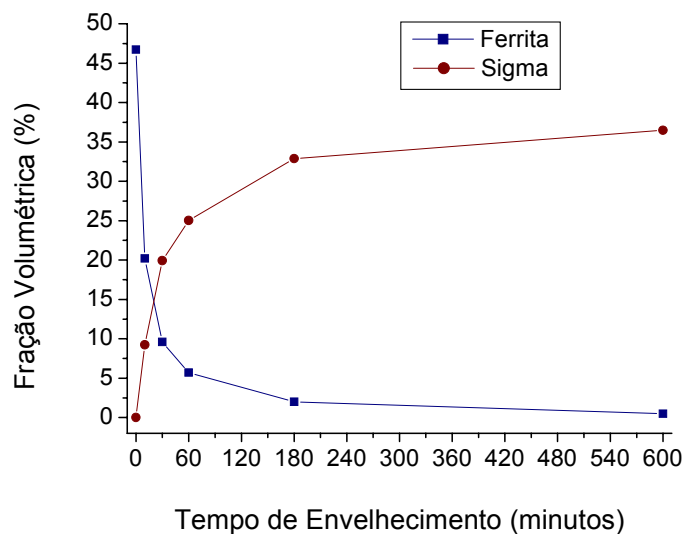


Figura 4.2: Frações volumétricas de ferrita e de fase sigma das amostras solubilizadas na temperatura $T_2 = 1150^{\circ}\text{C}$ após envelhecimento a 850°C .

Na Figura 4.3 estão retratados os resultados obtidos das frações volumétricas de ferrita e de fase sigma das amostras solubilizadas na temperatura $T_3 = 1250^{\circ}\text{C}$. Verifica-se que a ferrita diminui enquanto a fase sigma aumenta até o tempo de envelhecimento de 180 minutos. De 180 a 600 minutos a ferrita diminui até praticamente se extinguir, já a sigma apresenta uma queda.

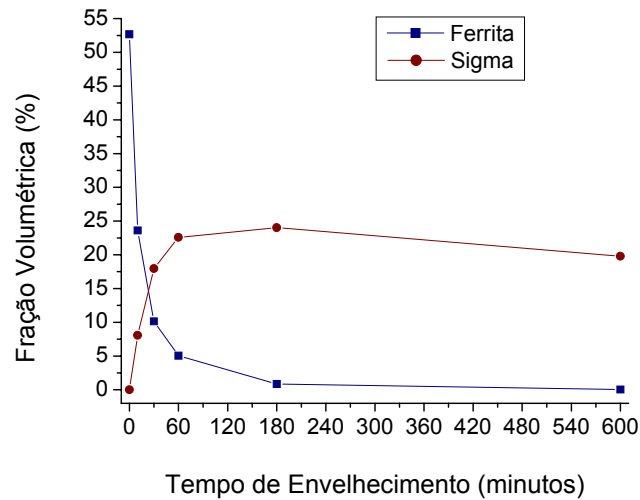


Figura 4.3: Frações volumétricas de ferrita e de fase sigma das amostras solubilizadas na temperatura T3 = 1250°C após envelhecimento a 850°C.

A Tabela 4.1 apresenta a fração volumétrica de ferrita para as amostras solubilizadas nas temperaturas de 1050°C, 1150°C e 1250°C, obtidas por ferritoscopia, onde se pode notar maior fração volumétrica inicial de ferrita (amostra solubilizada, sem envelhecimento) para as amostras solubilizadas na temperatura de 1250°C.

Tabela 4.1: Fração volumétrica de ferrita (% vol.), obtida por ferritoscopia, para as amostras solubilizadas nas temperaturas de 1050°C, 1150°C e 1250°C.

Tempo de Envelhecimento	Temperaturas de Solubilização		
	T1=1050°C	T2 = 1150°C	T3 = 1250°C
0 (amostra solubilizada)	42,13 ± 1,50	46,73 ± 1,61	52,67 ± 3,26
10 minutos	14,73 ± 2,08	20,20 ± 1,80	23,60 ± 1,78
30 minutos	7,95 ± 0,39	9,60 ± 1,34	10,13 ± 0,34
60 minutos	4,50 ± 0,30	5,71 ± 0,96	5,04 ± 0,57
180 minutos	1,69 ± 0,18	2,00 ± 0,36	0,84 ± 0,08
600 minutos	0,26 ± 0,16	0,49 ± 0,43	0,04 ± 0,07

4.1.2 Composição Química das Amostras Solubilizadas

Foram realizadas várias medidas, por EDS, da composição química das amostras solubilizadas. Essas medidas apresentaram sempre a mesma tendência. A Tabela 4.2 apresenta a composição química das amostras solubilizadas de uma das medidas realizadas.

Tabela 4.2: Composição química das amostras solubilizadas.

Amostras Solubilizadas					
Temperatura de Solubilização	Fases	Elementos % em peso			
		Cr	Mo	Ni	Fe
T1 = 1050°C	γ	24,57	2,52	7,58	61,99
	α	27,86	4,03	4,58	60,64
T2 = 1150°C	γ	24,84	2,51	7,8	61,61
	α	27,42	3,87	5,1	60,29
T3 = 1250°C	γ	25,13	2,09	7,56	61,89
	α	26,75	3,42	5,74	61,04

Observa-se inicialmente, que conforme o esperado, a fase austenita é mais rica em níquel e ferro, ao passo que a ferrita é mais rica em cromo e molibdênio. A caracterização da composição química da austenita e da ferrita para cada tratamento de solubilização indica que a composição química da austenita se mantém praticamente constante. Em contraste com a ferrita, onde se percebe que o teor de Cr e Mo diminuem levemente, enquanto o teor de Ni cresce a medida que a temperatura de solubilização aumenta.

4.1.3 Análise Microestrutural

A Figura 4.4 apresenta as micrografias do aço superdúplex UNS S32520 (UR 52N+) solubilizado nas temperaturas (1050°C, 1150°C e 1250°C) e envelhecido a 850°C nos tempos: 10, 30, 60, 180 e 600 minutos. Verifica-se que tanto a temperatura de solubilização quanto o tempo de envelhecimento provocam modificações microestruturais. Nota-se ainda que, para este caso, a temperatura de solubilização é mais efetiva que o tempo de envelhecimento. É observado que a morfologia dos contornos de grão varia gradualmente com a temperatura de tratamento; os grãos evoluem do formato alongado na direção da laminação para o equiaxial ou celular.

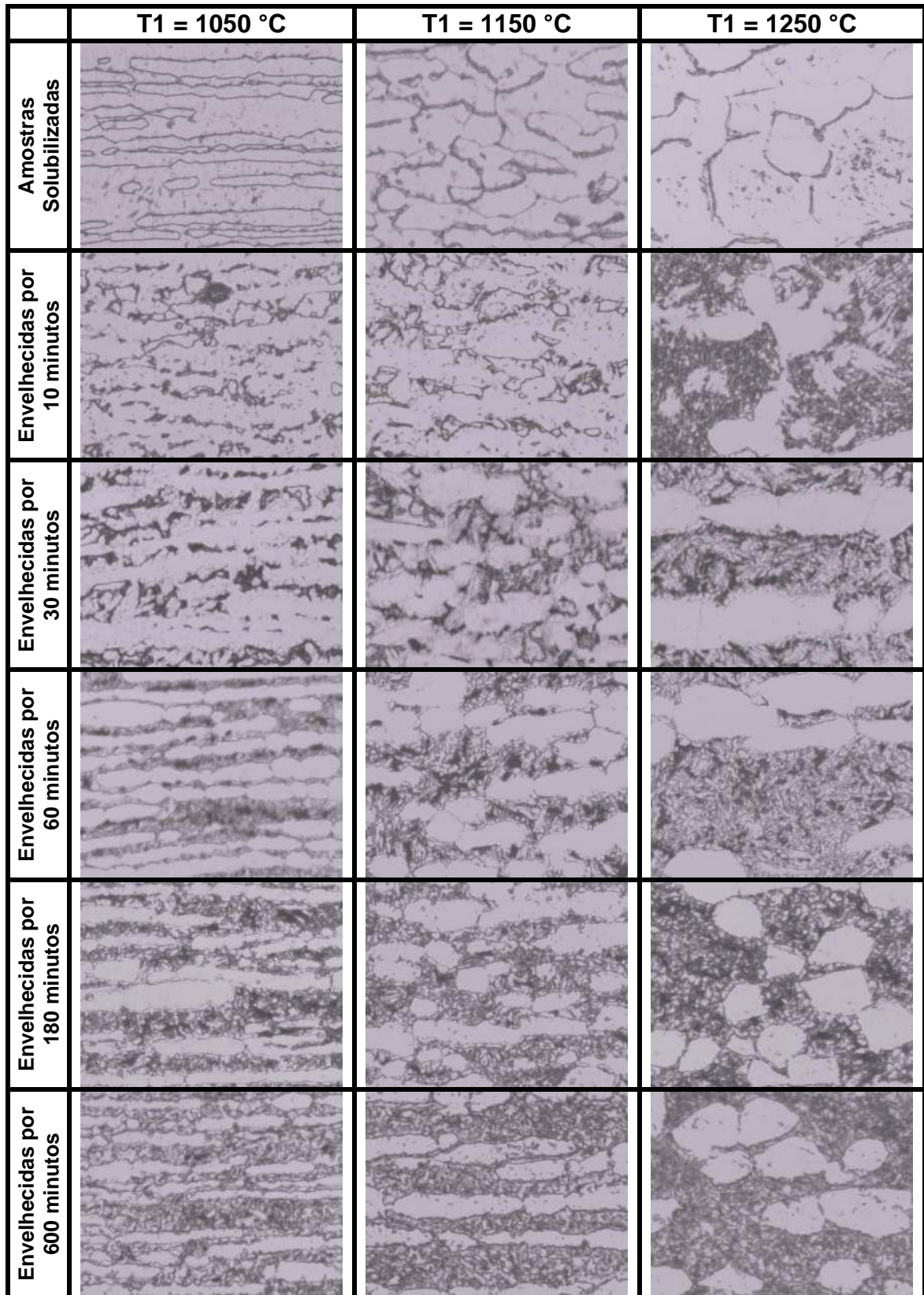


Figura 4.4: Micrografias das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2, T3 e envelhecidas a 850°C por 10, 30, 60, 180 e 600 minutos. Microscopia Óptica. Aumento 200x. Ataque Behara Modificado.

