

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

**Influência da Deformação Plástica e da Solubilização na
Microestrutura e nas Propriedades Magnéticas de um
Aço Duplex UNS S31803**

Claudiney de Sales Pereira Mendonça

Itajubá, Fevereiro de 2014

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

Claudiney de Sales Pereira Mendonça

**Influência da Deformação Plástica e da Solubilização na
Microestrutura e nas Propriedades Magnéticas de um
Aço Duplex UNS S31803**

**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: Materiais Metálicos

Orientador: Prof. Dr. Manoel Ribeiro da Silva

Co-orientador: Prof. Dr. Eduardo Miguel da Silva

Itajubá, Fevereiro de 2014

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

Claudiney de Sales Pereira Mendonça

Influência da Deformação Plástica e da Solubilização na
Microestrutura e nas Propriedades Magnéticas de um
Aço duplex UNS S31803

Dissertação aprovada por banca examinadora em 21 de fevereiro de 2014 conferindo ao autor o título de ***Mestre em Ciências em Materiais para Engenharia.***

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Manoel Ribeiro da Silva (Orientador)
Prof. Dr. Eduardo Miguel da Silva (Co - orientador)
Prof. Dr.^a Mirian de Lourdes Noronha Motta Melo
Prof. Dr. Sérgio Souto Maior Tavares

Itajubá
2014

Dedicatória

*A meu pai, Sidney Pereira de Mendonça,
e a minha mãe,
Cláudia de Sales Dias.*

Agradecimentos

A meu orientador, Prof. Dr. Manoel Ribeiro da Silva, pela dedicação, paciência, amizade e conhecimentos transmitidos durante a elaboração desse trabalho.

Ao meu co-orientador, Prof. Dr. Eduardo Miguel da Silva, pelo apoio e amizade.

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.

Aos doutorandos Vander Alkmin dos Santos Ribeiro e Valesca Donizeti de Oliveira, pela ajuda prestada e pela grande amizade. Ao doutor Carlos Alberto Rodrigues, pela disponibilidade em ajudar sempre que preciso e pela amizade.

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

Aos meus pais, Sidney e Cláudia, e aos meus irmãos, Salomão e Mateus, pelo apoio e incentivo; a minha filha Maria Victória, a quem tanto amo.

A minha namorada Lídia, pela paciência, amor e companheirismo nos momentos mais difíceis e também alegres.

À CAPES, através do programa de bolsas, pelo apoio financeiro.

E a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

“Não somos responsáveis apenas pelo que fazemos, mas também pelo que deixamos de fazer”.

Jean Molière

Resumo

Mendonça, C. S. P (2014), *Influência da deformação plástica e da solubilização na microestrutura e nas propriedades magnéticas de um aço duplex UNS S31803, Itajubá - MG, 99p. Dissertação - Mestrado em Materiais para Engenharia. Universidade Federal de Itajubá.*

Os aços inoxidáveis duplex são muito utilizados no setor industrial e científico, pois conciliam as boas propriedades mecânicas e magnéticas de suas fases constituintes, a fase ferrítica e a fase austenítica. Estes aços, quando solicitados em altas temperaturas e/ou deformados plasticamente, podem acarretar na formação de novas fases, gerando modificações nas suas propriedades mecânicas e magnéticas. Avaliaram-se as mudanças da microestrutura e das propriedades magnéticas de aço duplex UNS S31803 quando submetido aos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento isotérmico e, também, os efeitos provocados por deformação plástica. As amostras foram deformadas plasticamente por laminação a frio. Por métodos comparativos, de análises quantitativas e qualitativas, verificaram-se as fases constituintes desta liga. Em decorrência dos tratamentos aplicados, surgiu uma nova fase deletéria neste aço, a fase σ , que alterou principalmente sua magnetização de saturação e, também, promoveu um aumento da dureza. Quando laminado a frio, este aço apresentou também aumento da dureza e na magnetização de saturação. Por métodos qualitativos, verificou-se que o processo de laminação gerou um refinamento na microestrutura, e por métodos analíticos, verificou-se o surgimento da fase martensítica para valores acima de 40% de deformação.

Palavras-chave: Aço duplex, martensita, fase sigma, magnetização de saturação, deformação plástica, envelhecimento e solubilização.

Abstract

Mendonça, C. S. P. (2014) *Influence of plastic deformation and solubilization on the microstructure and the magnetic properties of a duplex steel UNS S31803, Itajubá - MG, 99p. Dissertation- Master in Materials Engineering - Federal University of Itajubá.*

Duplex stainless steels are widely used in industrial and scientific sector, because it reconciles the good mechanical and magnetic properties of their constituent phases, the ferrite phase and the austenitic phase. These steels are requested at high temperatures and/or plastically deformed, may result in the formation of new phases, generating changes in their mechanical and magnetic properties. were evaluated the changes of microstructure and magnetic properties of the duplex steel UNS S31803 when subjected to heat treatments solubilization and isothermal aging, and, also, the effects caused by plastic deformation. The samples were plastically deformed by cold rolling. For comparative methods, quantitative and qualitative analyzes, there were the constituent phases of this alloy. As a consequence of the applied treatments, a new phase appeared this deleterious steel, σ phase, which changed its saturation magnetization, and also promoted an increase in the hardness. When cold rolled steel also showed an increase in hardness and saturation magnetization. For qualitative methods, has been found that the rolling process generating a refinement in the microstructure, and by analytical methods, there has been the emergence of the martensitic phase to values above 40% deformation.

Keywords: Duplex steel, martensite, saturation magnetization, plastic deformation, aging and solubilization.

Sumário

SUMÁRIO.....	i
LISTA DE FIGURAS.....	iv
LISTA DE TABELAS.....	vii
LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	viii
CAPÍTULO 1.....	1
INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Considerações iniciais.....	1
1.2 Motivação e justificativas para o trabalho.....	3
1.3 Objetivos.....	4
CAPÍTULO 2.....	5
REVISÃO DA LITERATURA.....	5
2.1 Aspectos gerais dos aços inoxidáveis.....	5
2.2 Efeito dos elementos de liga nos aços.....	6
2.3 Classificação dos aços inoxidáveis.....	9
2.4 Aços inoxidáveis duplex.....	10
2.5 Fenômenos de fragilização nos aços d uplex	13
2.5.1 Fase Sigma (σ).....	13
2.5.2 Fase Chi (χ).....	16
2.5.3 Austenita secundária (γ_2).....	16
2.6 Propriedades magnéticas.....	17
2.6.1 Classificação dos Materiais Magnéticos.....	17

	ii
2.6.2 Magnetização e Curva M x H.....	19
2.6.3 Domínios magnéticos.....	22
2.6.4 Relação dos domínios com a magnetização.....	23
2.7 Deformação plástica.....	24
2.7.1 Características das discordâncias	25
2.7.2 Sistemas Primários de Escorregamento.....	29
2.7.3 Martensita induzida por deformação.....	30
CAPÍTULO 3.....	32
MATERIAS E MÉTODOS.....	32
3.1 Introdução.....	32
3.2 Fluxograma do procedimento experimental.....	32
3.3 Tratamento solubilização e envelhecimento.....	35
3.4 Laminação.....	35
3.5 Técnicas de análise microestrutural.....	37
3.5.1 Microcopia óptica.....	37
3.5.2 Difração de Raios-X.....	37
3.6 Ensaio de microdureza.....	39
3.7 Caracterização propriedades magnéticas.....	39
3.7.1 Procedimento para o ensaio de caracterização magnética.....	40
3.8 Quantificação de fase ferromagnética.....	41
3.8.1 Medição da quantidade de fase ferromagnética por meio da magnetização de saturação.....	42
3.8.2 Medição da quantidade de ferrita através do ferritoscópio.....	42
3.9 Correlação entre as variáveis - Correlação de Pearson.....	43
CAPÍTULO 4.....	45
RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	45
4.1 Resultados do tratamento de solubilização e envelhecimento nas propriedades de um aço duplex.....	45
4.1.1 Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex UNS S31803.....	45
4.1.2 Caracterização magnética do aço inoxidável duplex UNS S31803.....	50

	iii
4.1.3 Análise da correlação entre as variáveis - Correlação de Pearson.....	53
4.2 Resultados do processo de deformação plástica nas propriedades do aço inoxidável duplex UNS S31803.....	58
4.2.1 Caracterização microestrutural e mecânica do aço duplex submetido ao processo de laminação a frio.....	59
4.2.2 Avaliação das propriedades magnéticas do aço duplex submetido ao processo de deformação plástica.....	64
4.2.3 Resultados da difração de raios-x para amostra laminada.....	68
CAPÍTULO 5.....	70
CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS.....	70
5.1 Conclusões.....	70
5.2 Sugestões para próximos trabalhos.....	72
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	73

Lista de Figuras

Figura 1- Precipitação de fases intermetálicas nos aços inoxidáveis duplex e a influência dos elementos de liga na formação das fases deletérias. (CHARLES, 1991).....	8
Figura 2- Diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni (POHL et. al., 2007).....	11
Figura 3- Seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni a 800°C (ASM HANDBOOK, 2006).....	14
Figura 4- Seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Mo a 650°C (PADILHA et. al., 2006).....	14
Figura 5- Diferentes morfologias encontradas para a fase sigma após envelhecimento isotérmico: (a) 950°C; (b) 850°C e (c) 750°C (POHL et. al., 2007).....	15
Figura 6- Representação esquemática dos momentos magnéticos em um material paramagnético. Fonte: (ANDERSON et. al., 1994).....	18
Figura 7- Na ausência de um campo magnético externo, os momentos magnéticos permanentes resultam dos spins emparelhados. Fonte: (CALLISTER, 2007).....	18
Figura 8- Curva de magnetização x campo magnético aplicado: Onde: S e S' = Ponto de saturação máxima; M _R = Magnetização Remanente; H _C = Campo Coercivo. Adaptado: (CALLISTER, 2007).....	20
Figura 9- Representação esquemática dos domínios num material magnético: as setas representam os momentos de dipolos magnéticos (CALLISTER, 2007).....	23
Figura 10- Relação dos domínios magnéticos com o processo de magnetização. Adaptado: (CALLISTER, 2007).....	24

Figura 11- Vetor de Burgers para uma discordância em hélice num reticulado cúbico simples. Fonte: (CHIAVERINI, 2005).....	26
Figura 12- Arranjo dos átomos ao redor de uma discordância em aresta. Fonte: (PADILHA, 2007).....	27
Figura 13- Tipos de movimentação de uma discordância quando submetidos a uma mesma tensão aplicada. (A) Aresta positiva; (B) Aresta negativa; (C) Hélice à esquerda; (D) Hélice à direita. Adaptado: (REED-HILL, 1982).....	28
Figura 14- Fluxograma do procedimento experimental para o estudo da influência do tratamento térmico de solubilização e envelhecimento.....	33
Figura 15- Fluxograma do procedimento experimental para o estudo da influência da deformação plástica na microestrutura e nas propriedades magnéticas.....	34
Figura 16- Laminador Elétrico LE 200B. Fabricante Máquinas Coelho. Fonte: (Laboratório de Engenharia Mecânica - UNIFEI).....	36
Figura 17- Magnetômetro de amostra vibrante (MAV), marca Lake Shore. Fonte: (Laboratório de Ensaios Destrutivos - UNIFEI).....	39
Figura 18- Pesagem das amostras na balança de precisão.....	40
Figura 19- Posicionamento da amostra para a caracterização magnética do aço duplex. Fonte: (Laboratório de Ensaios Destrutivos - UNIFEI).....	41
Figura 20- Fator de correção devido à espessura da amostra. Fonte: (HELMUT FISHER, 2006).....	43
Figura 21- Microestrutura do aço UNS S31803. (a) Amostra solubilizada de 1050°C durante o tempo de 30 min.....	46
Figura 22- Microestrutura do aço UNS S31803. (b) Amostra solubilizada de 1050°C e envelhecida por 5 min.....	47
Figura 23- Microestrutura do aço UNS S31803. (c) Amostra solubilizada de 1050°C e envelhecida por 15 min.....	47
Figura 24- Microestrutura do aço UNS S31803. (d) Amostra solubilizada de 1050°C e envelhecida por 30 min.....	48
Figura 25- Microestrutura do aço UNS S31803. (e) Amostra solubilizada de 1050°C e envelhecida por 60 min.....	48

Figura 26- Microestrutura do aço UNS S31803. (f) Amostra solubilizada de 1050°C e envelhecida por 180 min.....	49
Figura 27- Curva de magnetização x campo magnético aplicado do aço inoxidável duplex UNS S31803.....	50
Figura 28- Quantidade de ferrita em função da amostra como recebida, solubilizada e com tratamento de envelhecimento de 5min, 15min, 30min, 60min e 180 min.	53
Figura 29- Análise da quantidade de resíduos ferritoscópio.....	56
Figura 30- Análise da quantidade de resíduos ferrita de saturação.....	56
Figura 31- Relação entre a variável microdureza e a magnetização de saturação em relação à variável tempo.....	58
Figura 32- Amostra como recebida. Ataque químico com reagente Behara. Tempo de ataque de aproximadamente 25s.....	60
Figura 33- Amostra laminada 20%. Ataque químico com reagente Behara. Tempo de ataque de aproximadamente 15s.....	60
Figura 34- Amostra laminada 40%. Ataque químico com reagente Behara. Tempo de ataque de aproximadamente 15s.....	61
Figura 35- Amostra laminada 60%. Ataque químico com reagente Behara. Tempo de ataque de aproximadamente 15s.....	61
Figura 36- Amostra laminada 80%. Ataque químico com reagente Behara. Tempo de ataque de aproximadamente 15s.....	62
Figura 37- Gráfico da variável microdureza em HV dos corpos de prova que foram laminados com uma porcentagem de 20%, 40%, 60% e 80% e também do material como recebido (0% de laminação).....	63
Figura 38- Curvas de histerese magnética do aço inoxidável duplex UNS S31803 nas condições como recebido, laminado de 20%, 40%, 60% e 80%, conforme legenda de cores.....	64
Figura 39- Detalhamento da saturação magnética a partir das curvas de histerese magnética nas condições como recebido, laminados de 20%, 40%, 60% e 80%, conforme legenda de cores.	65
Figura 40- Figura de difração de raios-x das amostras laminadas de 20%, 40%, 60% e 80% e também do material como recebido (conforme legenda). Radiação $\text{CuK}_{\alpha 1}$. Onde: A = Austenita e F = Ferrita.....	68

Lista de Tabelas

Tabela 1- Sistemas primários de escorregamento para metais CFC, CCC e HC. Fonte: (CALLISTER, 2007).....	29
Tabela 2- Composição química do aço inoxidável duplex UNS S31803.....	32
Tabela 3- Valores das propriedades magnéticas do aço duplex UNS S31803, da quantidade de ferrita obtidas pelo ferritoscópio e magnetização de saturação.	51
Tabela 4- Correlação entre as variáveis: Tempo, M_R , H_C , Dureza, Ferrita de saturação, Ferritoscópio e M_S	54
Tabela 5- Correlação entre as variáveis: Dureza, Ferrita de saturação, Ferritoscópio e M_S	55
Tabela 6- Tabela de dureza em HV em função da porcentagem de redução da área.....	62
Tabela 7- Tabela dos resultados de magnetização de saturação (M_S), campo coercivo (H_C) e magnetização remanente (M_R), bem como da porcentagem de fase ferromagnética gerada no processo de laminação.....	66
Tabela 8- Valores obtidos no ferritoscópio para o número de ferrita (FN).....	67

Lista de Símbolos e Abreviaturas

AID – Aços inoxidáveis duplex

AISD – Aços inoxidáveis superduplex

AISI – *American Iron and Steel Institute.*

ASTM – *American Society for Testing and Materials.*

CCC – Estrutura Cúbica de Corpo Centrado

CFC – Estrutura Cúbica de Face Centrada

C_a – Quantidade de ferrita obtida pela magnetização de saturação

C_{rEQ} – Cromo equivalente

DRX – Difração de raios – x

EDE - Energia de defeito de empilhamento

FN – Número de ferrita

H – Campo magnético aplicado

H_C – Campo coercivo

HC – Estrutura hexagonal compacta

M – Magnetização

MAV – Magnetômetro de Amostra Vibrante

MO – Microscopia óptica

M_S – Magnetização de saturação

M_R – Magnetização Remanente

Ni_{EQ} – Níquel equivalente

PRE – *Piting Resistance Equivalent*

r – Coeficiente de correlação produto – momento

rp – Redução em porcentagem

SAF – *Sandvick Austenite Ferrite*

TT – Tratamento térmico

UNIFEI- Universidade Federal de Itajubá

UNS – *Unified Numbering System*

α' – martensita alfa

α – Ferrita

δ – Ferrita delta

γ – Austenita

σ – Fase sigma

χ – Fase Chi

χ_m – Susceptibilidade magnética

γ_2 – Austenita secundária

μ – Permeabilidade magnética

Capítulo 1

INTRODUÇÃO

1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Os aços inoxidáveis são aços de alta liga, geralmente contendo cromo, entre outros elementos, em sua composição química, que, conforme denominação, não se oxida em contato com agentes corrosivos. São materiais com utilizações crescentes nas indústrias em função de suas características específicas, principalmente aquelas relacionadas à resistência a corrosão e às propriedades mecânicas. Porém são materiais que exigem cuidados especiais na sua fabricação sob o risco de comprometimento de suas propriedades (SILVA, E., 2011).

Alguns aços inoxidáveis são utilizados com frequência em temperaturas elevadas e em meio a ambientes severos, uma vez que eles resistem à oxidação e mantêm a sua integridade mecânica nestas condições adversas (CALLISTER, 2007). Geralmente, estes materiais se dividem em cinco categorias de acordo com sua microestrutura: austeníticos, ferríticos, martensíticos, endurecíveis por precipitação e duplex.

Os aços inoxidáveis duplex são ligas constituídas por duas fases (ferrita/austenita) que conseguem aliar as boas propriedades dos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos (GUNN, 2003; CABRERA, et.al., 2003; SILVA e MEI, 2006; GHOSH et.al., 2012; FRÉCHARD et.al., 2006). Estes aços possuem uma elevada resistência mecânica, boa tenacidade, boa

resistência à corrosão em diversos meios e excelente resistência à corrosão sob tensão (SILVA e MEI, 2006).

Um dos problemas destas ligas é a precipitação de algumas fases deletérias durante tratamento térmico (TT) (SILVA, A. 2011). Esses aços são amplamente utilizados em muitos setores, destacando seu uso na indústria química e petroquímica devido à habilidade deste grupo de materiais em se passivar e permanecer no estado passivo em diversos meios a que são submetidos (TSAI, et. al., 2000).

Numerosas mudanças estruturais podem ocorrer nos AID e AISD durante tratamento isotérmico (PARDAL, 2009), como a formação das fases chi, sigma, alfa linha, laves e, também, a precipitação de carbonetos e nitretos que podem comprometer as propriedades metalúrgicas e magnéticas devido à instabilidade destes materiais quando expostos a altas temperaturas.

Quando os aços duplex são submetidos à deformação plástica a frio, pode ocorrer a formação de uma fase martensítica induzida por deformação a partir da fase austenítica (BALDO e MÉSZÁROS, 2010; TAVARES et.al., 2006; AGUIAR, 2012), podendo acarretar modificações nas propriedades deste aço.

Pelo fato de os aços inoxidáveis duplex possuírem duas fases com propriedades magnéticas distintas, a utilização de ensaios magnéticos é adequada para examinar a estrutura e o comportamento destes aços quando deformados a frio ou tratados termicamente em altas temperaturas, sendo a fase ferrítica ferromagnética e a fase austenítica paramagnética (TAVARES et al, 2006).

Segundo Cullity e Graham (2009), os parâmetros magnéticos tais como campo coercivo H_C , campo remanente M_R , e magnetização de saturação M_S são determinados através da curva de magnetização versus campo magnético aplicado $M \times H$. A Susceptibilidade Magnética e a Permeabilidade Magnética são determinadas pelo diferencial da curva $M \times H$ na região onde ocorre o deslocamento irreversível.

Este trabalho busca uma análise da influência da deformação plástica e do tratamento térmico de solubilização e envelhecimento nas propriedades mecânicas e magnéticas de um aço inoxidável duplex UNS S31803. Os resultados serão discutidos, levando-se em consideração a metalurgia física do aço antes e após o processo de laminação e também do tratamento térmico.

1.2 MOTIVAÇÃO E JUSTIFICATIVAS PARA O TRABALHO

A motivação para a realização deste trabalho é que o aço inoxidável duplex vem sendo amplamente utilizado no setor industrial, pois consegue aliar as boas propriedades tanto da fase austenítica como da fase ferrítica, tais como uma boa resistência à tração e à fadiga, boa tenacidade, mesmo em baixas temperaturas, e boa soldabilidade (MUTHUPANDI et. al, 2003 *apud* KIVINEVA, et.al., 1994).

Durante a deformação plástica nos aços duplex, ocorre intensa multiplicação das discordâncias nas duas fases, no entanto estas fases apresentam comportamentos e características diferentes quando deformadas plasticamente. O comportamento que esta deformação ocasiona nas propriedades mecânicas e físicas dos aços duplex não está completamente entendido, gerando, assim, grande interesse do setor industrial e acadêmico sobre estas modificações geradas numa deformação plástica (AGUIAR, 2012).

Os aços inoxidáveis duplex quando submetidos à temperatura de trabalho entre 300°C e 1000°C experimentam a formação de fases deletérias que podem ocasionar modificações na microestrutura, nas propriedades magnéticas e no comportamento mecânico deste material. Dentre estas fases, podemos destacar a fase σ , uma fase não magnética, rica nos elementos Cr e Mo, fortemente fragilizante, sendo associada tanto com a redução nas propriedades de impacto quanto com a perda da resistência à corrosão (GUNN, 2003).

Em vista disso, neste trabalho é proposta a realização de um estudo da deformação plástica no aço inoxidável duplex e suas consequências nas propriedades magnéticas, mecânicas e na microestrutura de um aço duplex. O material será submetido a uma laminação a frio de 20%, 40%, 60% e 80% de redução da área transversal; assim, ele armazenará uma

deformação permanente e não recuperável, gerando uma modificação na microestrutura, nas propriedades física e mecânica deste aço.

Propõem-se fazer também uma análise das propriedades mecânicas e magnéticas desta liga quando submetida ao tratamento de solubilização e envelhecimento isotérmico, pois se observa na literatura a formação de fases deletérias, principalmente a fase σ , uma fase dura e não magnética que prejudica as propriedades mecânicas e magnéticas desta liga.

1.3 OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo a realização do estudo da deformação plástica e do tratamento térmico de solubilização e envelhecimento sobre a microestrutura e as propriedades magnéticas de um aço inoxidável duplex.

Pretende-se avaliar os diferentes graus de deformação plástica por laminação em função da quantidade de fase magnética e, também, avaliar os diferentes tempos de envelhecimento isotérmico em relação às fases magnéticas presentes. As diferentes propriedades magnéticas foram usadas como parâmetros de comparação para a medição da fase ferromagnética: ferritoscopia e magnetização de saturação. Em relação a isto, por métodos comparativos, associaram-se estas condições.

Capítulo 2

REVISÃO DA LITERATURA

2.1 ASPECTOS GERAIS DOS AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis foram desenvolvidos na primeira metade do Século XX, no Reino Unido e Alemanha (GUNN, 2003). Estes são aços de alta liga, que tem excelente resistência à corrosão, geralmente contendo ferro, cromo, níquel e molibdênio em sua composição química, com teores de cromo iguais ou superiores a 11% e que apresentam propriedades físico-químicas superiores às dos aços comum (CALLISTER, 2007; LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

Os aços inoxidáveis possuem uma elevada resistência à corrosão devido ao fenômeno de passivação. Os elementos de liga presentes nestes aços reagem com o meio ambiente e um deles em particular, o cromo, oxida-se em contato com o oxigênio do ar, formando uma película, muito fina e estável, de óxido de cromo – Cr_2O_3 – denominada camada passiva, que protege o aço contra processos corrosivos. Porém, quando esta camada passiva é destruída e as condições são desfavoráveis para a sua regeneração, um aço inoxidável torna-se vulnerável a corrosão atmosférica.

Outros elementos, além do cromo, tais como níquel, titânio, nióbio, molibdênio etc., podem ser adicionados à microestrutura de um aço, tendo como objetivo um aumento de sua resistência à corrosão em meios ambientes específicos. No entanto, altos teores de elementos de liga acabam por propiciar uma forte tendência à precipitação de compostos intermetálicos conduzindo a redução das propriedades desejadas (PARDAL, 2009).

Elementos químicos como vanádio, cromo, molibdênio, tungstênio, silício, nióbio e alumínio, os quais são elementos Alfacênicos, tendem a promover a formação da fase ferrítica α nos aços inoxidáveis. Entretanto, elementos como o níquel, manganês, carbono, nitrogênio, cobre, cobalto, os quais são Gamagênicos, tendem a promover a formação da fase austenítica γ nestes aços (LIPPOLD e KOTECKI, 2005; LOPES, 2006).

