CEFET/RJ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S32760 PRODUZIDO POR DIFERENTES ROTAS DE FABRICAÇÃO

Carlos Everson de Oliveira Teixeira

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Orientador: Humberto Nogueira Farneze, D.Sc.

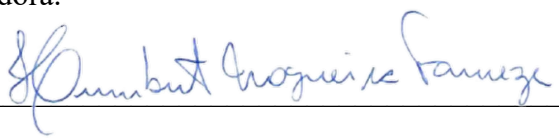
Rio de Janeiro
Junho de 2023

AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S32760 PRODUZIDO POR DIFERENTES ROTAS DE FABRICAÇÃO

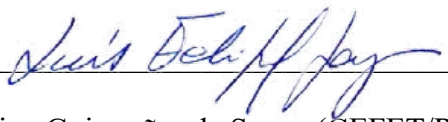
Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais, do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Carlos Everson de Oliveira Teixeira

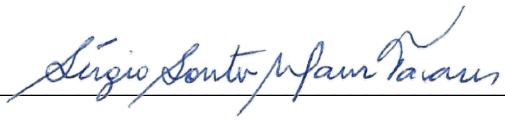
Banca Examinadora:



Presidente, Professor Dr.Humberto Nogueira Farneze (CEFET/RJ) (orientador)



Professor Dr. Luís Felipe Guimarães de Souza (CEFET/RJ)



Professor Dr. Sergio Souto Maior Tavares (UFF)



Professor Dr. André Rocha Pimenta (IFRJ)

Rio de Janeiro
Junho de 2023

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do CEFET/RJ

T266 Teixeira, Carlos Everson de Oliveira
Avaliação de propriedades do aço inoxidável superduplex uns S32760 produzido por diferentes rotas de fabricação / Carlos Everson de Oliveira Teixeira. — 2023.
162f.+ anexo : il. color. , enc.

Dissertação (Mestrado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, 2023.
Bibliografia : f. 154-162
Orientador: Humberto Nogueira Farneze

1. Aço inoxidável. 2. Aço – Tratamento térmico. 3. Aço – Propriedade mecânica. 4. Resistência de materiais. I. Farneze, Humberto Nogueira (Orient.). II. Título.

CDD 669.95142

Elaborada pela bibliotecária Tania Mello – CRB/7 nº 5507/04

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por ter me permitido concluir mais essa etapa na minha vida.

À minha família pelo apoio, suporte, paciência e encorajamento, em cada momento dessa jornada.

Ao meu orientador Prof. Dr. Humberto Nogueira Farneze pela dedicação, ajuda, orientação, incentivo e suporte durante o desenvolvimento dessa dissertação. Por estar sempre disposto a me ajudar a realizar essa pesquisa e por acreditar e mim.

Ao Prof. Dr. Luís Felipe, aos técnicos de laboratório Hiron e Marcelo do Laboratório de Materiais e ao Prof. Manuel Joaquim do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ), ao Francisco e Alan do Instituto Nacional de Tecnologia (INT), ao Franscisco do RIO LAB - phased ensaios, ao Dr. Leosdan Noris, Prof. Dr. Juan Manuel Pardal e ao Prof. Dr. Sérgio Souto Maior Tavares da Universidade Federal Fluminense (UFF), gradeço por todo o auxílio, suporte e contribuição durante as atividades, preparação das amostras e realização dos ensaios.

Ao Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ) e ao corpo docente do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais por todo ensinamento, e por contribuírem com a minha formação pessoa, acadêmica e profissional.

À CAPES e ao CEFET-RJ pela concessão da bolsa de estudo de mestrado.

À Villares Metals, Multialloy e SULZER por me fornecer os materiais usados nesse trabalho.

E a todas as pessoas que contribuíram, de forma direta ou indireta, para a conclusão desse trabalho.

MUITO OBRIGADO.

RESUMO

AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S32760 PRODUZIDO POR DIFERENTES ROTAS DE FABRICAÇÃO

Na família dos aços inoxidáveis superduplex (AISD) o UNS S32760 se destaca por apresentar uma excelente combinação de resistência mecânica, tenacidade ao impacto e resistência a corrosão localizada, superior à dos aços inoxidáveis comuns como o AISI 304L e AISI 317L. Devido a isso são vastamente utilizados em tubos para o transporte de óleo e gás, no setor *off shore*, em equipamentos sujeitos a contato com água salgada e a substâncias ricas em cloretos. Entretanto, o processamento aplicado a esse material para a produção de peças e componentes, resulta em mudanças microestruturais. Além disso, a exposição desse material a temperaturas acima de 300 ºC, que podem ser alcançadas em serviço, pode resultar na formação de fases secundárias, que podem afetar as propriedades supracitadas. Com base nisso, o presente trabalho visa avaliar os efeitos do processamento e do envelhecimento térmico nas propriedades do aço inoxidável superduplex UNS S32760. Para tal, o aço superduplex UNS S32760, em distintas condições (fundido, forjado e laminado), foi submetido a tratamentos térmicos de envelhecimento a 480ºC por 4h, 8h e 12h. A caracterização microestrutural foi feita por microscopias ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) com auxílio de um espectrômetro de dispersão de energia (EDS), ferritoscopia e medidas eletromagnéticas pelo uso da técnica de permeametria. As propriedades mecânicas foram avaliadas por ensaios de dureza e de tenacidade ao impacto, com posterior análise da fratura por imagens de MEV. A resistência a corrosão foi avaliada por ensaios de polarização potenciodinâmica cíclica em solução de 3,5% de NaCl e polarização eletroquímica de reativação cíclica (PERC) em solução contendo 2,5M H2SO4 + 0,1M KSCN + 1M NaCl. Os resultados obtidos indicaram que o aumento no tempo de envelhecimento não provocou alterações significativas na resistência a corrosão, entretanto promoveu uma maior precipitação de fases secundárias nas amostras forjadas, acarretando valores de tenacidade ao impacto abaixo do limite mínimo aceitável pela norma NORSOK M-601:2016.

Palavras-Chave: UNS S32760; Processamento; Envelhecimento térmico; Ensaios eletromagnéticos; resistência a corrosão.

ABSTRACT

EVALUATION OF PROPERTIES OF THE SUPERDUPLEX STAINLESS STEEL UNS S32760 PRODUCED BY DIFFERENT MANUFACTURING ROUTES

In the superduplex stainless steel (AISD) family, UNS S32760 stands out for presenting an excellent combination of mechanical resistance, impact toughness and resistance to localized corrosion, superior to common stainless steels such as AISI 304L and AISI 317L. Because of this they are widely used in pipes for the transportation of oil and gas, in the off shore sector, in equipment subject to contact with salt water and chloride rich substances. However, the processing applied to this material for the production of parts and components results in microstructural changes. In addition, the exposure of this material to temperatures above 300 ºC, which can be reached in service, can result in the formation of secondary phases, which can affect the aforementioned properties. Based on this, the present work aims to evaluate the effects of processing and thermal aging on the properties of UNS S32760 superduplex stainless steel. To this end, UNS S32760 superduplex steel, in different conditions (cast, forged, and rolled), was submitted to thermal aging treatments at 480ºC for 4h, 8h, and 12h. Microstructural characterization was done by light microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM) with the aid of an energy dispersive spectrometer (EDS), ferritoscopy and electromagnetic measurements by using the permeametry technique. The mechanical properties were evaluated by hardness and impact toughness tests, with subsequent fracture analysis by SEM images. The corrosion resistance was evaluated by cyclic potentiodynamic polarization tests in 3.5% NaCl solution and cyclic reactivation electrochemical polarization (PERC) in a solution containing 2.5M H2SO4 + 0.1M KSCN + 1M NaCl. The results obtained indicated that the increase in aging time did not cause significant changes in corrosion resistance, however, it promoted a greater precipitation of secondary phases in the forged samples, leading to impact toughness values below the minimum acceptable limit by NORSOK standard M-601:2016.

Keywords: UNS S32760; Processing; Thermal aging; Electromagnetic testing; Corrosion resistance.

SUMÁRIO

INTRODUÇÂO 22

CAPÍTULO 1 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 24

1.1 AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX (AID) E SUPERDUPLEX (AISD) 24

1.1.1 Histórico dos AID e AISD 24

1.1.2 Elementos de liga e seus efeitos 31

1.1.3 Principais Fases 35

1.1.4 Resistência Mecânica dos AID e AISD 57

1.1.5 Resistência a Corrosão dos AID e AISD 64

1.1.5.1 Corrosão Generalizada 65

1.1.5.2 Corrosão Localizada 67

1.2 O AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S32760 71

1.3 EFEITOS DOS PROCESSOS DE FABRICAÇÃO 77

1.4 CARACTERIZAÇÃO POR ENSAIO MAGNÉTICO 86

1.4.1 Noções básicas de magnetismo 86

1.4.2 Campo Magnético (H) 86

1.4.3 Indução magnética (B) 89

1.4.4 Susceptibilidade magnética (Xm) 91

1.4.5 Permeabilidade magnética (μ) 91

1.4.6 Magnetismo dos materiais..... 92

1.4.7 Domínios magnéticos 96

1.4.8 Curvas de histerese magnética 100

CAPÍTULO 2 – MATERIAIS E MÉTODOS 104

2.1 MATERIAIS..... 104

2.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS 104

2.3 TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO 105

2.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL 106

2.4.1 Microscopia Ótica (MO) 106

2.4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS) 106

2.4.3 Permeabilidade Magnética (Ferritoscópio) 107

2.4.4 Permeametria 108

2.5 ENSAIOS MECÂNICOS 110

2.5.1 Dureza (Vickers) 110

2.5.2 Ensaio de Impacto Charpy-V 110

2.5.3 Caracterização da superfície de fratura 111

2.6 ENSAIOS DE CORROSÃO 111

2.6.1 Ensaio de Polarização Potenciodinâmico Cíclico 111

2.6.2 Ensaio de Polarização Eletroquímica com Reativação Cíclica (PERC) 113

CAPÍTULO 3 – RESULTADOS E DISCUSSÃO 114

3.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL 114

3.1.1 Caracterização por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) com e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS) 114

3.1.2 Permeabilidade magnética (ferritoscópio) 126

3.1.3 Permeametria 128

3.2 ENSAIOS MECÂNICOS 134

3.2.1 Dureza (Vickers) 134

3.2.2 Tenacidade ao impacto (Charpy-V a - 46ºC) 137

3.2.3 Análise das superfícies de fratura 139

3.3 RESISTÊNCIA A CORROSÃO..... 143

3.3.1 Polarização Potenciodinâmico Cíclico 143

3.3.2 Polarização Eletroquímica com Reativação Cíclica (PERC) 146

CAPÍTULO 4 – CONCLUSÕES 151

CAPÍTULO 5 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 153

BIBLIOGRAFIA 154

ANEXO – PRODUÇÃO DA DISSERTAÇÃO 163

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 - Desenvolvimento de classes laminadas a quente em termos de nitrogênio versus teor de cromo e molibdênio..... 27
Figura 1.2 – Efeito de Níquel na microestrutural dos aços inoxidáveis 33
Figura 1.3 – Diagrama TTT para o surgimento de alguns precipitados no SAF 2507 ... 36
Figura 1.4– Diagrama do sistema binário Fe-Cr 40
Figura 1.5 – Imagem de MEV com elétrons retroespalhados do aspecto superficial do lean duplex 2404 após ensaio DL-EPR: (a) solubilizado (b) envelhecido a 475ºC por 2000 h 40
Figura 1.6 - Imagem de MEV com elétrons secundários da superfície de um AISD 2507 após ensaio DL-EPR: (a) solubilizado (b) envelhecido a 475 ºC por 50h 41
Figura 1.7 – Imagem de MET da matriz ferrítica de um AID 2205 envelhecido por 2000h à 475 41
Figura 1.8 – Efeito do teor de Cr e tempo de envelhecimento a 475ºC na dureza das ligas Fe-Cr 42
Figura 1.9 – Imagem de MEV com elétrons retroespalhados de um AID 2304 envelhecido (a) por 1 há 750ºC (b) por 1 h à 850ºC 43
Figura 1.10 – Imagem de MEV destacando a austenita secundária, em um inoxidável duplex 2205, após soldagem multipasse 44
Figura 1.11 – Precipitação de fase sigma (σ) na ferrita em um flange de AISD UNS 32750 na condição como recebido 46
Figura 1.12 – Microestrutura após envelhevimento a 800 ºC por (a) 1 min (b) 10 min e (c) 20 min (aumentado 200X) 47
Figura 1.13 – Curva TTT para inicio da formação da fase sigma, por diferentes tratamentos termicos 47
Figura 1.14 – Fases chi em imagem de MEV com elétrons retroespalhados de um AISD 2507 envelhecido por 5 minutos à 850 ºC 48
Figura 1.15 – Morfologia e distribuição dos precipitados em um AISD UNS 32750 após envelhecimento a 650 ºC por 120 minutos 49

Figura 1.16 – Fases chi e sigma em imagem de MEV com elétrons retroespalhados de um AISD 2507 envelhecido por 35 minutos a 850 ºC 49
Figura 1.17 – Fases chi e sigma em imagem de MEV com elétrons retroespalhados de um AID 2205 envelhecido por 10 minutos a 850 ºC 50
Figura 1.18 – Solubilidade do nitrogênio na ferrita e na austenita em função da temperatura 52
Figura 1.19 – Imagem de MEV de um AID 2304 envelhecido (a) por 1 hora a 750ºC (b) por 1 h a 850ºC 52
Figura 1.20 – Imagem de MEV de um lean duplex 2101 envelhecido por 90 minutos a 750 ºC (a) e por 3 horas a 850 ºC 53
Figura 1.21 – Curvas TTT da liga UNS S32404 54
Figura 1.22 – Imagens de MET mostrando carbetos $M_{23}C_6$ precipitados na interface δ/γ de um SAF 2205 envelhecido a 800 ºC (a) por 15 minutos (b) por 30 minutos 54
Figura 1.23 - Mecanismo do fenômeno de sensitização 55
Figura 1.24 – Imagem de Microscopia Óptica de corrosão intergranular em um S32654 envelhecido a 1000 ºC após ensaio de DL-EPR: (a) como recebido (b) 5 minutos (c) 12 horas 55
Figura 1.25 – Imagem de MET de um SAF 2205 envelhecido à 800 ºC por 1 hora mostrando (a) carbeto M23C6 lamelar na interface δ/γ (b) carbeto $M_{23}C_6$ tipo “larva” na interface δ/γ 56
Figura 1.26 – Imagem de MET de Nanoparticulas de ε-Cu observadas em um AISD UNS 32520 envelhecido a 600 ºC por 1 hora 57
Figura 1.27 – Influência da temperatura nas propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis 60
Figura 1.28 – Efeito de adições de cobre nas propriedades mecânicas do aço UNS S32304 envelhecida a 400ºC por 5h 61
Figura 1.29 – Limite de resistência de diferentes aços inoxidáveis em função da deformação a frio 62
Figura 1.30 – Efeito do trabalho a frio, nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex 2205 62
Figura 1.31 – Corrosão generalizada ou uniforme em chapa de aço carbono 65