As Figuras 4.5 a 4.7 mostram as micrografias das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2 e T3 e a Figura 4.8 mostra o difratograma das mesmas. Verifica-se, neste caso, somente presença das fases: ferrita (α) e austenita (γ).

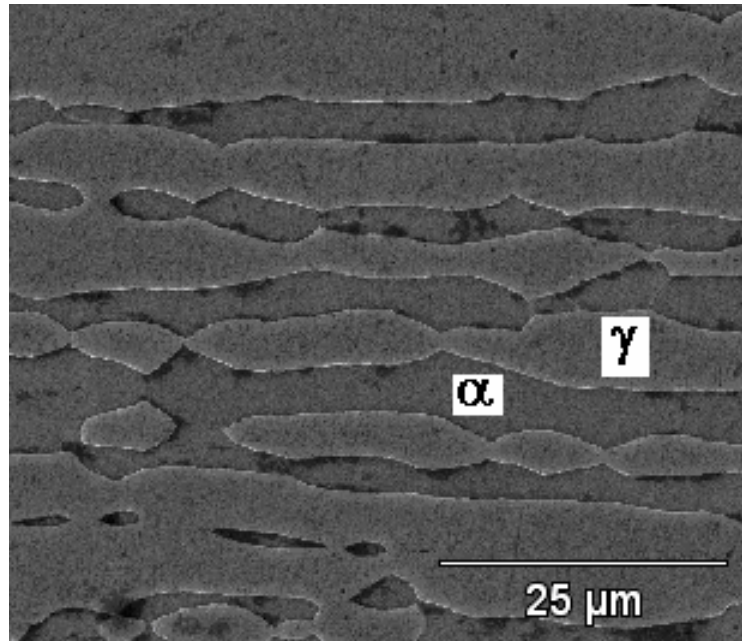


Figura 4.5: Amostra Solubilizada na temperatura de 1050°C. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

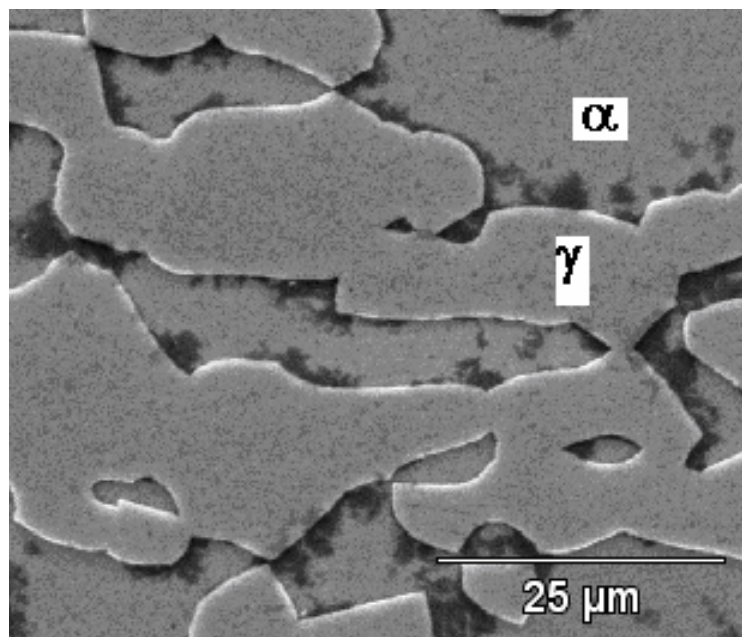


Figura 4.6: Amostra Solubilizada na temperatura de 1150°C. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

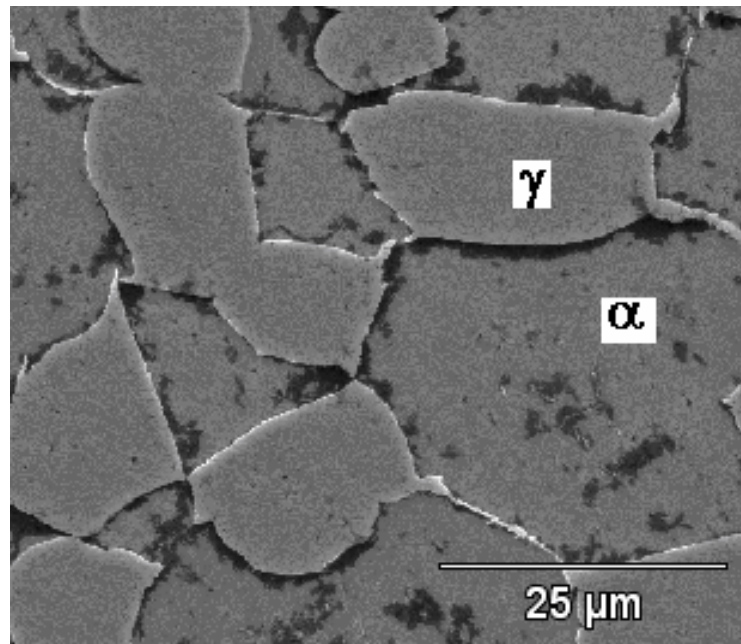


Figura 4.7: Amostra solubilizada na temperatura de 1250°C. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

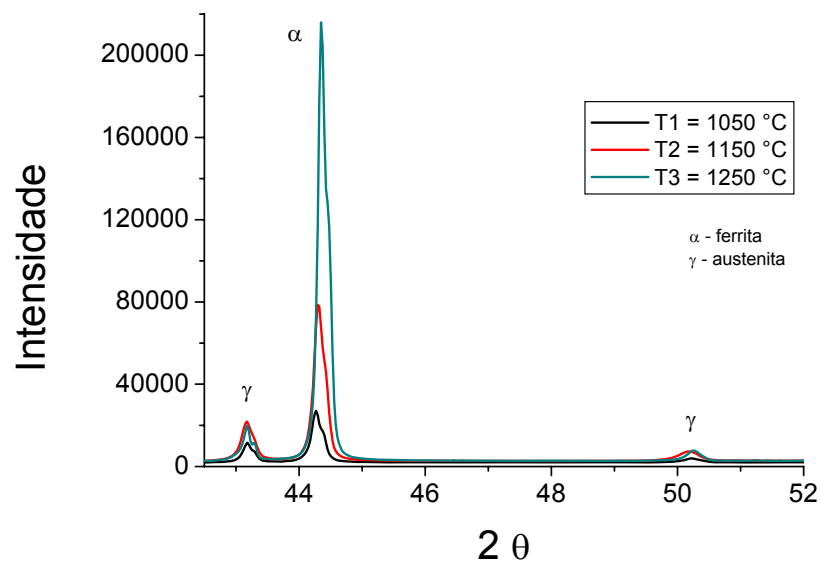


Figura 4.8: Difratograma da amostra solubilizada nas temperaturas T1, T2 e T3.

Analisando em conjunto as micrografias obtidas por MEV das amostras solubilizadas nas diferentes temperaturas (Figuras 4.5, 4.6 e 4.7), fica evidenciada que a morfologia dos contornos de grão varia gradualmente com a temperatura de tratamento; os grãos evoluem do formato alongado na direção da laminação para o equiaxial ou celular. É também observado

que o tamanho de grão da ferrita aumenta significativamente com a temperatura, em comparação com a austenita.

Nota-se também no que se refere à transformações de fase, que o aumento da temperatura de solubilização leva a um aumento do percentual de ferrita dentro das amostras. Isto confirma os resultados obtidos por ferritoscopia apresentados na Tabela 4.1 e pelos picos do difratograma da Figura 4.8. Isto implica que o cromo na ferrita original é espalhado através de um maior volume como a fração volumétrica de ferrita é aumentada através do aumento da temperatura de solubilização, resultando em uma diminuição na concentração de cromo na ferrita.

As Figuras 4.9 a 4.11 mostram as micrografias das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2, T3 e envelhecidas a 850°C por 10 minutos e a Figura 4.12 mostra o difratograma das mesmas. Verifica-se a presença das fases: ferrita (α), austenita (γ) e o surgimento das fases sigma (σ) e austenita secundária (γ_2).