Os aços inoxidáveis sofrem corrosão intergranular devido à formação de uma zona empobrecida em cromo ao longo dos contornos de grão, como consequência da precipitação, neste local, de carbonetos de cromo ($Cr_{23}C_6$). A formação desta zona empobrecida em cromo é chamada de sensibilização, uma vez que torna o material sensível à corrosão intergranular (PINTO, 2006).

2.2 EFEITO DOS ELEMENTOS DE LIGA NOS AÇOS

Os elementos de liga influenciam as características físicas e mecânicas dos aços inoxidáveis. Os principais elementos de liga e seus efeitos na microestrutura e nas propriedades estão listados abaixo de acordo com (GUNN, 2003):

- **Cromo:** A principal vantagem deste elemento é o aumento da resistência à corrosão localizada, pela formação de uma camada passiva rica em óxido de cromo. O elemento cromo e outros elementos estabilizam a ferrita, embora o efeito de cada elemento varie, assim foram obtidas expressões mostrando as ações dos elementos na formação da ferrita através da obtenção do cromo equivalente, mostrado na equação 2.1. (LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1,5\%Si \quad (2.1)$$

- **Molibdênio:** O efeito benéfico deste elemento é a melhora da resistência à corrosão por frestas destas ligas quando em meios contendo cloretos. Este elemento é um forte formador da fase ferrítica. A adição do elemento Mo está limitada em torno de 4%, devido a uma forte tendência de uma formação de compostos intermetálicos, tal como a fase sigma, durante as operações de processamento em altas temperaturas.
- **Níquel:** Confere ao aço inoxidável uma maior ductilidade, resistência mecânica, resistência à corrosão, sendo que seu principal efeito é o de aumentar a tenacidade do material (TERADA et.al., 2009). Este elemento é um forte estabilizador da fase austenítica. Existe um grupo de elementos estabilizadores da fase austenítica que podem ser agrupados na equação do níquel equivalente Ni_{eq} . Entretanto, várias referências apresentam algumas pequenas variações em relação aos elementos estabilizadores, conforme mostrado abaixo:

$$Ni_{eq} = Ni + 0,25\%Cu + 35\%C + 20\%N \quad (GUNN, 2003) \quad (2.2)$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + 0,5\%Mn + 30\%C + 25\%N \quad (MAEHARA et. al., 1983) \quad (2.3)$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + 0,5\%Mn + 30\%C + 30\%N \quad (EVANGELISTA et.al., 2004) \quad (2.4)$$

- **Nitrogênio:** Este elemento tem um múltiplo efeito nas propriedades dos aços duplex devido a um aumento da resistência a corrosão por pite, a precipitação da austenita e também da resistência mecânica. A estabilização contra a precipitação de fases intermetálicas, tais como σ e χ é uma das atribuições deste elemento nos AID.
- **Manganês:** Elemento estabilizador da fase austenítica. Aumenta a solubilidade do nitrogênio. A adição de manganês no aço inoxidável aumenta a resistência a abrasão e ao desgaste. O Mn parece que influencia no aumento do intervalo de temperatura onde ocorre a formação da fase σ . A ação combinada dos elementos Mn e N em modernos AID acabam por melhorar a resistência à corrosão por pite e contraria os problemas singulares associados com o Mn.
- **Cobre:** Em alguns AID com 25% de Cr é adicionado 1,5% de Cu de maneira a se obter uma ótima resistência a corrosão em soluções contendo 70% de H_2SO_4 a $60^\circ C$, entretanto em soluções aquecidas de HCl, uma adição de 0,5% de Cu diminui as taxas de dissolução

ativa e de corrosão por frestas. Em geral, a adição do elemento Cu para os aços duplex e superduplex é limitada em 2%, pois altos índices acabam por diminuir a ductilidade a quente e podem levar a precipitação de fases intermetálicas de elevada dureza.

- **Tungstênio:** Adições de 2% de tungstênio aumentam a resistência a corrosão por pite. Este elemento favorece a precipitação de compostos intermetálicos em temperaturas entre 700°C e 1000°C e intensifica a precipitação da austenita secundária no metal de solda.
- **Silício:** É benéfica a sua utilização em serviços utilizando ácido nítrico em concentrações elevadas, pois confere uma melhor resistência a corrosão e também propicia uma maior resistência a oxidação nos AID em altas temperaturas de serviço. No entanto, como o Si é geralmente considerado um forte formador da fase σ , este elemento é preferencialmente adicionado numa proporção de até 1% nos AID.

Os elementos de liga podem influenciar a microestrutura e, conseqüentemente, ocasionam a precipitação de fases deletérias que podem prejudicar as propriedades mecânicas, magnéticas de um material quando submetidos a altas temperaturas. O diagrama esquemático da Figura 1 mostra as faixas de temperatura de precipitação de algumas fases intermetálicas nos aços inoxidáveis duplex e a influência dos elementos de liga.

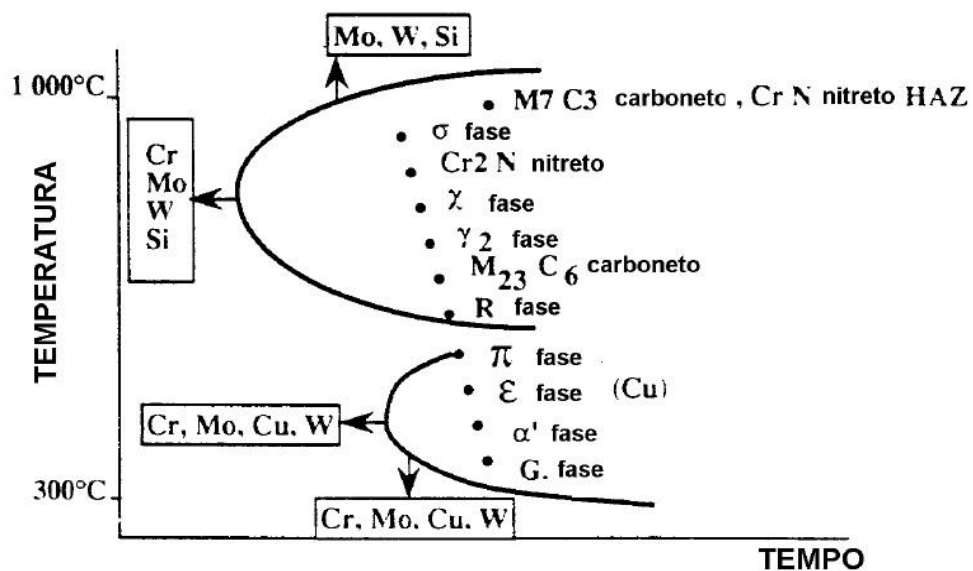


Figura 1: Precipitação de fases intermetálicas nos aços inoxidáveis duplex e a influência dos elementos de liga na formação das fases deletérias (CHARLES, 1991).

2.3 CLASSIFICAÇÃO DOS AÇOS INOXIDÁVEIS

A classificação mais simples e mais utilizada atualmente dos aços inoxidáveis é baseada na microestrutura, composição química e fatores cristalográficos, os quais estão relacionados com suas propriedades mecânicas e químicas. Estes aços são divididos de acordo com suas características gerais em termos de propriedades mecânicas e resistência a corrosão (MODENESI, 2001; LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

Os aços inoxidáveis austeníticos são os maiores em número de liga e de utilização. São aços cromo-níquel, com teores de cromo entre 16% e 26% e de níquel entre 7% e 22%. As adições de alguns elementos de liga como o molibdênio e a redução do teor de carbono melhoram a resistência à corrosão (ASM HANDBOOK, 2003; LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

Os aços inoxidáveis austeníticos têm sido amplamente utilizados na indústria automobilística, naval, biomédica, de alimentos e de produtos farmacêuticos devido à sua excelente resistência à corrosão e resistência à oxidação em altas temperaturas (PANDYA et.al., 2012), no entanto estes materiais apresentam uma resistência relativamente baixa ao desgaste e a dureza (SAKLAKOGLU et.al., 2007).

Os aços inoxidáveis ferríticos (AIF) são ligas ferro-cromo contendo de 11% a 30% de cromo com baixo teor de carbono, possuindo uma estrutura CCC. São magnéticos e apresentam uma boa resistência à corrosão em meios menos agressivos, boa ductilidade e razoável soldabilidade (PANOSSIAN, 1993).

Devido ao aumento do teor de Cr para valores acima de 25%, assim como adições de Mo, levaram ao desenvolvimento dos aços superferríticos (de ANDRADE et.al., 2008). Estes aços em comparação com os ferríticos tradicionais apresentam uma maior ductilidade, além de possuir uma maior resistência à corrosão por pite e por frestas, quando expostos em ambientes marinhos (BECHTTOLDT e VACHER, 1957).

Os aços inoxidáveis martensíticos são essencialmente ligas Fe-Cr (11%-18%) e carbono, em geral, acima de cerca de 0,1% (SILVA e MEI, 2006). Estas ligas são magnéticas

e, devido à adição de carbono, são endurecíveis através do tratamento térmico e, conseqüentemente, a sua resistência é aumentada, quando são temperados.

Dentro dos aços martensíticos existe uma subclasse destes aços: são os aços inoxidáveis supermartensíticos que combinam baixos custos de produção e manutenção com melhor soldabilidade, boas propriedades mecânicas e alta resistência à corrosão (CAMILLO et. al., 2010).

Conforme citado anteriormente, os aços duplex possuem uma microestrutura constituída em proporções praticamente iguais às das fases ferrítica e austenítica, que consegue aliar as boas propriedades de ambas às fases. Dentro da classe dos aços inoxidáveis duplex, surgiu uma nova subclasse de materiais, os chamados aços superduplex (AISD). Estes aços são definidos como os aços que apresentam um índice equivalente de resistência ao pite maiores que os AID, sendo seu valor maior que 40 (GUNN, 2003).

Existem também os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação que podem ser tanto austeníticos ou martensíticos na condição solubilizada. O endurecimento da martensita de baixo carbono é conseguido através da adição de elementos de liga como cobre, titânio, nióbio e alumínio (SILVA e MEI, 2006). Estes aços são muito utilizados em aplicações aeroespaciais, por possuírem uma resistência mecânica e a corrosão em altas temperaturas superiores aos outros aços, aliada a uma boa ductilidade e soldabilidade (CASTELETTI et. al, 2010).

2.4 AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

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 (MARTINS e BONAVIDA, 2003; GUNN, 2003; SILVA e MEI, 2006; SENATORE et al., 2007). A ferrita é uma fase ferromagnética, enquanto que a austenita é paramagnética (Da SILVA, M., 2001).

Os aços inoxidáveis duplex são ligas baseadas no sistema Fe – Cr – Ni – Mo – N, tendo em sua composição as seguintes porcentagens em massa: 18,5 a 27% Cr, 4-8% Ni; 2-4% Mo; C menor que 0,03% e também podem conter o elemento cobre (GIRALDO, 2001). Os aços duplex são baseados no diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni que pode ser observado na Figura 2 (POHL, et. al., 2007).

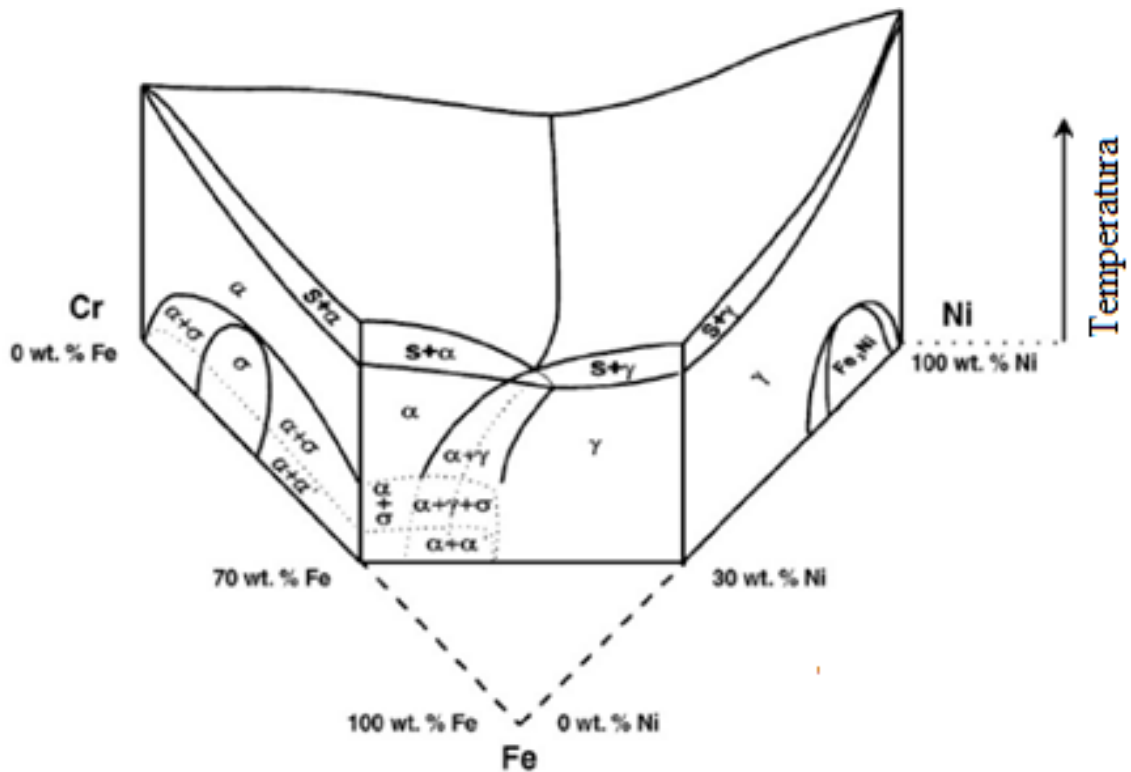


Figura 2: Diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni (POHL et. al., 2007).

Nos aços duplex a estrutura ferrítica apresenta maior susceptibilidade às transformações de fase do que a austenita, em virtude do maior coeficiente de difusão associado à sua estrutura cristalina CCC e à alta concentração de Cr e Mo nela dissolvidos (GUNN, 2003, PARDAL, 2009).

As combinações favoráveis das propriedades do aço duplex fazem com que esta liga seja amplamente utilizada nas indústrias de óleo e gás, petroquímica, papel e celulose e indústria nuclear (ESCRIBA, et. al, 2009).

Segundo Senatore et. al. (2007), os diferentes tipos de aços inoxidáveis duplex são usualmente separados em três grupos, com relação à composição química:

- a) Aços inoxidáveis duplex de baixa liga: devido ao menor teor de elementos de liga são materiais econômicos, não possuem molibdênio na composição química e podem substituir aços inoxidáveis austeníticos como TP304L/316L. Um exemplo típico é o UNS S32304 (SAF 2304).
- b) Aços inoxidáveis duplex de média liga: nesta família enquadram-se os duplex mais utilizados. A composição típica é o UNS S31803 (SAF 2205). Apresentam resistência à corrosão intermediária entre os austeníticos e aços inoxidáveis superausteníticos com 5 e 6% de molibdênio.
- c) Aços inoxidáveis duplex de alta liga: aços comumente conhecidos por superduplex. Um exemplo é o UNS S32750 (SAF 2507) que apresenta uma elevada resistência à corrosão, principalmente uma maior resistência à corrosão por pite, devido a suas maiores concentrações de cromo, molibdênio e nitrogênio (HONEYCOMBE e BHADSHIA, 2006).

No final dos anos 60, foi desenvolvida uma fórmula (equação 2.5.) que relaciona a resistência à corrosão por pite ou PRE (*Pitting Resistance Equivalent*), com os elementos Cr, Mo e N (GUNN, 2003; SILVA e MEI, 2006; PADILHA e PLAUT, 2009). Trata-se de uma expressão simples que permite comparar, de maneira genérica, a resistência à corrosão de diferentes aços inoxidáveis.

$$PRE = \%Cr + 3,3 \times \%Mo + 16 \times \%N \quad (2.5)$$

Em alguns aços inoxidáveis é adicionado o elemento tungstênio, devendo ser acrescido o valor de 1,65%W à expressão 2.5 (GUNN, 2003; ALVAREZ-ARMAS, 2008). Os aços inoxidáveis superduplex (AISD) apresentam um índice de resistência ao pite superiores aos AID, valores superiores a 40 (GUNN, 2003; MARTINS e CASTELATTI, 2007).

Os aços duplex tem um baixo coeficiente de expansão térmica, similar aos aços carbono. A resistência ao impacto destes aços apresenta um valor intermediário entre os valores dos aços ferríticos e austeníticos. A maior característica destes aços é seu elevado limite de escoamento a temperatura ambiente, duas vezes maior em comparação aos aços austeníticos (GUNN, 2003).

Devido ao efeito do refino de grão obtido pela estrutura austenítica-ferrítica e ao endurecimento por solução sólida, estes aços apresentam resistência mecânica superior aos aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos (NETO e SOBRAL, 2002).

2.5 FENÔMENOS DE FRAGILIZAÇÃO NOS AÇOS DUPLEX

Os aços inoxidáveis duplex podem apresentar alguns problemas de fragilização quando expostos por um longo período a determinadas temperaturas, principalmente a formação de fases intermetálicas que podem comprometer a estrutura e prejudicar as propriedades físicas e metalúrgicas desses aços, além de sua resistência à corrosão. A seguir serão descritos, de forma resumida, as principais fases intermetálicas que podem ser formadas quando os aços duplex são expostos à temperatura entre 300°C e 1000°C.

2.5.1 Fase Sigma (σ)

A fase σ é um composto intermetálico indesejável composto basicamente dos elementos Fe, Cr e Mo; a faixa de temperatura na qual ocorre a precipitação da fase σ depende da composição de cada liga. Geralmente, encontra-se na faixa de 600°C a 1000°C. O intervalo de temperatura em que a sua taxa de precipitação é máxima é de 750°C a 850°C (POHL e STORZ, 2004).

Esta fase apresenta uma estrutura tetragonal, contendo 32 átomos por célula unitária (POHL et. al., 2007). A presença desta fase deletéria no aço inoxidável duplex acarreta uma diminuição das propriedades mecânicas do material, tais como a tenacidade, o alongamento e o limite de escoamento. Abaixo, na Figura 3, observa-se a seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni a 800°C e a seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe- Cr-Mo a temperatura de 650°C da Figura 4.

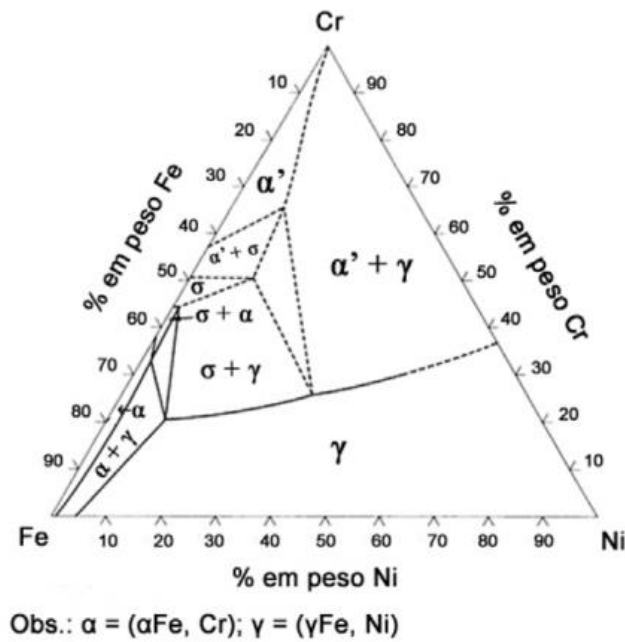


Figura 3: Seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni a 800°C (ASM HANDBOOK, 2006).

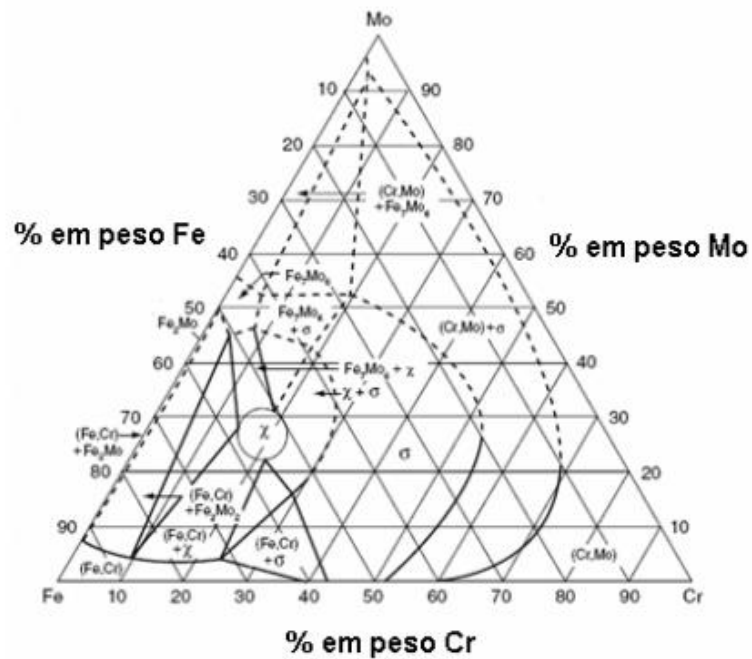


Figura 4: Seção isotérmica do diagrama de fases ternário Fe- Cr- Mo a 650° C (PADILHA et. al., 2006).

O mecanismo de precipitação desta fase é uma reação de transformação eutetóide da fase ferrítica em austenita juntamente com a fase sigma ($\alpha \rightarrow \sigma + \gamma$), já que a ferrita é uma fase

metaestável na faixa de temperatura em que ocorre a precipitação da fase σ (ATAMENT e KING, 1993). A nucleação da fase sigma ocorre principalmente nas interfaces ferrita/austenita, podendo também ocorrer uma nucleação nos contornos de sub-grão ferrita/ferrita e contornos de alta energia ferrita/ferrita (GUNN, 2003).

Segundo Pohl et.al. (2007), diferentes morfologias podem ser encontradas para a fase sigma dependendo da temperatura de trabalho. Quando o material é envelhecido em torno de 750°C, observa-se a formação de uma fase sigma com morfologia do tipo “coral” (*coral like structure*) com placas de fase sigma menores e distribuídas sobre forma de rede. Em temperaturas por volta de 850°C, uma estrutura com uma morfologia intermediária é encontrada. Em temperaturas em torno de 950°C, resulta na formação de uma fase sigma maior e mais compacta. Estas diferentes estruturas podem ser observadas na figura 5.

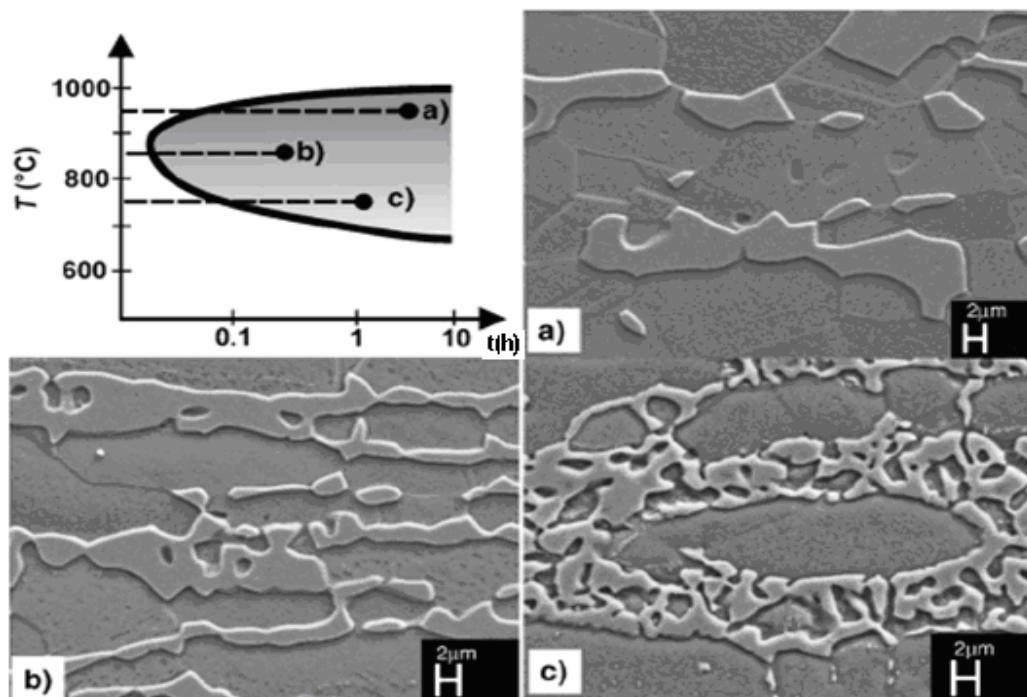


Figura 5: Diferentes morfologias encontradas para a fase sigma após envelhecimento isotérmico: (a) 950°C; (b) 850°C e (c) 750°C (POHL et. al., 2007).

2.5.2 Fase Chi (χ)

A fase χ se forma nos contornos entre a interface ferrita/austenita e dentro do grão da ferrita (GUNN, 2003). Assim como a sigma, ela é uma fase frágil e indesejável num aço por comprometer a tenacidade e a resistência à corrosão.