Figura 1.32 – Curvas de isocorrosão de aços inoxidáveis em ácido sulfúrico (0,1 mm/ano) 66
Figura 1.33 – Curvas de isocorrosão de aços inoxidáveis em ácido clorídrico (0,1 mm/ano) 67
Figura 1.34 – Corrosão por pites 68
Figura 1.35 – Comparação das temperaturas críticas de corrosão por frestas (*CCT*) e de corrosão por pites (*CPT*) de diversos materiais, em uma solução de FeCl3 por 24 h 70
Figura 1.36 – Formação de pite na superfície de um AID 2205 após ensaio de corrosão segundo a ASTM G48 a 40ºC 71
Figura 1.37 – Determinação de temperatura crítica de pite de um UNS S32760 em barra e placa em solução de 6% de $FeCl_3$ 74
Figura 1.38 – Temperatura crítica de pite de um UNS S32760 em função do tempo de envelhecimento a 450 ºC 74
Figura 1.39 – Valores das medidas de dureza (HV) obtidos para um UNS S32760 tratadas isotermicamente a (a) 1050ºC (b) 1150ºC por diferentes períodos 75
Figura 1.40 – Curvas de tensão-deformação do aço UNS S32760 forjado e solubilizado em diferentes tempos e temperaturas de solubilização 76
Figura 1.41 – Processo de fundição 78
Figura 1.42 – Exemplos de peças fundidas acabadas e semiacabadas 78
Figura 1.43 – Lingote fundido 78
Figura 1.44 – Processo de formação e crescimento de dendritas 79
Figura 1.45 – Possíveis microestruturas de um lingote fundido solidificado 79
Figura 1.46 – Microestrutura de um AISD 2507 fundido (grau 5A) composta por ferrita (fase escura) e austenita (fase clara) 80
Figura 1.47 – Representação esquemática do processo de laminação 81
Figura 1.48 – Representação do alongamento dos grãos durante a laminação a frio 81
Figura 1.49 – Microestrutura de um AISD UNS S32760 laminado composta por uma matriz ferritica (fase escura) e ilhas alongadas de austenita (fase clara) 82
Figura 1.50 – Microestrutura de um UNS S32760 laminado com matriz ferritica (fase escura) e ilhas de austenita (fase clara) 82

Figura 1.51 – Processo de forjamento 83
Figura 1.52 – Representação do processo de forjamento em matriz aberta 84
Figura 1.53 – Representação do processo de forjamento em matriz fechada 85
Figura 1.54 – Microestrutura de um UNS S32760 forjado e tratado isotermicamente a 1150°C por 240 minutos 85
Figura 1.55 – Linhas de força de um campo mangético: a) Ao redor de um candutor de corrente elétrica; b) Ao redor de um imã de barra 87
Figura 1.56 – Sentido das linhas de campo magnético em um imã permanente 87
Figura 1.57 - Ação do campo magnético gerado por imã permanente, sobre partículas de ferro dispersas 88
Figura 1.58 – Dipolo magnético 88
Figura 1.59 - Campo magnético (H) gerado por corrente elétrica fluindo em um condutor (solenoide) 89
Figura 1.60 - Configuração do dipolo atômico para um material diamagnético com e sem campo magnético 93
Figura 1.61 - Configuração de dipolo atômico com e sem um campo magnético externo para um material paramagnético 94
Figura 1.62 - Configuração esquemática do alinhamento mútuo de dipolos atômicos para um material ferromagnético, que existirá mesmo na ausência de um campo magnético externo 95
Figura 1.63 - Curvas B *x* H de três materiais, um diamagnético (linha verde), um paramagnético (linha marrom) e um ferromagnético (linha vermelha). A linha azul é a resposta de B no ar 95
Figura 1.64 – Representação esquemática dos domínios magnéticos em um material ferromagnético; as setas representam os dipolos magnéticos atómicos e as linhas azuis representam os limites dos domínios (paredes dos domínios) 97
Figura 1.65 – Variação gradual na orientação do dipolo magnético através da parede de um domínio 97
Figura 1.66 – Representação das orientações de magnetização dos domínios magnéticos dispostos aleatoriamente em um material ferromagnético policristalino 98
Figura 1.67 – Estrutura dos domínios magnéticos de um aço inoxidável duplex 7MoPLUS solubilizado a 1100 ºC por 1hora 98

Figura 1.68 – Crescimento e rotação dos domínios na curva da densidade de fluxo B em função de um campo magnético H externo para um material ferromagnético, inicialmente não magnetizado 99
Figura 1.69- Densidade do fluxo magnético (B) em função da intensidade do campo magnético (H) para um material ferromagnético que está sujeito às saturações avante e reversa, respectivamente os pontos S e S'. A remanência (Br) e a força coercitiva (Hc) também estão mostradas 100
Figura 1.70 - Laços de histerese abaixo da saturação magnética para materiais ferromagnéticos 102
Figura 1.71 - Curvas de magnetização esquemáticas para materiais magnéticos moles e duros 103
Figura 2.1 – Princípio de funcionamento do ensaio de ferritoscopia 107
Figura 2.2 - Ferritoscópio FMP30 da marca FERITSCOPE 108
Figura 2.3 – Aparato experimental com a sonda utilizada para medição dos valores de fluxo magnético (BarkTech) 109
Figura 2.4 – Realização da medição dos Ciclos de Histerese magnético locais 110
Figura 2.5 - Montagem da célula Eletrolítica Ensaio de polarização Potenciodinâmico Cíclico 112
Figura 2.6 – Montagem da célula Eletrolítica Ensaio de Polarização Eletroquímica com Reativação Cíclica 113
Figura 3.1 – Imagem do AISD UNS S32760 laminado como recebido (LM0). (a) por microscopia óptica (MO) (b) por microscopia eletrônica de varredura (MEV) 115
Figura 3.2 – Imagem do AISD UNS S32760 laminado e envelhecido a 480 ºC por 4 horas (LM4) (a) por microscopia óptica (MO) (b) por microscopia eletrônica de varredura (MEV) 115
Figura 3.3 – Imagem do AISD UNS S32760 laminado e envelhecido a 480 ºC por 8 horas (LM8) (a) por microscopia óptica (MO) (b) por microscopia eletrônica de varredura (MEV) 116
Figura 3.4 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 laminado e envelhecido a 480 ºC por 12 horas (LM12) (a) por microscopia óptica (MO) (b) por microscopia eletrônica de varredura (MEV) 116

Figura 3.5 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 fundido como recebida (FD0) (a) por microscopia óptica (b) por microscopia eletrônica de varredura 118
Figura 3.6 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 fundido e envelhecido a 480 ºC por 4 horas (FD4) (a) por microscopia óptica (b) por microscopia eletrônica de varredura 119
Figura 3.7 – Colônias de Cr_2N no interior da ferrita em um UNS S32750 observado por MEV 119
Figura 3.8 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 fundido e envelhecido a 480 ºC por 8 horas (FD8) (a) por microscopia óptica (b) por microscopia eletrônica de varredura 120
Figura 3.9 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 fundido e envelhecido a 480 ºC por 12 horas (FD12) (a) por microscopia óptica (b) por microscopia eletrônica de varredura 120
Figura 3.10 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 forjado como recebido (FJ0) (a) por microscopia óptica (MO) (b) por microscopia eletrônica de varredura (MEV) . 122
Figura 3.11 – Austenita secundária em um aço Inoxidável Duplex SAF 2205 122
Figura 3.12 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 forjado e envelhecido a 480 ºC por 4 horas (FJ4) (a) por microscopia óptica (b) por microscopia eletrônica de varredura 123
Figura 3.13 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 forjado e envelhecido a 480 ºC por 8 horas (FJ8) (a) por microscopia óptica (MO) (b) por microscopia eletrônica de varredura (MEV) 123
Figura 3.14 – Imagem da área em destaque com um retângulo na cor branca na Figura 3.13 obtida por MEV referente a amostra FJ8 124
Figura 3.15 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 forjado e envelhecido a 480 ºC por 12 horas (FJ12) (a) por microscopia óptica (b) por microscopia eletrônica de varredura 125
Figura 3.16 – Imagem da área em destaque com um retângulo na cor branca na Figura 3.15 obtida por MEV referente a amostra FJ12 125
Figura 3.17 - Fração volumétrica da fase ferrita (δ) do UNS S 32760 fundido, forjado e laminado 127

Figuras 3.18 – Ciclos de histerese magnéticas das amostras (a) fundidas (b) forjadas e (c) laminadas como recebidas e envelhecidas a 480 ºC por 4 horas, 8 horas e 12 horas 129
Figura 3.19 – Variação de indução de remanência (Br) dos aços UNS S32760 nas diferentes condições de processamento, em função dos tempos de envelhecimento a 480 ºC 132
Figura 3.20 - Variação de campo coercitivo (Hc) dos aços UNS S32760 nas diferentes condições de processamento, em função dos tempos de envelhecimento à 480 ºC 133
Figura 3.21 - Variação da indução magnética máxima (Bmax) dos aços UNS S32760 nas diferentes condições de processamento, em função dos tempos de envelhecimento a 480 ºC 134
Figura 3.22 – Curvas de durezas do AISD UNS S32760 para cada condições de processamento em função do tratamento térmico 135
Figura 3.23 – Curvas de tenacidade ao impacto Charpy-V a - 46 ºC do UNS S32760 nas condições analisadas 138
Figura 3.24 – Micrografia da superfície fraturada após ensaio de Charpy-V a -46°C das amostras fundidas (a) FD0 (b)FD4 (c) FD8 (d) FD12 141
Figura 3.25 – Micrografia da superfície fraturada após ensaio de Charpy-V a -46°C das amostras forjadas (a) FJ0 (b) FJ4 141
Figura 3.26 – Micrografia da superfície fraturada após ensaio de Charpy-V a -46°C das amostras forjadas (a) FJ8 (b) FJ12 142
Figura 3.27 – Micrografia da superfície fraturada após ensaio de Charpy-V a -46°C das amostras laminadas (a) LM0 (b) LM4 (c) LM8 (d) LM12..... 142
Figura 3.28 - Curvas de potencial de formação de pite das amostras (a) fundidas (b) forjadas e (c) laminadas 145
Figura 3.29 - Curva de polarização para as amostras fundidas. (a) como recebida (b) com tratamento térmico por 4 horas (c) com tratamento térmico por 8 horas (d) com tratamento térmico por 12 horas 148
Figura 3.30 - Curva de polarização para as amostras forjadas (a) como recebida (b) com tratamento térmico por 4 horas 148
Figura 3.31 - Curva de polarização para as amostras forjadas (a) com tratamento térmico por 8 horas (b) com tratamento térmico por 12 horas 149

Figura 3.32 - Curva de polarização para as amostras laminadas (a) como recebida (b) com tratamento térmico por 4 horas (c) com tratamento térmico por 8 horas (d) com tratamento térmico por 12 horas 149
Figura 3.33 – Graus de sensitização das amostras fundidas, forjadas e laminadas, nas distintas condições de tratamento térmico 150

LITA DE TABELAS

Tabela 1.1 - Composição química (% em peso) de aços inoxidáveis Duplex trabalhados e fundidos..... 29
Tabela 1.2 – Nomes comerciais usuais, designação segundo normas e PRE de diversos AID trabalhados..... 30
Tabela 1.3 - Características cristalográficas das partículas observadas em AID e AISD..... 37
Tabela 1.4 – Propriedades de tração mínimas e durezas máximas à temperatura ambiente de aços inoxidáveis solubilizados e trabalhados 59
Tabela 1.5 - Comparação da ductilidade dos aços inoxidáveis duplex e austeníticos de acordo com os requisitos da ASTM A 240 e EN 10088-2 63
Tabela 1.6 – Composição química típica do AISD UNS S32760 trabalhado e fundido 72
Tabela 1.7 - Nomenclaturas do aço Inoxidável Superduplex UNS S 32760 por diferentes Normas 72
Tabela 1.8 – Propriedades mecânicas de um UNS S32760 trabalhado baseado na ASTM A 240 75
Tabela 1.9 – Magnitudes magnéticas e suas unidades 90
Tabela 2.1 – Características dos materiais recebidos 104
Tabela 2.2 – Composições químicas dos materiais recebidos (% em peso). (Fe) balanço 104
Tabela 2.3 – Identificação de cada amostra analisada 105
Tabela 2.4 - Reagente utilizado para revelar características microestruturais 106
Tabela 3.1 – Análise semiquantitativa por EDS da amostra LM4 (em % massa) 116
Tabela 3.2 – Composição química das fases identificadas por EDS da Figura 3.14 (% peso) 124
Tabela 3.3 – Composição química das fases identificadas por EDS da Figura 3.16 (% peso) 126
Tabela 3.4 - Fração volumétrica da fase ferrita (δ) do UNS S 32760 fundido, forjado e laminado 126

Tabela 3.5 -Valores de indução magnética máxima (Bmáx), indução de remanência (Br) e campo coercitivo (Hc) das amostras fundidas, forjadas e laminadas, nas diferentes condições de tratamento térmico 130

Tabela 3.6 - Medidas de durezas do AISD UNS S32760 para cada condições de processamento em função do tratamento térmico 135

Tabela 3.7 – Valores médios de tenacidade ao impacto medidos com desvio padrão 137

Tabela 3.8 - Parâmetros obtidos das curvas de polarização potenciodinâmica cíclica das amostras nas distintas condições 146

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AISD - Aço inoxidável superduplex

AOD - Descarburação de Oxigênio com Argônio

ASME - American Society of Mechanical Engineers

ASTM – American Society for Testing and Materials

B – Indução Magnética

Bmáx – Campo de indução máxima

Br – Campo de indução remanente ou Indução de remanência

Bs – Densidade de fluxo de saturação

CCC – Cúbica de Corpo Centrado

CFC – Cúbica de Face Centrada

CPT - Temperatura crítica por pites

Cr_2N – Nitreto de cromo

Creq – Cromo equivalente

DL-EPR - Double Loop Eletrochemical Potenctiokinetic Reactivation

EDS – Energy-dispersive X-ray spectroscopy (Espectroscopia por Dispersão de Energia)

EN - Norma europeia

Epite - Potencial de pites

Epp - Potencial de repassivação

Erep - Potencial de repassivação

H – Campo magnético

Hc – Campo coercitivo

Hmáx – Campo máximo

HV - Dureza Vickers

M – Intensidade da magnetização

MET - Microscopia Eletrônica de Transmissão

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

MO - Microscopia Óptica

Nieq – Níquel equivalente

PERC - Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica

PREN - Índice de Resistência Equivalente à Corrosão por Pite

SE – Secondary electrons

α’ – Fase alfa linha

γ – Fase austenita

γ_2 – Fase austenita secundária

δ – Fase ferrita delta

μ – Permeabilidade magnética

σ – Fase sigma

χ – Fase chi

χm – Susceptibilidade Magnética

INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex (AID) e superduplex (AISD), são vastamente utilizados no setor *offshore*, em processos industriais e na indústria de óleo e gás, devido a sua excelente combinação de resistência mecânica e resistência a corrosão, superiores ás dos aços inoxidáveis comuns, principalmente em ambientes mais corrosivos (FRANCIS; BYRNE, 2016; IMOA, 2014). Suas propriedades superiores, são atribuídas a sua microestrutura duplex, composta por ferrita (δ) e austenita (γ), em proporções aproximadamente iguais, fornecendo aos AID e AISD propriedades da ferrita e da austenita (VARGAS et al., 2021). Esses aços são geralmente utilizados na condição solubilizada, onde devem ser submetidos a condições de temperatura e tempo suficientes para dissolver possíveis fases secundárias, e posteriormente resfriados rapidamente em água, para permitir uma homogeneidade na ferrita e austenita (FRANCIS; BYRNE, 2016).