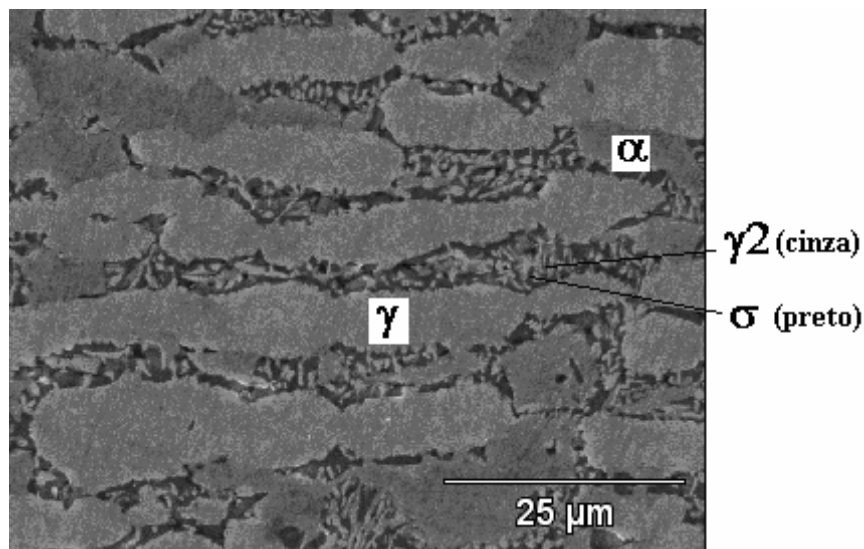


Figura 4.9: Amostra solubilizada na temperatura de 1050°C e envelhecida a 850°C por 10 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

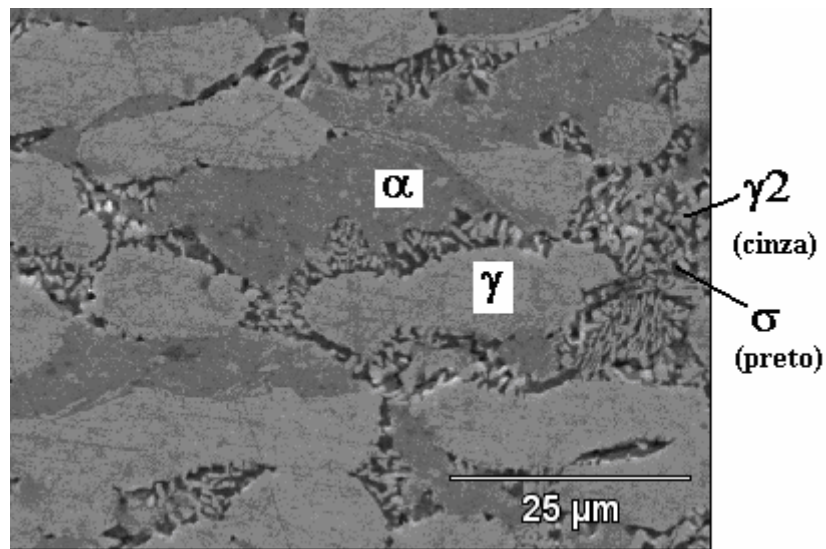


Figura 4.10: Amostra solubilizada na temperatura de 1150°C e envelhecida a 850°C por 10 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

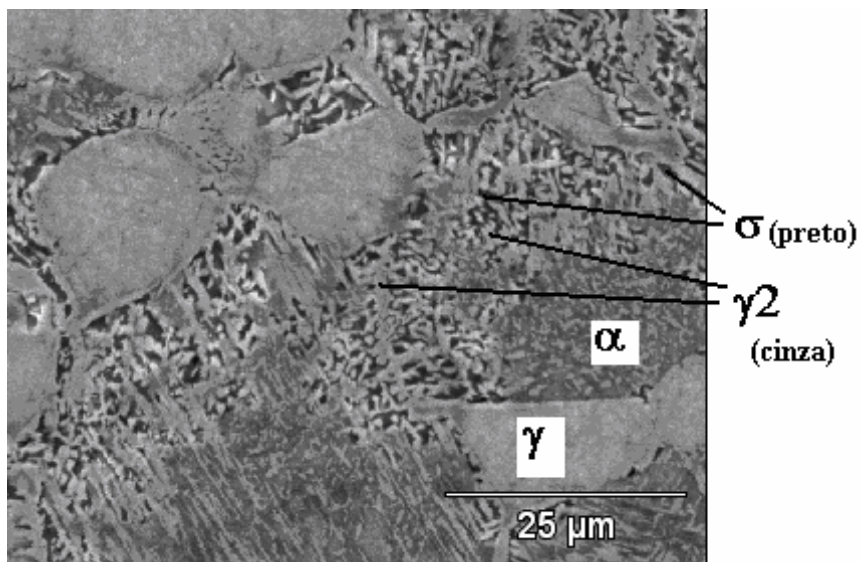


Figura 4.11: Amostra solubilizada na temperatura de 1250°C e envelhecida a 850°C por 10 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

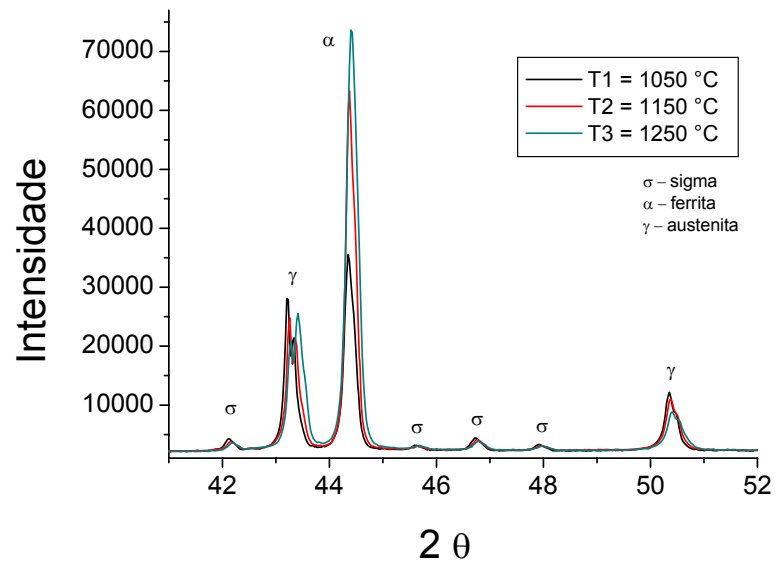


Figura 4.12: Difratoograma da amostra solubilizadas nas temperaturas T1, T2 e T3 e envelhecidas a 850°C por 10 minutos.

As Figuras 4.13 a 4.15 mostram as micrografias das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2, T3 e envelhecidas a 850°C por 30 minutos e a Figura 4.16 mostra o difratograma das mesmas. A presença da ferrita não pode ser observada nas micrografias. Sua presença nas amostras tratadas nessas condições foi detectada pelo ferritoscópio (Tabela 4.1) e pelos raios-X (Figura 4.16).

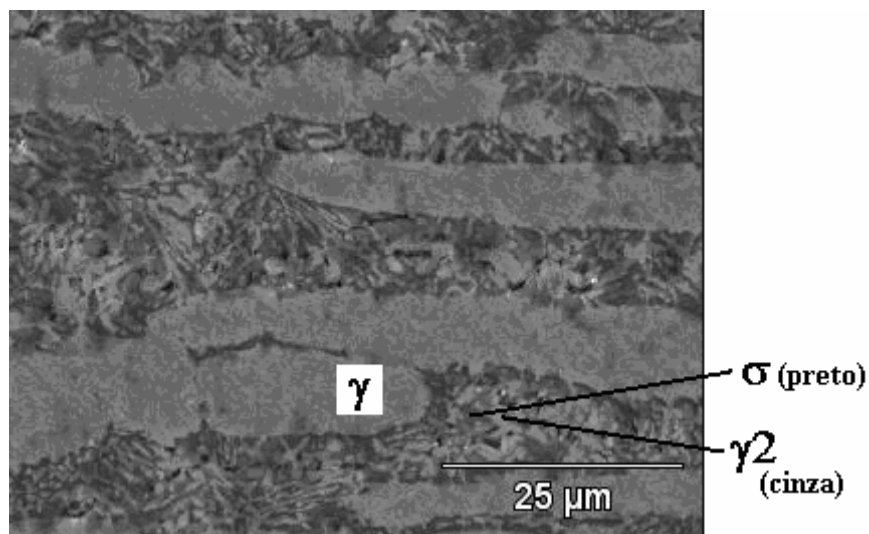


Figura 4.13: Amostra solubilizada na temperatura de 1050°C e envelhecida a 850°C por 30 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

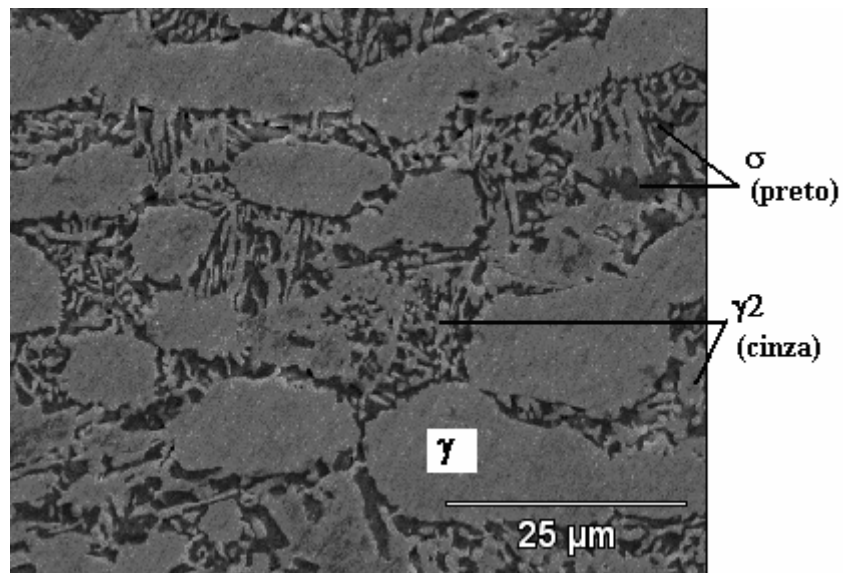


Figura 4.14: Amostra solubilizada na temperatura de 1150°C e envelhecida a 850°C por 30 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