Fase χ é um composto intermetálico que se forma nos aços inoxidáveis duplex no intervalo de temperatura entre 700°C e 900°C, embora em pequenas quantidades (GUNN, 2003). Thorvaldsson et. al. (1984) afirmam que, apesar da fase chi formar-se tanto nas interfaces α/γ como na fase ferrítica, ela se transforma rapidamente em fase sigma.

As diferentes concentrações de Mo de χ (11% - 14%) e de σ (7% - 9%) permitem que cada fase possa ser identificada com precisão, especialmente nas fases iniciais da precipitação (CALLIARI et. al., 2006), sendo facilmente identificada esta fase utilizando-se o microscópio eletrônico de varredura, no modo de elétrons retroespalhados (GUNN, 2003).

2.5.3 Austenita secundária (γ_2)

A austenita secundária se forma por diferentes mecanismos que dependem da temperatura de trabalho. A que se forma abaixo da temperatura de 650°C tem uma composição química semelhante à da ferrita ao seu redor, sugerindo que ocorreu uma transformação adifusional com características similares a uma transformação martensítica (GUNN, 2003).

A austenita secundária formada na reação eutetoide, na temperatura entre 700°C e 900°C (GUNN, 2003), é mais pobre em Cr, Mo e N do que a austenita original, e isso causa uma queda considerável na resistência à corrosão do aço (VILLANUEVA et. al., 2006; RIBEIRO e SANTOS, 2009; MAGNABOSCO, 2009). De acordo com Normando et. al. (2010), a austenita secundária pode ser precipitada com a fase σ por uma reação eutetoide $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$.

2.6 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

O físico e químico dinamarquês Hans Cristian Oersted realizou, em 1820, uma experiência que mostrava que as cargas elétricas em movimento (corrente elétrica) criam ao seu redor um campo magnético. Segundo Callister (2007), as propriedades magnéticas macroscópicas dos materiais são consequências dos momentos magnéticos que estão associadas aos elétrons individuais. As propriedades magnéticas não estão limitadas unicamente às substâncias ferromagnéticas, elas se apresentam em todas as substâncias, embora em menor escala.

2.6.1 Classificação dos Materiais Magnéticos

Os materiais magnéticos são comumente classificados em uma das seguintes categorias: diamagnéticos, paramagnéticos, ferromagnéticos, ferrimagnéticos e antiferromagnéticos. O diamagnetismo está presente em todos os materiais e cresce com o campo magnético aplicado.

- **PARAMAGNETISMO:** De acordo com Cullity e Graham (2009), Langevin, em 1905, relatou que as substâncias paramagnéticas consistem de átomos ou moléculas, sendo que cada uma delas tem o mesmo momento magnético na rede. Na ausência de um campo aplicado, estes momentos atômicos apontam aleatoriamente e anulam-se mutuamente, de modo que a magnetização da amostra é igual à zero.

Quando um campo externo é aplicado, existe uma tendência para cada momento atômico girar na direção do campo, se nenhuma força se opuser a este movimento; então, o alinhamento completo dos momentos atômicos seria produzido e a amostra como um todo adquiriria uma forte magnetização na direção do campo. Mas a agitação térmica dos átomos se opõe a esta tendência e tende a manter os momentos atômicos apontados ao acaso. O resultado é apenas um alinhamento parcial na direção do campo e, por conseguinte, uma pequena susceptibilidade positiva.

Na Figura 6 é mostrado uma representação esquemática dos momentos magnéticos em um material paramagnético.

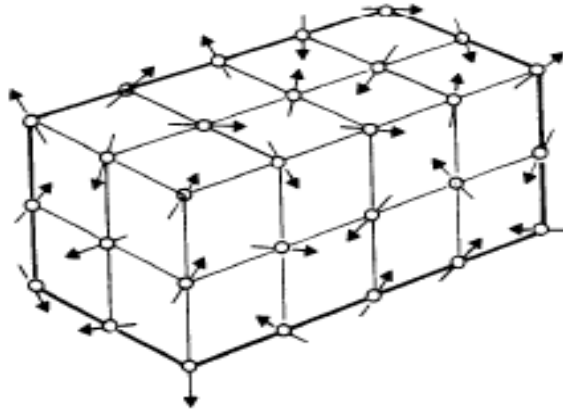


Figura 6: Representação esquemática dos momentos magnéticos em um material paramagnético. **Fonte:** (ANDERSON et. al., 1994).

- **FERROMAGNETISMO:** É uma propriedade apresentada por algumas substâncias que têm uma magnetização elevada; nestes materiais ferromagnéticos devido ao alinhamento dos momentos magnéticos no interior do material, estes produzem um campo magnético, mesmo na ausência de um campo externo.

Substâncias ferromagnéticas exibem uma substancial magnetização espontânea a temperatura ambiente, eles consistem de domínios magneticamente saturados, e exibem o fenômeno de magnetização de saturação e histerese (CULLITY e GRAHAM, 2009).

Quando a temperatura de um material ferromagnético é elevada acima de certo valor crítico, as regiões dos domínios desaparecem e o material se torna simplesmente paramagnético. Esta temperatura é conhecida como Ponto Curie e é normalmente inferior ao ponto de fusão da substância (CULLITY e GRAHAM, 2009). Na Figura 7 é mostrado o comportamento do campo magnético, através da orientação dos seus spins num material ferromagnético, na ausência de um campo aplicado.



Figura 7: Na ausência de um campo magnético externo, os momentos magnéticos permanentes resultam dos spins emparelhados. **Fonte:** (CALLISTER, 2007).

- **ANTIFERROMAGNETISMO:** É um fenômeno de pareamento do momento magnético entre átomos ou íons adjacentes, que ocorre em materiais, resultando em um alinhamento antiparalelo com momento magnético resultante nulo. Neste caso, o material não apresenta magnetização espontânea.

Este acoplamento antiparalelo dos momentos de dipolo magnético desaparece inteiramente acima de uma determinada temperatura, chamada de Temperatura de Néel, temperatura característica de cada material antiferromagnético (CULLITY e GRAHAM, 2009).

2.6.2 Magnetização e Curva M x H

Segundo Giraldo (2007) e Gontijo (2007), na avaliação dos materiais ferromagnéticos deve-se considerar o comportamento que estes materiais apresentam na presença de um campo magnético externo, o qual pode ser representado pela curva de magnetização M x H.

Do ponto de vista experimental, as curvas de magnetização em função da intensidade de um campo magnético informam sobre a “dureza” dos materiais magnéticos que estão relacionados com sua anisotropia cristalina (ASHCROFT e MERMIN, 1976).

Em um gráfico M(H), a perda é a área do ciclo de histerese. A forma e o tamanho da curva de magnetização versus campo magnético aplicado variam de acordo com a composição e condições metalúrgicas do material, sendo considerado como um método magnético de monitoração de materiais. A Figura 8 mostra estas características.

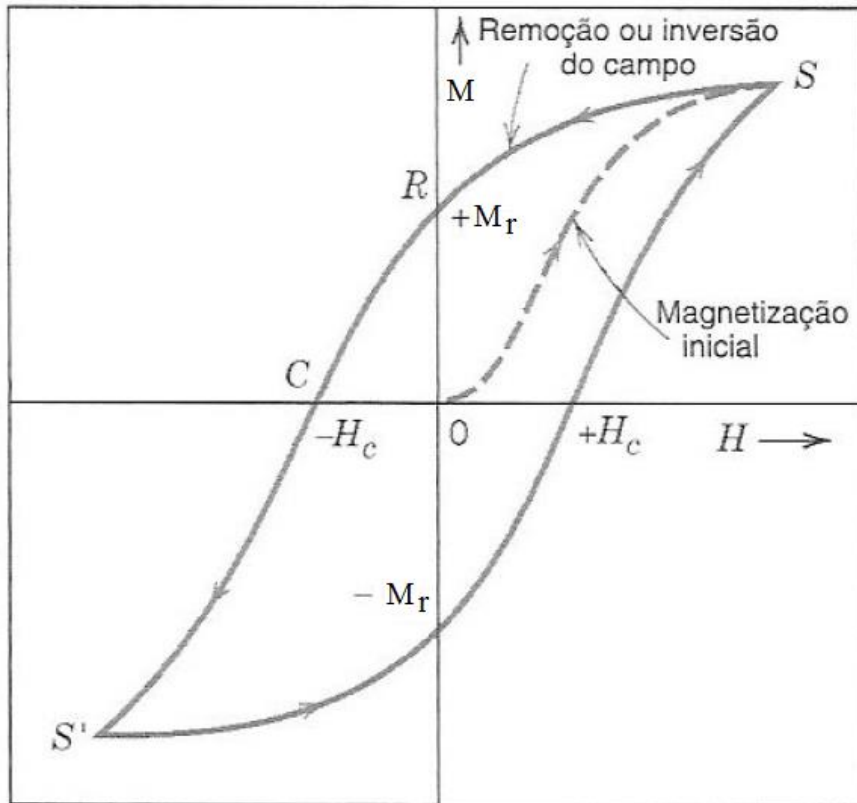


Figura 8: Curva de magnetização x campo magnético aplicado: Onde: S e S' = Ponto de saturação máxima; M_R = Magnetização Remanente; H_C = Campo Coercivo.

Adaptado: (CALLISTER, 2007).

Segundo Giraldo (2007) e Cullity e Graham (2009) existem alguns parâmetros importantes que decorrem da curva de histerese, que são:

- M_R é o campo remanente e representa a indução numa amostra após ter aplicado um campo magnético até a saturação e tê-lo tirado. A magnetização remanente M_R ou B_R é a máxima magnetização residual de um material que é submetido à curva de histerese (GONTIJO, 2007). Segundo Callister, (2007) em um campo H nulo existe um campo residual, chamado de remanência, onde, mesmo na ausência de um campo magnético externo, o material permanece magnetizado.
- μ : Representa a permeabilidade magnética de um material; este parâmetro indica o quanto um material é permeável quando submetido a um campo magnético externo. Geralmente, uma alta permeabilidade induz um alto magnetismo e um pequeno campo de força aplicado (De ANTÔNIO, 2003). A razão entre a densidade do fluxo

magnético (B) e o campo magnético aplicado é denominada de permeabilidade μ (CULLITY e GRAHAM, 2009).

$$\mu = \frac{B}{H} \quad (2.6)$$

- χ_M : É a susceptibilidade magnética e representa a capacidade que o material tem de ficar magnetizado sobre a ação de um campo magnético externo (H). Se χ_m for positivo, o material será paramagnético e a indução magnética se reforçará pela presença do material, enquanto que, se χ_m for negativo, o material será diamagnético e a indução se enfraquecerá.

A susceptibilidade magnética é obtida pela derivada do joelho da curva virgem. A susceptibilidade indica o quanto um material é sensível quando submetido a um campo magnético (SPALDIN, 2003). As propriedades magnéticas de um material são caracterizadas não somente pela magnitude e sinal de M, mas também pelo caminho no qual M varia com H. A razão entre estas duas quantidades é chamada de susceptibilidade χ_M (CULLITY e GRAHAM, 2009).

$$\chi_M = \frac{M}{H} \quad (2.7)$$

- H_C é o campo coercivo e indica o campo reverso que deve ser aplicado para reduzir a magnetização(M) à zero (CULLITY e GRAHAM, 2009). O campo coercivo é um parâmetro utilizado para distinguir se o material possui comportamento magneticamente duro ou magneticamente mole.
- M_S é a magnetização de saturação, é um parâmetro que indica a máxima orientação dos domínios perante o campo magnético externo. Assim uma alta magnetização induz uma força aplicada, aumentando, desta forma, a eficiência mecânica para o controle de alguns componentes como solenoides (De ANTÔNIO, 2003).

Em relação às curvas de magnetização, é importante salientar que, quanto maior a área do ciclo de histerese magnética, mais duro magneticamente é o material. Os materiais magnéticos são divididos em duas classes de acordo com suas propriedades magnéticas: materiais magnéticos moles e materiais magnéticos duros (CULLITY e GRAHAM, 2009).

Os materiais magnéticos moles são aqueles que facilmente são magnetizados e desmagnetizados. Eles podem ser sensíveis a uma tensão aplicada (CULLITY e GRAHAM, 2009) e sua utilização se dá em dispositivos que são submetidos a campos magnéticos alternados e onde as perdas de energia têm que ser baixas.

Os materiais magnéticos duros, conhecidos também como ímãs permanentes, são os que retêm seu magnetismo após serem magnetizados. Em termos de comportamento de histerese, um material magnético duro possui remanência, coercividade e densidade de fluxo elevadas, bem como uma baixa permeabilidade inicial e grandes perdas de energias por histerese (CALLISTER, 2007).

2.6.3 Domínios magnéticos

Materiais ferromagnéticos e ferrimagnéticos que se encontram a uma temperatura abaixo da Temperatura de Curie (TC) são compostos por regiões de pequeno volume onde existe um alinhamento mútuo de todos os momentos de dipolo magnético na mesma direção, e cada região é denominada domínio (CALLISTER, 2007).

Entre dois domínios magnéticos existe uma região denominada Parede do Domínio que, segundo Cullity e Graham (2009), são interfaces entre regiões na qual a magnetização espontânea tem direções diferentes.

Normalmente, os domínios possuem dimensões microscópicas, e para uma amostra policristalina cada grão pode consistir em mais de um único domínio. Dessa forma, em um material com dimensões macroscópicas, existirá um grande número de domínios, e todos poderão ter diferentes orientações de magnetização (CALLISTER, 2007).

Na Figura 9 é mostrada uma representação esquemática dos domínios num material magnético: as setas representam os momentos de dipolos magnéticos.

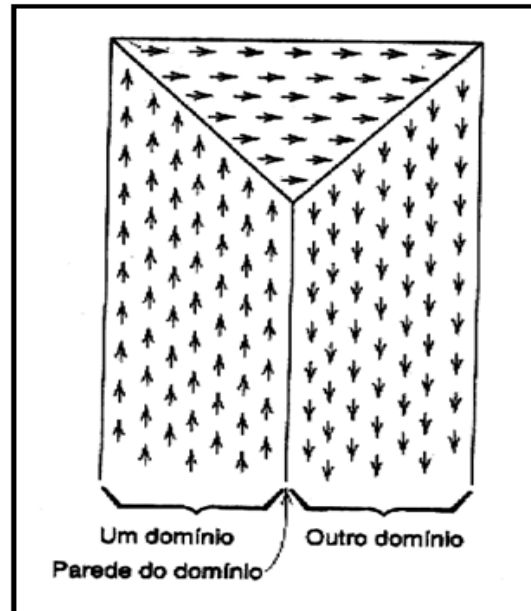


Figura 9: Representação esquemática dos domínios num material magnético: as setas representam os momentos de dipolos magnéticos (CALLISTER, 2007).

2.6.4 Relação dos domínios com a magnetização

Jiles (1994), em seus estudos, relacionou o processo de magnetização com os domínios magnéticos, conforme mostra a Figura 10. Nela observa-se, na etapa I, na ausência de campo magnético, uma configuração dos domínios do material desmagnetizado, no qual os momentos atômicos encontram-se distribuídos ao acaso.

Na etapa II, quando o material é submetido a um campo magnético baixo, os domínios alinhados na direção do campo são favorecidos energeticamente e começam a crescer, enquanto que os domínios alinhados na direção contrária ao campo se contraem, diminuindo de tamanho; inclusive, alguns desaparecem.

Na etapa III, no joelho da curva, quando são aplicados campos magnéticos atômicos moderadamente altos, acontece uma rotação de domínios. Ou seja, nesta etapa os momentos

magnéticos atômicos dos domínios alinhados desfavoravelmente vencem a energia de anisotropia e rotacionam de forma abrupta, desde sua direção original de magnetização até o eixo de fácil magnetização, que esteja próximo à direção do campo.

Na etapa IV, aplicando-se um campo magnético alto, próximo da saturação, acontece uma rotação em direção ao campo aplicado. Nesta etapa, todos os momentos magnéticos alinham-se na direção do campo magnético que está sendo aplicado.

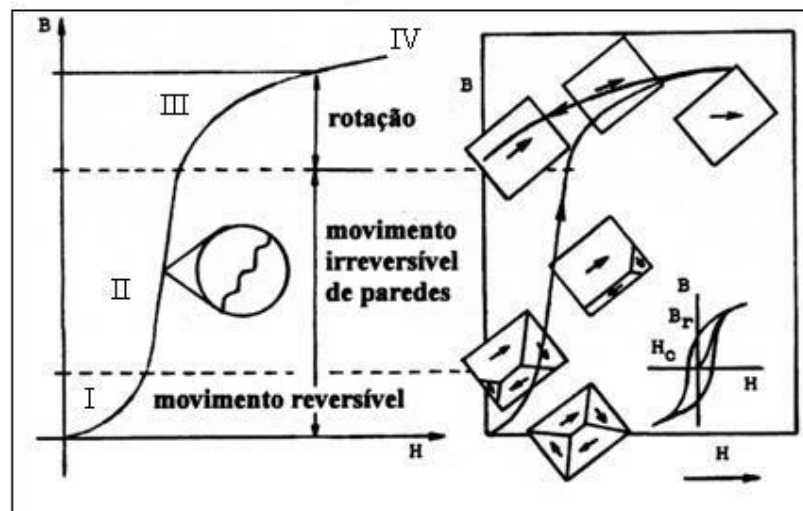


Figura 10: Relação dos domínios magnéticos com o processo de magnetização.

Adaptado: (CALLISTER, 2007).

2.7. DEFORMAÇÃO PLÁSTICA

Os materiais podem sofrer dois tipos de deformações, elástica e plástica. Aquela em que a tensão e a deformação são proporcionais é chamada de deformação elástica. Numa escala atômica, a deformação elástica microscópica é manifestada como pequenas alterações no espaçamento e nas ligações interatômicas (CALLISTER, 2007).

A deformação plástica se caracteriza por uma deformação permanente, em que a tensão aplicada não é proporcional à deformação. O mecanismo fundamental da deformação plástica é a distorção e a reformulação das ligações atômicas (SHACKELFORD, 2010).

Uma mudança importante nas propriedades dos materiais deformados plasticamente que geram um grande interesse para a engenharia é o aumento da resistência mecânica, devido ao encruamento. Este fenômeno acarreta um aumento da resistência mecânica, da dureza e da resistência elétrica, porém diminui a ductilidade (REED- HILL, 1982).

Segundo Padilha e Siciliano, Jr. (2005), os principais fatores envolvidos que influenciam a microestrutura do material deformado são: energia de defeito de empilhamento (EDE), átomos solutos, influência do tamanho de grão inicial, assim como temperatura e velocidade de deformação.

Os metais apresentam estrutura cristalina que, via de regra, possuem certas imperfeições que modelam as características físicas, químicas e mecânicas de uma liga metálica. A classificação das imperfeições cristalinas é frequentemente feita de acordo com a geometria ou dimensionalidade do defeito. Vários tipos diferentes de imperfeições podem surgir, incluindo defeitos de ponto (aqueles associados com uma ou 2 posições atômicas), defeitos lineares (ou unidimensionais), bem como defeitos interfaciais, ou de contornos, que são bidimensionais (CALLISTER, 2007).

Em relação ao conceito de deformação plástica a frio, de acordo com Cottrell (1975), ela ocorre pela movimentação de defeitos, denominados discordâncias, que se movem através do metal e originam o escorregamento, em larga escala, entre grandes massas de átomos. A mobilidade de discordâncias pode ser alterada por diversos fatores (composição química, processamento, tratamento térmico etc.).

Durante a deformação plástica, o número de discordâncias aumenta drasticamente. Sabe-se que a densidade de discordâncias num metal que tenha sido altamente deformado pode ser tão alta quanto 10^{10} mm^{-2} (CALLISTER, 2007). As características das discordâncias serão mais bem compreendidas nos próximos capítulos abordados nesta dissertação.

2.7.1 Características das Discordâncias

As discordâncias são geradas durante a solidificação dos sólidos cristalinos, podem também ser originadas por deformação plástica, por condensação de lacunas e por

desajustamentos atômicos em soluções sólidas. Quando os metais são deformados plasticamente, uma fração da energia de deformação (aproximadamente 5%) é retida internamente e o restante é dissipado em forma de calor (CALLISTER, 2007).

As discordâncias são defeitos lineares nos quais os átomos aparecem desalinhados. Esses defeitos surgem na fronteira entre partes do cristal que tendem a escorregar e partes imóveis. De acordo com Callister (2007), a deformação plástica é produzida mediante o movimento de discordância sendo chamado de escorregamento.

A direção do escorregamento é caracterizada por um vetor, denominado Vetor de Burgers. De acordo com a disposição deste vetor, duas classificações das discordâncias podem ser feitas: se o Vetor de Burgers for perpendicular à linha de discordância, diz-se que a discordância é do tipo aresta; se for paralelo, a discordância é do tipo hélice (CALLISTER, 2007; PADILHA, 2007; SHACKELFORD, 2010).

Na Figura 11 é mostrada uma representação da discordância em hélice, com o percurso do Vetor de Burgers indicando que o movimento de deslizamento ocasiona a formação de uma rampa em espiral ou em hélice. Na Figura 12 observa-se o arranjo dos átomos numa discordância tipo aresta, com a presença de um plano extra de átomos.

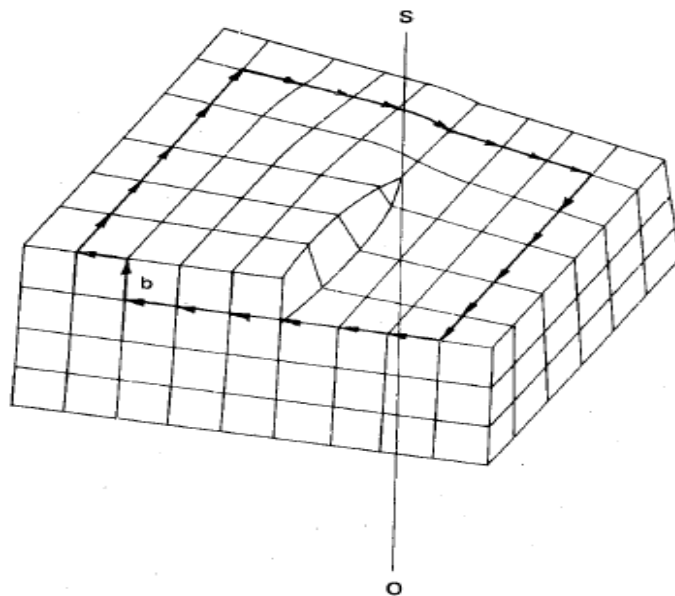


Figura 11: Vetor de Burgers para uma discordância em hélice num reticulado cúbico simples.

Fonte: (CHIAVERINI, 2005).

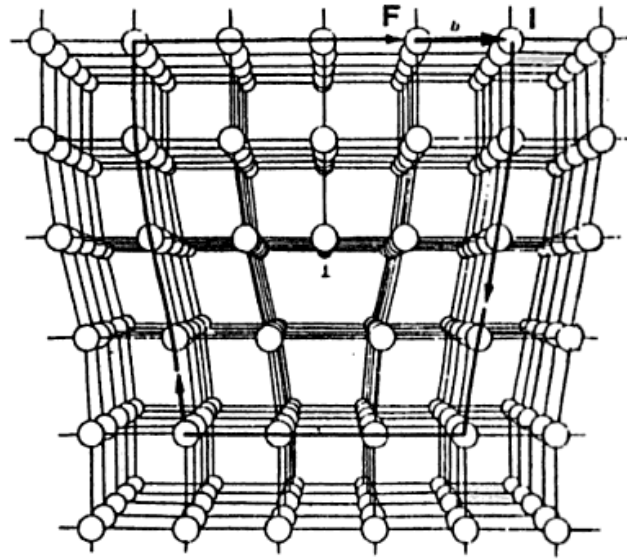


Figura 12: Arranjo dos átomos ao redor de uma discordância em aresta.

Fonte: (PADILHA, 2007).

As diversas formas de discordâncias em aresta e hélice são mostradas na Figura 13, onde se observa que a discordância aresta positiva se move para a esquerda quando a metade superior do reticulado é cisalhada para a esquerda da Figura 13a. Por outro lado, uma discordância aresta negativa se move para a direita e produz um cisalhamento idêntico no cristal da Figura 13b. A figura 13d também demonstra que a discordância em hélice direita se move para frente, ao passo que a Figura 13c mostra que a discordância em hélice esquerda se move para trás, de novo produzindo o mesmo cisalhamento no reticulado (REED-HILL 1982).