Embora os AID e AISD apresentam uma ótima combinação de propriedades, quando são submetidos à altas temperaturas (300 a 1000ºC), como as temperaturas encontradas durante o processamento ou durante o serviço, podem apresentar a precipitação de diversas fases secundárias, como a fase sigma (σ), fase Chi (x), fase R e fase alfa linha (α'). Tais fases tendem a afetar as propriedades dos AID e AISD, comprometendo seu desempenho em serviço (GUNN, 2003; IMOA, 2014). A exposição desses aços a temperaturas na faixa de 300 a 550 ºC, de forma prolongada, pode resultar em uma fragilização causada pela precipitação da fase alfa linha (α'). Essa fase é caracterizada por um progressivo endurecimento, aumento do limite de resistência, drástica redução da tenacidade e da resistência a corrosão (principalmente à corrosão por pites). Como a taxa de fragilização causada por essa fase é mais alta a uma temperatura de 475 ºC, esse fenômeno de fragilização é conhecido por "fragilização a 475 ºC" (GUNN, 2003; STEUDEL, 2018; VARGAS et al., 2021).

Além da temperatura, as etapas de processamento necessárias para a produção de peças, componentes e acessórios de AID e AISD, que podem compreendem processos de conformação mecânica, solidificação e tratamentos térmicos, tendem a resultar em mudanças microestruturas, desequilíbrio entre as fases (ferrita e austenita), alterações nas propriedades e ocasionar a precipitação de fases prejudiciais nessas ligas.

Existem uma vasta literatura, abordando ensaios de corrosão, mudanças microestruturais, fadiga, tratamentos térmicos e técnicas de soldagem em ligas AID e AISD (LEE et al., 1999; OTÁROLA et al., 2005; PARDAL, 2009; PIRES, 2017; RAHA, 2018). Entretanto, de maneira geral, a literatura ainda é bastante limitada, no que se refere a como o processamento pode influenciar os resultados desses mesmos ensaios.

Nesse sentido, o presente trabalho ganha contornos ainda mais relevantes, não só para o setor *offshore* e naval, mas para todos os setores que necessitam desse tipo de material, uma vez que busca desenvolver uma melhor compreensão dos efeitos produzidos pelo processamento na microestrutura e nas propriedades dessas ligas, permitindo avaliar a condição de processamento mais adequada em determinadas condições de serviço.

À vista disso, o objetivo desse trabalho converge para avaliação da influência do processo de fabricação (fundição, laminação e forjamento) e do tratamento térmico nas propriedades mecânicas, propriedades magnéticas e resistência a corrosão, no aço inoxidável superduplex UNS S32760, quando submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 480 ºC por diferentes períodos.

CAPÍTULO 1
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1.1 AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX (AID) E SUPERDUPLEX (AISD)

1.1.1 Histórico dos AID e AISD

Os aços inoxidáveis possuem como base um sistema Fe-Cr ou Fe-Cr-Ni, com no mínimo 10,5% de Cr (cromo) em solução solida. Quando exposto à ambientes contendo oxigênio, esse tipo de liga forma uma camada passiva de óxido de cromo, que impede o contato do metal base com a atmosfera corrosiva, dessa forma protegendo-o contra a oxidação. Diferentemente de outros materiais, nos quais a classificação e feita com base na composição química, no caso dos aços inoxidáveis a classificação é feita de acordo com sua microestrutura. Dessa forma, os aços inoxidáveis podem ser classificados em cinco famílias distintas: ferríticos, martensíticos, austeníticos, endurecíveis por precipitação e duplex (DAMIN et al., 2017)

Os primeiros aços inoxidáveis foram desenvolvidos durante as primeiras décadas do século vinte no Reino Unido e na Alemanha. Os aços inoxidáveis martensíticos (Fe-Cr) e ferríticos (Fe-Cr) foram os primeiros a serem desenvolvidos, e posteriormente os aços inoxidáveis austenítícos (Fe-Cr-Ni), que logo se tornaram o maior grupo entre os aços inoxidáveis (GUNN, 2003).

Segundo Smuk (2004), um aço inoxidável duplex (AID) pode ser definido como uma liga com uma microestrutura composta por ferríta (δ) e austeníta (γ), em proporções aproximadamente iguais. Os aços inoxidáveis duplex (AID), possuem baixo teor de carbono e uma composição química balanceada, sendo ligados principalmente com Cr (18-27%), Ni (4-7%) e Mo (0 – 4%). Essa composição é o que permite a obtenção da microestrutura mista, composta por ferrita (δ) e austenita (γ), que resulta na ótima combinação de propriedades, como uma boa resistência a corrosão, alta resistência mecânica, boa tenacidade ao impacto e facilidade de fabricação (DAMIN et al., 2017; GUNN, 2003).

Para se obter a estrutura bifásica de um AID e AISD (austenita e ferrita), é necessário um equilíbrio na composição química, que pode ser obtido a partir dos conceitos de cromo equivalente (Cr_{eq}) e níquel equivalente (Ni_{eq}). Sendo cromo equivalente (Equação 1.1), o grupo de elementos que estabilizam a fase ferrítica, e níquel equivalente (Equação 1.2), o conjunto de elementos que estabilizam a fase austenítica (IMOA, 2014), onde:

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1,5 \times \%Si + 0,5 \times Nb \quad (1.1)$$

$$Nieq = \%Ni + 30 \times (\%C + \%N) + 0,5 \times Mn \quad (1.2)$$

A primeira referência a uma liga duplex surgiu em 1927, quando Bain e Griffith publicaram dados sobre uma liga com uma estrutura contendo duas fases: ferrita (δ) e austenita (γ), em quantidades significativas. Nos anos seguintes, tal liga foi vastamente explorada, inicialmente na forma fundida na França, Alemanha, Suécia e EUA (DAMIN et al., 2017; GUNN, 2003).

Em 1929, começou a produção de uma liga duplex denominado 453E, com aproximadamente 25%Cr – 5%Ni, que foi possivelmente a primeira liga duplex comercial. Posteriormente, em 1932 e 1933, a liga 453S começou a ser comercializada, sendo uma evolução da 453E, apresentando uma composição com 25%Cr – 5%Ni – 1%Mo, que foi vastamente utilizada em peças forjadas e fundidas (GUNN, 2003).

Em 1930 na Suécia, foram fabricados os primeiros AID trabalhados, e foram empregados na indústria de papel celulose, desenvolvidos especialmente para reduzir os problemas com corrosão intergranular nos primeiros aços inoxidáveis austeníticos com alto teor de carbono. Naquele mesmo ano, na Finlândia, foram produzidas peças fundidas de AID, mas uma patente só foi concedida em 1936, sendo precursor do produto comercial hoje conhecido como URANUS 50 (IMOA, 2014).

Um dos primeiros tipos de AID desenvolvidos com maior resistência a corrosão sob tensão induzida por cloreto foi o 3RE60. Nos anos seguintes, os AID laminados e fundidos foram usados para uma série de aplicações na indústria de processamento, incluindo tanques, trocadores de calor e bombas (DAMIN et al., 2017; IMOA, 2014).

No final dos anos 1940, foi desenvolvida uma nova família de aços inoxidáveis duplex, que apresentava na sua composição, a adição de cobre, que aumentava a resistência a corrosão em ambientes mais agressivos. Tal liga, foi patenteada e comercializada simultaneamente na França, Suécia e EUA (GUNN, 2003).

Esses primeiros AID são considerados de primeira geração, caracterizando-se por apresentar bom desempenho, entretanto possuem limitações nas regiões soldadas. A zona termicamente afetada (ZTA) tinha baixa tenacidade e baixa resistência a corrosão, quando comparada ao metal base. Estas limitações, restringiam o uso da primeira geração de AID, geralmente na condição de não-soldados, a algumas poucas aplicações específicas (IMOA, 2014).

Entre os anos 1960 e 1970, houve um grande crescimento no uso e no desenvolvimento dos AID, que pode ser atribuído principalmente a dois fatores: Primeiro, uma escassez de Ni, que elevou os preços das ligas austeníticas, combinada com um aumento da atividade *offshore* que necessitava de materiais inoxidáveis mais resistentes a corrosão, em ambientes mais corrosivos, boa trabalhabilidade e alta resistência mecânica. Segundo, a introdução de melhores práticas de refino como *Argon Oxygen descarburization (AOD) e Vacuum Oxygen Descarbunization (VOD),* que representaram uma melhora drástica nos processos de produção, o que permitiu um AID com menores teores de carbono, enxofre e oxigênio, e um maior controle da composição, possibilitando assim a adição do nitrogênio como elemento de liga, ampliando o campo de aplicação dos novos AID (BARBOSA; SOKOLOWSKI, 2013; DAMIN et al., 2017; GUNN, 2003; IMOA, 2014)

A segunda geração dos AID, foi marcada pela adição de nitrogênio como elemento de liga. A adição desse elemento nos AID, permite que a tenacidade da ZTA e a resistência a corrosão da solda, sejam similares às do metal base. Além disso, o nitrogênio estabiliza a austenita em altas temperaturas, o que reduz a velocidade da formação de fases secundárias. Tal estabilidade em altas temperaturas, permitiu a conformação a quente dos AID, especialmente a laminação a quente, tornando possível a produção de peças trabalhadas, como chapas e bobinas laminadas a quente (GUNN, 2003; SMUK, 2004).

No final dos anos 1970, o AID 2205 foi produzido, e se tornou o carro chefe dessa nova geração de AID, e foi amplamente utilizado em tubulações de linhas de gás e

aplicações de processos nas plataformas *offshore.* A alta resistência mecânica desses aços, permitiu a possibilidade de componentes com paredes mais finas, resultando em um menor peso nas plataformas (IMOA, 2014). Além disso, o AID 2205 já não era sensível a corrosão intergranular após a soldagem, devido a sua composição química balanceada e a adição de nitrogênio como elemento de liga, como pode ser observado na Figura 1.1 (GUNN, 2003).

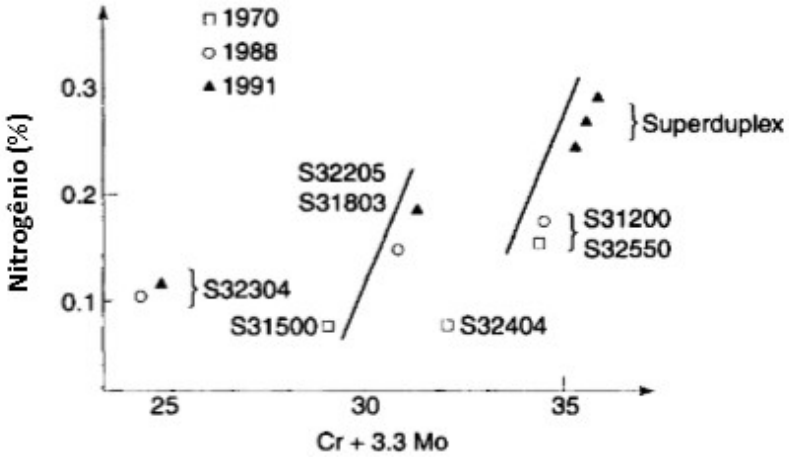


Figura 1.1 - Desenvolvimento de classes laminadas a quente em termos de nitrogênio versus teor de cromo e molibdênio (GUNN, 2003).

No final dos anos 1980, uma nova família de aços duplex foi desenvolvida. Esses novos aços eram mais ligados, e apresentavam uma maior resistência a corrosão, principalmente corrosão por pites, quando comparados aos aços inoxidáveis duplex, principalmente em ambientes mais corrosivos, e foram chamados de aços inoxidáveis superduplex (AISD). Essas ligas tinham cerca de 25%Cr, 6-7%Ni, 3-4%Mo, 0.2-0.3%N, 0-2%Cu e 0-2%W (DAMIN et al., 2017; GUNN, 2003).