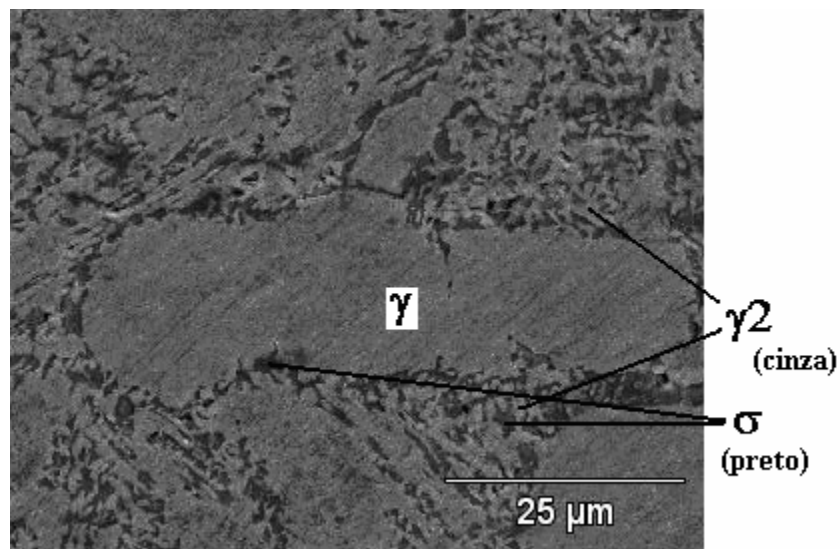


Figura 4.15: Amostra solubilizada na temperatura de 1250°C e envelhecida a 850°C por 30 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

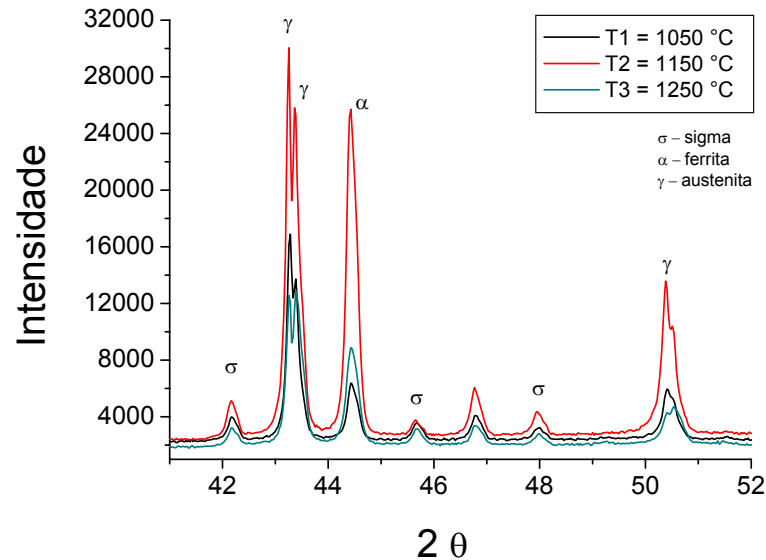


Figura 4.16: Difratoograma da amostra solubilizadas nas temperaturas T1, T2 e T3 e envelhecidas a 850°C por 30 minutos.

As Figuras 4.17 a 4.19 mostram as micrografias das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2, T3 e envelhecidas a 850°C por 60 minutos e a Figura 4.20 mostra o difratograma das mesmas. A presença da ferrita não pode ser observada nas micrografias, como foi verificado para as amostras envelhecidas por 30 minutos. A presença da ferrita nas amostras envelhecidas por 60 minutos foi detectada pelo ferritoscópio (Tabela 4.1) e pelos raios-X (Figura 4.20).

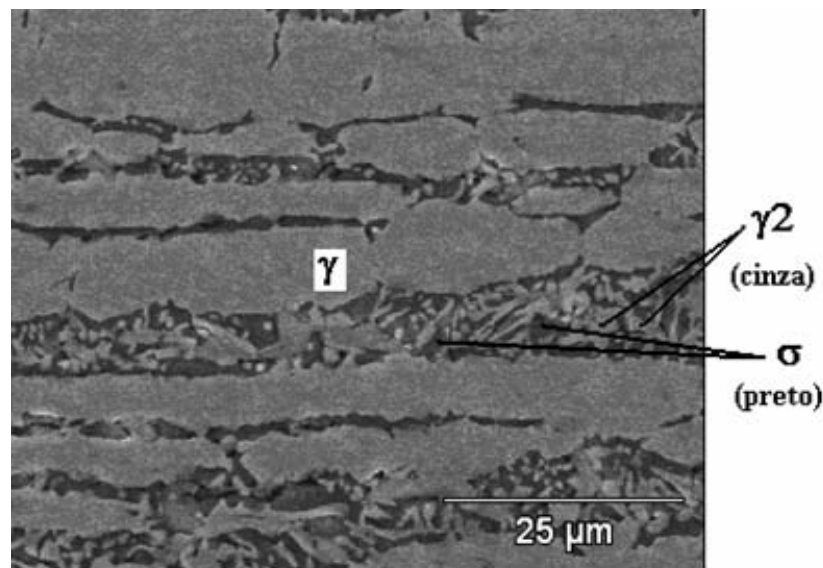


Figura 4.17: Amostra solubilizada na temperatura de 1050°C e envelhecida a 850°C por 60 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

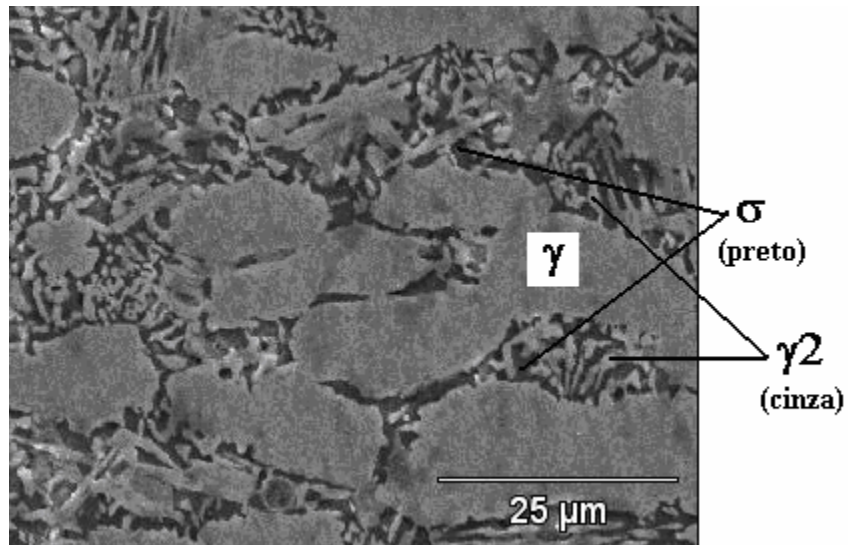


Figura 4.18: Amostra solubilizada na temperatura de 1150°C e envelhecida a 850°C por 60 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

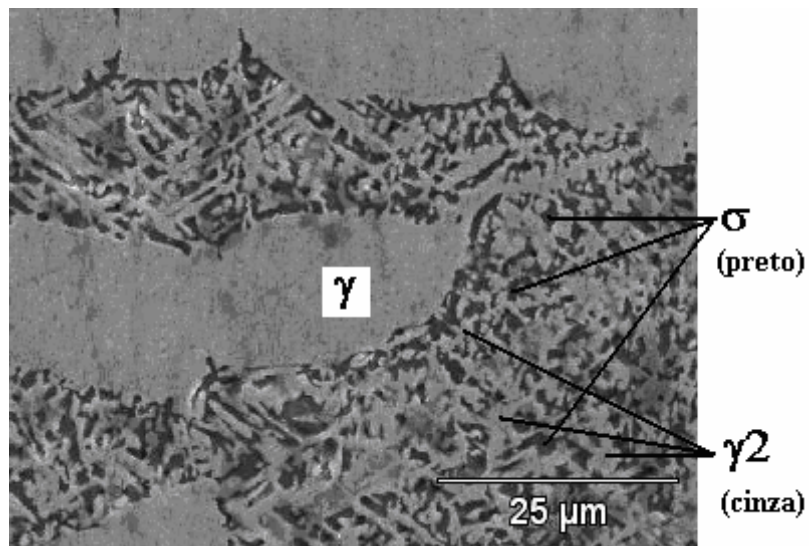


Figura 4.19: Amostra solubilizada na temperatura de 1250°C e envelhecida a 850°C por 60 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

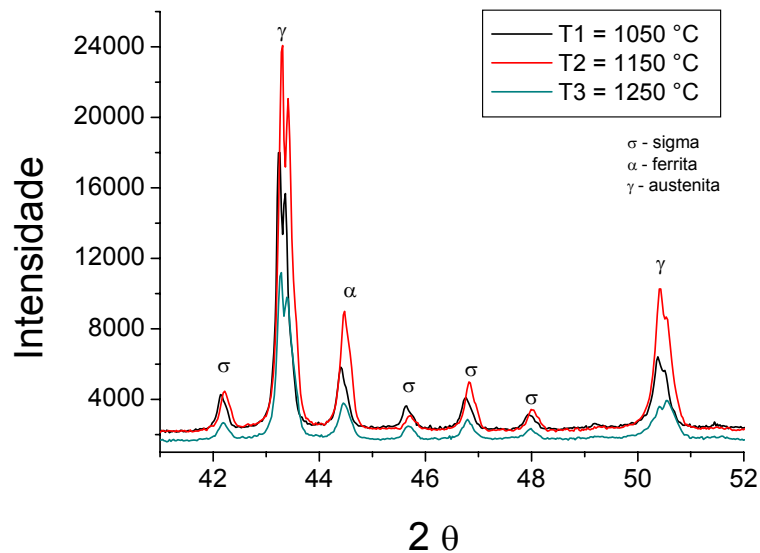


Figura 4.20: Difratograma da amostra solubilizadas nas temperaturas T1, T2 e T3 e envelhecidas a 850°C por 60 minutos.