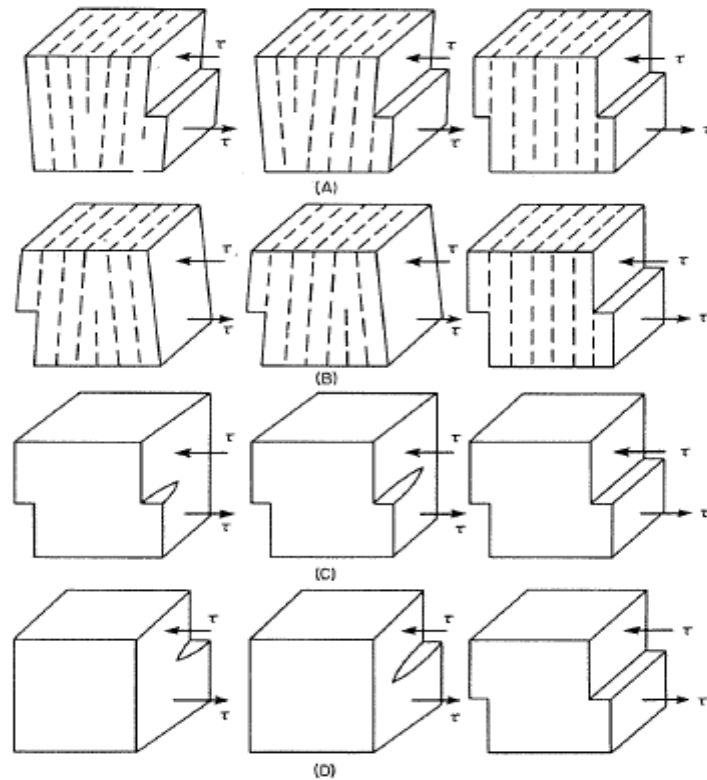


Figura 13: Tipos de movimentação de uma discordância quando submetida a uma mesma tensão aplicada: (A) Aresta Positiva; (B) Aresta negativa; (C) Hélice à esquerda; (D) Hélice à direita. **Adaptado:** (REED-HILL, 1982).

Grande parte das discordâncias que são encontradas em materiais policristalinos mescla o comportamento de ambos os tipos de discordâncias no mesmo material. Essas são denominadas Discordâncias Mistas (SHACKELFORD, 2010, CALLISTER, 2007).

Discordâncias existem em materiais cristalinos devido às imperfeições no cristal. Essas imperfeições possibilitam o escorregamento de planos dentro do cristal. Quando ocorre um deslocamento da discordância num cristal, ele é cisalhado de um valor igual ao Vetor de Burgers da discordância. Após a passagem da discordância, a simetria do cristal deve ser a mesma, isto é, o cristal deve ficar inalterado quanto à disposição dos átomos (REED-HILL, 1982).

2.7.2 Sistemas Primários de Escorregamento

As discordâncias não se movem com o mesmo grau de facilidade sobre todos os planos e direções cristalográficas. Este movimento ocorre em um plano específico, no qual existem direções específicas para a movimentação destas discordâncias, denominadas planos de escorregamento. Um sistema de escorregamento é definido por um plano e por uma direção de escorregamento, ambos com a maior densidade atômica em um dado reticulado cristalino.

O sistema de escorregamento depende da estrutura cristalina do metal, na qual a distorção atômica que acompanha o movimento de uma discordância é mínima (CALLISTER, 2007). Os sistemas de escorregamento variam nas diversas estruturas (HC, CFC e CCC), apresentando uma combinação favorável de planos e direções de escorregamentos, como pode ser observado na Tabela 1:

Tabela 1: Sistemas primários de escorregamento para metais CFC, CCC e HC.

Fonte: (CALLISTER, 2007).

Metais	Plano de Escorregamento	Direção de Escorregamento	Número de sistemas de escorregamento
Cúbico de Faces Centradas			
Cu, Al, Ni, Ag, Au	{111}	$\langle 1\bar{1}0 \rangle$	12
Cúbico de Corpo Centrado			
Fe α , W, Mo	{110}	$\langle \bar{1}11 \rangle$	12
Fe α , W	{211}	$\langle \bar{1}11 \rangle$	12
Fe α , K	{321}	$\langle \bar{1}11 \rangle$	24
Hexagonal Compacta			
Cd, Zn, Mg, Ti, Be	{0001}	$\langle 11 \bar{2} 0 \rangle$	3
Ti, Mg, Zr	{10 $\bar{1}$ 0}	$\langle 11 \bar{2} 0 \rangle$	3
Ti, Mg	{10 $\bar{1}$ 1}	$\langle 11 \bar{2} 0 \rangle$	6

Os movimentos que caracterizam as discordâncias podem ser conservativos ou não conservativos. Quando as discordâncias se movimentam num plano de deslizamento, que são normalmente os planos de maior densidade atômica, o movimento é denominado

conservativo. Se o movimento de discordância ocorrer fora do plano de deslizamento, sendo perpendicular ao Vetor de Burgers, a discordância é denominada não conservativa ou de escalada (PADILHA, 2007).

Os materiais com estruturas cristalinas CFC e CCC possuem um número grande de sistemas de escorregamento, em torno de 12, apresentando um comportamento de um material dúctil; por outro lado, metais com estrutura HC possuem uma quantidade pequena de arranjos de sistemas de escorregamentos, sendo materiais normalmente frágeis (CALLISTER, 2007).

Muitos processos de conformação podem gerar uma deformação plástica nos materiais. Dentre eles, podem ser citados os processos de laminação a frio e a quente, forjamento, trefilação, extrusão e estampagem, entre outros.

Em alguns sistemas ocorre durante o processo de deformação plástica, além de grande aumento de densidades de defeitos cristalinos, a formação de novas fases, denominadas de martensita induzidas por deformação (PADILHA e SICILIANO, Jr., 2005).

O mecanismo de formação da martensita através da austenita pode ser produzido por meio de uma severa taxa de resfriamento e também pela formação desta estrutura induzida por uma deformação plástica. Neste trabalho será abordado o segundo mecanismo de formação.

2.7.3 Martensita Induzida por Deformação

A transformação martensítica ocorre devido à movimentação coordenada entre os átomos. Bain (1924), em seus estudos, descobriu a existência de uma deformação inerente que gera uma transformação (mudança de forma), propondo, assim, um modelo no qual a estrutura martensítica se forma com um mínimo de movimentação atômica através da austenita (Dos SANTOS, 2008).

O mecanismo proposto foi descrito como deformação homogênea, em que o movimento coordenado dos átomos pode converter a estrutura cúbica de faces centrada da austenítica em

uma estrutura cúbica de corpo centrado ou tetragonal de corpo centrado por meio de expansão ou contração nos eixos cristalográficos (WAYMAN, 1994; dos SANTOS, 2008).

De acordo com a literatura, muitos autores relatam a formação da martensita induzida através da deformação em aços inoxidáveis austeníticos, porém estudos relacionados com esta transformação em aços duplex ainda são pouco abordados.

A literatura relata que na estrutura austenítica pode ocorrer a formação de duas estruturas martensíticas induzidas pela deformação: a estrutura ϵ e α' . A fase ϵ se forma nos planos de estrutura compacta (111), tendo uma estrutura hexagonal compacta (HC), e a fase α' tem uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) (MÉSZÁROS e PROHÁSZKA, 2005; TALONEM e HÄNNINEM, 2007), sendo também a martensita α' ferromagnética e a martensita ϵ , uma fase paramagnética (TAVARES et. al, 2000; BALDO e MÉSZÁROS, 2010); quanto aos aços duplex, observa-se na literatura a existência somente da segunda estrutura martensítica, a estrutura α' .

A tensão aplicada num processo de deformação pode ser suficientemente grande para gerar defeitos, como deslocamentos e bandas de cisalhamento na austenita, e, assim, contribuir para a nucleação de martensita (DAS et. al., 2011). A transformação de martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos gera grande interesse, porque resulta em materiais com uma atrativa combinação de resistência e ductilidade (SPENCER et.al., 2009).

Segundo Aguiar (2012), a austenita presente nos AID possui uma menor energia de empilhamento do que a austenita dos aços inoxidáveis austeníticos devido a sua composição química. Alguns estudos revelaram que a estrutura austenítica do AID UNS S31803 tem uma metaestabilidade menor que a do aço austenítico da família 304; conseqüentemente, se estes dois aços são submetidos ao mesmo nível de deformação, há menor formação de martensita induzida nos AID em relação ao aço inoxidável austenítico (TAVARES et. al., 2006).

Capítulo 3

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 INTRODUÇÃO

Neste trabalho foi utilizado o aço inoxidável UNS S31803, doado pela empresa Aperam, em forma de chapas, com espessura de 5mm cada uma, cuja composição química está sendo mostrada na Tabela 2:

Tabela 2: Composição química do aço inoxidável duplex UNS S31803.

%C	%Cr	%Mn	%Ni	%Mo	%Si	%Co	%Cu	%N	%Nb	%Sn	%S	%P	%Fe
0,018	22,22	1,48	5,59	3,08	0,45	0,13	0,28	0,18	0,021	0,012	0,001	0,019	66,50

3.2 FLUXOGRAMA DO PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Este trabalho é dividido em duas partes. Primeiramente, foi verificado o comportamento mecânico e magnético do material quando submetido ao tratamento térmico de solubilização e envelhecimento, ao passo que na segunda parte do trabalho verificou-se a influência de uma deformação plástica na microestrutura e nas propriedades magnéticas do aço duplex. Abaixo estão sendo mostrados os procedimentos adotados para a realização de cada etapa do trabalho.

Na Figura 14 é mostrado o fluxograma do procedimento experimental para o estudo da influência do tratamento de solubilização e envelhecimento isotérmico.

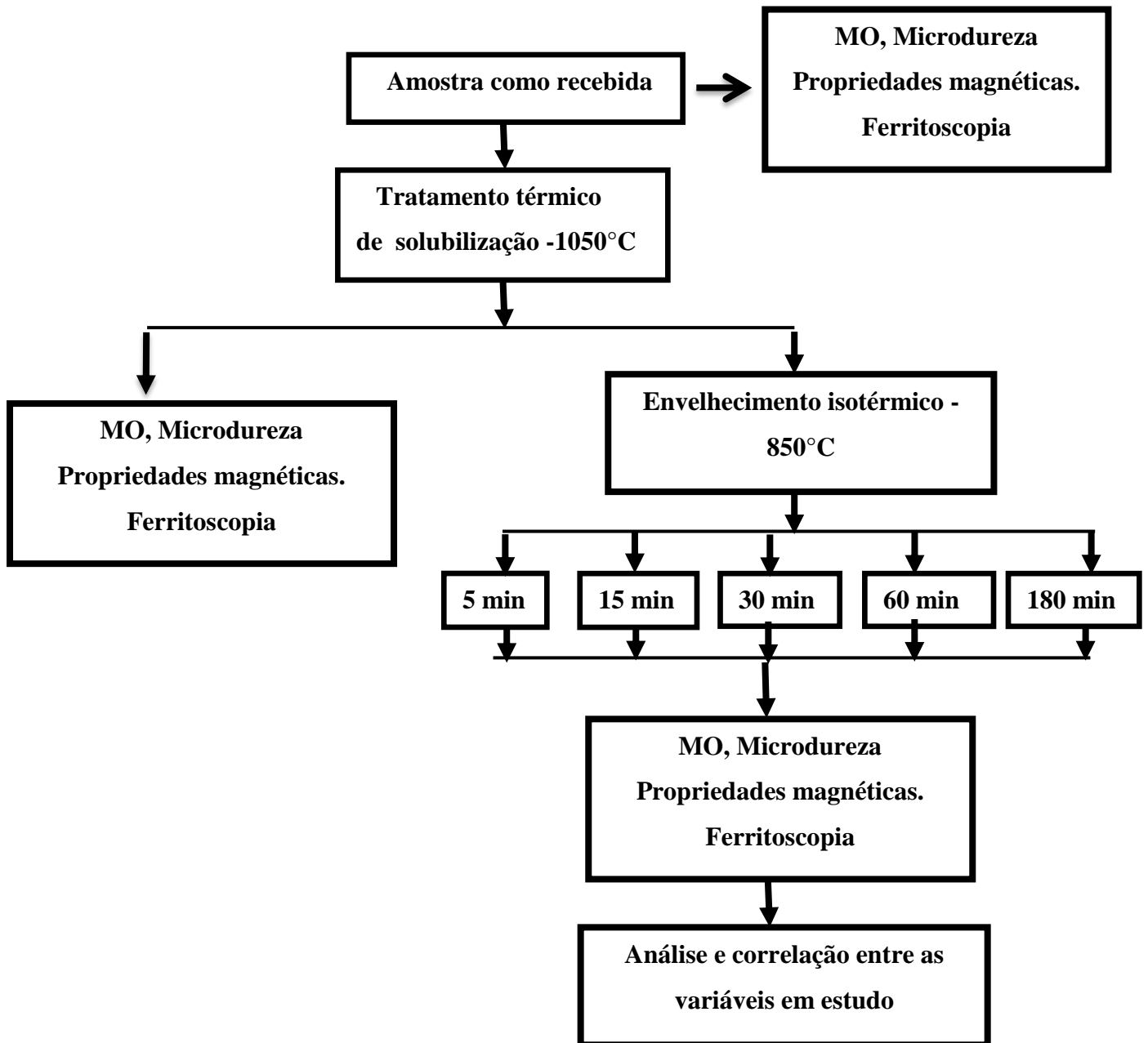


Figura 14: Fluxograma do procedimento experimental para o estudo da influência do tratamento térmico de solubilização e envelhecimento.

Na Figura 15 é mostrado o fluxograma do procedimento experimental para o estudo da influência da deformação plástica.

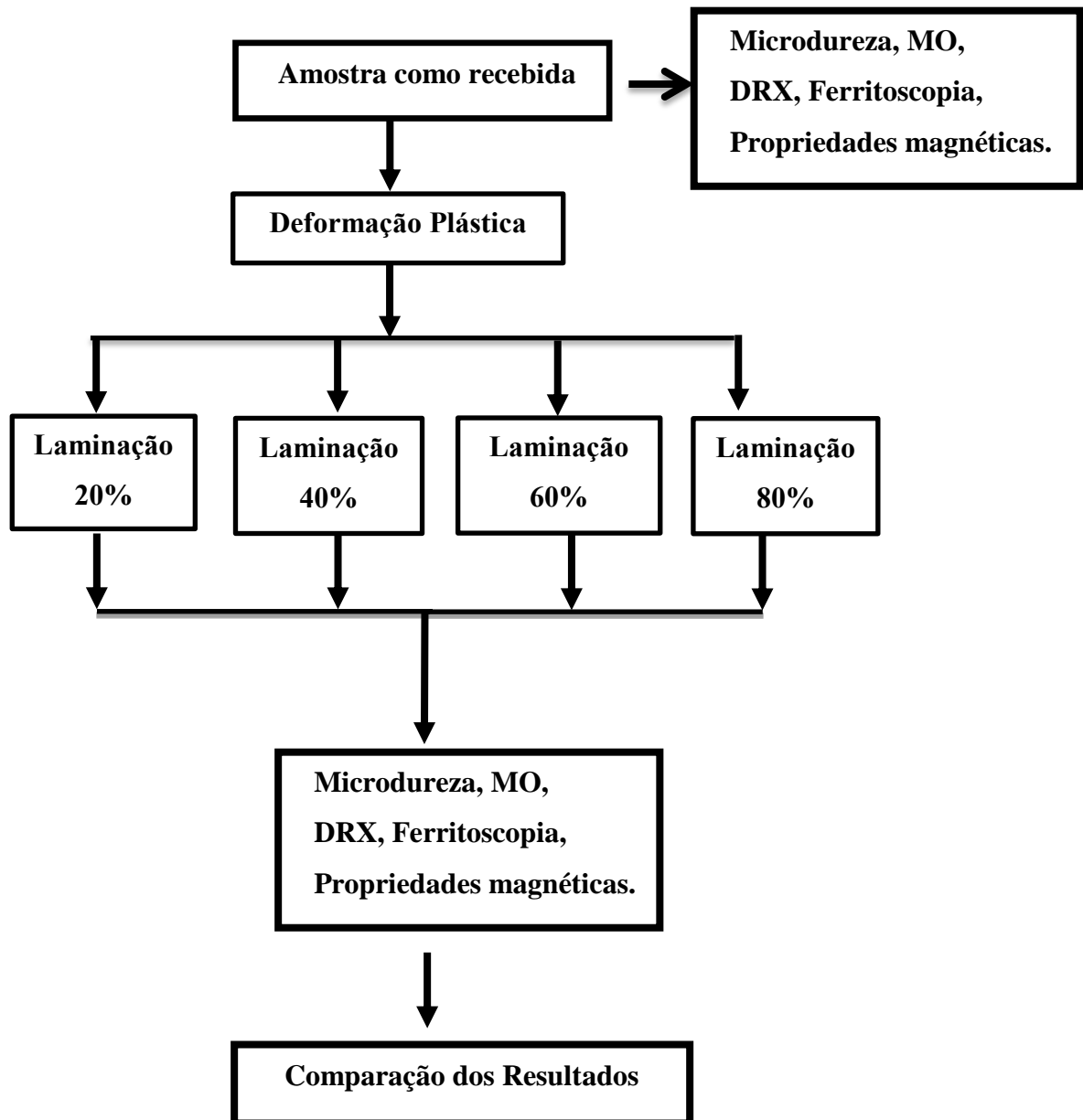


Figura 15: Fluxograma do procedimento experimental para o estudo da influência da deformação plástica na microestrutura e nas propriedades magnéticas.

3.3. TRATAMENTO SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO

O tratamento de solubilização tem como objetivo equalizar as proporções das duas fases presentes na microestrutura de um aço duplex e solubilizar as fases secundárias geradas durante o resfriamento (RIBEIRO e SANTOS, 2009). O tratamento de solubilização é geralmente realizado à temperatura entre 1000°C e 1200°C, seguido de um resfriamento brusco em água (NILSON, 1992).

O tratamento de solubilização e envelhecimento foi realizado no Laboratório de Materiais da UNIFEI, em um forno elétrico da marca Brasimet do tipo câmara, modelo K-250, com temperatura máxima de 1300°C.

As amostras utilizadas no estudo do tratamento térmico na microestrutura e nas propriedades magnéticas de um aço duplex foram usinadas com as dimensões de 20x20x5 mm. O tratamento térmico de solubilização foi feito à temperatura de 1050°C durante o tempo de 30 min., sendo posteriormente resfriadas bruscamente em água. As amostras solubilizadas foram envelhecidas a 850°C por 5min, 15min, 30min, 60min e 180min. Com o intuito de verificar a precipitação de fases.

Após o tratamento de solubilização e envelhecimento, as amostras foram usinadas em forma de pequenos discos de dimensões em torno de 1mm x 3mm para a fixação na haste do magnetômetro de amostra vibrante e posterior medição das propriedades magnéticas deste aço estudado.

3.4. LAMINAÇÃO

Para o processo de laminação utilizou-se uma chapa de 110mm x 40mm x 5,08 mm. A condição estabelecida para a etapa de laminação foi a temperatura ambiente. Diferentes graus de deformação foram avaliados neste trabalho utilizando um laminador duo-reversível, conforme a equação 3.1:

$$rp = \left[\frac{(e_i - e_f)}{e_i} \right] * 100 \quad (3.1)$$

Onde rp significa a redução em porcentagem; e_i , a espessura inicial da tira e e_f , a espessura final da chapa após a laminação. As reduções adotadas neste trabalho são:

- 20%
- 40%
- 60%
- 80%

As amostras foram laminadas a seco, sem a utilização de lubrificação. A laminação ocorreu de maneira unidirecional. O laminador é uma máquina utilizada na conformação mecânica de materiais, que consiste em modificar a seção transversal de um metal através da passagem entre dois cilindros com superfície retilínea. Para este trabalho foi utilizado um laminador Elétrico LE 200B, duo-reversível do fabricante Máquinas Coelho, cuja velocidade aproximada de laminação é de 8 m/min. Este equipamento está sendo mostrado na Figura 16.



Figura 16: Laminador Elétrico LE 200B. Fabricante Máquinas Coelho.

Fonte: (Laboratório de Engenharia Mecânica - UNIFEI)

3.5. TÉCNICAS DE ANÁLISE MICROESTRUTURAL

Para a caracterização microestrutural das amostras foram utilizadas as técnicas de microscopia óptica e difração de raios-x, as quais serão brevemente descritas a seguir.

3.5.1 Microscopia Óptica

A utilização desta técnica é bem comum e amplamente utilizada no estudo das microestruturas dos materiais metálicos. Uma das aplicações é a determinação das fases estruturais presentes e a maneira como estas fases estão presentes (BORGES, s.d). Sendo a faixa de utilização da microscopia óptica de 10 a 1500 vezes de aumento.

Neste trabalho, as amostras foram embutidas em forma de baquelite, depois foram lixadas desde a lixa com granulometria de 220, 320, 400, 600 e 1200 mesh numa lixadeira da marca Arotec. Em seguida, as amostras foram polidas antes do ensaio metalográfico, com alumina de granulometria de 0,3 μ m, 0,1 μ m, e também utilizou-se para o polimento a solução de OPU de sílica coloidal com granulometria de 0,05 μ m.

Posteriormente, foi realizado o ataque químico com reagente Behara (100 ml de H₂O destilada e deionizada, 20ml de HCl, 2,4g NH₄HF₂ e 1,0g K₂S₂O₅) para as amostras solubilizadas e envelhecidas por aproximadamente 15s em imersão. Para as amostras que foram submetidas ao processo de deformação plástica através da laminação a frio utilizou-se o mesmo ataque, para tempos variando entre 15s e 25s.

Os ataques foram interrompidos com água, e a superfície de observação foi seca através da evaporação de álcool etílico, com o auxílio de um jato de ar quente. Os ensaios metalográficos foram realizados através de microscopia óptica e a captura das imagens foi realizada através de analisador de imagens Olympus.

3.5.2 Difração de Raios-X

A técnica de difração de raios-x é a mais indicada na determinação das fases cristalinas presentes no material. Quando um feixe de raios-x incide sobre a superfície de um material,

com comprimento de onda λ , com um espaçamento interplanar d_{hkl} , com um ângulo θ num conjunto de planos cristalinos, ocorrerá a difração, sendo que n representa a ordem de grandeza, podendo ser qualquer número inteiro. Existe uma lei que relaciona o comprimento de onda, o espaçamento interatômico e o ângulo do feixe difratado, sendo chamada de Lei de Bragg (CULLITY, 1978). Esta lei está sendo mostrada na equação 3.2.

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \text{sen}\theta \quad (3.2)$$

A magnitude da distância entre os dois planos adjacentes e paralelos de átomos (isto é, o espaçamento interplanar d_{hkl}) é uma função dos índices de Miller (h , k e l) bem como os parâmetros da rede, sendo a o parâmetro da rede cristalina (comprimento da aresta da célula unitária) (CULLITY, 1978; CALLISTER, 2007). Para os sistemas cúbicos é válida a equação 3.3.

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3.3)$$

Utilizou-se neste trabalho a técnica de difração de raios-x para a identificação das fases presentes na microestrutura antes e após o processo de laminação. O difratômetro utilizado foi o X-PERT Pro modelo, com radiação $\text{CuK}_{\alpha 1}$ com comprimento de onda de $1,5408 \text{ \AA}$ (40 Kv e 40 mA), com um ângulo de varredura de 30° a 110° , com um passo de $0,02^\circ$, com o *step size* de 2 segundos. O equipamento se encontra no Laboratório de Caracterização Microestrutural da UNIFEI.

Para este ensaio, as amostras foram lixadas com lixas com granulometria de 220, 320, 400, 600 e 1200 mesh e, depois, polidas com alumina de granulometria de $0,3\mu\text{m}$, $0,1\mu\text{m}$, e também utilizou-se para o polimento a solução de OPU de sílica coloidal com granulometria de $0,05\mu\text{m}$.

3.6 ENSAIO DE MICRODUREZA

As amostras foram submetidas ao ensaio de microdureza, tendo como objetivo a verificação da influência da deformação plástica e também do tratamento de solubilização e envelhecimento nas propriedades mecânicas do aço duplex UNS S31803.

Para a medição da microdureza na escala Vickers foi utilizado um microduromêtro Microhardness Tester HV 1000 da marca Digimess, com uma carga de 0,2 kgf. Foram feitas dez medições ao longo da amostra, sendo obtida uma média aritmética com estes valores de dureza. As medidas foram feitas no Laboratório de Materiais da UNIFEI.

3.7 CARACTERIZAÇÃO PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

Neste trabalho, utilizou-se um Magnetômetro de Amostra Vibrante (MAV), cuja marca é Lake Shore, modelo VSM, do Departamento de Física e Química da Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI). Os testes foram feitos no Laboratório de Ensaios Destrutivos, onde foram obtidos os parâmetros magnéticos. O esquema mostrando o detalhamento técnico do Magnetômetro é visto na Figura 17:



Figura 17: Magnetômetro de amostra vibrante (MAV), marca Lake Shore.

Fonte: (Laboratório de Ensaios Destrutivos - UNIFEI).

Para a obtenção dos dados referentes aos ensaios realizados no Magnetômetro de Amostra Vibrante (MAV), uma amostra pequena é fixada na extremidade de uma haste vibrante, onde um campo estático, aplicado por um eletroímã de 14KG, provoca a magnetização da amostra, que, associada à vibração, induz um sinal nas bobinas de “pick-up” (bobinas compensadas). Este campo pode ser aplicado tanto na direção transversal como na direção longitudinal em relação à direção de vibração. O Magnetômetro mede a magnetização M (emu) da amostra em função do campo magnético aplicado H (G).