Essa nova família, tem tipicamente um *Pitting Resistance Equivalent Number* (PREN) superior a 40. O PREN é uma maneira empírica de quantificar a resistência a corrosão dos aços inoxidáveis, correlacionando a resistência a corrosão, com alguns elementos que afetam diretamente a resistência a corrosão da liga, conforme apresentado na Equação 1.3 (DAMIN et al., 2017; GUNN, 2003), onde:

$$PREN = \%Cr + 3.3x(\%Mo) + 16x(\%N) \quad (1.3)$$

Entretanto, devido a introdução de tungstênio em alguns AISD, um elemento que melhora a resistência a corrosão, uma modificação no PRE foi proposto, que pode ser visto na Equação 1.4 (DAMIN et al., 2017).

$$PRE_W = \%Cr + 3.3 \times (\%Mo + 0.5 \times \%W) + 16 \times (\%N) \quad (1.4)$$

A Tabela 1.1 apresenta a composição química de diversos AID trabalhados e fundidos, levando em consideração os avanços tecnológicos durante o desenvolvimento dos mesmos. A Tabela 1.2, apresenta uma relação dos nomes comerciais usuais desses aços, das equivalências entre as normas americanas (UNS) e europeias (EN) e o índice equivalente de resistência ao pite (PRE) de cada grau.

A fabricação dos AISD, exige um grande cuidado no equilíbrio entre o Cr e o Ni, e adições elevadas de nitrogênio, como pode ser visto na Tabela 1.1. Esses dois fatores permitem uma estabilidade em altas temperaturas e alta resistência mecânica. Em contrapartida, o alto teor dos elementos de liga propicia o surgimento de fases intermetálicas, que afetam as propriedades dos AISD. Entretanto tais fenômenos prejudiciais podem ser evitados, com um controle adequado dos processos de fabricação e com tratamentos térmicos adequado. Entretanto, os componentes trabalhados apresentam em sua microestrutura, uma textura característica de deformação a quente (GUNN, 2003).

Apesar de apresentar uma excelente combinação de resistência mecânica e resistência a corrosão, superiores às dos aços inoxidáveis comuns, principalmente em ambientes agressivos, as aplicações dos AID e AISD se concentram, nos setores de processamento químico, petroquímico, processos industriais, papel e celulose, extração de petróleo *on* e *offshore,* indústria de óleo e gás e fertilizantes e indústria nuclear, principalmente devido ao seu custo elevado. Nesses setores, esses aços têm sido utilizados para tubulação, bombas, tanques e vasos de pressão em função do seu alto valor de PRE e das suas propriedades superiores, como a resistência a corrosão, resistência mecânica, tenacidade, trabalhabilidade (IMOA, 2014).

Tabela 1.1 - Composição química (% em peso) de aços inoxidáveis Duplex trabalhados e fundidos (IMOA, 2014).

Grau	UNS	EN	C	Cr	Ni	Mo	N	Mn	Cu	W
Aços inoxidáveis Duplex Trabalhados										
Tipos de duplex da primeira geração										
329	S32900	1.4460	0.08	23.0 - 28.0	2.5 - 5.0	1.0 - 2.0	-	1.00	-	-
3RE60	S31500	1.4424	0.03	18.0 - 19.0	4.3 - 5.2	2.5 - 3.0	0.05 - 0.10	-	-	-
Uranus 50	S32404		0.04	20.5 - 22.5	5.5 - 8.5	2.0 - 3.0	0.20	2.00	1.00 - 2.00	-
Tipos de duplex da segunda geração										
2304	S32304	1.4362	0,03	21.5 - 24.5	3.0 - 5.5	0.05 - 0.6	0.05 - 0.20	2.50	0.05 - 0.60	-
2205	S31803	1.4462	0.03	21.0 - 23.0	4.5 - 6.5	2.5 -3.5	0.08 - 0.20	2.00	-	-
2205	S32205	1.4462	0.03	22.0 - 23.0	4.5 - 6.5	3.0 - 3.5	0.14 - 0.20	2.00	-	-
UR 32N+	S32520	1.4507	0.03	24.0 - 26.0	5.5 - 8.0	3.0 - 4.0	0.20 - 0.35	1.50	0.50 - 2.00	-
255	S32550	1.4507	0,04	24.0 - 27.0	4.5 - 6.5	2.9 - 3.9	0.10 - 0.25	1.50	1.5 - 2.5	-
DP 3W	S39274		0.03	24.0 - 26.0	6.8 - 8.0	2.5 - 3.5	0.24 - 0.32	1.00	0.20 - 0.80	1.50 - 2.50
2507	S32750	1.4410	0.03	24.0 - 26.0	6.0 - 8.0	3.0 - 5.0	0.24 - 0.32	1.20	0.50	-
Zeron 100	S32760	1.4501	0.03	24.0 - 26.0	6.0 - 8.0	3.0 - 4.0	0.20 - 0.30	1.00	0.5 - 1.00	0.5 - 1.00
Aços inoxidáveis Duplex Fundidos										
D4MCu Grau 1A	J93370		0.04	24.5 - 26.5	4.75 - 6.0	1.75 - 2.25	-	1.00	2.75 - 3.25	-
CD4MCuN Grau 1B	J93372		0.04	24.5 - 26.5	4.7 - 6.0	1.7 - 2.3	0.10 - 0.25	1.00	2.70 - 3.30	-
CD3MN Cast 2205 Grau 4A	J92205		0.03	21.0 - 23.5	4.5 - 6.5	2.5 - 3.5	0.10 - 0.30	1.50	-	-
CE3MN Cast 2507 Grau 5A	J93404	1.4463	0.03	24.0 - 26.0	6.0 - 8.0	4.0 - 5.0	0.10 - 0.30	1.50	-	-
CD3MWCuN Cast Zeron 100 Grau A6	J93380		0.03	24.0 - 26.0	6.5 - 8.5	3.0 - 4.0	0.20 - 0.30	1.00	0.5 - 1.00	0.5 - 1.00

Tabela 1.2 – Nomes comerciais usuais, designação segundo normas e PRE de diversos AID trabalhados (PARDAL et al., 2013)

Norma Americana (UNS)	**Norma Européia (EN)**	**Nome Comercial**	**PRE típico**
Liga Lean			
S31500	1.4417	3RE60, A903, VLX569	23
S32304	1.4362	SAF 2304, UR32N, VLX534	25
S32404	--	UR50	31
Standart 22% Cr			
S31803	1.4462	2205, UN45N, Falc223, AF22, VS22, VLX 562, DP8, 318LN, A903, 1.4462/PRES35, NKCr22, SMCr22, Remanit 4462	34
S32205	1.4462	UR45N+, 2205	35
Alta liga			
S31200	--	UHB 44LN, UR 47N, VLX 547	38
S31260	--	DP3	38
S32550	1.4507	Ferralium 255, UR52N	38
S32900	1.4460	AISI 329, UHB 44L, 10RE51, 453S	33
S32950	--	7Mo plus	36
Superduplex			
S32520	1.4507	UR52N+, SD40	41
S32750	1.4410	SAF 2507, UR47N+	41
S32760	1.4507	Zeron 100, FALC100	>40
S39274	--	DP3W	42*
S39277	--	AF918, 25.7NCu	42

* PREw

1.1.2 Elementos de liga e seus efeitos

As melhores propriedades dos AID e AISD são atribuídas a sua microestrutura bifásica composta for ferríta (δ) e austenita (γ) presentes em proporções aproximadamente iguais (MUTHUPANDI et al., 2003). Entretanto a interação dos principais elementos de liga, particularmente Cr, Mo, N e Ni é bastante complexa. Para atingir uma estrutura duplex estável, cuidados devem ser tomados em relação as proporções de cada um desses elementos (IMOA, 2014).

A seguir, será feita uma breve apresentação dos principais elementos de liga encontrados nos AID e AISD, assim como seus efeitos nas diversas propriedades desses aços.

Cromo (Cr) – O cromo é um elemento formador de ferrita (δ), devido a isso, quanto maior o teor desse elemento na liga, maiores teores de elementos formadores de austenita, como o níquel, são necessários para formar a estrutura duplex (austenita - ferrita) dos AID e AISD (IMOA, 2014). Um teor mínimo de cromo de 10,5% é necessário para formar uma camada passivo estável o suficiente para proteger o aço contra a corrosão atmosférica. Embora a resistência a corrosão dos aços inoxidáveis aumente com o aumento do teor de cromo, existe um limite, pois elevados teores de Cr, tendem a favorecer a formação de fases intermetálicas, como a fase sigma (σ) (GUNN, 2003; IMOA, 2014). Além de aumentar a resistência a corrosão, o cromo também aumenta a resistência a oxidação em elevadas temperaturas (GUNN, 2003).

Molibdênio (Mo) – O molibdênio tem o efeito benéfico nos AID e AISD, de aumentar a resistência à corrosão por pites e por frestas em ambientes contendo cloretos. Quando a porcentagem de cromo (Cr) no aço inoxidável é de pelo menos 18%, adições de molibdênio tornam-se cerca de três vezes mais efetivas contra corrosão por pites e por frestas em ambientes contendo cloreto, do que as adições de cromo (IMOA, 2014). Para serviços em altas temperaturas em ambiente marinho, a adição de pelo menos 3% de Mo é recomendada para prevenir a corrosão por frestas (GUNN, 2003). Assim como o Cr, o Mo é um forte formador de ferrita (δ) de estrutura CCC, aumentando também a tendência a precipitação de fases intermetálicas na estrutura dos AID e AISD. Portanto seu uso é

geralmente restrito à até 7% nos aços inoxidáveis austeníticos e 4% nos aços AID (IMOA, 2014).

Nitrogênio (N) – O Nitrogênio, além de ser um formador de austenita (γ), possui múltiplos efeitos benéficos nos aços inoxidáveis, como o aumento da resistência à corrosão por pites e o aumento da resistência mecânica por solução sólida. Além disso, com o aumento dos níveis desse elemento, o risco de formação de nitretos de cromo é reduzido, devido ao aumento do teor de austenita (γ) e pela redução da distância entre ilhas de austenita (γ) na estrutura. Outro efeito benéfico do nitrogênio, é de estabilizar os aços duplex contra precipitações de fases intermetálicas, como a sigma (σ) e a fase chi (χ) (GUNN, 2003). Vale destacar que o nitrogênio não é capaz de impedir a formação dessas fases intermetálicas, mas é capaz de atrasar a precipitação dessas fases intermetálicas, o suficiente para permitir o processamento e fabricação dos aços inoxidáveis duplex (IMOA, 2014).

O carbono e o nitrogênio, tem o efeito de endurecimento por solução sólida intersticial. Entretanto, é preferível a adição de nitrogênio para gerar esse endurecimento nos aços inoxidáveis, pois o carbono pode ter o efeito indesejado de promover um fenômeno conhecido como sensitização, que é a precipitação de carbeto de cromo nos contornos de grão, que acarreta em uma queda na resistência a corrosão dos aços inoxidáveis (GUNN, 2003).

O nitrogênio é um forte formador de austeníta (γ) e pode substituir, em pequenas proporções, o níquel em aços inoxidáveis austeníticos. Em AID, o nitrogênio é comumente adicionado à até quase o seu limite de solubilidade e a quantidade de níquel é ajustada para atingir o balanço da fase desejado (IMOA, 2014; SMUK, 2004). Os formadores de ferrita (δ) tais como cromo e molibdênio, são balanceados pelos formadores de austenita (γ) níquel e nitrogênio, desenvolvendo uma microestrutura duplex (IMOA, 2014).

Comparações do teor de nitrogênio de diferentes aços inoxidáveis duplex, mostram que as classes de superduplex contém níveis superiores desse elemento, como mostrado na Tabela 1.1.

Níquel (Ni) – O Níquel é um forte estabilizador da austenita (γ), que promove a mudança da estrutura cristalina dos aços inoxidáveis, de CCC - Cubico de Corpo

Centrado (ferrítico) para CFC - Cubico de face Centrado (Austenitico) (IMOA, 2014). A Figura 1.2 ilustra o efeito do níquel na mudança da microestrutura dos aços inoxidáveis.

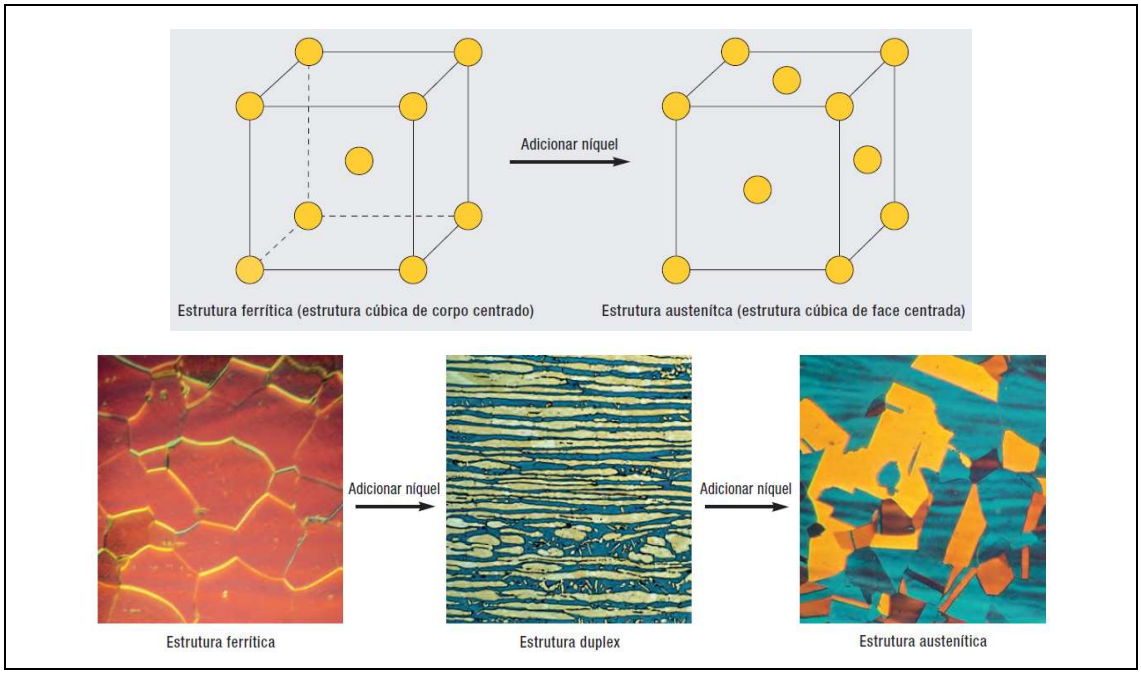


Figura 1.2 – Efeito de Níquel na microestrutural dos aços inoxidáveis (IMOA, 2014).

Assim como o nitrogênio, o níquel também tende a atrasar a formação de fases intermetálicas indesejadas, entretanto, para os AID e AISD, seu efeito é muito menor quando comparado ao efeito do nitrogênio. (IMOA, 2014).