As Figuras 4.21 a 4.23 mostram as micrografias das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2, T3 e envelhecidas a 850°C por 180 minutos. A Figura 4.24 mostra o difratograma das mesmas. A presença da ferrita não pode ser observada nas micrografias. As medidas com o ferritoscópio (Tabela 4.1) apresentam fração volumétrica de ferrita muito baixa para o tempo de envelhecimento de 180 minutos. O difratograma da Figura 4.24 apresenta um pico da fase ferrita, no entanto esse pico é bem pequeno se comparado com os picos dos difratogramas das amostras envelhecidas em tempos menores que 180 minutos.

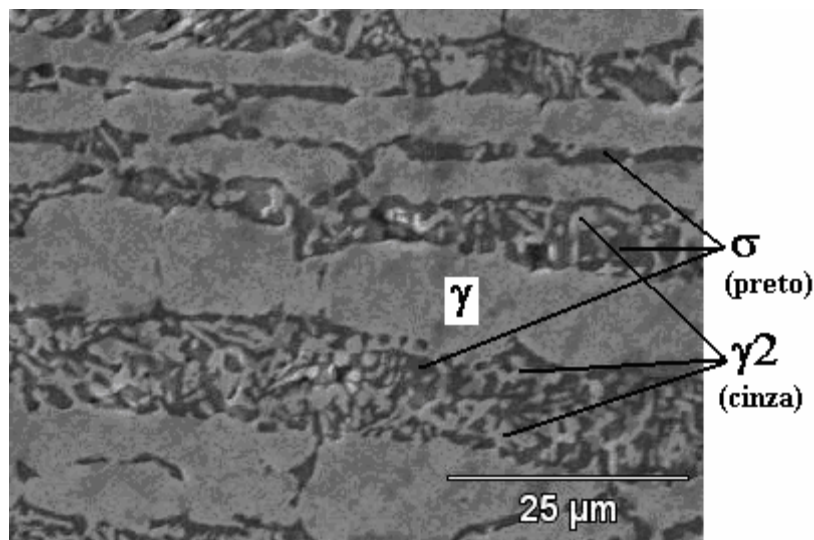


Figura 4.21: Amostra solubilizada na temperatura de 1050°C e envelhecida a 850°C por 180 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

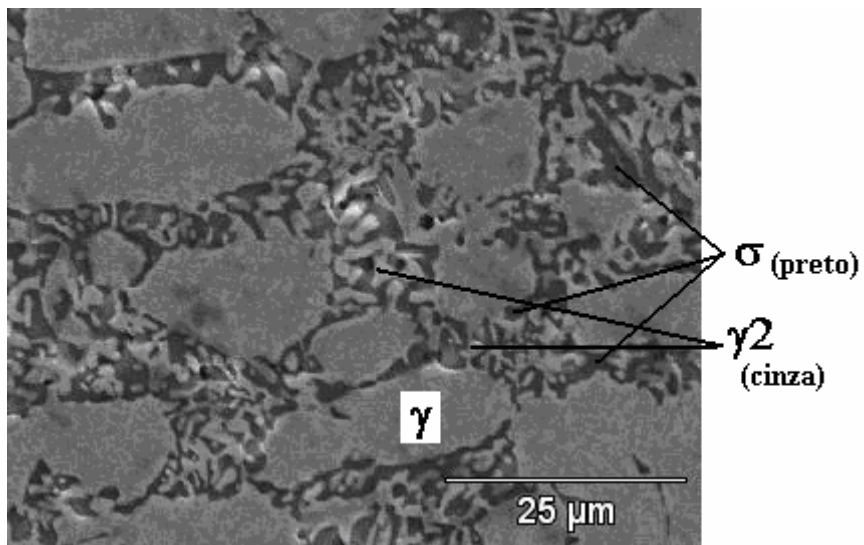


Figura 4.22: Amostra solubilizada na temperatura de 1150°C e envelhecida a 850°C por 180 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

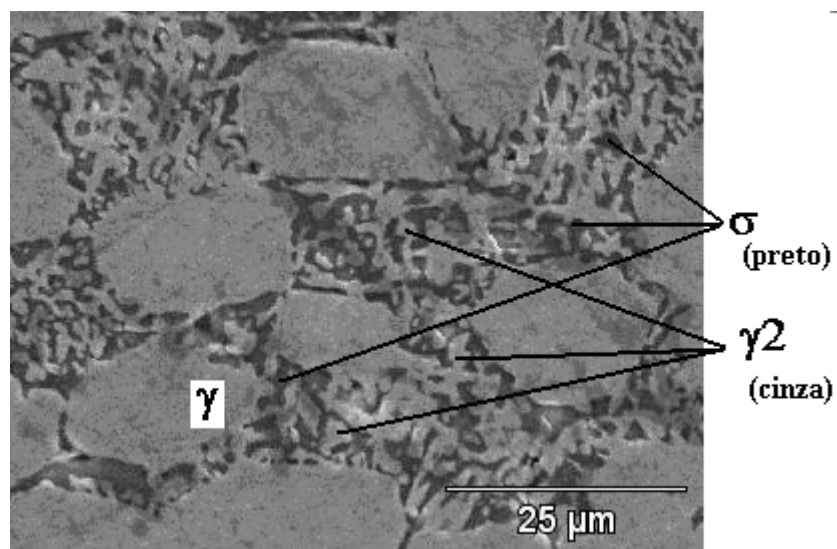


Figura 4.23: Amostra solubilizada na temperatura de 1250°C e envelhecida a 850°C por 180 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

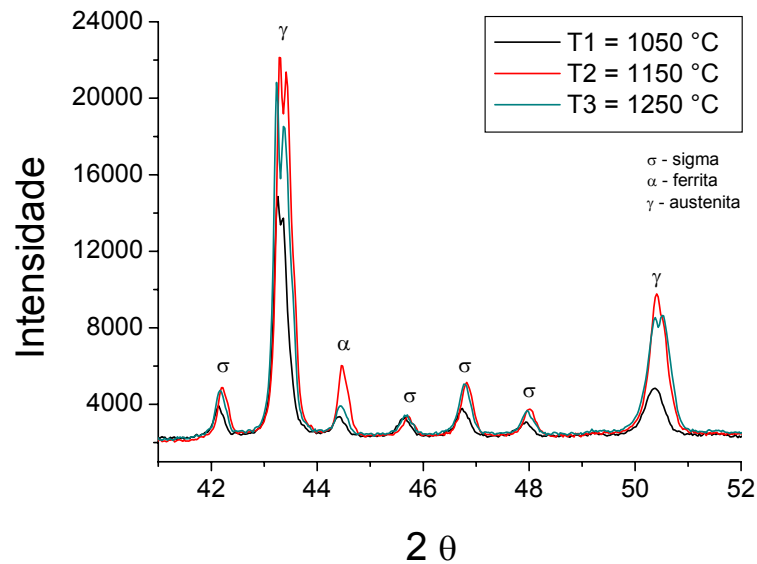


Figura 4.24: Difratoograma da amostra solubilizadas nas temperaturas T1, T2 e T3 e envelhecidas a 850°C por 180 minutos.

As Figuras 4.25 a 4.27 mostram as micrografias das amostras solubilizadas nas temperaturas T1, T2, T3 e envelhecidas a 850°C por 600 minutos. A Figura 4.28 mostra o difratograma das mesmas. Nas micrografias verifica-se a presença de austenita (γ), sigma (σ) e austenita secundária (γ_2), as amostras expostas a esse tempo de envelhecimento praticamente não apresentam mais ferrita, como pode ser comprovado pelos dados da Tabela 4.1. O difratograma da Figura 4.28 apresenta um pico da fase ferrita, no entanto esse pico é bem pequeno se comparado com os picos dos difratogramas das amostras envelhecidas em tempos menores que 600 minutos.