Depois da confecção das amostras, elas foram aferidas numa balança de precisão Bel Engineering, cuja capacidade máxima é de 210 g, com uma precisão de 0,00001 g, conforme mostra a Figura 18. Após esta pesagem, as amostras foram levadas ao MAV para a obtenção das curvas de histerese para cada temperatura, pela qual o material foi submetido durante o tratamento térmico e também depois das amostras serem laminadas.



Figura 18: Pesagem das amostras na balança de precisão.

3.7.1 Procedimento para o Ensaio de Caracterização Magnética

Para o ensaio de caracterização magnética, as amostras em forma de discos, preparadas anteriormente, são fixadas em uma haste e, em seguida, elas são posicionadas entre as hastes de um eletroímã, conforme mostra a Figura 19. As peças são submetidas a um campo magnético por, aproximadamente, 15min, no qual se faz o levantamento das curvas de histerese do material.

O campo estático, aplicado pelo eletroímã, provoca a magnetização da amostra, que, associada à vibração, induz um sinal nas bobinas de pick-up. O campo magnético produzido

pelo eletroímã, o qual é aplicado à amostra, orienta os domínios magnéticos no sentido deste campo. Conseqüentemente, esta amostra com os domínios orientados se comporta como um pequeno magneto. Deste modo, foi possível a obtenção das curvas de histerese do aço inoxidável duplex UNS S31803.

Posteriormente, transferindo os resultados para o software gráfico OriginPro 8.5, foi possível levantar as propriedades magnéticas do material como o campo coercivo (H_C), o campo remanente (M_R) e a magnetização de saturação (M_s).

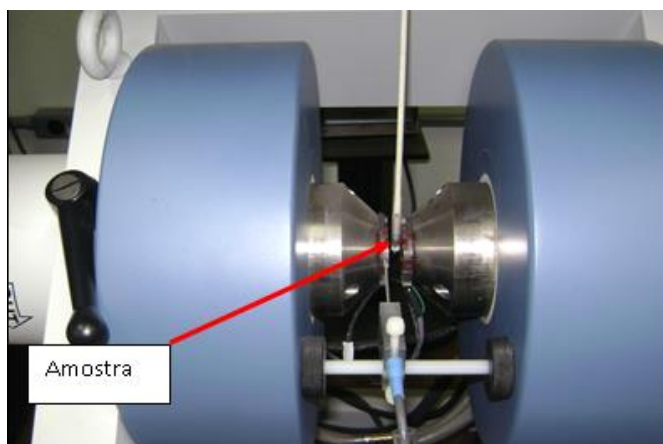


Figura 19: Posicionamento da amostra para a caracterização magnética do aço duplex.

Fonte: (Laboratório de Ensaios Destrutivos - UNIFEI).

3.8 QUANTIFICAÇÃO DE FASE FERROMAGNÉTICA

Para a medição da quantidade de fase ferromagnética presente na amostra foram utilizadas duas técnicas de quantificação: o ferritoscópio e a quantidade de fase ferromagnética obtida através da magnetização de saturação, as quais serão brevemente descritas a seguir.

3.8.1 Medição da quantidade de fase ferromagnética por meio da magnetização de saturação

Em estudos desenvolvidos, verificou-se que a saturação magnética é influenciada apenas pela quantidade de fase ferromagnética presente no material. Tavares et. al., (2006), em seus estudos, obtiveram uma estrutura quase que completamente ferrítica, tendo como valor máximo de magnetização de saturação 133,0 emu/g. Esse resultado será utilizado como saturação magnética da fase ferrítica.

O cálculo da quantidade de fase ferromagnética pode ser descrita pela fórmula que se relaciona com a magnetização de saturação (TAVARES et. al., 2006), sendo quantificado seu valor através da expressão 3.4:

$$C_{\alpha} = \frac{M_s}{133} \quad (3.4)$$

Onde: C_{α} é a quantidade de ferrita e M_s é a magnetização de saturação da amostra analisada.

3.8.2 Medição da quantidade de ferrita através do ferritoscópio

O princípio de funcionamento do ferritoscópio é baseado na medição da permeabilidade magnética (TALONEM et.al., 2004). 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 presentes na amostra numa segunda bobina. Essa voltagem é então avaliada.

Para a medição da quantidade de ferrita foi utilizado um ferritoscópio modelo Fischer FNP30 versão 1.2, que se encontra no Laboratório de Materiais da UNIFEI. Foram feitas dez medições ao longo da superfície da amostra, tirando-se uma média aritmética com estes valores. O ferritoscópio foi calibrado com padrões tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita.

De acordo com o manual do equipamento Ferritoscópio Fisher FNP30, amostras com espessura acima de 2mm não necessitam de correção (HELMUT FISHER, 2006). Alguns

fatores podem influenciar as leituras da medição do teor de ferrita utilizando o ferritoscópio (HELMUT FISHER, 2006), tais como:

- Curvatura da amostra;
- Espessura da amostra;
- Influência da espessura do *clad*, recobrimento ou camada;
- Distância da extremidade ou borda do material ao ponto de medição.

O gráfico da Figura 20 mostra os fatores a serem utilizados para a correção da quantidade de ferrita através da espessura da amostra (HELMUT FISHER, 2006).

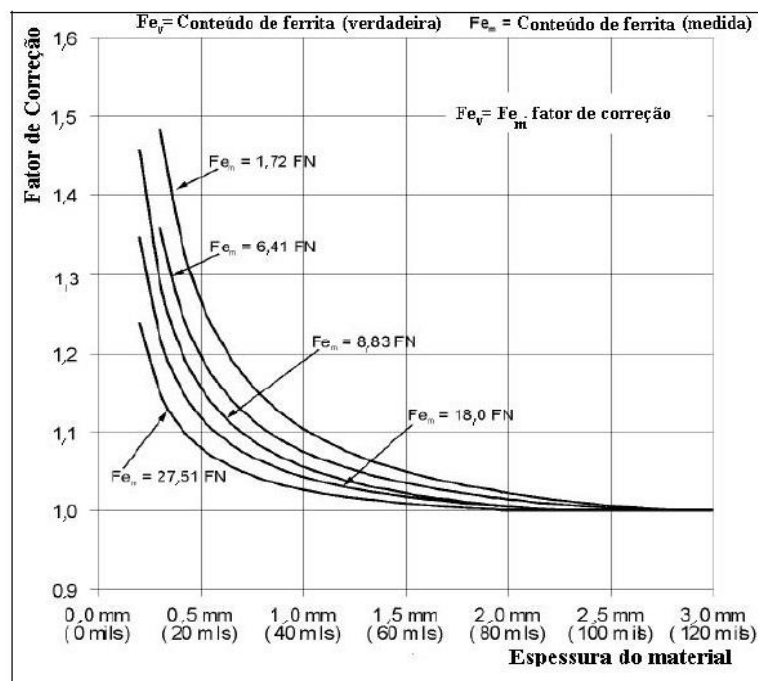


Figura 20: Fator de correção devido à espessura da amostra.

Fonte: (HELMUT FISHER, 2006).

3.9. CORRELAÇÃO ENTRE AS VARIÁVEIS - CORRELAÇÃO DE PEARSON

Segundo Wu (2004), um grande número de processos de manufaturas apresentam respostas correlacionadas. Assim, a não observância desses relacionamentos entre as variáveis podem conduzir o processo a ótimos inapropriados, resultando em conclusões equivocadas e sem sentido.

Para correlacionar as variáveis, foi utilizado neste trabalho o Coeficiente de Correlação de Pearson, também chamado de "coeficiente de correlação "Coeficiente de Correlação Produto-Momento" ou, simplesmente, de "r de Pearson", que mede o grau da correlação e a direção dessa correlação, se positiva ou negativa, entre duas variáveis. Este coeficiente, normalmente representado por r, assume apenas valores entre -1 e 1, cuja interpretação pode ser feita da seguinte maneira:

- $r = 1$ significa uma correlação perfeita positiva entre as duas variáveis;
- $r = -1$ significa uma correlação negativa perfeita entre as duas variáveis, isto é, se uma aumenta, a outra sempre diminui;
- $r = 0$ significa que as duas variáveis não dependem linearmente uma da outra. No entanto, pode existir uma dependência não linear. Assim, o resultado $r = 0$ deve ser investigado por outros meios.

O Coeficiente de Correlação de Pearson e os valores médios de ambas as variáveis a serem estudadas podem ser calculados segundo as equações 3.5, 3.6 e 3.7 respectivamente:

$$r = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n \sqrt{(x_i - \bar{x})^2} \sqrt{(y_i - \bar{y})^2}} \quad (3.5)$$

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (3.6)$$

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i \quad (3.7)$$

Onde x_1, x_2, \dots, x_n e y_1, y_2, \dots, y_n são os valores medidos de ambas as variáveis e \bar{x}, \bar{y} são as médias aritméticas de ambas as variáveis. A análise correlacional indica a relação entre duas variáveis lineares e os valores sempre estão entre +1 e -1. O sinal indica a direção e o valor da correlação positiva ou negativa, o tamanho da variável indica a força da correlação. Para uma melhor interpretação do Coeficiente de Correlação de Pearson valem as seguintes considerações:

- $r \geq 0,70$ (para mais ou para menos) indica uma forte correlação;
- $0,30 \leq r < 0,70$ (positivo ou negativo) indica correlação moderada;
- $0 \leq r < 0,30$ indica uma fraca correlação.

Capítulo 4

RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 RESULTADOS DO TRATAMENTO DE SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO NAS PROPRIEDADES DE UM AÇO DUPLEX

Os resultados da influência do tratamento de solubilização e envelhecimento são aqui apresentados. Este trabalho buscou avaliar o comportamento deste tratamento térmico em relação à microestrutura e às propriedades magnéticas, principalmente, devido ao surgimento da fase σ .

4.1.1 Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex UNS S31803

As Figuras 21, 22, 23, 24, 25 e 26 apresentam as microestruturas obtidas após os tratamentos térmicos de solubilização a 1050°C e envelhecimento a 850°C para tempos de 5min, 15min, 30min, 60min e 180min e uma amostra solubilizada. Conforme mostra a Figura 22, não se observou a formação da fase sigma para amostra envelhecida por 5min. A amostra solubilizada (Figura 21) apresenta uma quantidade maior de fase ferrítica (região escura) em relação ao material como recebido.

Para a amostra envelhecida por 30min (Figura 24), observou-se a precipitação da fase sigma (regiões mais claras), porém a fração precipitada é muito pequena, o que pode ser comprovado pela pouca variação da variável dureza em relação à amostra solubilizada. Não foi observada a formação de σ para a amostra envelhecida por 15min (Figura 23).

Nas Figuras 25 e 26, podemos verificar que a quantidade de fase sigma precipitada aumentou significativamente para ambas as amostras envelhecidas em comparação com a amostra tratada termicamente por 30min. Observa-se também que para o TT de 180min a fase sigma dissolve quase que totalmente a fase ferromagnética.

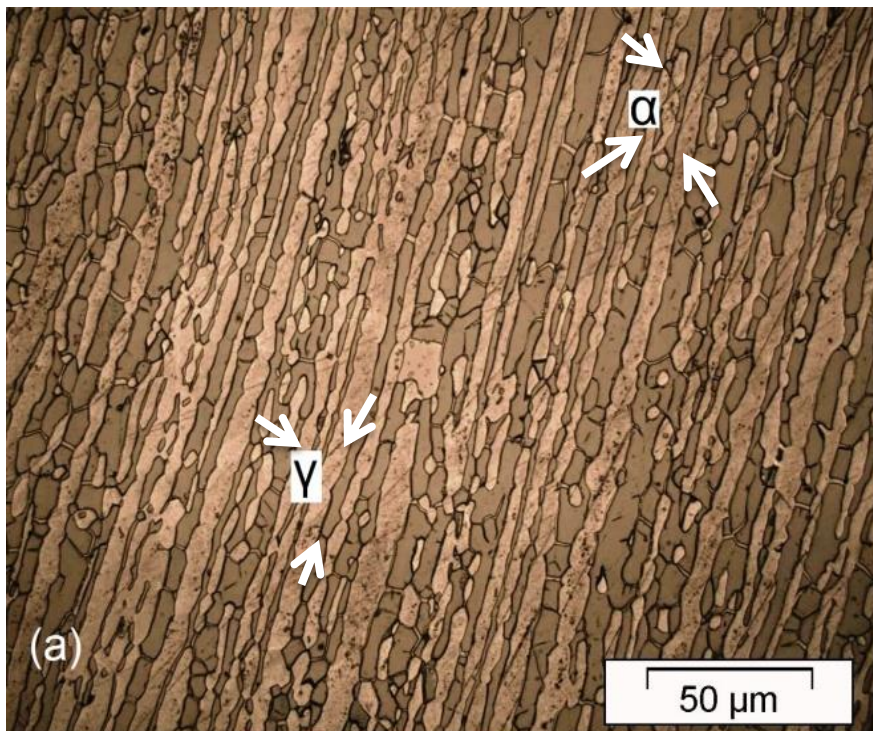


Figura 21: Microestrutura do aço UNS S31803. (a) Amostra solubilizada de 1050°C durante o tempo de 30min.

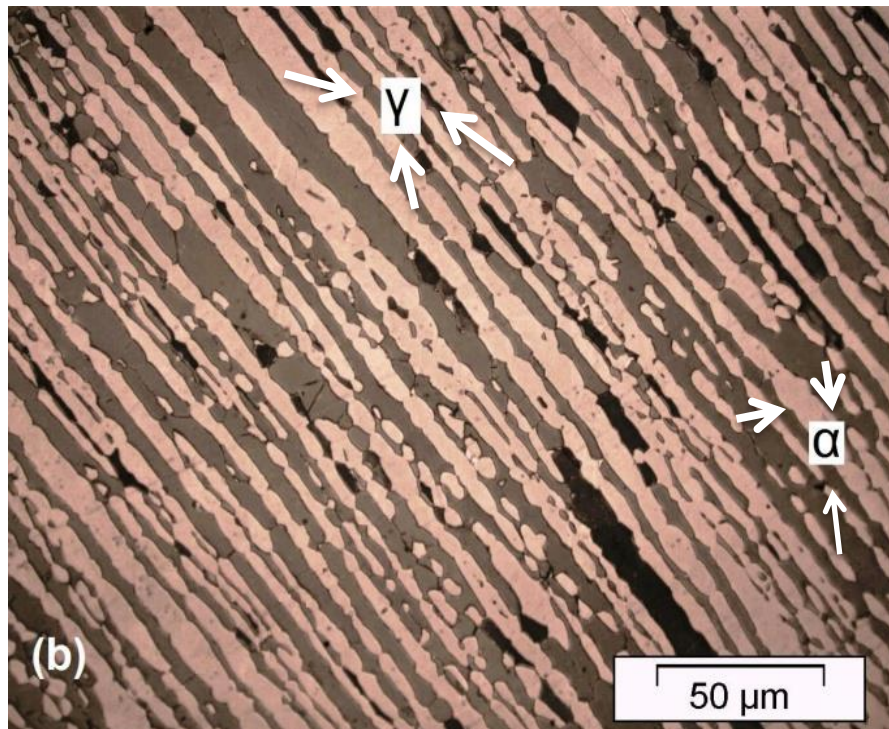


Figura 22: Microestrutura do aço UNS S31803. (b) Amostra solubilizada de 1050°C e envelhecida por 5min.

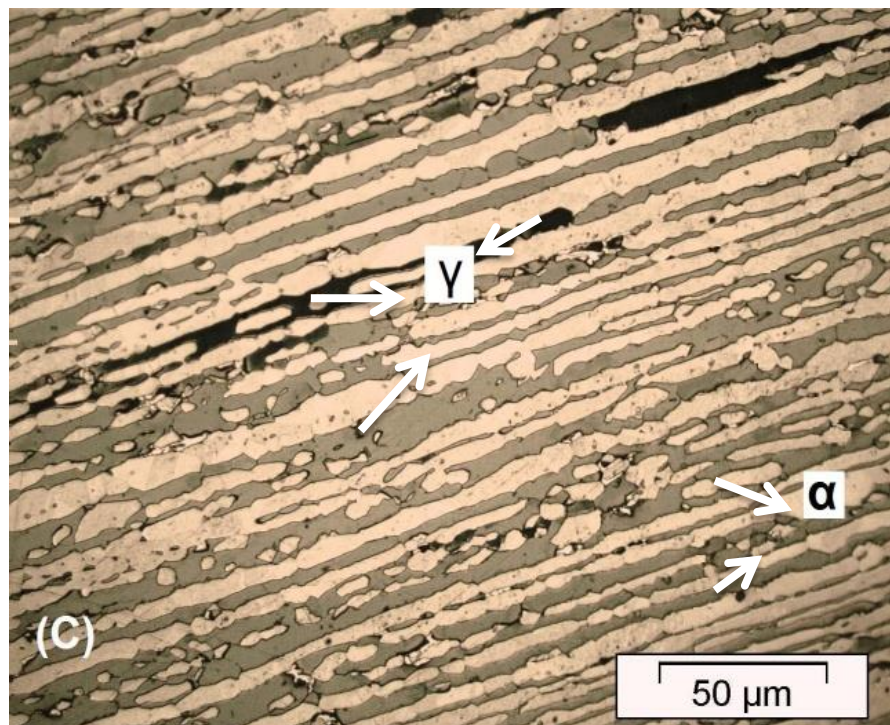


Figura 23: Microestrutura do aço UNS S31803. (c) Amostra solubilizada de 1050°C e envelhecida por 15min.

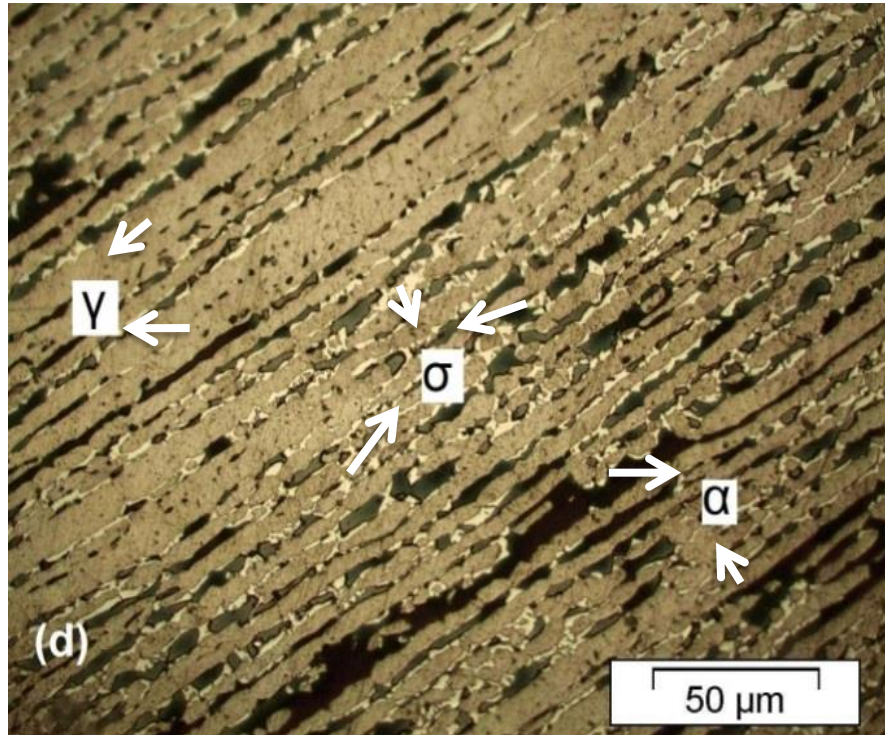


Figura 24: Microestrutura do aço UNS S31803. (d) Amostra solubilizada de 1050°C e envelhecida por 30min.

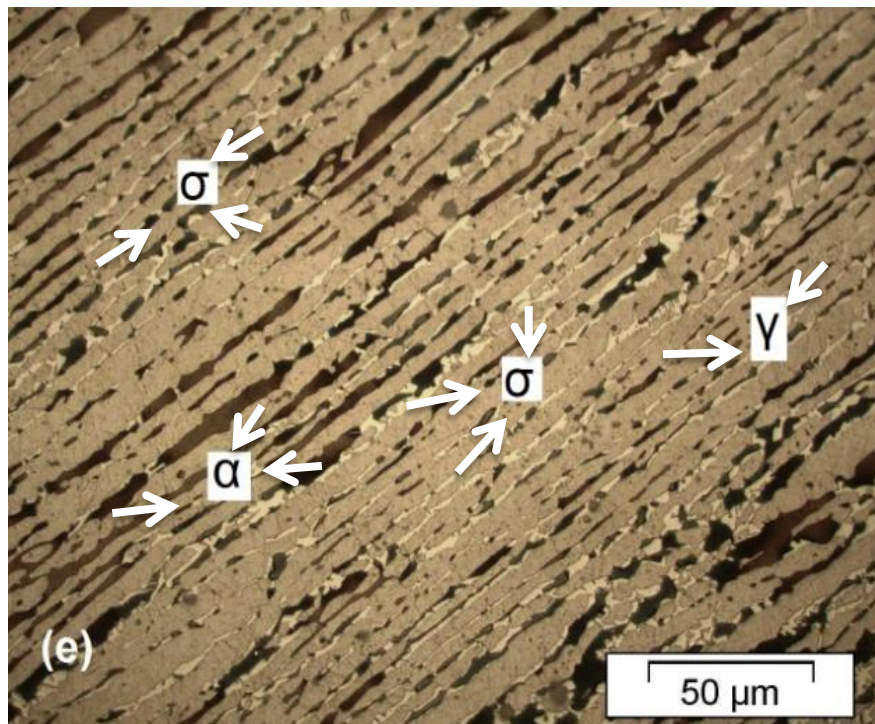


Figura 25: Microestrutura do aço UNS S31803. (e) Amostra solubilizada de 1050°C e envelhecida por 60min.

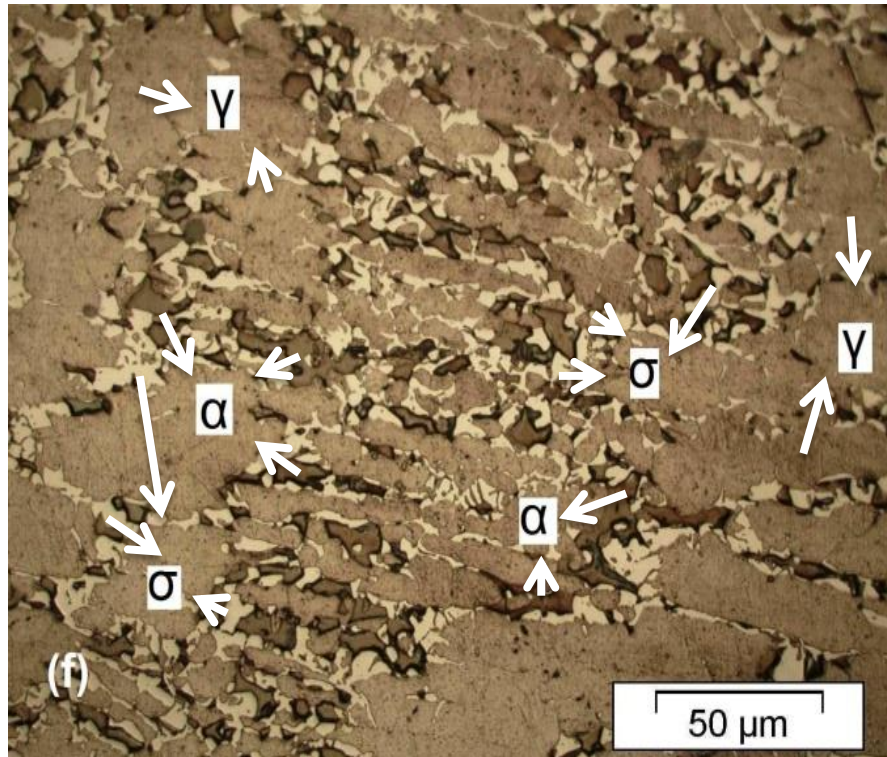


Figura 26: Microestrutura do aço UNS S31803. (f) Amostra solubilizada de 1050°C e envelhecida por 180min.

Como relatado anteriormente, ocorreu uma maior formação da fase sigma para tempos altos de envelhecimento. Trata-se de uma fase rica em Cr e Mo, que se forma por nucleação e crescimento nos contornos ferrita/ferrita ou ferrita/austenita (MARQUES et.al., 2011). A precipitação da fase sigma diretamente na austenita é, em geral, muito lenta e exige centenas ou milhares de horas (WEISS e STICKLER, 1972).

Neste trabalho não foi observada a presença da fase χ . A ausência desta fase no presente trabalho pode ser atribuída a duas causas: esta se forma primeiramente em estágios iniciais de precipitação e serve com sítios de nucleação para a formação da fase sigma. A fase chi não pode ser observada através da técnica de microscopia óptica, mas pode ser facilmente observada utilizando MEV no modo de elétrons retroespalhados. A fase χ apresenta mais Mo e menos Cr do que a fase sigma (ESCRIBA, et. al., 2009).