Um teor excessivo de níquel, aumenta muito a quantidade precipitada de austenita (γ) na liga, com a consequência de gerar um enriquecimento do cromo e do molibdênio na fase ferrítica (δ) remanescente. Como resultado, a formação de fases intermetálicas na ferríta (δ) pode ser intensificada, quando a liga é exposta a temperaturas na faixa de 650˚C a 950˚C. Outro efeito do níquel, é de acelerar a formação da fase α'(alfa linha) na ferrita, o que gera uma fragilização na liga (GUNN, 2003).

Uma das principais contribuições do níquel, é conferir um aumento da tenacidade nos aços inoxidáveis, conforme a maior quantidade de austenita (γ) precipitada. Em termos de resistência à corrosão, o níquel tem um efeito pequeno, quando comparado ao cromo (GUNN, 2003).

Manganês (Mn) – Embora o manganês seja considerado um estabilizador de austenita (γ), para aços inoxidáveis austeniticos, esse elemento tem pouco efeito sobre o equilíbrio de fase duplex, especialmente nos níveis normalmente encontrados (GUNN, 2003).

Adições de manganês ao aço inoxidável aumentam a resistência mecânica, assim como a resistência a abrasão e ao desgaste, e melhora as propriedades mecânicas sem perda de ductilidade. O manganês tende a aumentar a solubilidade sólida do nitrogênio, permitindo um maior teor desse elemento na liga, sem o risco de saída de gases (NICKEL INSTITUTE, 2020). Contudo, adições de manganês acima de 3% e 6%, para níveis de nitrogênio de 0,1% e 0,23%, respectivamente, diminuem significativamente a temperatura crítica de corrosão por pites, provavelmente devido ao aumento da possibilidade de inclusões de Sulfeto de Manganês (MnS), que podem atuar como sítios de iniciação para os pites. No entanto, a adição combinada de manganês e nitrogênio em ligas duplex modernas, melhora a resistência à corrosão e neutraliza os problemas comumente associados ao manganês (GUNN, 2003; IMOA, 2014).

Cobre (Cu) – Altos teores de cobre nos AID e AISD tendem a diminuir a ductilidade a quente, pois gera a precipitação de finos compostos intermetálicos ricos em cobre, conhecidos como fase épsilon (ε), devido a isso, a adição de cobre em AID e AISD, é geralmente limitada a cerca de 2%. Este precipitado não reduz significativamente a resistência à corrosão ou a resistência mecânica, e são explorados para melhorar a resistência a abrasão e erosão. Outro efeito desse precipitado rico em cobre, é de melhorar a usinabilidade em materiais com baixo teor de oxigênio e enxofre (GUNN, 2003; NICKEL INSTITUTE, 2020). Segundo Ressel et al. (RESSEL, 2021), o Cu é um forte formador de austenita. Segundo Martins (MARTINS et al., 2014), a presensa de cobre na composição química do aço grau 6A, pode ajudar na estabilização do filme passivo.

Sob certas condições, onde a cavitação e a erosão prevalecem, como em ambientes marinhos contendo gás sulfídrico (H_2S) circulando em altas velocidade, o cobre surge como um elemento benéfico, participando da formação de uma patina na superfície do material, proporcionando assim uma maior resistência sob estas condições. Infelizmente, não há uma explicação para esse mecanismo (IMOA, 2014).

Tungstênio (W) – Adições de até 2% de tungstênio nos AID e AISD, são feitas para melhorar a resistência à corrosão por pite. Da mesma forma, o tungstênio aumenta a

resistência à corrosão por frestas em soluções aquecidas contendo cloretos. Além disso, o Tungstênio tende a favorecer a formação de compostos intermetálicos em temperaturas entre 700 ºC e 1000 ºC, e intensifica a formação da austenita secundária (γ_2) em metal de solda. Isso acontece devido a influência da quantidade de átomos de tungstênio, que assim como o molibdênio, se difunde em altas temperaturas nos contornos da austenita (γ) para a formação desta fase. No entanto, níveis entre 1% e 3% de tungstênio demonstraram restringir a formação da fase sigma (σ) nos limites de fase, e em vez disso, a precipitação ocorre em sítios intragranulares. Entretanto, o tungstênio como elemento de liga de metal de solda, facilita na formação da fase Chi (χ) (GUNN, 2003).

Silício (Si) – O silício é um elemento benéfico ao aço, pois confere maior resistência à corrosão em serviços com ácido nítrico em concentrações elevadas, e uma maior resistência à oxidação em serviços em elevadas temperaturas. Os aços inoxidáveis duplex com altos teores de silício (3,5 - 5,5%) tendem a apresentar uma maior resistência à corrosão por pite e uma quase imunidade à corrosão sob tensão (*stress corrosion cracking*). No entanto, como o silício é um forte formador da fase sigma (σ), a adição desse elemento é geralmente limitada a 1%, nos AID (GUNN, 2003).

Carbono (C), Enxofre (S) e Fósforo (P) – O teor de carbono na maioria dos aços AID é limitado a 0,02% ou 0,03%, principalmente para suprimir a precipitação de carbetos ricos em cromo, que podem atuar como locais de surgimento de pites e ataque intergranular. Similarmente, os teores de enxofre e fósforo são controlados, embora não sejam eliminados, pois a presença de algum enxofre, é importante para penetração do cordão de solda (GUNN, 2003).

1.1.3 Principais Fases

O alto teor de elementos de liga nos AID e AISD, é necessário para alcançar a estrutura duplex característica desses aços, entretanto isso resulta em uma instabilidade, principalmente na fase ferrítica, que pode resultar na precipitação de uma grande variedade de fases secundárias, quando esses aços são submetidos a temperaturas no intervalo de 300ºC a 1000ºC, temperaturas essas que podem ser encontradas durante a

fabricação, tratamentos térmicos ou durante o serviço, afetando as excelentes propriedades desses aços (GUNN, 2003; IMOA, 2014; NICKEL INSTITUTE, 2020).

Os precipitados usualmente encontrados nos AID e AISD, podem ser separados em duas regiões de temperaturas de formação, uma delas abaixo de 600ºC e a outra entre 600ºC e 1000ºC (NILSON, 1992; SMUK, 2004), como pode ser visto na Figura 1.3. Na Tabela 1.3, são apresentados alguns parâmetros dessas fases.

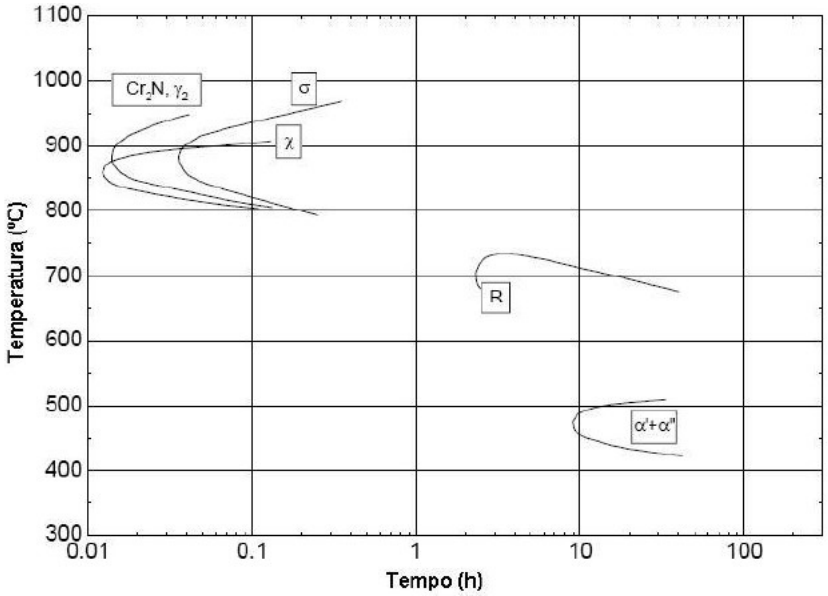


Figura 1.3 – Diagrama TTT para o surgimento de alguns precipitados no SAF 2507 (VITIELLO, 2009).

As características, disposições e morfologias desses precipitados variam acentuadamente conforme a temperatura, tempo de exposição e composição química da liga, afetando diversas propriedades, tendo geralmente maiores efeitos na resistência à corrosão, resistência mecânica, tenacidade e dureza (NICKEL INSTITUTE, 2020; NILSON, 1992; SMUK, 2004). A seguir, é apresentada uma descrição dos principais precipitados encontrados em AID e AISD, assim como suas características, morfologia e principais efeitos nas propriedades da liga.

Tabela 1.3 - Características cristalográficas das partículas observadas em AID e AISD (PARDAL, 2009). (Continua)

Precipitado	**Composição química**	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**Intervalo de formação ºC**	**Estrutura**	**Parametro de Rede (Å)**	**Localização preferêncial**
Alfa linha (α')		65	2,5	13	300 - 550	CCC	a = 2,86 - 2,88	Intragranular na ferrita (δ)
Fase G	≥14% Si	25	25	4	300 - 400			Interfaces (δ'/δ')
Austenita secundária (γ2)	Tipo 1	27,4	8,7	4,0	650	CFC		Intragranular na ferrita (δ)
	Tipo 2	24,3	11	3,4	>650			Interfaces (δ/γ) e δ
	Tipo 3				700 - 900			Como σ
Fase Sigma (σ)	Fe - Cr - Mo	30	4	7	600 - 1000	Tetragonal	a = 8,79 c = 4,54	Interfaces (δ/γ)
Fase Chi (X)	Fe36Cr12Mo10	25	3	14	700 - 900	CCC	a = 8,92	Interfaces (δ/γ)
Fase R	Fe - Cr - Mo	25	6	35	550 - 650	Romboédrica Hexagonal	a = 9,01 α = 74° 30' a = 10,903 c = 19,34	Interfaces (δ/γ) e δ
Nitrets de Cromo	Cr2N	72	6	15	700 - 950		a = 4,795 c = 4,469	Intragranular na ferrita (δ)
	CrN					Cúbica	a = 4,13 - 4,47	
Fase Pi (π)	Fe7Mo13N4	35	3	34	550 - 600	Cúbica	a = 6,47	Intragranular na ferrita (δ)

Tabela 1.3 - Características cristalográficas das partículas observadas em AID e AISD (PARDAL, 2009) – (Continuação).

Fase epssilon (ε)	Rica em Cobre				Não definida			Intragranular na ferrita (δ)
Fase Tau (τ)					550 - 600	Ortorrômbica	a = 4,05 b = 4,84 c = 2,86	
Carbonetos de Cromo	M7C3				950 - 1050		a = 4,52 b = 6,99 c = 12,11	Interfaces (δ/γ)
	M23C6	58	2,5	12	600 - 950	CFC	a = 10,56 - 10,65	Interfaces (δ/γ)

Alfa linha ou Alfa primária (α')

A mais baixa temperatura de decomposição dentro de um AID e AISD é da fase alfa linha (α') (ou alfa primária). A presença dessa fase resulta em um progressivo endurecimento, aumento do limite de resistência, diminuição da tenacidade à temperatura ambiente e da resistência a corrosão do material (NICKEL INSTITUTE, 2020; NILSON, 1992).

Todas as ligas Fe-Cr contendo pelo menos 13% de Cr são susceptíveis à fragilização pela precipitação dessa fase, quando submetidas a temperaturas na faixa de 300-550°C de forma prolongada (VARGAS et al., 2021). Entretanto, a cinética de formação dessa fase é mais acentuada à 475°C, devido a isso, tal fenômeno de fragilização foi denominado "fragilização à 475 °C" (GUNN, 2003; PARDAL et al., 2013; SMUK, 2004; VARGAS et al., 2021).

Steudel (2018), observou um endurecimento na fase ferrítica, em um AISD SAF 2507, envelhecido à 475ºC por diferentes períodos, que foi associado a precipitação da fase α'. Assim como Silva et al. (2017), que observou um endurecimento na ferrita em um lean duplex 2404, após envelhecimento à 475ºC por 100h, acompanhado de uma drástica redução na tenacidade do material, também associado à formação da fase α'.

Embora os efeitos da fragilização possam ser observados de forma mais rápida na faixa de temperatura de 475ºC, como relatado no estudo conduzido por Matias et al.

(2017), onde foi observado um aumento substancial da dureza e redução da tenacidade, com apenas 4h de envelhecimento a 475 ºC, associado a precipitação da fase α', tais efeitos também podem ser observados em temperaturas mais baixas, como 280ºC, no entanto nesse caso, necessitam de maior tempo de exposição (NILSON, 1992; SMUK, 2004). O que está de acordo com os resultados obtidos por Sakata et al. (2018), que observou os efeitos da "fragilização à 475 ºC" em metais de solda de AID e AISD envelhecidos à 300ºC por 100 h.

Segundo Gunn (2003) a formação da fase alfa linha (α') é consequência da lacuna de miscibilidade do sistema Fe-Cr, conforme pode ser observado no diagrama da Figura 1.4, através da qual a ferrita (δ) sofre uma decomposição espinodal em duas fases, uma fase alfa linha (α') rica em Cr, e uma fase (α") rica em Fe. Ou fora da espinodal mas, ainda dentro da lacuna de miscibilidade, a fase alfa linha (α') pode apresentar uma nucleação e crescimento clássico.

Segundo Grobner (1973), a precipitação da fase α' nos aços inoxidáveis ferríticos pode ocorrer por nucleação e crescimento em aços contendo até 17% de cromo, e para aços com teor de cromo acima de 17%, como os AID e AISD, a precipitação ocorre por decomposição espinodal.

A redução na resistência à corrosão (em especial à corrosão por pites) dos aços inoxidáveis, causada pela "fragilização á 475°C", está localizada nas regiões adjacentes às partículas de α', locais que ficam empobrecidas em Cr, gerando áreas mais suscetíveis à corrosão (IMOA, 2014). A redução na resistência a corrosão localizada nos AID e AISD, causada pela presença da fase α', associada ao aumento do tempo de envelhecimento, já foi reportada por diversos autores (PARDAL et al., 2009; PEZZATO et al., 2018; SILVA et al., 2017; VARGAS et al., 2021).