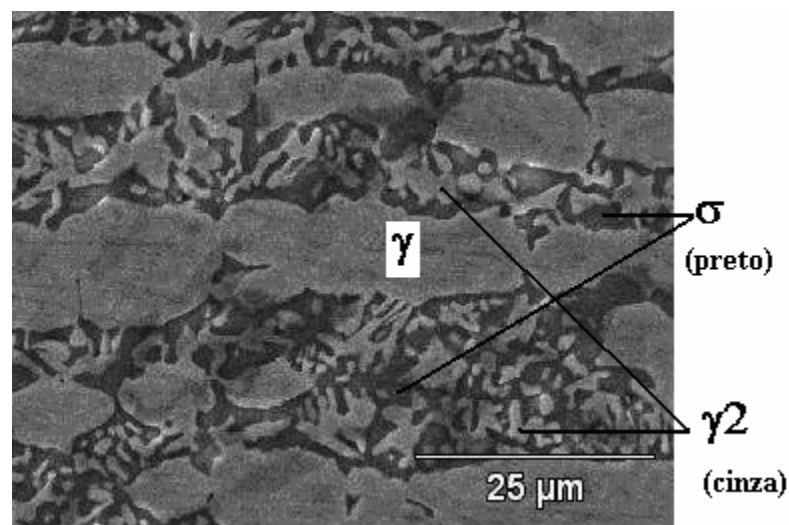


Figura 4.25: Amostra solubilizada na temperatura de 1050°C e envelhecida à 850°C por 600 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

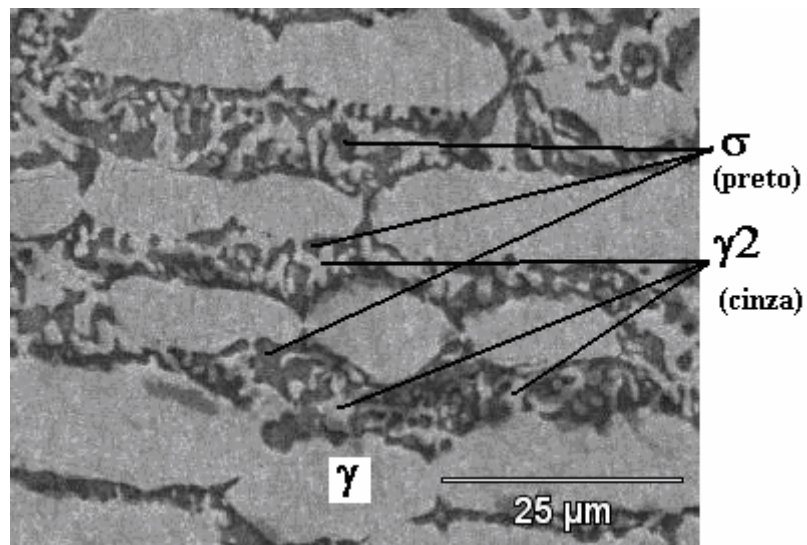


Figura 4.26: Amostra solubilizada na temperatura de 1150°C e envelhecida a 850°C por 600 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

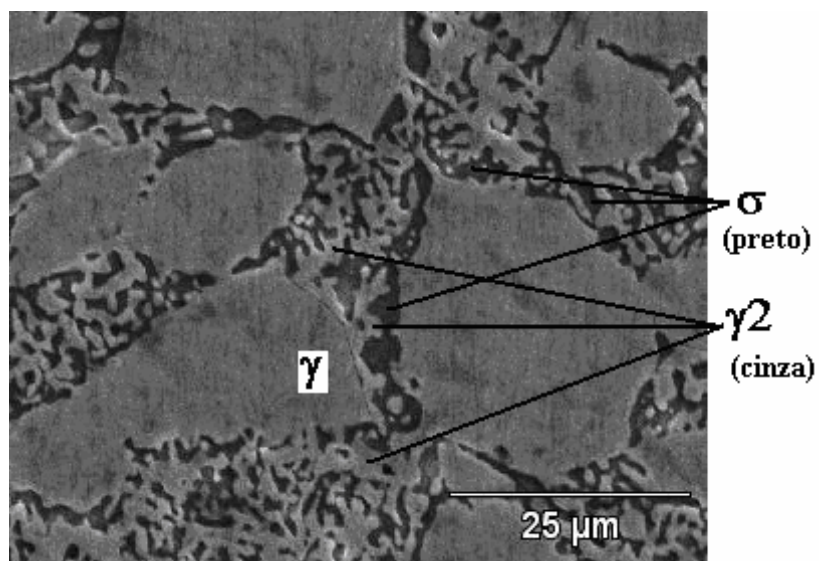


Figura 4.27: Amostra solubilizada na temperatura de 1250°C e envelhecida a 850°C por 600 minutos. Microscopia Eletrônica de Varredura. Aumento 1000x. Ataque eletrolítico com NaOH (20%).

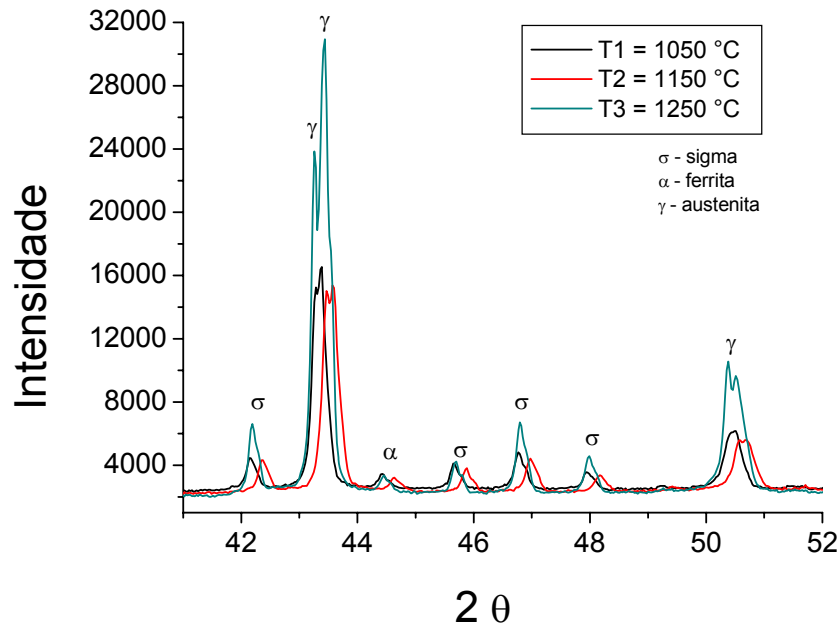


Figura 4.28: Difratograma da amostra solubilizada nas temperaturas T1, T2 e T3 e envelhecida a 850°C por 600 minutos.

4.1.4 Ensaio de Microdureza

A figura 4.29 mostra a variação da dureza do material solubilizado nas temperaturas 1050°C, 1150°C, 1250°C e envelhecido a 850°C por 10, 30, 60, 180 e 600 minutos.

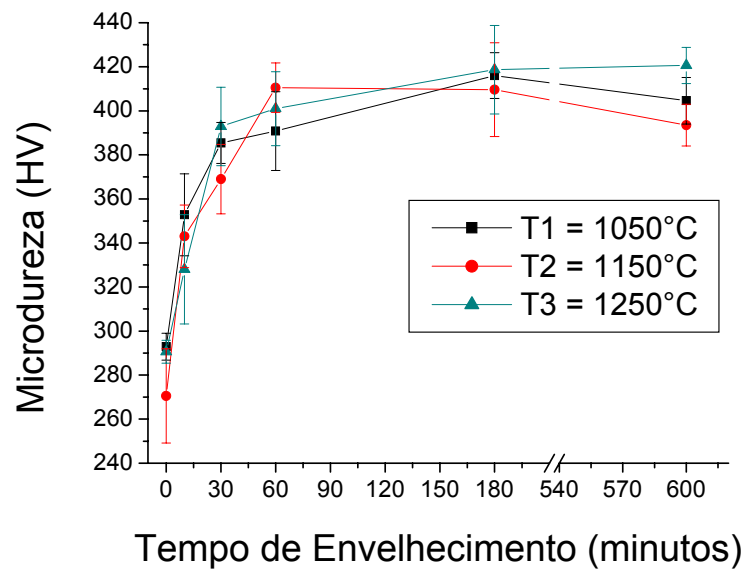


Figura 4.29: Variação da microdureza em função do tempo de envelhecimento.

Para as temperaturas de solubilização T1 e T3 verifica-se aumento mais acentuado da dureza nos tempos de envelhecimento menores (10 e 30 minutos). Entre 30 e 180 minutos a dureza continua aumentando para as temperaturas de solubilização T1 e T3, porém de forma mais suave. De 180 a 600 minutos a dureza do material solubilizado na temperatura T3 apresenta discreto aumento com tendência a estabilização, e a dureza do material solubilizado na temperatura T1 apresenta suave queda. Para as amostras solubilizadas na temperatura T2 verifica-se aumento acentuado da dureza entre os tempos de envelhecimento de 10 a 60 minutos. De 60 a 600 minutos verifica-se queda da dureza.

O maior valor de dureza para as amostras solubilizadas na temperatura T1 foi identificado para o tempo de envelhecimento de 180 minutos. Para as amostras solubilizadas na temperatura T2 foi identificado para o tempo de envelhecimento de 60 minutos e para as amostras solubilizadas na temperatura T3 foi em 600 minutos.

4.2 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

4.2.1 Relação entre fração volumétrica de ferrita e de fase sigma

Analisando o gráfico da Figura 4.30 podemos verificar que na amostra solubilizada na temperatura mais alta (1250°C) e que apresenta maior fração volumétrica de ferrita (Tabela 4.1), a precipitação da fase sigma é mais lenta para os primeiros 10 minutos de envelhecimento. Isso pode ser explicado com base em dois importantes fatores:

- a) Maior fração volumétrica de ferrita implica em um ferrita mais pobre em cromo e molibdênio, o que atrasa a precipitação de fase sigma para tempos mais longos de envelhecimento [BADJI et al., 2008; POHL e STORZ, 2004].
- b) O aumentando a temperatura de solubilização provoca aumento do tamanho de grão da ferrita e da ausenita (como pode ser verificado através das micrografias) esse aumento do tamanho de grão remove várias interfaces γ/α que constituem locais preferenciais para precipitação da fase sigma. A diminuição dos núcleos de precipitação da fase sigma também retarda a sua precipitação para tempos mais longos [BADJI et al., 2008].