4.1.2 Caracterização magnética do aço inoxidável duplex UNS S31803

A curva de histerese do aço inoxidável duplex SAF 2205 é observada na Figura 27. Notou-se uma diminuição da magnetização de saturação deste aço após o aumento do tempo de envelhecimento de 5 minutos até 180 minutos em relação à amostra como recebida. Como dito anteriormente, a magnetização de saturação depende somente da quantidade de fase ferromagnética presente na amostra. Então, esta queda de M_S pode ser devida à diminuição da quantidade de ferrita e formação da fase sigma, uma fase não magnética.

O material quando solubilizado apresenta uma magnetização de saturação maior que o material como recebido, isto pode ser devido à formação de uma quantidade maior da fase ferrítica. Segundo Tavares et. al., (2010), a precipitação das fases σ e χ deve diminuir as propriedades magnéticas, sendo a ferrita uma fase ferromagnética e σ , χ e γ_2 fases paramagnéticas. De acordo com Kwun e Burkhardt (1987), as propriedades magnéticas de um aço são fortemente dependentes do tipo de material, da composição química de cada material e das propriedades metalúrgicas.

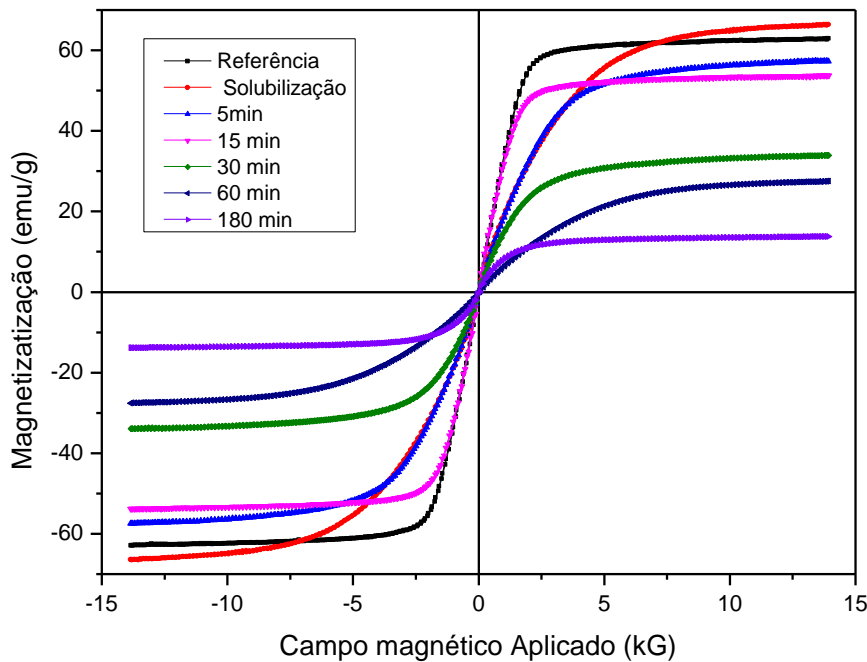


Figura 27: Curva de magnetização x campo magnético aplicado do aço inoxidável duplex UNS S31803.

Na Tabela 3, observam-se os valores das propriedades magnéticas, obtidos através da curva de histerese do material como recebido, solubilizado e envelhecido por 5, 15, 30, 60 e 180 minutos. Nesta tabela são mostrados também os valores da quantidade de ferrita calculada através da magnetização de saturação e da quantidade medida pelo ferritoscópio.

Tabela 3: Valores das propriedades magnéticas do aço duplex UNS S31803, da quantidade de ferrita obtidas pelo ferritoscópio e magnetização de saturação.

	H_C (G)	M_R (emu/g)	M_S (emu/g)	Ferritoscópio (%)	Ferrita Saturação(%)
Recebida	26,140	0,941	62,88	42,15±0,83	47,28
Solubilização	31,72	0,784	66,41	42,92±2,46	49,93
Envelhecimento 5min	31,95	0,710	57,35	35,39±1,45	43,13
Envelhecimento 15min	26,213	0,987	53,79	30,99±1,70	40,45
Envelhecimento 30min	31,114	0,609	33,919	21,08±1,46	25,503
Envelhecimento 60min	37,866	0,361	27,531	13,35±2,42	20,70
Envelhecimento 180min	30,412	0,438	13,809	6,68±0,75	10,38

Na Figura 28 é mostrado o gráfico da quantidade de ferrita identificado pelo ferritoscópio e pela fórmula da magnetização de saturação em função da amostra como recebida, solubilizada e com tratamento térmico de 5min, 15min, 30min, 60min e 180 min. Pode-se verificar que, com o aumento do tratamento térmico de envelhecimento, a porcentagem de fase ferromagnética diminuiu.

Em recente trabalho, Borba e Magnabosco (2008) desenvolveram um estudo comparativo de métodos para quantificar as variações das frações volumétricas de ferrita e austenita. Estes autores utilizaram o recurso da caracterização microestrutural através do

método de ferritoscopia e estereologia quantitativa para analisar os efeitos do envelhecimento entre 550°C e 650 °C para mensurar a quantidade de fase ferrítica presente na amostra de um aço inoxidável duplex UNS S31803. Observou-se uma diferença entre as frações de ferrita medidas pelos dois métodos, sendo relacionada esta diferença com a precipitação da fase sigma.

Normando et. al., (2010) relatam em seu trabalho que a quantidade de fase ferrítica diminui com o tempo de envelhecimento e uma maior quantidade de fase σ é formada. Estes autores observaram que, quanto maior a temperatura de envelhecimento, maior a decomposição da fase ferrítica.

Neste trabalho, obteve-se para o material solubilizado uma maior quantidade de fase ferrítica, porém verificou-se uma diferença entre os valores obtidos pela medida de ferritoscopia em comparação àquela calculada pela fórmula de magnetização de saturação. Esta diferença se deve à diferença de sensibilidade entre as duas técnicas utilizadas.

Tanto pela magnetização de saturação quanto pelo ferritoscópio, através da medição por indução magnética, a porcentagem de fase ferromagnética apresenta a mesma tendência decrescente. Os dois equipamentos foram capazes de identificar a presença da fase sigma, através da queda do sinal magnético, pois a fase σ (paramagnética) se forma em detrimento da fase ferrítica (ferromagnética).

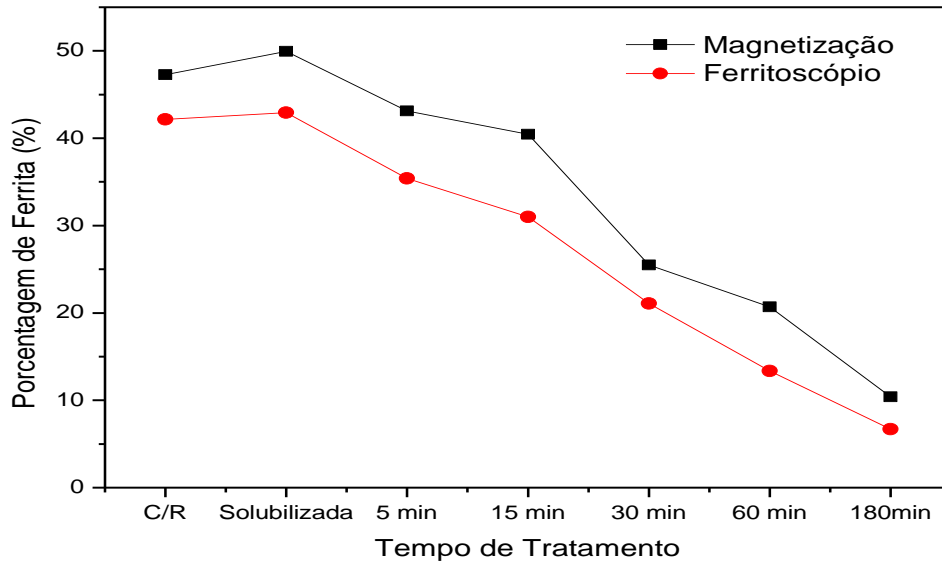


Figura 28: Quantidade de ferrita em função da amostra como recebida, solubilizada e com tratamento de envelhecimento de 5min, 15min, 30min, 60min e 180min.

4.1.3 Análise da Correlação entre as Variáveis - Correlação de Pearson

Na Tabela 4, observa-se a correlação entre as variáveis H_C , M_R , M_S , dureza, quantidade de ferrita obtida pelo ferritoscópio e também à quantidade de ferrita obtida através da magnetização de saturação (ferrita de saturação), assim como os valores do nível de confiabilidade. Os números em negrito, nas Tabelas 4 e 5, indicam que os valores médios das respostas foram afetados estatisticamente pelos fatores de controle com um nível de confiança de 95%.

Ao analisar a Tabela 4, nota-se a presença de uma forte correlação negativa de 94,8% entre a variável tempo e a quantidade de ferrita calculada pelo ferritoscópio, sendo seu valor altamente significativo ($Pvalue = 0,004$). Analisando a quantidade de ferrita calculada através da magnetização de saturação e também o valor de M_S , observa-se que estas duas variáveis apresentam uma forte correlação negativa de 86,9% em relação à variável tempo de envelhecimento, sendo seu valor altamente significativo ($Pvalue = 0,025$). Observa-se, ainda,

que a variável dureza tem uma forte tendência positiva de 91,3% em relação à variável tempo, sendo seu valor altamente significativo (Pvalue = 0,011).

Observa-se também que a magnetização remanente e o campo coercivo não são influenciados pela variável tempo, M_R , Dureza e Ferrita calculada através da magnetização de saturação e o ferritoscópio.

Tabela 4: Correlação entre as variáveis: Tempo, M_R , H_C , Dureza, Ferrita de Saturação, Ferritoscópio e M_S .

	Tempo	M_R	H_C
M_R	0,649 0,163		
H_C	0,066 -0,901	-0,770 0,073	
Dureza	0,913 0,011	-0,804 0,054	0,403 0,428
Ferrita de Saturação	-0,869 0,025	0,803 0,055	-0,287 0,582
Ferritoscópio	-0,948 0,004	0,750 0,086	-0,181 0,731
M_S	-0,869 0,025	0,803 0,055	-0,287 0,582

Na tabela 5 é mostrada a correlação entre as variáveis dureza, ferrita de saturação, ferritoscópio e M_S . Analisando a Tabela 5, observa-se que a variável ferrita de saturação, assim como as quantidades de ferrita obtida pelo ferritoscópio e M_S apresentam uma forte correlação negativa com a variável dureza, sendo seus valores altamente significativos, ou seja, o Pvalue está abaixo de 0,05.

Nota-se também que a quantidade de ferrita obtida pelo ferritoscópio tem uma forte correlação positiva de 99,3% com a variável magnetização de saturação, sendo seu valor altamente significativo (Pvalue=0,01).

Estes valores observados já eram esperados, devido à precipitação da fase sigma, um composto paramagnético, que gera um aumento da dureza, e acaba por consumir a fase ferrítica, acarretando, com isto, uma diminuição da quantidade ferromagnética da amostra.

Tabela 5: Correlação entre as variáveis: Dureza, Ferrita de Saturação, Ferritoscópio e M_s .

	Dureza	Ferrita de saturação	Ferritoscópio
Ferrita de Saturação	-0,854 0,030		
Ferritoscópio	-0,862 0,027	0,993 0,001	
M_s	-0,854 0,030	1,000 0,000	0,993 0,001

Para que as análises tenham uma real validade estatística, Noordin et. al. (2004) recomendam a realização de uma análise de resíduos das respostas para se avaliar a qualidade dos resultados experimentais. Segundo Montgomery e Runger (2003), ao se padronizarem os resíduos, sendo os erros distribuídos normalmente, então aproximadamente 95% dos resíduos padronizados devem cair no intervalo (-2,+2).

Na Figura 29 é mostrada a análise residual para a quantidade de ferrita calculada pelo ferritoscópio e também para o cálculo da ferrita obtida através da magnetização de saturação (Figura 30). De acordo com o critério de Anderson-Darling, não foram observadas anormalidades nos resultados, pois os resíduos estão distribuídos de forma normal, sendo independentes (não correlacionados) e identicamente distribuídos (MONTGOMERY e RUNGER, 2003).

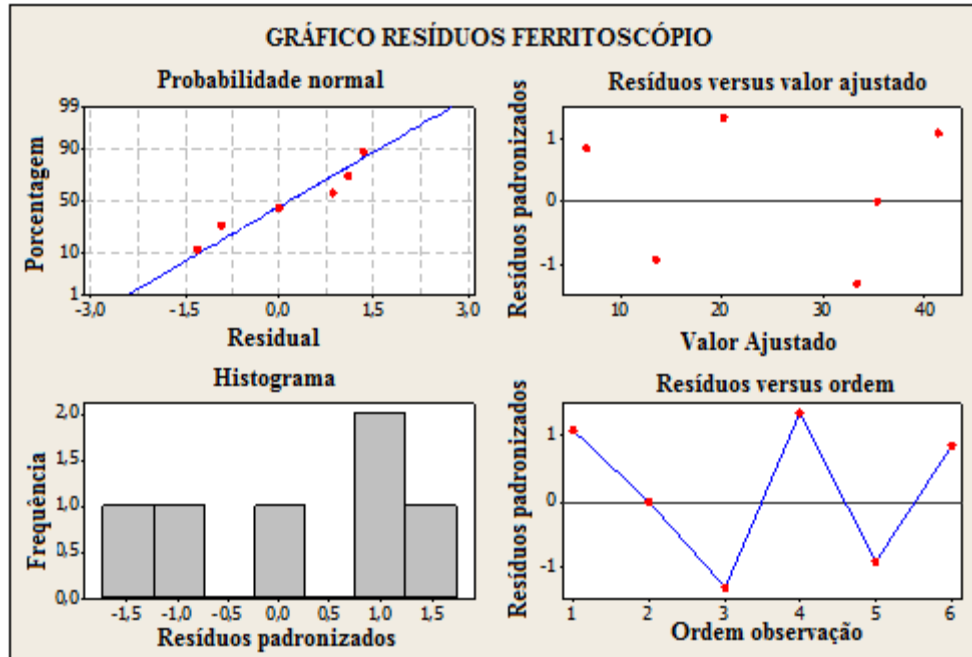


Figura 29: Análise da quantidade de resíduos ferritoscópico.

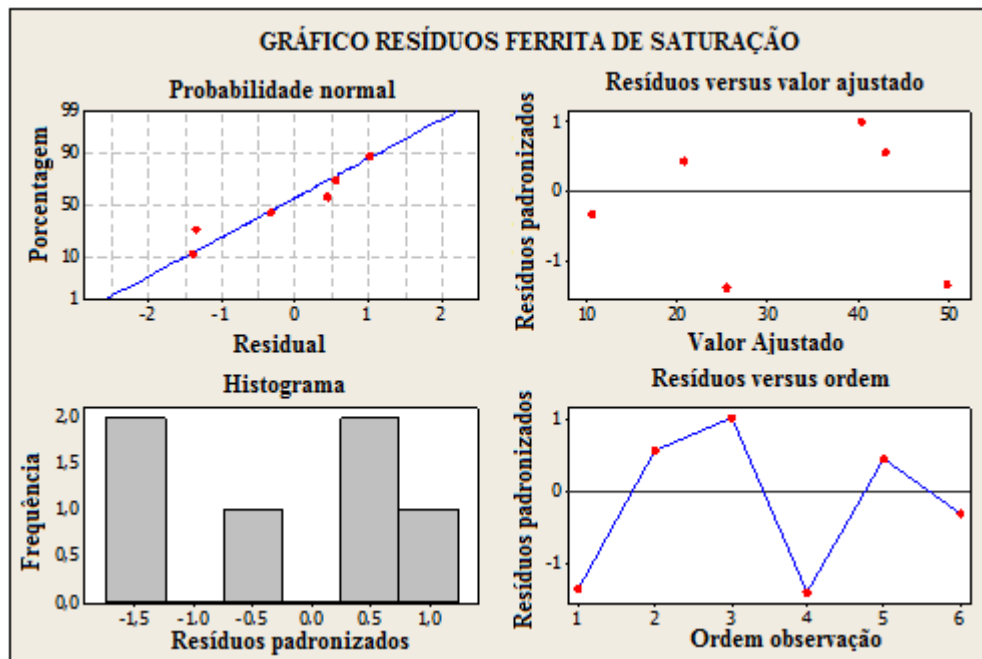


Figura 30: Análise da quantidade de resíduos ferrita de saturação.

De posse destes valores obtidos através da Correlação de Pearson e também ao se verificar que não ocorreram anormalidades nos resultados, obteve-se uma equação de regressão tanto para a quantidade de ferrita obtida pela magnetização de saturação (equação

4.1) como da obtida pelo equipamento Ferritoscópio (equação 4.2). Estas duas equações podem ser observadas abaixo:

$$\mathbf{Ferrita\ Satura\c{c}\tilde{a}o} = 3,8x 10^{-3} - 2,3x 10^{-5} * Dureza + 2,1x10^{-5} * tempo + 0,752 * M_s \quad (4.1)$$

$$\mathbf{Ferritosc\acute{o}pio} = 9,7 - 0,0507 * Dureza + 3,15x10^{-2} * tempo + 0,684 * M_s \quad (4.2)$$

Na Figura 31 observa-se a variação da magnetização de saturação e da variável microdureza do aço inoxidável duplex UNS S31803 em relação à amostra como recebida, solubilizada e após o tratamento térmico de envelhecimento. Como discutido acima, nota-se uma diminuição de M_s . A anisotropia constante e a magnetização de saturação normalmente diminuem com o aumento da temperatura, devido à agitação térmica que perturba o alinhamento dos momentos magnéticos.

Para os tempos de envelhecimento de 5min, 15min e 30min e também para a amostra solubilizada, verificou-se que a variável microdureza se manteve constante, isto pode ser devido a uma pequena formação da fase sigma, que não gerou um aumento da dureza nas amostras estudadas.

Observa-se uma grande variação da dureza para tempos de envelhecimento altos, acima de 30 minutos. Verificou-se que ocorreu um aumento de 17,5% da dureza para a amostra com um TT de envelhecimento de 60 min. e de 26,9% para a amostra com um TT de envelhecimento de 180 min. em relação à amostra como recebida.

A formação da fase deletéria sigma causa uma diminuição no teor do elemento Cr na ferrita adjacente (GUNN, 2003), gerando uma diminuição da resistência á corrosão desta liga.

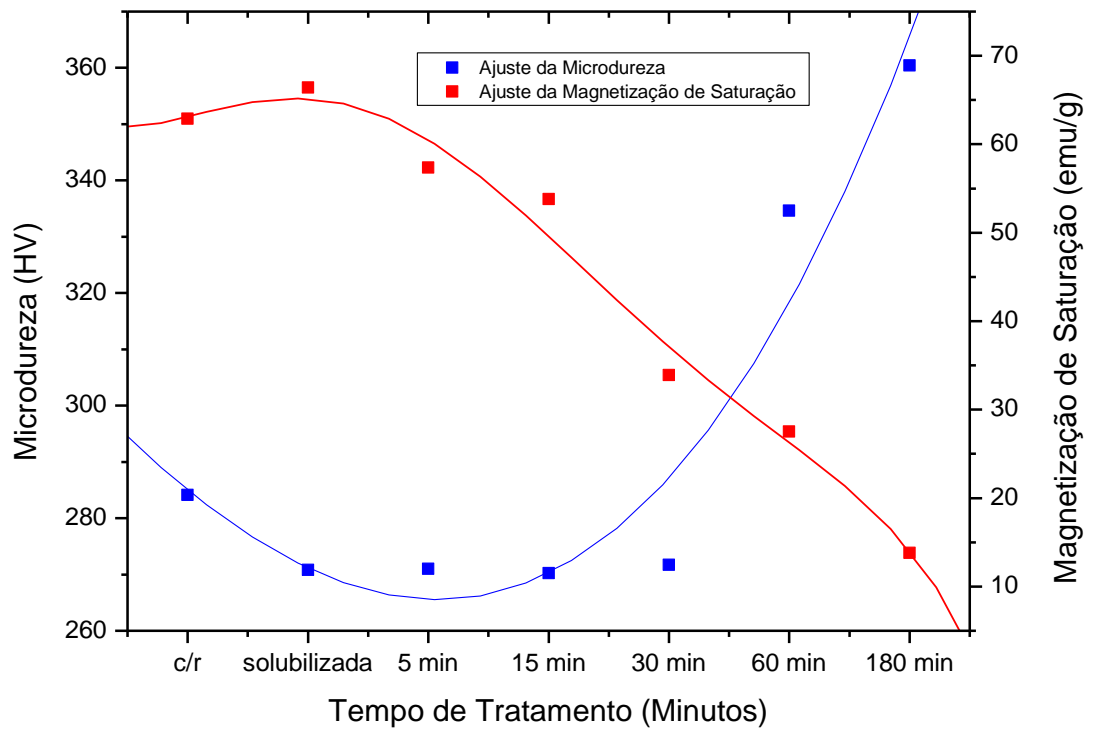


Figura 31: Relação entre a variável microdureza e a magnetização de saturação em relação à variável tempo

4.2. RESULTADOS DO PROCESSO DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA NAS PROPRIEDADES DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S31803

Os resultados dos ensaios de deformação através da laminação no aço inoxidável duplex UNS S31803 são apresentados e discutidos no decorrer deste capítulo, com a finalidade de avaliar o comportamento mecânico e magnético desta liga sob diferentes graus de deformação.

4.2.1 Caracterização microestrutural e mecânica do aço duplex submetido ao processo de laminação a frio

Nas Figuras 32, 33, 34, 35 e 36 é mostrada a microestrutura das amostras que foram laminadas de 20% (Figura 33), 40% (Figura 34), 60% (Figura 35) e 80% (Figura 36) e a microestrutura do material como recebido. Na Figura 32 é observada a microestrutura da amostra como recebida, em que há a presença somente da fase ferrítica (região escura) e da fase austenítica (região clara).

A microestrutura se altera com o trabalho a frio: os grãos deformados se tornam alongados e adquirem uma orientação cristalográfica preferencial de acordo com a direção do processo de conformação (BRESCIANI FILHO et. al., 2011). A deformação plástica a frio gera um refinamento na microestrutura do aço laminado. A fase ferrítica apresenta numerosos sistemas de deslizamento, alta energia de defeito de empilhamento (EDE), enquanto a fase austenítica possui um número menor de sistemas de escorregamento e baixa EDE (PADILHA e PLAUT, 2009; REICK et. al., 1998). Para que as duas fases sofram a mesma deformação plástica, a densidade de discordâncias na austenita deve ser maior (AGUIAR, 2012).

A quantificação da fase martensítica não pode ser feita pela técnica de análise de imagens, pois o ataque com o reagente Behara consegue distinguir somente a fase ferrítica e a fase austenítica. A fase martensítica possui uma estrutura muito fina, e sua observação pode ser feita somente utilizando o microscópio eletrônico de transmissão.

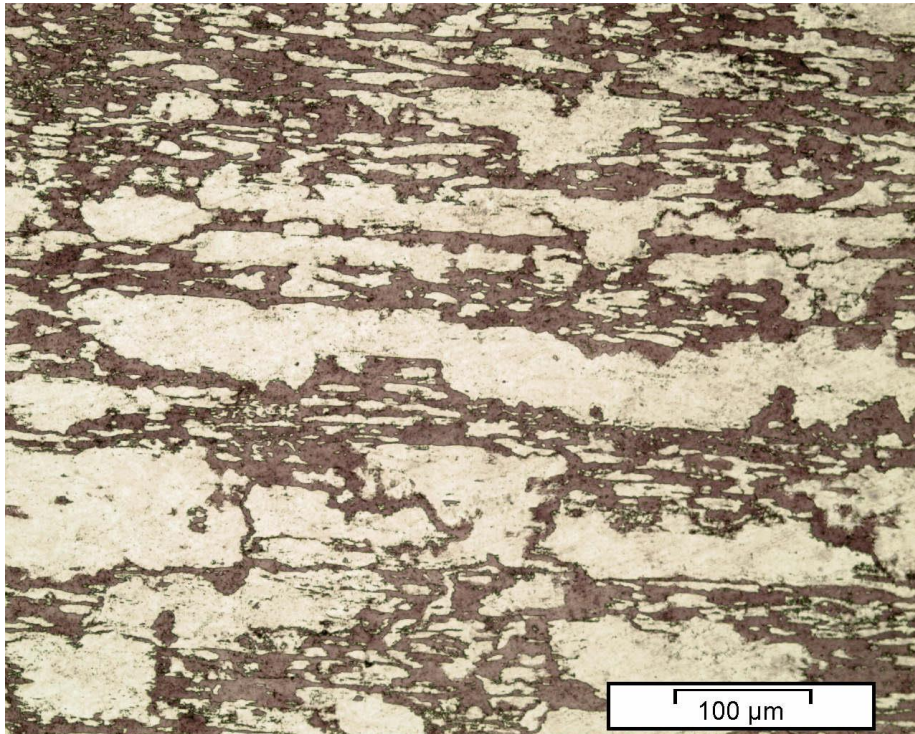


Figura 32: Amostra como recebida. Ataque químico com reagente Behara. Tempo de ataque de aproximadamente 25s.