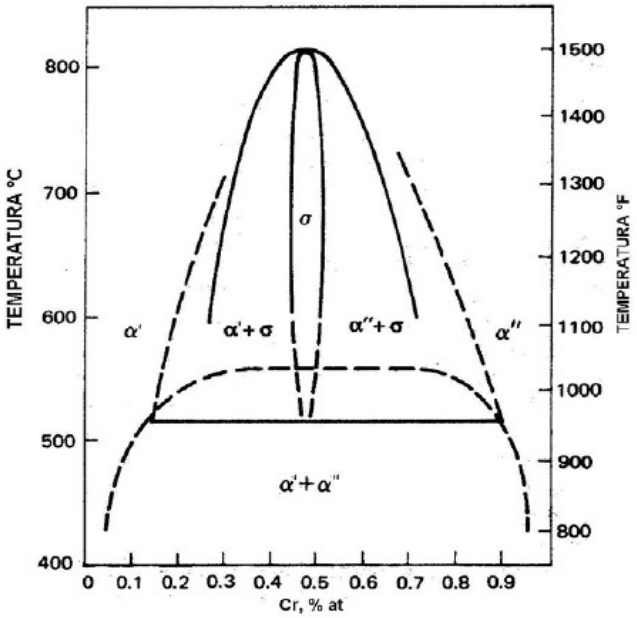


Figura 1.4– Diagrama do sistema binário Fe-Cr (GROBNER, 1973)

Na Figura 1.5, é possível observar o efeito do envelhecimento, na redução da resistência a corrosão em um lean duplex 2404, onde após ensaio DL-EPR, é possível observar na amostra envelhecida, uma severa corrosão localizada na ferrita, em comparação com o mesmo material, na condição solubilizado. Na Figura 1.6, pode ser observado o mesmo fenômeno de corrosão na ferrita, em um AISD 2507, também após ensaio DL-EPR.

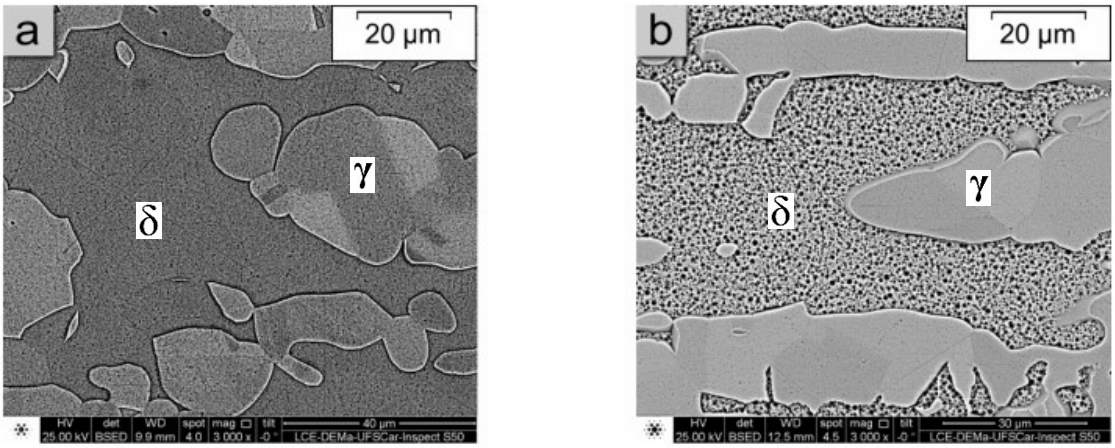


Figura 1.5 – Imagem de MEV com elétrons retroespalhados do aspecto superficial do lean duplex 2404 após ensaio DL-EPR: (a) solubilizado (b) envelhecido a 475ºC por 2000 h (SILVA et al., 2017).

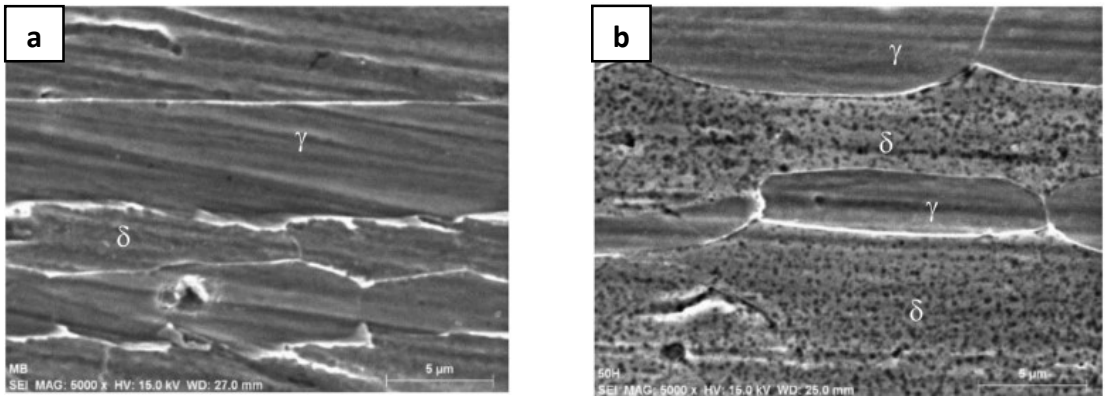


Figura 1.6 - Imagem de MEV com elétrons secundários da superfície de um AISD 2507 após ensaio DL-EPR: (a) solubilizado (b) envelhecido a 475 ºC por 50h (VARGAS et al., 2021)

Vale destacar, que devido ao seu pequeno tamanho (da ordem de 20 a 200 Å) e similaridade com a matriz ferritica, a fase α' não pode ser visualizada por microscopia óptica (MO) nem por microscopia eletrônica de varredura (MEV), conforme literatura (FRANCIS; BYRNE, 2016; MARTINS et al. 2014; MATIAS et al., 2017; PEZZATO et al., 2018; SILVA et al., 2017). Entretanto, esse precipitado pode ser observado por microscopia eletrônica de transmissão (MET), como pode ser visto na Figura 1.7.

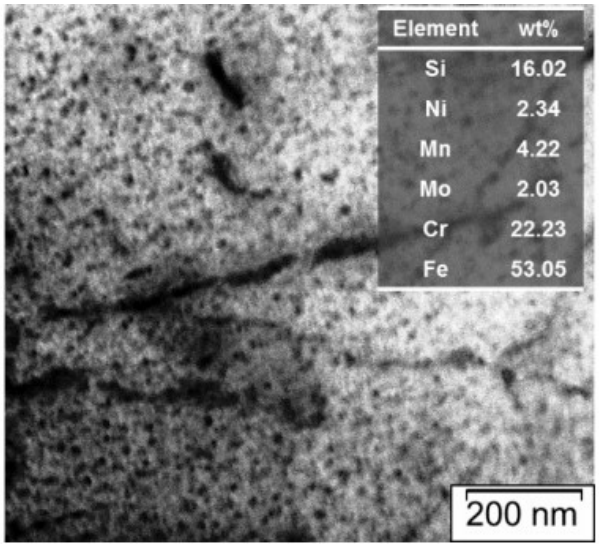


Figura 1.7 – Imagem de MET da matriz ferrítica de um AID 2205 envelhecido por 2000h à 475 ºC (SILVA et al., 2017).

A formação da fase α', pode ser influenciada pela energia de ativação, altos níveis de ferrita (δ), maiores teores de Cr, Mo e Cu e maiores tempos de envelhecimento (GUNN, 2003; NILSON, 1992). A Figura 1.8 apresenta o efeito causado pelo aumento do ter de Cr e do tempo de envelhecimento à 475 ºC, na dureza de uma liga Fe-Cr.

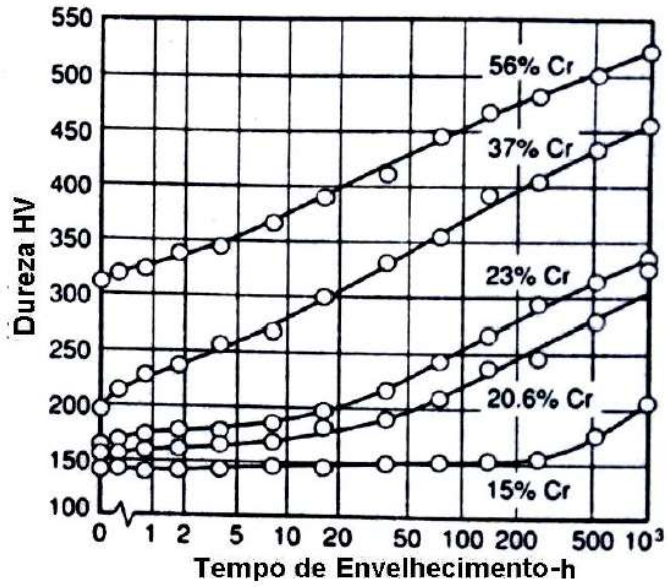


Figura 1.8 – Efeito do teor de Cr e tempo de envelhecimento a 475ºC na dureza das ligas Fe-Cr (PARDAL, 2009)

Fase G

A fase G ($Ti_6Ni_{16}Si_7$) pode surgir em AID pela substituição do Ti pelo Mo. A nucleação dessa fase é favorecida pela decomposição espinodal da matriz ferrítica, desenvolvendo-se entre 300 e 400ºC, na interface entre a fases α' (rica em Cr) e a fase α" (pobre em Cr), após várias horas de exposição, devido ao enriquecimento em Ni e Si nesses locais (GUNN, 2003; SMUK, 2004).

Vale ressaltar que além da decomposição espinodal da ferrita (δ), a precipitação da fase G também é um possível mecanismo causador do fenômeno denominado "fragilização à 475ºC" (SMUK, 2004).

Austenita secundária (γ_2)

A austenita secundária (γ_2) é uma fase que pode ter a formação relativamente rápida, e por diferentes mecanismos de decomposição, dependendo da temperatura a que o aço foi submetido (GUNN, 2003; NILSON, 1992) conforme a Tabela 1.3.

Abaixo da temperatura *solidus* os AID são totalmente ferríticos e, durante o resfriamento, nucleiam ilhas de austenita primária (γ), formando a estrutura duplex, característica dessa classe de aços, no entanto, se o resfriamento for muito rápido, este processo de transformação poderá ser prejudicado, obtendo-se uma estrutura com elevados teores de ferrita (δ), e então, devido a um reaquecimento que poderá ser durante a soldagem, tratamento térmico ou em serviço, a austenita secundária (γ_2) precipita-se a partir desta estrutura metaestável rica em ferrita(δ) (LONDOÑO, 1997).

Pezzato et al. (2018) relatou a presença de austenita secundária, em um AID 2304 após tratamento à 750 e 850 ºC, na interface (δ/γ), separada da austenita primária por um filete de nitreto de cromo (Cr_2N) (Figura 1.9). A presença desses precipitados causou uma redução na resistência à corrosão, sendo maior nas amostras que continham γ_2, em comparação à amostras, que não apresentavam γ_2.

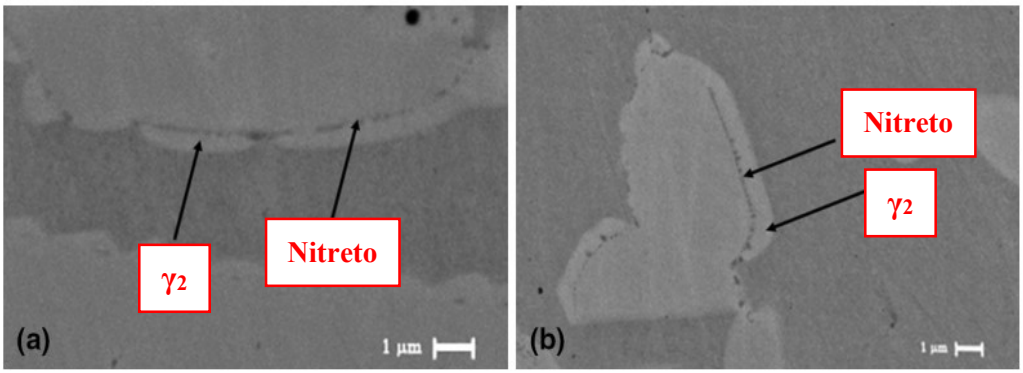


Figura 1.9 – Imagem de MEV com elétrons retroespalhados de um AID 2304 envelhecido (a) por 1 há 750ºC (b) por 1 h à 850ºC (PEZZATO et al. 2018).

Pires (2017) relatou a presença de austenita secundária, como um aglomerado de particulas em forma de agulhas no interior da ferrita, em um aço inoxidável duplex 2205, após soldagem multipasse, como pode ser vista em destaque na Figura 1.10. Tal mecanismo ocorre devido a uma nucleação da austenita secundária, no interior da ferrita.

No mesmo estudo, foi verificado, que a austenita secundária apresentou menores teores de Cromo e Molibdnênio e maiores teores de Níquel, em comparação com a austeníta primária.

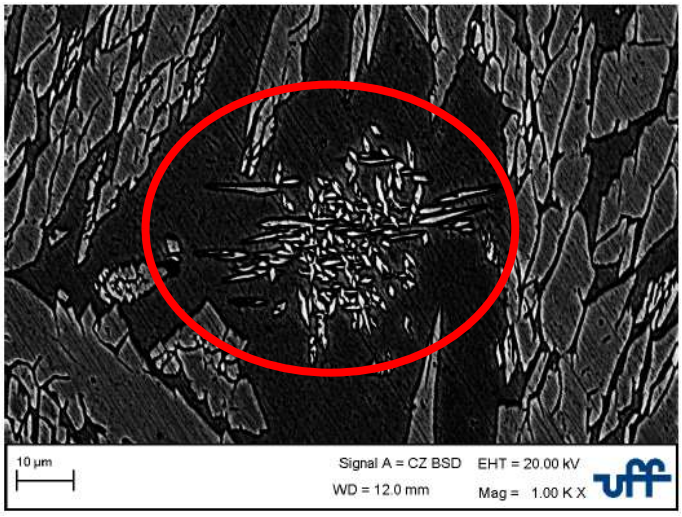


Figura 1.10 – Imagem de MEV destacando a austenita secundária, em um inoxidável duplex 2205, após soldagem multipasse (Adaptado de (PIRES, 2017)).

A seguir, são apresentados os três mecanismos que envolvem a transformação da ferrita (δ) em austenita secundária (γ_2).