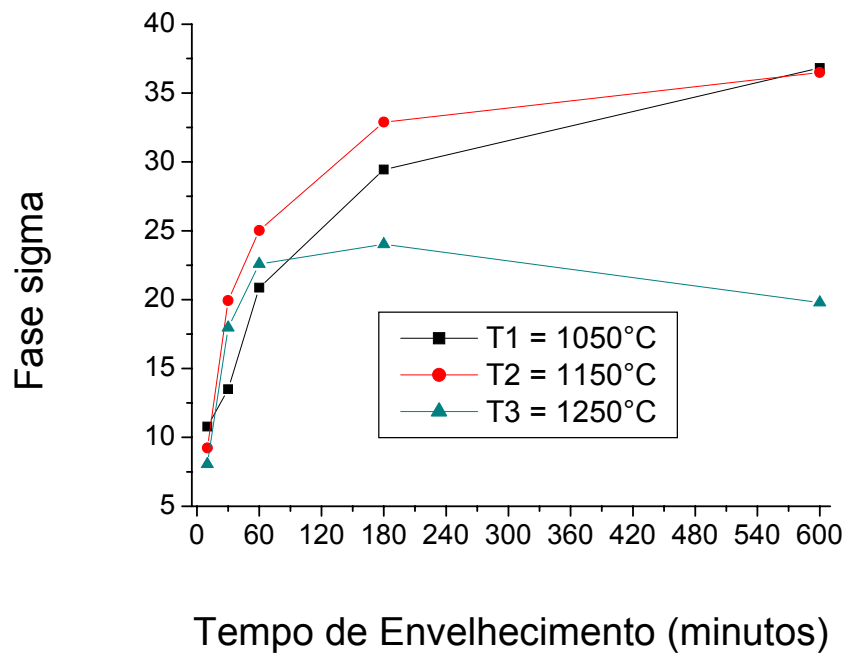


Figura 4.30: Variação da fração volumétrica de fase sigma em função do tempo de envelhecimento.

De acordo com a literatura [BORSATO, 2006; MAGNABOSCO, 2009; ANGELINI, 2004] o aumento do tempo de envelhecimento aumenta a fração volumétrica de fase sigma. Esse efeito do tempo de envelhecimento foi comprovado para as amostras solubilizadas nas temperaturas de 1050°C e 1150°C, como pode ser observado na Figura 4.30. Já para as amostras solubilizadas na temperatura de 1250°C, foi verificada uma queda na fração de fase sigma, estudos complementares estão sendo realizados para melhor entendimento deste fato.

4.2.2 Relação entre Fase Sigma e Microdureza

Nas figuras 4.31, 4.32 e 4.33 pode-se analisar o comportamento da dureza do material em função da fração volumétrica de fase sigma. Verifica-se, apesar da grande dispersão dos resultados, que os valores obtidos para os coeficientes de correlação (R) entre os pontos experimentais e cada uma das equações de reta indicadas nas Figuras 4.31, 4.32 e 4.33, está próximo de 1, indicando uma relação direta entre a dureza e o volume de sigma no material. Esses resultados estão de acordo com os resultados obtidos por ROMANA, 2009.

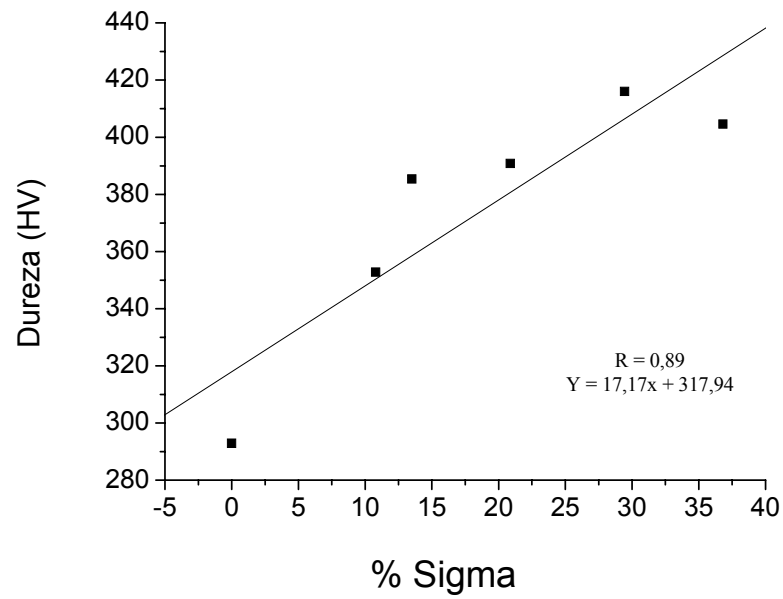


Figura 4.31: Dureza em função da fração volumétrica de sigma das amostras solubilizadas na temperatura de 1050°C e envelhecidas a 850°C por 10, 30, 60, 180 e 600 minutos.

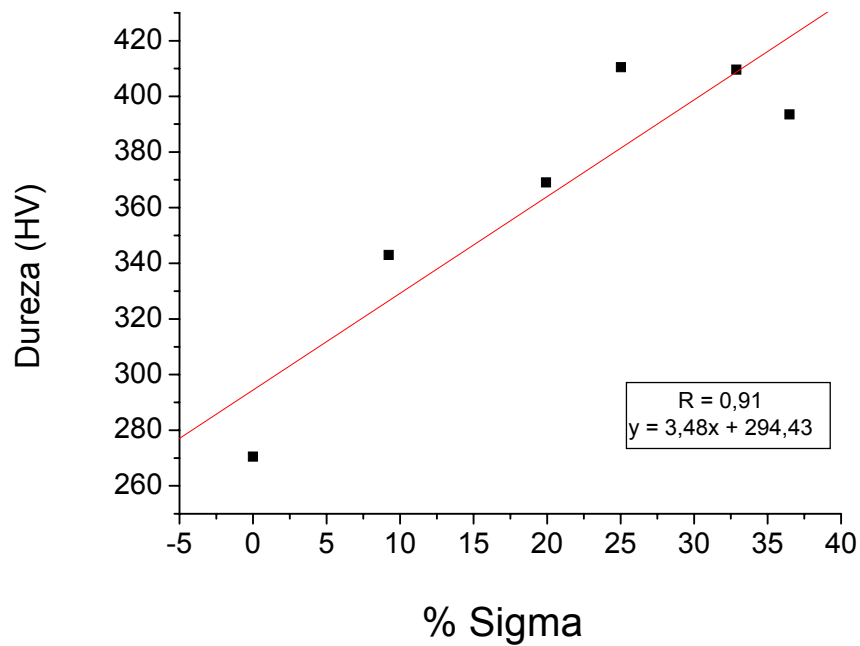


Figura 4.32: Dureza em função da fração volumétrica de sigma das amostras solubilizadas na temperatura de 1150°C e envelhecidas à 850°C por 10, 30, 60, 180 e 600 minutos.

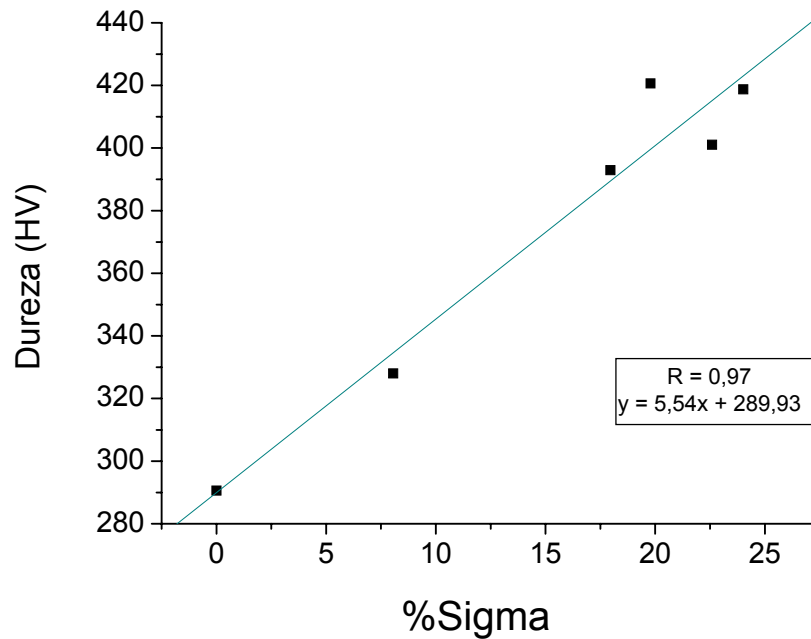


Figura 4.33: Dureza em função da fração volumétrica de sigma das amostras solubilizadas na temperatura de 1250°C e envelhecidas à 850°C por 10, 30, 60, 180 e 600 minutos.

4.2.3 Análise das Micrografias

O crescimento preferencial da fase sigma a partir da ferrita é sobretudo o resultado da maior concentração de Cr e Mo na fase ferrita, que são elementos formadores de sigma. A formação da fase sigma depende da taxa de difusão desses elementos, que é maior na ferrita do que na austenita, pois a estrutura de ferrita é menos compacta em comparação com a austenita. A formação da fase sigma ocorre provavelmente segundo a reação eutetóide: ferrita → sigma + austenita secundária.

O aumento da temperatura de solubilização de 1050 para 1250°C favorece a precipitação intragranular da austenita secundária nos primeiros estágios do tratamento e atrasa a formação da fase sigma por causa dos elementos formadores da fase sigma na região da ferrita, e a remoção de uma quantidade de contornos de grão que constituem os sítios de precipitação preferenciais [BADJI et al., 2008; LAI et al., 1995].