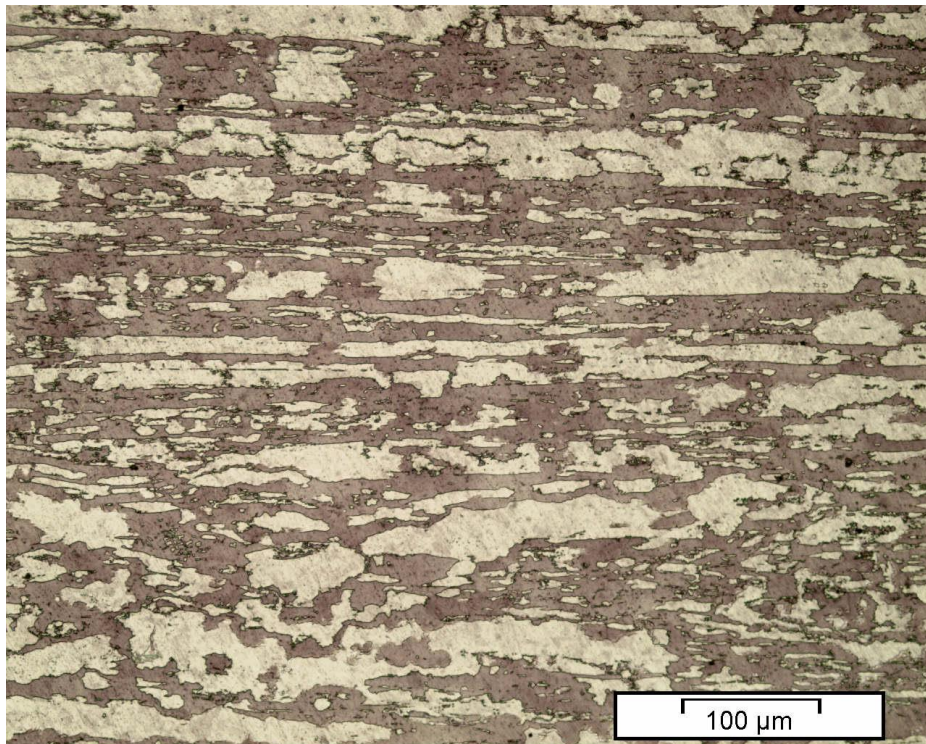


Figura 33: Amostra laminada 20%. Ataque químico com reagente Behara. Tempo de ataque de aproximadamente 15s.

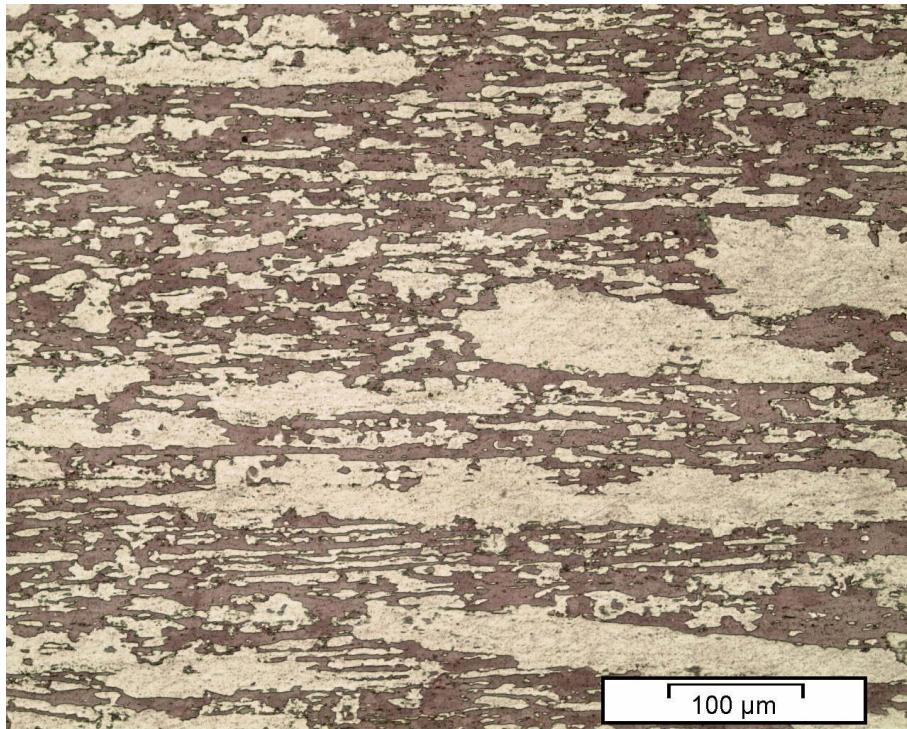


Figura 34: Amostra laminada 40%. Ataque químico com reagente Behara. Tempo de ataque de aproximadamente 15s.

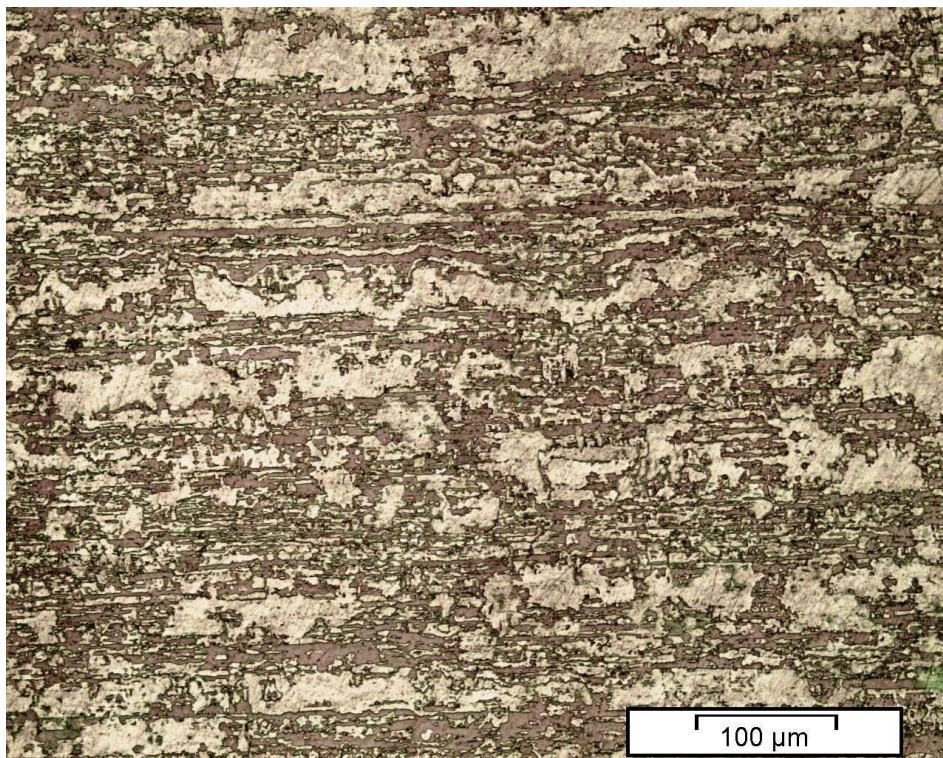


Figura 35: Amostra laminada 60%. Ataque químico com reagente Behara. Tempo de ataque de aproximadamente 15s.

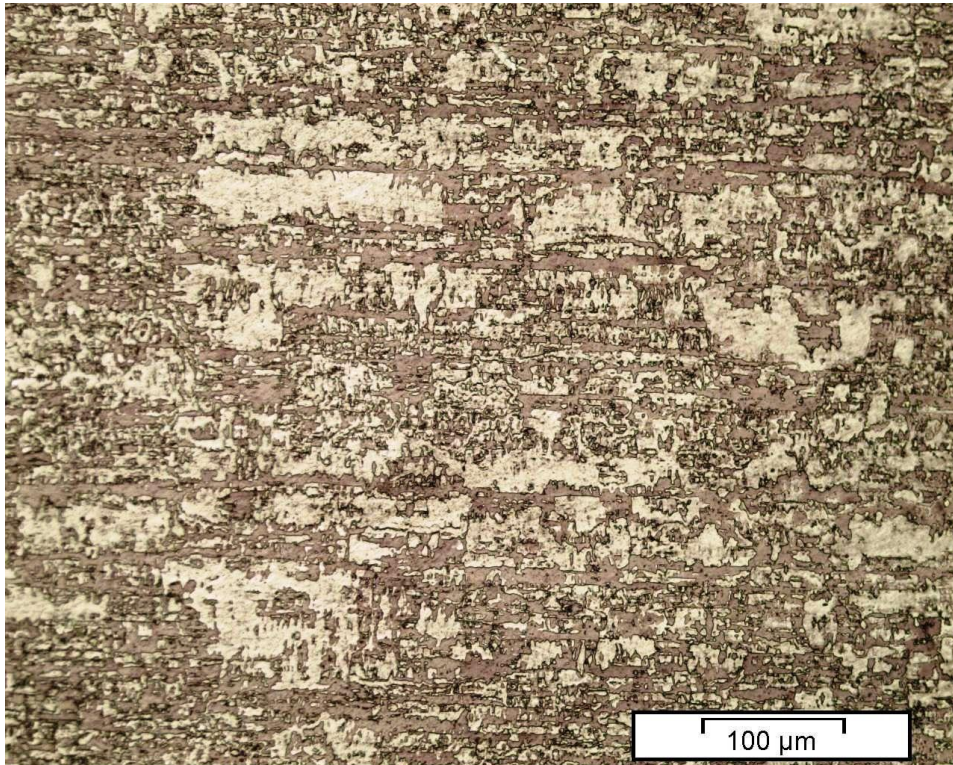


Figura 36: Amostra laminada 80%. Ataque químico com reagente Behara. Tempo de ataque de aproximadamente 15s.

Na tabela 6 é mostrada a medida de microdureza em Vickers das amostras laminadas de 20%, 40%, 60%, 80% e do material como recebido, com seus respectivos valores de desvios padrões.

Tabela 6: Tabela de dureza em HV em função da porcentagem de redução da área.

	Como recebido	Laminado 20%	Laminado 40%	Laminado 60%	Laminado 80%
Microdureza (HV)	284,16±3,76	321,95±5,56	351,69±3,17	382,41±2,78	409,94±3,83

O comportamento da variável microdureza em função do grau de laminação pode ser mais bem visualizado na Figura 37. Pode-se notar um aumento quase linear da curva de dureza à medida que se aumentou o grau de laminação, sendo observado o maior valor para o material com uma porcentagem de laminação de 80%. O mesmo comportamento linear da

variável microdureza foi observado por Baldo e Mészáros (2010) ao estudar os efeitos da laminação a frio na microestrutura e nas propriedades magnéticas de um aço inoxidável *lean duplex*.

Analisando somente a variação da microdureza do aço duplex UNS S31803 deformado plasticamente, não há uma garantia da formação da martensita induzida por deformação. O aumento da microdureza pode ser devido também ao fenômeno do encruamento, que acarreta um aumento da resistência mecânica do material.

Outras técnicas devem ser utilizadas para verificar o surgimento da fase martensítica numa amostra deformada, tais como um estudo da magnetização de saturação e da difração de raios-x do material antes e após o processo de deformação plástica.

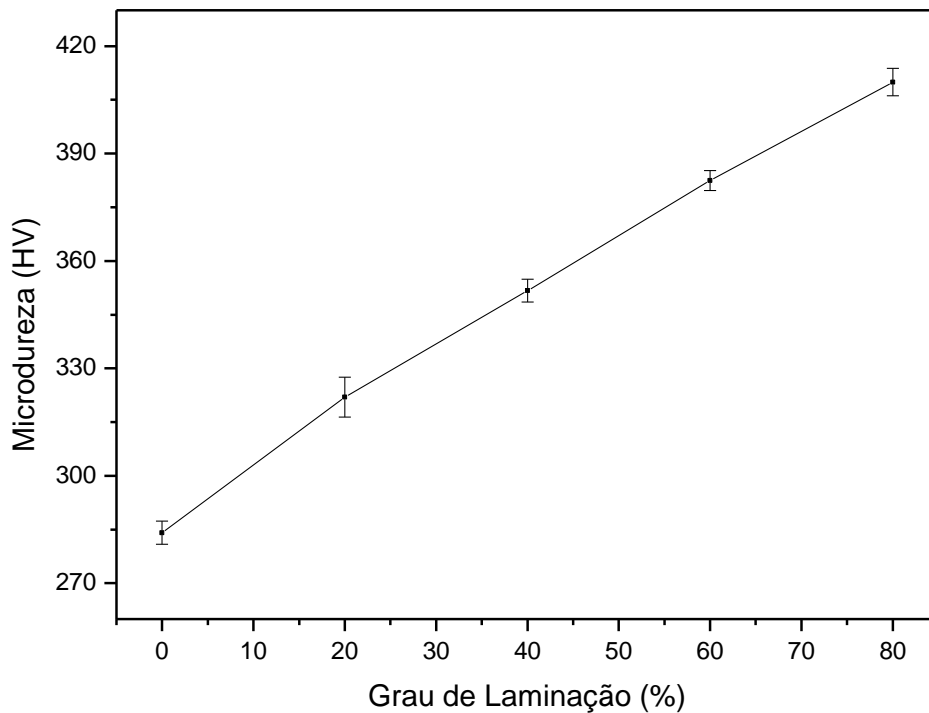


Figura 37: Gráfico da variável microdureza em HV dos corpos de prova que foram laminados com uma porcentagem de 20%, 40%, 60% e 80% e também do material como recebido (0% de laminação).

4.2.2 Avaliação das propriedades magnéticas do aço duplex submetido ao processo de deformação plástica

Na Figura 38, observam-se as curvas de histerese para o aço inoxidável duplex, das amostras laminadas de 20%, 40%, 60%, 80% e do material como recebido. A Figura 39 é uma expansão do primeiro quadrante, tendo como finalidade mostrar detalhadamente a magnetização de saturação das amostras estudadas.

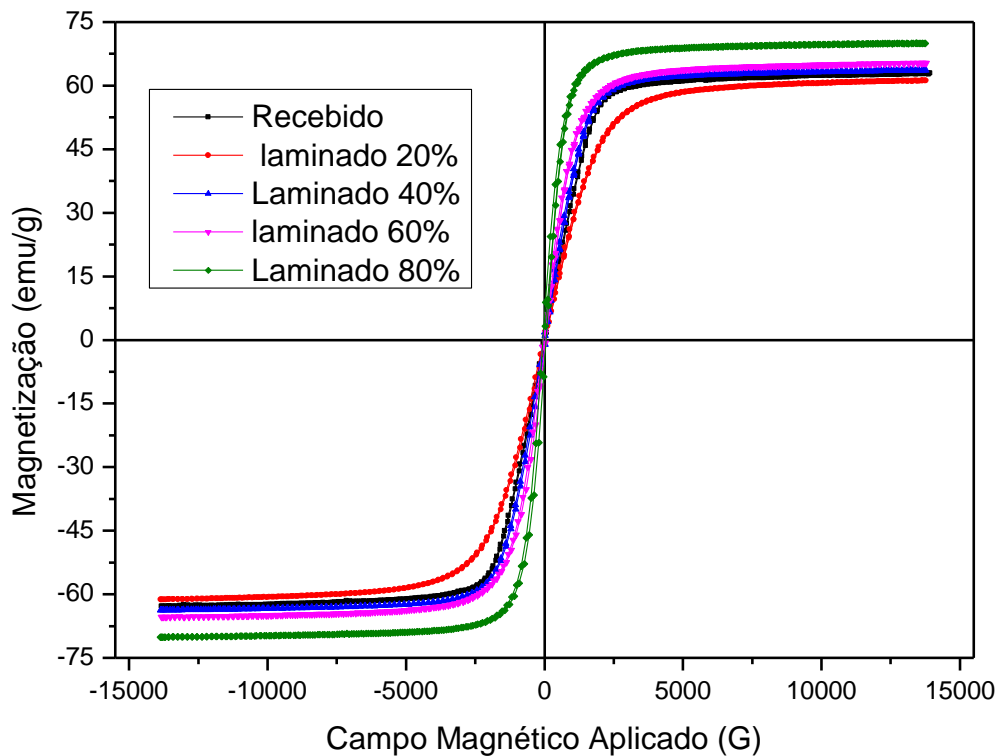


Figura 38: Curvas de histerese magnética do aço inoxidável duplex UNS S31803 nas condições como recebido, laminado de 20%, 40%, 60% e 80%, conforme legenda de cores.

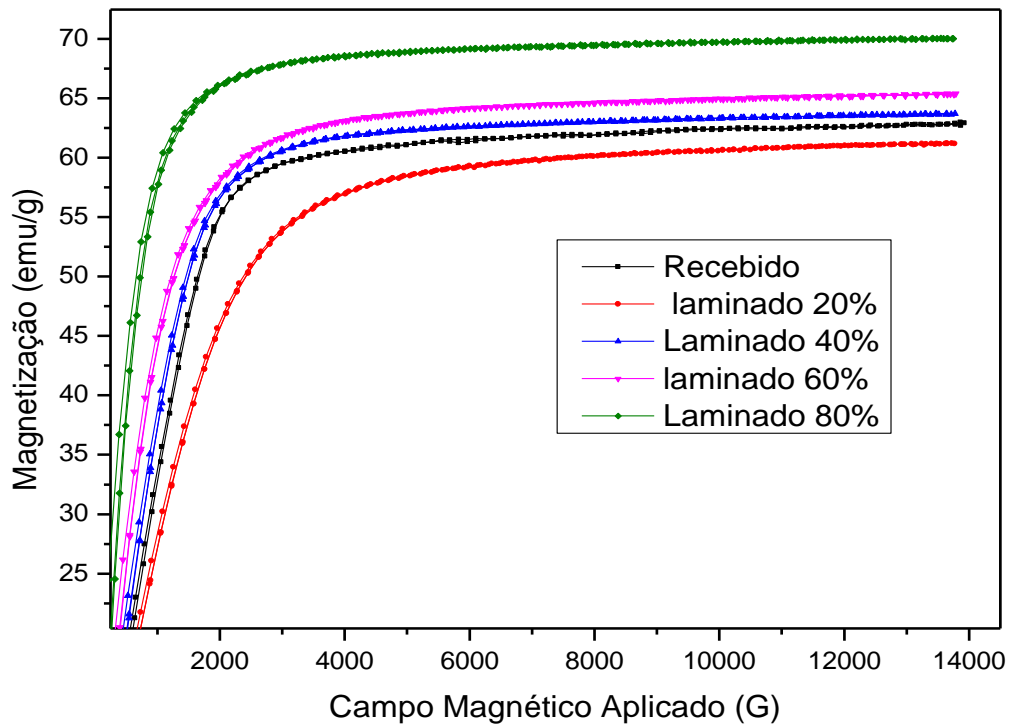


Figura 39: Detalhamento da saturação magnética a partir das curvas de histerese magnética nas condições como recebido, laminados de 20%, 40%, 60 % e 80%, conforme legendas de cores.

Uma primeira observação que pode ser feita nas amostras laminadas de 40%, 60% e 80% é o aumento da magnetização de saturação. Anteriormente, relata-se que M_S depende apenas da fração volumétrica de fase magnética presente na amostra; assim, estes dados evidenciam um forte aliado no estudo da transformação martensítica induzida por deformação plástica. Aguiar (2012) e Tavares et. al. (2006), em seus estudos, relacionaram este aumento do valor da M_S com a formação de uma fase martensita que se forma através da austenita. A transformação martensítica induzida sofrida é tanto maior quanto maior for o grau de laminação.

Para a amostra deformada de 20% observou-se uma diminuição da magnetização de saturação. Neste caso, provavelmente, não deve ter ocorrido à formação da estrutura martensítica induzida por deformação. Contudo, os mecanismos envolvidos neste processo devem ser objeto de estudos mais aprofundados. Baldo e Mészáros (2010) observaram nos estudos de uma liga inoxidável *lean duplex* que M_S não se altera para as amostras deformadas

até 30%. Esta variável aumenta somente com o aumento da deformação para valores superiores a 30%, relatando, assim, a possível formação da estrutura martensítica induzida pela deformação.

Na Tabela 7 são mostrados os valores obtidos da curva de histerese do aço inoxidável duplex UNS S31803, do material como recebido, do material laminado de 20%, 40%, 60 % e 80%. E também se observa nesta tabela a porcentagem de fase ferromagnética gerada em cada uma das condições estudadas, sendo a mesma calculada através da fórmula desenvolvida por Tavares et. al. (2006) através da equação 3.4.

Pode-se observar que, tanto com a magnetização remanente quanto com a coercividade, os seus valores aumentam com o grau de deformação. Pode-se observar que, pelo fato de as curvas de histerese serem estreitas (baixa coercividade), estes materiais apresentam o comportamento de materiais magneticamente moles.

Tabela 7: Tabela dos resultados de magnetização de saturação (M_S), campo coercivo (H_C) e magnetização remanente (M_R), bem como da porcentagem de fase ferromagnética gerada no processo de laminação.

	Magnetização de saturação(emu/g)	Campo Coercivo(G)	Magnetização Remanente (emu/g)	Porcentagem fase ferromagnética (%)
Como recebido	62,879	26,264	0,938	47,278
Laminado 20%	61,253	37,048	1,122	46,055
Laminado 40%	63,716	39,543	1,745	47,907
Laminado 60%	65,336	45,564	2,643	49,125
Laminado 80%	70,063	54,676	5,338	52,678

Na Tabela 8 observa-se o número de ferrita obtida através do equipamento ferritoscópio das amostras como recebida (0% laminação), 20%, 40%, 60% e 80% de redução da região transversal. Utilizou-se uma correção das medidas para a amostra laminada de 80% através do gráfico da Figura 20, obtendo o conteúdo de ferrita verdadeira de 33,742 FN.

Tabela 8: Valores obtidos no ferritoscópio para o número de ferrita (FN).

	Como recebido	Laminado de 20%	Laminado de 40%	Laminado de 60%	Laminado de 80%
Número de ferrita (FN)	44,60±1,88	37,31±0,57	35,16±0,48	32,79±0,59	33,74±0,25

Pode-se observar que a quantidade de ferrita calculada pelo ferritoscópio tende a diminuir com o aumento do grau de deformação, apesar de se observar um aumento do conteúdo de ferrita para a amostra laminada de 80% em relação à amostra laminada de 60%.

Esta diminuição da quantidade de fase ferromagnética em chapas laminadas obtida pelo ferritoscópio pode ser devida ao fato de o princípio de funcionamento deste equipamento ser baseado na permeabilidade magnética do material. A deformação gerada acarretou mudanças na textura do material, gerando erros nas leituras. A permeabilidade magnética da estrutura martensítica α' é afetada pelo processo de deformação (TALONEM, 2004). As medidas magnéticas do ferritoscópio são fortemente influenciadas pela textura cristalográfica numa amostra laminada (ESCRIBA et. al., 2009).

Magnabosco et. al. (2012) também observou em seu trabalho a queda da porcentagem de ferrita quando o material foi submetido a uma deformação plástica. Lischka (2013), ao estudar a deformação em dois aços inoxidáveis austeníticos, verificou que ocorreu uma diferença crescente entre os valores lidos pelo MAV em relação ao ferritoscópio, devido a um aumento da deformação. Este autor relacionou esta diferença com o princípio de funcionamento do ferritoscópio e concluiu que estes valores são influenciados pela deformação.

O ferritoscópio não conseguiu identificar a fase martensítica induzida pela deformação, pois, como observado na literatura, esta é uma fase ferromagnética que se forma através da fase austenítica; com isto, o sinal magnético tende a aumentar, o que não foi observado na utilização do ferritoscópio.

4.2.3 Resultados da difração de raios-x para amostra laminada

Na Figura 40 observa-se a difração de raios-x do aço inoxidável UNS S31803, no estado como recebido, com 20%, 40%, 60% e 80% de laminação, de acordo com a legenda de cores. Estão indicados, na figura, os planos da austenita A-(hkl), assim como da ferrita F-(hkl).