Mecanismo I – Nesse mecanismo, a transformação ocorre a temperaturas de até 650 ºC, onde a austenita secundária (γ_2) se precipita isotermicamente, e apresenta uma composição similar à da ferrita (δ) que a circunda, o que sugere uma transformação sem difusão, com características similares a formação de martensita. Nesse mecanismo, a precipitação da austenita secundária (γ_2) obedecendo a relação de orientação de Nishiyama-Wesserman (N-W) (GUNN, 2003; NILSON, 1992; SMUK, 2004).

Mecanismo II – Esse mecanismo ocorre em temperaturas entre 650ºC e 800 ºC, onde a taxa de difusão é mais rápida. Uma grande quantidade de austenita secundária (γ_2) com morfologia Widmanstatten pode precipitar. Nessa faixa de temperatura a austenita precipitada obedece a relação de orientação de Kurdjumov-Sachs, e apresenta um maior teor de Ni, do que a matriz ferrítica que a circunda, o que sugere um mecanismo de transformação com difusão. Nesse mecanismo, pode ocorrer um enriquecimento de Ni na

γ_2, comparada à matriz ferrítica, entretanto, ainda terá níveis inferiores à austenita primária (GUNN, 2003; NILSON, 1992; SMUK, 2004).

Mecanismo III – Em uma faixa de temperatura de 700-900ºC, a reação eutetoide $\delta \rightarrow \gamma_2 + \sigma$ pode se formar. Como a γ_2 absorve níquel e rejeita cromo e molibdênio, isso tende a estimular a formação de precipitados ricos desses elementos, como a fase sigma (σ). Nesse mecanismo, a γ_2 se forma preferencialmente nos contornos da interface γ/δ, devido a rápida difusão, gerando um empobrecimento do cromo e molibdnénio na matriz ferrítica (GUNN, 2003; NILSON, 1992; SMUK, 2004).

Vale ressaltar, que qualquer um desses mecanismos que envolva difusão, pode tornar a área suscetível à corrosão por pites (GUNN, 2003).

Fase Sigma (σ)

A fase sigma (σ) é um precipitado rico em Cr, Mo e Si, que se forma entre 650ºC e 1000ºC, devido a decomposição da ferrita, embora esse intervalo de temperatura seja fortemente influenciado pela composição quimica da liga. Tal precipitado tende a provocar uma redução na tenacidade, no alonagmento e na resistência à corrosão, como reportado por diversos autores (GUNN, 2003; IMOA, 2014; PARDAL, 2009; RAHA, 2018; SMUK, 2004).

Raha (2018), após realizar tratamentos de envelhecimentos em um AISD grau 6A a 800ºC e 900ºC, não observou grandes variações na dureza da liga, após 40 minutos de envelhecimento, mesmo o material já apresentando em média 30% de fase sigma. No mesmo estudo, foi observado também, uma tendência de redução na tensão limite de resistência, uma acentuada queda na tenacidade e no alongamento da liga, com o aumento do tempo de envelhecimento, para ambas as temperaturas. Entretanto, nenhuma tendência significativa foi observada na tensão limite de escoamento.

Silva et al. (2021) relatou uma redução no potencial de pite, com o aumento do tempo de envelhecimento, em amostras de AID UNS S31803 envelhecidas a 800ºC por diferentes períodos. Essa drástica redução na resistência a corrosão, foi atribuída a presença da fase sigma.

Essa fase pode precipitar em grande parte dos AID e em todos os AISD, devido ao seu alto teor de Cr e Mo (NILSON, 1992). Na Figura 1.11 pode-se observar a presença acentuada da fase sigma na ferrita, em um flange fundido de AISD UNS 32750, na condição como recebido, indicando que o mesmo, não passou por um adequado tratamento térmico de solubilização.

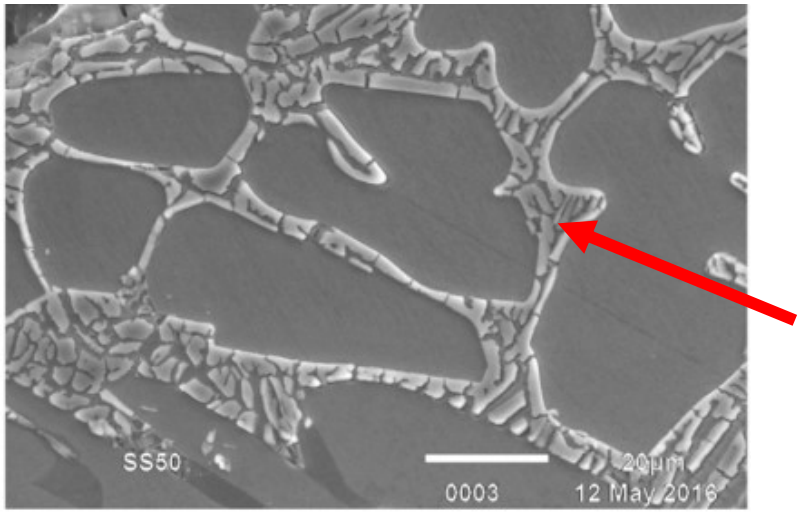


Figura 1.11 – Precipitação de fase sigma (σ) na ferrita em um flange de AISD UNS 32750 na condição como recebido (Adaptado de (TAVARES et al., 2018)).

Segundo Gunn e Smuk (GUNN, 2003; SMUK, 2004), na temperatura de aproximadamente 900ºC, a decomposição da ferrita em fase sigma, pode levar aproximadamente 2 minutos, em um AISD, podendo ser quase completa depois de 1 hora. Raha (2018) relatou a presença de fase sigma, depois de apenas 1 minuto a 800ºC e 900ºC em um AISD grau 6A. Pezzato et al. (2018) observou a presença de fase sigma (σ) (cerca de 1%) depois de apenas 10 minutos a 850ºC, em um AID UNS 2205. No mesmo estudo, observou também a presença da fase sigma (cerca de 10%) depois de 35 minutos a 850ºC, em um AISD UNS 2507.

A precipitação dessa fase, frequentemente começa em uma junção tripla ou nas interfaces (δ/γ), e cresce para o interior dos grãos de ferrita (NILSON, 1992; PARDAL, 2009; SMUK, 2004). A Figura 1.12 (a), apresenta a formação da fase sigma nos contornos da interface δ/γ e a Figura 1.12 (b-c), apresenta seu crescimento para o interior da ferrita, devido ao aumento do tempo de envelhecimento.

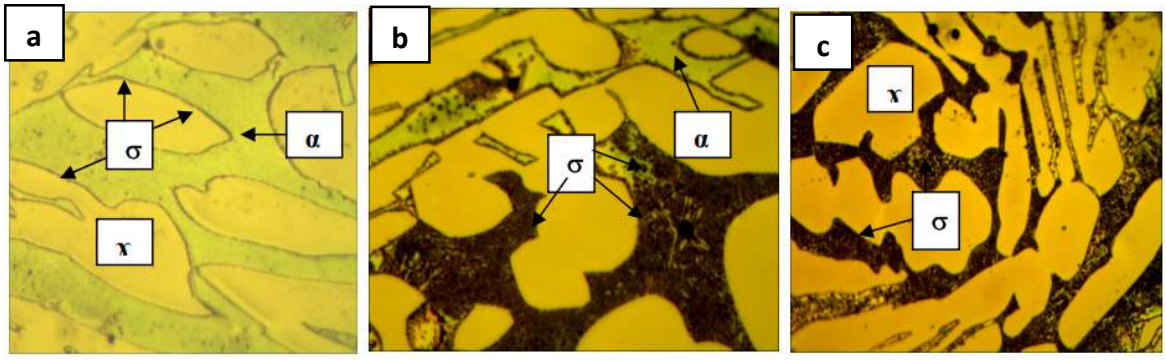


Figura 1.12 – Microestrutura após envelhevimento a 800 ºC por (a) 1 min (b) 10 min e (c) 20 min (aumentado 200X) (RAHA, 2018).

Segundo Gunn (2003), a formação da fase sigma (σ) é mais rápida em aços previamente solubilizados (reaquecendo desde a temperatura ambiente), quando comparado ao aço tratado isotermicamente (com prévio resfriamento contínuo a partir de temperaturas maiores), como visto na Figura 1.13.

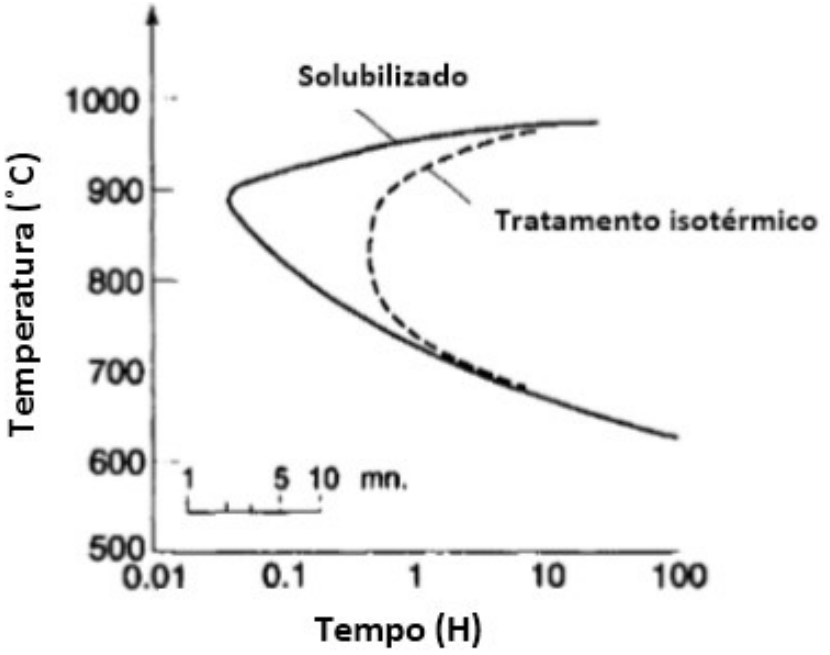


Figura 1.13 – Curva TTT para inicio da formação da fase sigma, por diferentes tratamentos termicos (GUNN, 2003).

É importante ressaltar que a fase sigma (σ) e a fase chi (χ) apresenta uma composição química muito parecida, devido a isso são frequentemente confundidas, o que pode indicar, que a fase chi é um estágio intermediário na formação da fase sigma (MARTINS, 2017).

Fase Chi (χ)

A fase chi (χ) é um precipitado rico em Mo, geralmente encontrado em AISD, que são expostos a temperaturas na faixa entre 700 e 900ºC após curtos períodos. Assim como a fase sigma, essa fase também tende a se formar nos contornos das interfaces (δ/γ), e cresce na direção da ferrita (δ), como pode ser visto na Figura 1.14, no entanto em quantidades muito menores, quando comparada com a fase sigma (σ) (GUNN, 2003).

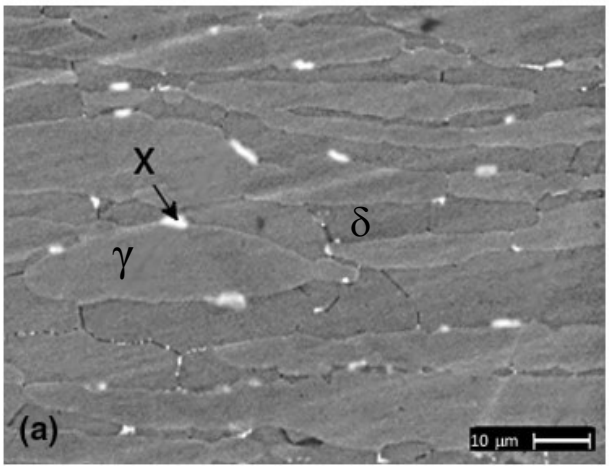


Figura 1.14 – Fases chi em imagem de MEV com elétrons retroespalhados de um AISD 2507 envelhecido por 5 minutos à 850 ºC (PEZZATO et al., 2018).

Todavia, em um trabalho recente Min et al. (2021), observou a precipitação da fase chi, na forma de pequenas partículas claras, no interior da ferrita, e não apenas na interface δ/γ, após o envelhecimento à 650ºC e 800ºC, como visto na Figura 1.15. Foi observada também, após o envelhecimento em ambas as temperaturas, que o mecanismo de formação da fase chi pode variar de acordo com a temperatura.

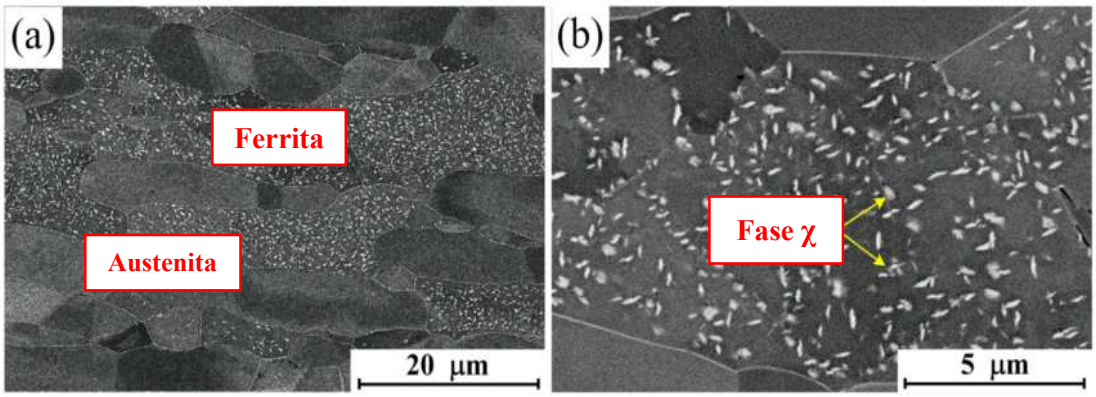


Figura 1.15 – Morfologia e distribuição dos precipitados em um AISD UNS 32750 após envelhecimento a 650 ºC por 120 minutos (MIN et al., 2021).

A fase chi tem um efeito similar ao efeito da fase sigma, na resistência a corrosão e na tenacidade ao impacto, todavia como as duas fases geralmente coexistem, como visto na Figuras 1.16 e 1.17, pode ser difícil avaliar seus efeitos individualmente (GUNN, 2003; NILSON, 1992; PEZZATO et al., 2018).