A taxa de transformação é diretamente relacionada com a morfologia e composição química da fase ferrita; altas taxas de precipitação correspondem à estrutura de grãos finos

com ferrita enriquecida de elementos formadores da fase sigma, isto é Cr e Mo [BADJI et al., 2008; LAI et al., 1995].

Quando a temperatura de tratamento de solubilização aumenta, o tempo para a conclusão/finalização da transformação ferrita \rightarrow sigma + austenita tende a aumentar, mas a temperatura também aumenta a probabilidade de formação austenita secundária intragranular quando há uma diluição suficiente de cromo e acúmulo do níquel na fase ferrita [BADJI et al., 2008; LAI et al., 1995].

Capítulo 5

CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

5.1 CONCLUSÕES

O objetivo deste trabalho foi estudar o efeito da temperatura de solubilização na precipitação de fase sigma do aço inoxidável superdúplex UNS S32520. Para as condições estudadas neste trabalho podem ser extraídas as seguintes conclusões:

- ✓ Maiores temperaturas de solubilização provocam aumento no tamanho de grão e da fração volumétrica de ferrita, o que leva a precipitação de fase sigma no aço para tempos de envelhecimento maiores.
- ✓ Para as amostras solubilizadas nas temperaturas de 1050 e 1150°C, a temperatura de solubilização influencia a velocidade de início da precipitação da fase sigma (primeiros 10 minutos), mas não tem influência na fração volumétrica de fase sigma final (após 600 minutos de envelhecimento), uma vez que essa é praticamente a mesma para as duas temperaturas de solubilização.

✓ A ferrita foi totalmente consumida após 600 minutos (10 horas) de envelhecimento para as amostras solubilizadas nas três temperaturas propostas (1050 1150 e 1250°C).

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- 1) Realizar envelhecimento isotérmico em tempos inferiores a 10 minutos para melhor compreensão do início de formação da fase sigma;
- 2) Realizar os mesmos tratamentos térmicos efetuados nesse trabalho em outros aços inoxidáveis dúplex para estudar a influência da composição química na precipitação de fase sigma;
- 3) Realizar processos de soldagem em aços dúplex variando o tempo e a temperatura dos processos para estudar as condições que propiciam maiores quantidades de precipitação de fase sigma.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVAREZ-ARMAS, I. **Duplex Stainless Steels: Brief History and Some Recent Alloys.** Recent Patents on Mechanical Engineering, 1, p. 51–57, 2008.

ANGELINI, E.; DE BENEDETTI, B.; ROSALBINO, F. **Microstructural evolution and localized corrosion resistance of an aged superduplex stainless steel.** Corrosion Science, v. 46, p. 1351-1367, 2004.

ASM Handbook: **Alloy Phase Diagrams.** ASM International, Ohio: vol. 3, 2006.

BADJI, R.; BOUABDALLAH, M.; BACROIX, B.; KAHLOUN, C.; BETTAHAR, K.; KHERROUN, N. **Effect of solution treatment temperature on the precipitation kinetic of σ -phase in 2205 duplex stainless steel welds.** Materials Science and Engineering A, v.496, p.447-454, 2008.

BORBA, R. M.; MAGNABOSCO, R. **Alterações Microestruturais entre 550°C e 660°C para aço UNS S31803 (SAF 2205).** In: IX Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável, v.1, p. 30-35, São Paulo, Divulgação Impressa, 2008.

BORGES, J. N. **Preparação de amostras para análise microestrutural.** Disponível em: <<http://www.materiais.ufsc.br/lcm>.> Acesso em: 19 nov. 2010.

BORSATO, K. S. **Avaliação das propriedades mecânicas, microestrutura e cinética de precipitação da fase sigma do aço inoxidável duplex UNS S31803.** In: 17º CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu, PR. Anais do 17º CBECIMAT, 2006, p. 5068-5079.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia Eletrônica de Varredura - Aplicações e preparação de amostras**. 1. ed. Porto Alegre, EDIPUCRS, 2007. 60 p.

ESCRIBA, D. M.; MATERNA-MORRIS, E.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. **Efeito do molibdênio na composição química da fase sigma em três tipos de aços inoxidáveis**. In: 17º CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu, PR. Anais do 17º CBECIMAT, 2006, p. 5068-5079.

ESCRIBA, D. M.; MATERNA-MORRIS, E.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. **Intermetallic Phase Precipitation in Duplex Stainless Steels during High Temperature Exposition**. Materials Science Forum, v. 636-637, p. 478-484, 2010.

GUNN, R.N. **Duplex Stainless Steels - Microstructure, Properties and Applications**. Abington Publishing, Cambridge, England, 1997. Pág. 6-48.

HELMUT FISCHER. **Catalogo do Ferritoscopio modelo MP 30E**, 2006.

HONEYCOMBE, R. W. K.; BHADSHIA, H. K. D. H. **Steels: Microstructure and Properties**. 3. ed. Elsevier, 2006. Pág. 276.

LAI, J. K. L.; WONG, K. W.; LI, D. J. **Effect of solution treatment on the transformation behaviour of cold-rolled duplex stainless steels**. Materials Science and Engineering A, v. 203, p. 356-364, 1995.

LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. **Recent developments in stainless steels**. Materials Science and Engineering R, v.65, p. 39-104, 2009.

MAGNABOSCO, R. **Kinetics of Sigma Phase Formation in a Duplex Stainless Steel**. Materials Research, v. 12, p. 321-327, 2009.

MALISKA, A. M. **Microscopia Eletrônica de Varredura**. Florianópolis: LCMAI Laboratório de Caracterização Microestrutural e Análise de Imagens - UFSC, [s.d.]. 97p.

MARTINS, M.; BONAVINA, L. F. **Efeito da Temperatura na Microestrutura do Aço ASTM A890 Grau 6A.** In: 58º Congresso Anual da ABM, 2003, Rio de Janeiro.

MARTINS, M.; CASTELETTI, L. C. **Caracterização Microestrutural do Aço Inoxidável Super Duplex ASTM A890 Grau 6A.** In: 12º Congresso Nacional de Fundição (CONAF), 2005, São Paulo. Anais do 12º CONAF, 2005.

MARTINS, M.; CASTELETTI, L. C. **Obtenção e Caracterização dos Aços Inoxidáveis Duplex e Super Duplex.** FS. Fundição e Serviços, v. 169, p. 108-119, 2007.

NILSON, J. O. **Super duplex stainless steels.** Materials Science of Technology. v. 8, n. 8, p. 685-700. 1992.

PADILHA, A. F.; AMBROZIO FILHO, F. **Técnicas de Análise Microestrutural.** 1. ed. São Paulo, Hemus, 1985.

PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L.; RIOS, P. R. **Chapter 15: Stainless steels heat treatment.** In: George E. Totten (Editor). (Org.). Steel Heat Treatment Handbook. 2. ed., USA p. 891-936, 2006.

PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L. **Chapter 3: Phase transformation and microstructure.** In: Iris Alvarez-Armas; Suzanne Degallaix-Moreuil. (Org.). Duplex Stainless Steels. London: ISTE Ltd and John Wiley & Sons, p.115-139, 2009.

PARDAL, J.M.; TAVARES, S.S.M.; CINDRA FONSECA M.P.; SOUZA, J.A.; CORTE, R.R.A.; ABREU, H.F.G. **Influence of the grain size on deleterious phase precipitation in superduplex stainless steel UNS S32750.** Materials Characterization, v. 60, p. 165-172, 2009.

PICCOLI, R.; MEXIAS A.; FIGUEIRA, R.; MONTEDO, O.; BERTAN, F. **Características das principais técnicas analíticas aplicadas à caracterização de materiais.** In: 17º CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu, PR. Anais do 17º CBECIMAT, 2006, p. 289-300.

POHL, M. **The ferrite / austenite ratio of duplex stainless steels.** Zeitschrift für Metallkunde, v.86, nº2, p. 97-102, 1995.

POHL, M.; STORZ, O. **Sigma phase in duplex stainless steels.** Zeitschrift für Metallkunde, v. 95, p. 631-638, 2004.

POHL M.; STORZ O.; GLOGOWSKI, T. **Effect of intermetallic precipitation on the properties of duplex stainless steel.** Materials Characterization, v.58, p. 65-71, 2007.

ROMANA, R. **Cinética de formação de fase sigma em aço inoxidável dúplex UNS S32750.** 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Centro Universitário da FEI, São Bernardo do Campo.

SENATORE, M.; FINZETTO, L.; PEREA, E. **Estudo Comparativo entre os Aços Inoxidáveis Dúplex e os inoxidáveis AISI 304L/316L.** Revista de Minas, Ouro Preto, 2007.

SILVA, A. L. V. C.; MEI, P. R. **Aços e Ligas Especiais.** 2. ed. São Paulo, Edgard Blücher, 2006. Pág. 408,425,433.

TAVARES, S. S. M.; GUERREIRO, J. L.; Cortê, R. R. A. ; SOUZA, V. M.; PARDAL, J. M. **Detecção de pequenos teores de fase sigma e avaliação de seus efeitos na resistência à corrosão do aço inoxidável duplex UNS S31803.** Engevista (UFF), v. 8, p. 77-82, 2006.

TAVARES, C. F. **Influência da composição química e da espessura da peça fundida na quantidade e distribuição de ferrita delta em aços inoxidáveis austeníticos.** 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo.

ZUCATO, I.; MOREIRA, M. C.; MACHADO, I. F.; GIAMPIETRI, S. M. **Microstructural characterization and the effect of phase transformations on Toughness of the UNS S31803 duplex stainless steel aged treated at 850°C.** Materials Research, v. 5, n. 3, p. 385-389, 2002.