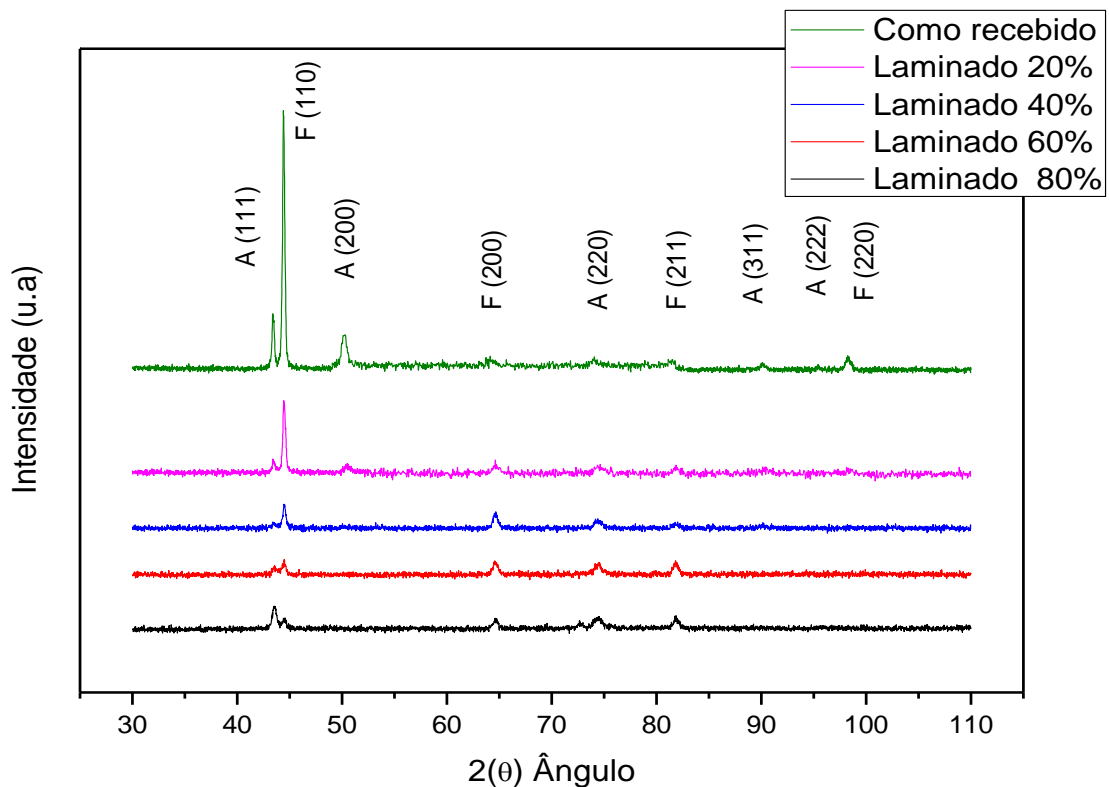


Figura 40: Figura de difração de raios-x das amostras laminadas de 20%, 40%, 60% e 80% e também do material como recebido (conforme legenda). Radiação $\text{CuK}\alpha_1$. Onde: A= Austenita e F = Ferrita.

Pode-se observar que a deformação gerada pela laminação provoca uma mudança significativa nos picos de difração. Para a laminação de 20%, ocorreu uma diminuição da intensidade relativa dos picos da austenita (111) e (200) e da ferrita (110) e um ligeiro aumento da intensidade do pico da ferrita (200).

Para a amostra laminada com redução de 40%, ocorreu uma diminuição ainda maior dos picos da austenita (111) e da ferrita (110) em relação à amostra como recebida e laminada

de 20%. Nota-se o desaparecimento dos picos da austenita (200), (311) e (222) e também a intensidade relativa do pico da ferrita (220). Identificou-se um aumento da intensidade relativa dos picos da ferrita (200) e da austenita (220).

Para a amostra deformada de 60% ocorreu uma diminuição dos picos da austenita (111) e da ferrita (110) em relação à amostra recebida, assim como o desaparecimento dos picos da austenita (200), (311) e (222), e também do pico da ferrita (220). Observou-se um aumento da intensidade relativa dos picos da ferrita (200) e (211) e da austenita (220). A amostra laminada de 80% apresentou uma diminuição do pico da ferrita (110) e um aumento da intensidade do pico da austenita (111) em relação à amostra laminada de 60%.

Nas amostras laminadas a frio os picos de ferrita e martensita não podem ser distinguidos, pois as duas fases apresentam as mesmas reflexões. Estas mudanças na aparência das figuras de difração podem ser causadas por uma mudança ocorrida na textura do material, somadas as possíveis transformações de fases induzidas pela deformação.

Não foi realizada a análise estatística por Correlação de Pearson para o processo de deformação plástica. Isto se deve ao fato de que as propriedades magnéticas – magnetização de saturação, campo coercivo e magnetização remanente – apresentam um comportamento crescente em relação ao grau de deformação. E assim, justifica-se a não utilização desta técnica. De maneira análoga, observa-se o mesmo comportamento em relação à variável microdureza.

Capítulo 5

CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

5.1 CONCLUSÕES

Buscou-se neste trabalho uma análise microestrutural e das propriedades magnéticas, de um aço duplex submetido ao tratamento de solubilização e envelhecimento e deformado plasticamente. Utilizaram-se duas técnicas de medição da quantidade de fase ferromagnética, o ferritoscópio e a quantificação de ferrita através da magnetização e saturação.

Assim, pode-se concluir neste trabalho que:

- A precipitação da fase σ alterou de maneira significativa as propriedades mecânicas e magnéticas do aço em estudo.
- O aumento do tempo de tratamento térmico de envelhecimento gerou um aumento do percentual de fase σ , acarretando uma diminuição do comportamento ferromagnético do aço duplex.

- Observou-se uma diminuição da fase ferromagnética em relação ao aumento do tempo de envelhecimento pelos dois métodos utilizados: ferritoscopia e magnetização de saturação.
- Verificou-se, através da análise da Correlação de Pearson, que a variável ferrita de saturação, a quantidade de ferrita obtida pelo ferritoscópio e M_S apresentam uma forte correlação negativa em relação à variável microdureza.
- Existe uma forte correlação negativa de 94,8% entre a variável tempo e quantidade de ferrita calculada pelo ferritoscópio. Observou-se uma forte correlação negativa de 86,9 % entre a variável tempo de envelhecimento e as variáveis quantidade de ferrita calculada através da magnetização de saturação e M_S . Notou-se uma forte correlação positiva de 91,3% entre a variável dureza e o tempo de tratamento térmico.
- Verificou-se que o campo remanente e o campo coercivo não são influenciados pelas variáveis em estudo.

Em relação ao processo de deformação plástica, pode-se ter as seguintes conclusões:

- A deformação plástica a frio gera um refinamento na microestrutura do aço inoxidável UNS S31803 laminado.
- Ocorreu um aumento linear da variável dureza em relação ao aumento do grau de deformação plástica imposta pelo processo de laminação.
- Para a amostra laminada de 40%, 60% e 80%, observou-se um aumento da magnetização de saturação, o que pode indicar a formação da martensita induzida pela deformação.
- Para a amostra deformada de 20% por laminação a frio, observou-se uma diminuição da magnetização de saturação; neste caso, pode não ter ocorrido à formação da estrutura martensítica induzida por deformação. Contudo, os mecanismos envolvidos neste processo devem ser objeto de estudos mais aprofundados.

- Analisando a quantidade de ferrita obtida pelo ferritoscópio, verificou-se que esta variável diminuiu. Estes resultados são fortemente influenciados pelo processo de deformação imposto.

- Analisando as difrações de raios-x, observou-se que ocorreram mudanças na aparência das figuras de difração, que podem ser causadas por uma mudança ocorrida na textura do material, somadas as possíveis transformações de fases induzidas pelo processo de laminação.

5.2 SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

Como sugestão para próximos trabalhos tem-se:

- Avaliar a influência do tratamento de solubilização e envelhecimento na microestrutura e nas propriedades magnéticas e mecânicas nas temperaturas de solubilização de 1150°C e 1250°C;

- Estudar a influência do tratamento de solubilização e envelhecimento na microestrutura e nas propriedades magnéticas em aços superduplex;

- Estudar os efeitos da laminação a quente nas propriedades magnéticas de um aço inoxidável duplex;

- Graus de deformação de 10% a 40% e uma verificação do comportamento magnético, mecânico do aço duplex antes e após a deformação plástica.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGUIAR, D. J. M., **Estudo da formação e reversão de martensita induzida por deformação na Austenita de dois aços Inoxidáveis Duplex**. Tese de doutorado- Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.
- ALVAREZ-ARMAS, I. **Duplex Stainless Steels: Brief History and Some Recent Alloys**. Recent Patents on Mechanical Engineering, 1, p. 51–57, 2008.
- ANDERSON, J. C.; LEAVER, K.D.;RAWLINGS, R.D.; ALEXANDER, J.M.; **Materials Science**, 4.ed. Chapman & Hall, London, 1994.
- ASHCROFT, N. W.; MERMIN, N. D. **Solid state Physics**. Brooks Cole, New York , 1976.
- ASM HANDBOOK, **Corrosion: Fundamentals, Testing and Protection**. ASM International, Ohio, v.13A, 2003.
- ASM HANDBOOK: **Alloy Phase Diagrams**. ASM International, Ohio: vol. 3, 2006.
- ATAMENT, S; KING, J. E. Sigma phase formation and its prevention in duplex stainless stells. **Journal of Materials Science Letters**, v. 12.n.14, p. 1144-1147, 1993.
- BALDO, S.; MÉSZÁROS, I. Effect of cold rolling on microstructure and magnetic properties in a metastable lean duplex stainless steel. **Journal of Materials Science** v.45, n.19, p.5339-5346, 2010.

- BECHTTOLDT, C. J.; VARCHER, H. C. Phase- diagram study of alloys in the iron-chromium-molybdenum-nickel system. **Journal of Research of the National**, Bureau of standards, vol. 58, n.1, p. 7-19, 1957.
- BORBA, R.M.; MAGNABOSCO, R. **Alterações microestruturais entre 550°C e 660°C para o aço UNS S31803 (SAF 2205)**. In: IX Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável, 2008, São Paulo. IX Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável. São Paulo: Nucleinox. p. 30-35.2008
- BORGES, J. N. Preparação de amostras para análise microestrutural. Disponível em: <<http://www.materiais.ufsc.br/lcm>>. Acesso em: 03 jan. 2014.
- BRESCIANI FILHO, E.; da SILVA, I. B.; BATALHA, G. F.; BUTTON, S. T.; **Conformação Plástica dos Metais**. ed. dig. -- São Paulo - EPUSP. 6ª Ed. 2011.
- CABRERA, J.M.; MATEO, A.; LLANES, L.; PRADO, J.M.; ANGLADA, M. Hot deformation of duplex stainless steels. **Journal of Materials Processing Technology**. v. 143-144.p 321-325. 2003.
- CALLIARI, I, ZANESCO, M., RAMOUS, E., Influence of isothermical aging on secondary phases precipitation and toughness of a duplex stainless steel SAF 2205. **Journal of Materials Science**. v. 41, n. 22, p. 7643-7649, 2006.
- CALLISTER Jr., W. D. **Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução**, 7 ed. Livraria Técnica Científica, Rio de Janeiro, 2007. 589 p.
- CAMILLO, A. P. C.; ROVERE, C. A. D.; de AQUINO, J. M.; KURI, S. E. Efeito do revenido na resistência à corrosão dos aços inoxidáveis supermartensíticos. **Revista Escola de Minas**, v.63, n.1,p.117-122. 2010.
- CASTELETTI, L. C.; FERNANDES, F. A. P; LOMBARDI-NETO, A.; PICON, C.A.; TREMILOSI-FILHO, G. Avaliação da resistência à corrosão de aços inoxidáveis com Nb endurecíveis por precipitação. **Revista Escola de Minas**, v.63, n.1, p. 91-95. 2010.
- CHARLES, J. Super duplex Stainless Steels: Structure and properties. In: Charles J, Bernhardsson S, editors. Duplex stainless steels'91, Baune. Les Éditions de physique, v.1, p.3-48,1991.

- CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos: Características Gerais, Tratamentos Térmicos e Principais Tipos**. 7 ed., ABM, São Paulo, 2005. 599 p.
- COTTRELL, A. H. **Introdução à metalurgia**. 2.ed, Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 1975.
- CULLITY, B. D. **Elements of X-Ray Diffraction**. 2 ed. Addison Wesley Publishing Company, Massachusetts, 1978.
- CULLITY, B. D.; GRAHAM. C. D. **Introduction to Magnetic Materials**. 2 ed., John Wiley & Sons, New Jersey, 2009. 544p.
- Da SILVA, A. **Efeito da Temperatura de Solubilização na Precipitação da Fase Sigma de um Aço Inoxidável Superdúplex**. Dissertação de Mestrado-Universidade Federal de Itajubá, Itajubá. 2011.
- Da SILVA, E. M., **Estudo da Correlação entre o aporte térmico, as propriedades magnéticas e a corrosão sob tensão em juntas soldadas de aço inoxidável ferrítico AISI-409**. Tese de doutorado- Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2011.
- Da SILVA, M. R.; TAVARES, S. S. M.; FRUCHAR, D.; MIRAGLIA, S., NETO, J.M. The use of thermomagnetic analysis for detection and quantification of 475°C embrittlement of duplex stainless steels. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v.226-230, p.1103-1105,2001.
- DAS, A.; CHAKRABORTI, P.C.; TARAFDER, S.; BHADESHIA, K. D. H. Analysis of deformation induced martensitic transformation in stainless steels. **Materials Science and technology**. v.27, n.1, p. 366-370. 2011.
- De ANDRADE, F. A.; KLIAUGA, A. M.; PLAUT, R.L; PADILHA, A. F. Precipitation of laves phase in a 28%Cr-4%Ni-2%Mo-Nb superferritic stainless steel. **Materials Characterization**. v. 59, n.5, p.503-507, 2008.
- De ANTÔNIO, D. A. Soft Magnetic Ferritic Stainless Steels, **Advanced Materials & Process**. v. 161, p.29-32. 2003

- Dos SANTOS, C. N. **Aspectos cristalográficos da transformação martensítica de uma liga Fe-27%Ni**. Tese de doutorado- Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro. 2008.
- ESCRIBA D.M., MATERNA-MORRIS E., PLAUT R.L., PADILHA A.F. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. **Materials e Characterization**, v. 60, n.11, p.1214-1219. 2009.
- EVANGELISTA, E; Mc QUEEN H. J.; NIEWCZAS M.; CABIBBO M. Hot Workability of 2304 and 2205 Duplex Stainless Steels. **Canadian Metallurgical Quarterly**, v. 43, n.3, p. 339-354, 2004.
- FRÉCHARD, S.; MARTIN, F.; CLÉMENT, C.; COUSTY, J. AFM and EBSD combined studies of plastic deformation in a duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering: A**. v. 418.n.1-2. p 312-319. 2006.
- GHOSH, S. K.; MAHAT, D.; ROYCHAUDHURI, R.; MONDAL, R. Effect of rolling deformation and solution treatment on microstructure and mechanical properties of a cast duplex stainless steel. **Bulletin of Materials Science**. v. 35. n. 5. p 839-846.2012
- GIRALDO, C. P. S., **Precipitação de fases intermetálicas na zona afetada pelo calor de temperatura baixa (ZACTB) na soldagem multipasse de aços inoxidáveis dúplex**. Dissertação de Mestrado–Universidade de São Paulo, São Paulo,2001.
- GIRALDO, C. P. S. **Avaliação de Juntas soldadas de Aço Através do Ruído Magnético de Barkhausen**. Tese de Doutorado-Universidade Federal de São Paulo, São Paulo, 2007.
- GONTIJO, F. R. M. **Investigação das Propriedades Elétricas e Magnéticas no composto $BaNb_xFe_{2-x}O_4$** . Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2007.
- GUNN, R. N. **Duplex stainless steels- Microstructures, properties and applications**. Abington Publishing, Cambridge, England. 2003. 204p.
- HELMUT FISHER, **Catálogo do Ferritoscópio modelo MP 30E**, 2006.
- HONEYCOMBE, R. W. K.; BHADSHIA, H. K. D. H. **Steels: Microstructure and Properties**. Elsevier. 3.ed. p. 276. 2006.

- JILES, D. Introduction to Magnetism and Magnetic Materials. **Chapman and Hall**, New York, 1st edition. 1994. 440p.
- KIVINEVA, E. I.; HANNERZ, N. E.; Proceedings of the fourth international conference on duplex stainless steels. v.2, paper 7. Glasgow, Scotland. 1994.
- KWUN ,H.; BURKHARDT, G. L. Effects of grain size, hardness, and stress on the magnetic hysteresis loops of ferromagnetic steels. **Journal of Applied Physics**, v. 61, n.4, p. 1576-1579, 1987.
- LIPPOLD, J. C.; KOTECKI, D. J. **Welding Metallurgy and Weldability Of Stainless Steels**. John Willey & Sons, 2005. 356p.
- LISCHKA, F.T. **Efeito do cobre e da deformação no efeito trip de um aço inoxidável austenítico AISI 304, avaliado por diversos métodos de análise**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013.
- LOPES, J. T. B. **Influência da Presença das Fases Frágeis e da Temperatura nas Propriedades de Propagação de Trinca por Fadiga do aço inoxidável Duplex UNS S31803**. Tese de doutorado-Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006.
- MAEHARA, Y; KOIKE, M; FUJINO, N; KUNITAKE, T. Precipitation of σ Phase in a 25Cr-7Ni-3Mo Duplex Phase Stainless Steel. **Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan**, v. 23, n 3,p. 240-246, 1983.
- MAGNABOSCO, R. Kinetics of Sigma Phase Formation in a Duplex Stainless Steel. **Materials Research**, v. 12, p. 321-327, 2009.
- MAGNABOSCO, R.; de ÁVILA, C. C.; RABECHINI, F. M. Influência do trabalho a frio na formação de fase sigma em aço inoxidável duplex. **Tecnol Metal. Mater. Miner.** v. 9, n.3, p190-196. 2012
- MARQUES, F., da SILVA, W. M., PARDAL, J. M.; TAVARES, S.S.M., SCANDIAN, C. Influence of heat treatments on the micro-abrasion wear resistance of a superduplex stainless steel. **Wear**. v. 271, p. 1288– 1294, 2011.
- MARTINS, M.; BONAVINA, L. F. Efeito da Temperatura na Microestrutura do Aço ASTM A890 Grau 6A. ANAIS: 58° CONGRESSO ANUAL DA ABM , Rio de Janeiro.2003.

- 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.
- MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZKA, J. Magnetic investigation of the effect of α' -martensitic on the properties of austenitic stainless steel. **Journal of Materials technology**. v.161.ed. 162-168. 2005.
- MODENESI, P. J. Soldabilidade dos aços Inoxidáveis. **Coleção Tecnológica da Soldagem**. São Paulo, SENAI-SP, v.1, 2001.
- MONTGOMERY, D. C; RUNGER, G. C. **Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros**. 2 ed., LTC, Rio de Janeiro, 2003. 463 p.
- MUTHUPANDI, V., BALA SRINIVASAN, P., SESHADRI, S.K., SUNDARESAN S. Effect of weld chemistry and heat input on the structure and properties of duplex stainless steel welds. **Materials Science and Engineering**, v. 358, n. 1-2, p.9-16- 2003
- NETO, M. A. M; SOBRAL, A. V. C. Caracterização Microestrutural do Aço Inoxidável Duplex. Anais: CONFERÊNCIA SOBRE TECNOLOGIA DE MATERIAIS, 6, 2002, Salvador, p.1-9, 2002.
- NILSON, J. O. Super duplex stainless steels. **Materials Science of technology**, v.8, n. 8, p.685-700,1992.
- NOORDIN, M.Y.; VENKATESH, V.C.; SHARF, S.; ELTING, S.; ABDULLAH, A. Application of Response Surface Methodology in Describing the Performance of Coated Carbide Tools when Turning AISI-1045 Steel. **Journal of Materials Processing Technology**, v.145, n.1, p.46-58, 2004.
- NORMANDO, P. G.; MOURA, E. P.; SOUZA, J. A.; TAVARES, S. S. M.; PADOVESE, L. R. Ultrasound, eddy current and magnetic Barkhausen noise as tools for sigma phase detection on a UNS S31803 duplex stainless Steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, n. 12, p.2886-2891,2010.
- PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades**. Hemus Livraria, Distribuidora e Editora, São Paulo, 2007. 349 p.

- PADILHA, A. F.; SICILIANO Jr., F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. 3.ed. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais- ABM, São Paulo, 2005.232 p.
- 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.
- 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.
- PANDYA, S.; RAMAKRISHNA, K. S.; ANAMALAI, A.R.; UPADHYAYA, A. Effect of sintering temperature on the mechanical and electrochemical properties of austenitic stainless steel. **Materials Science and Engineering A**. v.556, p.271-277, 2012.
- PANOSSIAN, Z. **Corrosão e Proteção Contra Corrosão em Equipamentos e Estruturas Metálicas**. v. 2, IPT, São Paulo, 1993.
- PARDAL, J. M. **Efeitos dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas, magnéticas e na resistência a corrosão de aços inoxidáveis superduplex**. Tese de Doutorado – Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2009.
- PINTO, D. F. **Comportamento em Corrosão sob Tensão de um aço Inoxidável Ferrítico AISI 444 Soldado com Aço Inoxidável Austenítico AISI 316LSi em meios Contendo Cloretos**. Dissertação de Mestrado- Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2006.
- 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 precipitations on the properties of duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 58, n.1, p. 65–71, 2007.
- REED-HILL, R. E. **Princípios de metalurgia física**. Editora Guanabara Dois S.A., Rio de Janeiro, 2ªEd, 1982.

- REICK, W.; POHL, M.; PADILHA, A. F. Recrystallization-transformation combined reactions during annealing of a cold rolled ferritic-austenitic duplex stainless steel. **ISIJ International**, v. 38, n.6, p. 567–571, 1998.
- RIBEIRO, F. A.; SANTOS, H. Modificações da composição química do aço inoxidável duplex vazado 25Cr-6Ni-3Mo-3Cu para melhoria da resistência à corrosão por picadas. **Ciência & Tecnologia dos Materiais**, v. 21, n. 1/2, p. 68–83, 2009.
- SAKLAKOGLU, I. E.; SAKLAKOGLU, N.; SHORT, K.T.; COLLINS, G.A. Characterization of austenitic stainless steel after plasma immersion nitrogen and carbon implantation. **Materials & Design**. v.28, n.5, p 1657-1663. 2007.
- SENATORE, M.; FINZETTO, L.; PEREA, E. Estudo Comparativo entre os Aços Inoxidáveis Dúplex e os inoxidáveis AISI 304L/316L. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v.60, n.1 p.175-181, 2007.
- SHACKELFORD, J. F., **Ciência dos Materiais**. 6 ed., Pearson Prentice Hall, São Paulo, 2010.
- SILVA, A. L. V. C.; MEI, P. R. **Aços e ligas especiais**, Editora Edgard Blucher, São Paulo, 2006.
- SPALDIN, N. A. **Magnetic Materials Fundamentals and Device Applications**. Cambridge University Press, Cambridge, 2003.
- SPENCER, K.; VÉRON, M.; YU-ZHANG, K.; EMBURY, J. D. The strain induced martensite transformation in austenitic stainless steels. Part 1- Influence of temperature and strain history. **Materials Science and Technology**. v.25, n.1, p.7-17. 2009.
- TALONEM, J.; ASPERGREN, P.; HÄNNINEN, H. Comparison of different methods for measuring strain induced α' martensitic in austenitic stainless steels. **Materials Science and Technology**. v.20, n.12, p.1506-1512. 2004.
- TALONEM, J.; HÄNNINEN, H. Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels. **Acta Materialia**. v.55, n.18, p 6108-6118, 2007.

- TAVARES, S. S. M.; PARDAL, J. M.; GUERREIRO, J.L.; GOMES, A.M.; Da SILVA, M.R. Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803. **Journal of magnetism and magnetic Materials**. v.322, n. 17, p. L29-L33, 2010.
- TAVARES, S. S. M.; SILVA, M. R. ; PARDAL, J. M.; ABREU, H. F. H.; GOMES, A.M. microstructural changes produced by plastic deformation in the UNS S31803 duplex stainless steel. **Journal of Materials technology**, v.180, n. 1-3, p. 318-322, 2006.
- TAVARES, S.S.M., FRUCHART, D.; MIRAGLIA, S. A magnetic study of the reversion of martensite α' in a 304 stainless steel. **Journal of Alloys and Compounds**.v.307, n. 1-2, p. 311-317, 2000.
- TERADA, M.; PADILHA, A. F.; SIMÕES, A. M. P.; De MELO, H. G.; COSTA, I. Use of SECM to study electrochemical behavior of DIN 1.4575 superferritic stainless steel aged at 475°C. **Materials and Corrosion**, v.60, n.11, p.889-894, 2009.
- THORVALDSSON, T.; ERIKSSON, H.; KUTKA, J.; SALWÉN, A. Influence of microstructure on mechanical properties of a duplex stainless steel. In: CONFERENCE PROCEEDINGS THE INSTITUTE OF METALS, London: Stainless steels, p. 101-105, 1984.
- TSAI, T. W.; CHOU, S. L. Environmentally assisted cracking behavior of duplex stainless steel in concentrated sodium chloride. **Corrosion Science**, v.42, n.10, p.1741-1762, 2000.
- VILLANUEVA, D. M. E.; JUNIOR, F. C. P.; PLAUT, P. L.; PADILHA, A. F. Comparative study on sigma phase precipitation of three types of stainless steels: austenitic, superferritic and duplex. **Materials Science and Engineering A**, v. 22, n. 9, p. 1098-1104, 2006.
- WAYMAN, C. M. The Phenomenological Theory of Martensite Crystallography: Interrelationships. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v. 25, n. 9, p. 1787-1795. 1994.
- WEISS, B.; STICKLER R. Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel. **Metallurgical Transactions**, v. 3, n.4, p. 851-866, 1972.

WU, F.C. Optimization of correlated Multiple Quality Characteristics Using desirability Function. **Quality Engineering**. v.17, n.1, p.119-126. 2004.