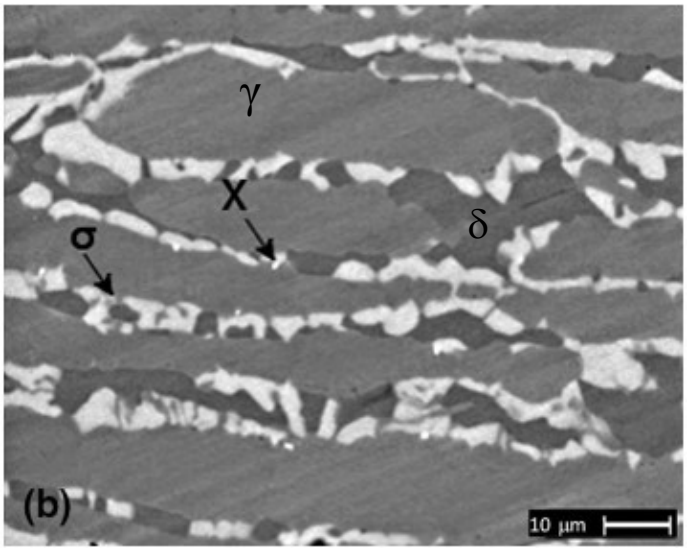


Figura 1.16 – Fases chi e sigma em imagem de MEV com elétrons retroespalhados de um AISD 2507 envelhecido por 35 minutos à 850 ºC (PEZZATO et al., 2018)

A fase chi tende a consumir grande quantidade de Cr e Mo da matriz, formando simultaneamente austenita secundária (γ_2) empobrecida desses elementos. Isso pode levar a uma diminuição da temperatura crítica para formação de pites (SMUK, 2004).

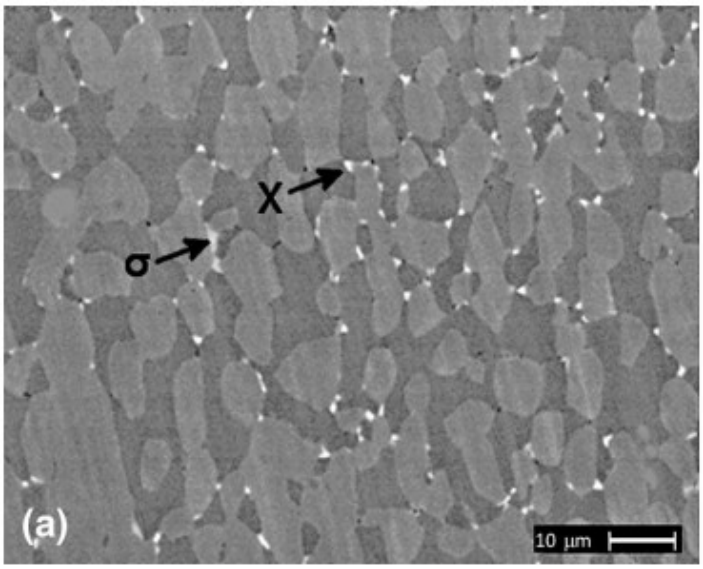


Figura 1.17 – Fases chi e sigma em imagem de MEV com elétrons retroespalhados de um AID 2205 envelhecido por 10 minutos a 850 ºC (PEZZATO et al., 2018)

Fase R

A fase R é um precipitado rico em Mo, que se forma na faixa de temperatura entre 550ºC e 700ºC após varias horas de exposição. Sua formação tende a gerar uma redução na tenacidade e na resistência à corrosão, embora normalmente seja encontrado em pequenas quantidades (GUNN, 2003; SMUK, 2004)

A fase R, pode se precipitar de forma inter e intragranular na matriz ferrítica, no entanto, quando se precipita de forma intergranular, a fase R tem maior influencia na resistência a corrosão por pites, por conter mais Mo (mais de 40%), gerando maior empobrecimento desse elemento na matriz, em comparação à precipitação intragranular, com menos Mo (cerca de 35%) (NILSON, 1992).

Fase π

A fase π, assim como a fase sigma (σ), é um precipitado rico em Cr e Mo, o que resulta em um empobrecimento desses elementos nas regiões adjacentes a esses precipitados. Devido à essas semelhanças, ambas as fases já foram confundidas (GUNN, 2003; SMUK, 2004; ZHANG et al., 2016).

Tal precipitado é geralmente encontrado intragranularmente em AID soldados, após várias horas de tratamento isotérmico a 600ºC. Assim como a fase R, a fase π contribui para a redução da tenacidade e resistência à corrosão (GUNN, 2003; NILSON, 1992; SMUK, 2004).

Fase τ

Esse composto pode se forma quando submetido à varias horas de tratamentos isotermicos no intervalo de temperatura de 550ºC a 650ºC. Esse composto apresenta forma de agulhas e se precipita entre os contornos de grãos da ferrita (δ) (GUNN, 2003).

Nitretos de cromo

Com o aumento do uso do nitrogênio como elemento de liga nos AID, e especialmente nos AISD, a precipitação dos nitretos, que geralmente se formam na faixa de 700ºC a 900ºC, se tornou mais comum (NILSON, 1992).

O nitrogênio é adicionado aos AID e AISD para estabilizar a austenita, e para melhorar a resistência mecânica e a resistência à corrosão. A solubilidade do nitrogênio na austenita (γ) é considerada maior do que na ferrita (δ), para temperaturas mais baixas (GUNN, 2003). Acima da temperatura de solubilização (cerca de 1040ºC), a fração volumétrica da ferrita aumenta, podendo apresentar uma microestrutura totalmente ferrítica, logo abaixo da linha *solidus*. Nessa temperatura a solubilidade do nitrogênio na ferrita é elevada, mas com o resfriamento a solubilidade do nitrogênio cai, gerando uma ferrita supersaturada em nitrogênio, levando a precipitação intragranular de Cr_2N na forma de agulhas. O Cr_2N é mais provável que se forme após altas temperaturas de solubilização, mesmo se o material for temperado a partir de tais temperaturas (GUNN, 2003; SOUZA, 2016). A Figura 1.18 apresenta a variação da solubilidade do nitrogênio na ferrita e na austenita, em função da variação de temperatura.

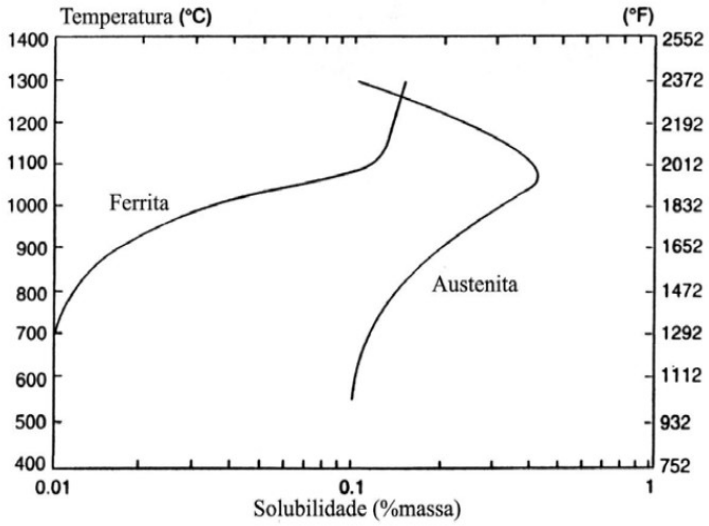


Figura 1.18 – Solubilidade do nitrogênio na ferrita e na austenita em função da temperatura (PARDAL, 2009).

O Cr_2N, forma simultâneamente a austenita secundária (γ_2), gerando um empobrecimento de Cr assim como a fase chi (χ). Na Figura 1.19, pode ser visto a coprecipitação de austenita secundária (γ_2) e nitretos de cromo (Cr_2N) . Em ambientes corrosivos, essa coprecipitação pode levar a formação de numerosos pites proximos dos contornos de fase (SMUK, 2004).

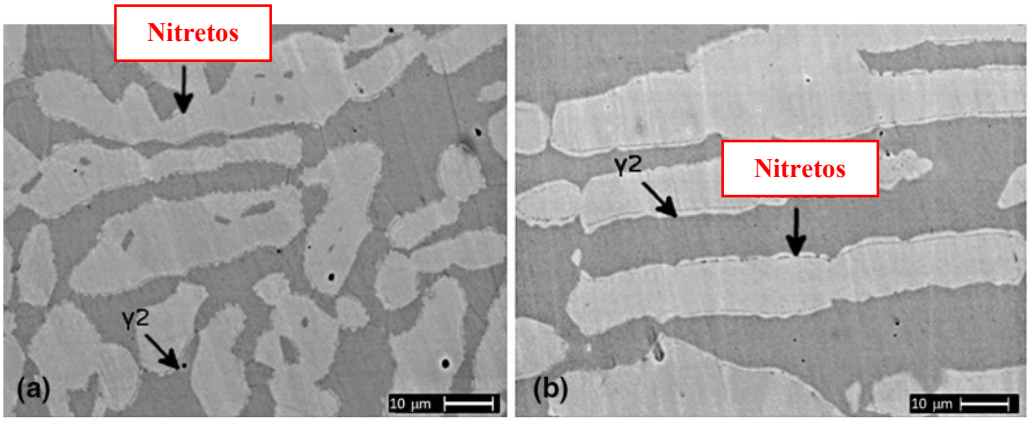


Figura 1.19 – Imagem de MEV de um AID 2304 envelhecido (a) por 1 hora a 750ºC (b) por 1 h a 850ºC (PEZZATO et al., 2018)

Tratamentos isotérmicos na faixa de temperaturas entre 700ºC e 950ºC podem produzir Cr_2N intergranularmente entre os grãos ferríticos (δ/δ), afetando a resistência a

corrosão por pites (GUNN, 2003). Pezzato et al. (2018) em seu estudo, relatou uma redução na resistência a corrosão de amostras duplex (2101, 2304 e 2205), após tratamentos térmicos entre 750 e 850 ºC, por diferentes períodos, que foi atribuída à precipitação de nitretos de cromo (Cr_2N), na interface entre grãos de ferrita (δ/δ), que foi intensificada com o aumento do tempo de envelhecimento, como pode ser visto na Figura 1.20 (a-b). Todavia, segundo Smuk (2004) a precipitação de Cr_2N possa ocorrer também, na interface ente os grãos de ferrita e austenita (δ/γ).

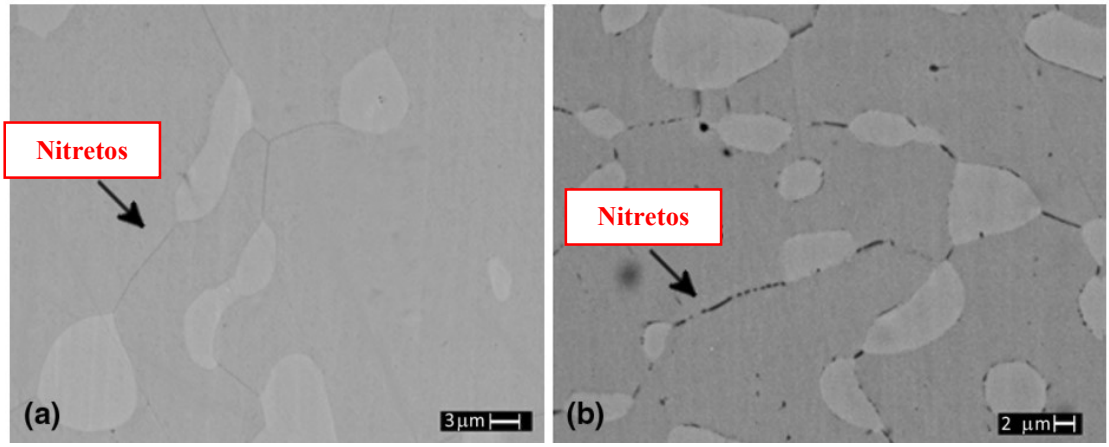


Figura 1.20 – Imagem de MEV de um lean duplex 2101 envelhecido por 90 minutos a 750 ºC (a) e por 3 horas a 850 ºC (b) (PEZZATO et al., 2018)

Carbetos $M_{23}C_6$ e M_7C_3

O carbeto M_7C_3 se forma entre 950ºC e 1050ºC (Figura 1.21), nos contornos dos grãos da interface δ/γ. A formação dessa fase pode levar cerca de dez minutos, contudo ela pode ser evitada através de técnicas adequadas de resfriamento (GUNN, 2003).

Em graus de AID e AISD com níveis de carbono em torno de 0,03%, o carbeto $M_{23}C_6$ precipita-se rapidamente entre 650ºC e 950ºC, se formando em aproximadamente um minuto à 800ºC, como pode ser visto na Figura 1.21. Esse precipitado se forma predominantemente nos contornos dos grãos da interface entre a ferrita (rica em Cr) e a austenita (rica em C) (GUNN, 2003; NILSON, 1992).

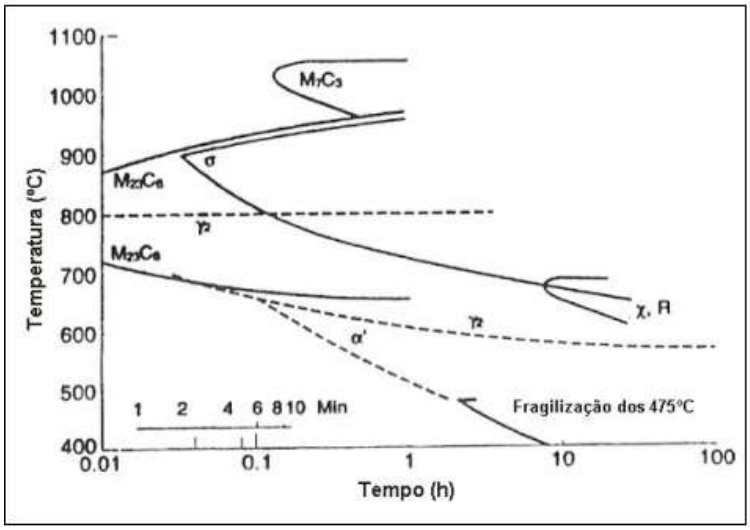


Figura 1.21 – Curvas TTT da liga UNS S32404 (C = 0,04%) (GUNN, 2003)

O que está de acordo com o trabalho publicado por Lee et al. (1999), que encontrou carbetos $M_{23}C_6$ nos contornos da interface δ/γ, de um SAF 2205 envelhecido por 800ºC por diferentes períodos, como pode ser visto na Figura 1.22 (a-b). Embora, em casos raros, o carbeto $M_{23}C_6$ pode ser encontrado nos contornos δ/δ e γ/γ (GUNN, 2003).

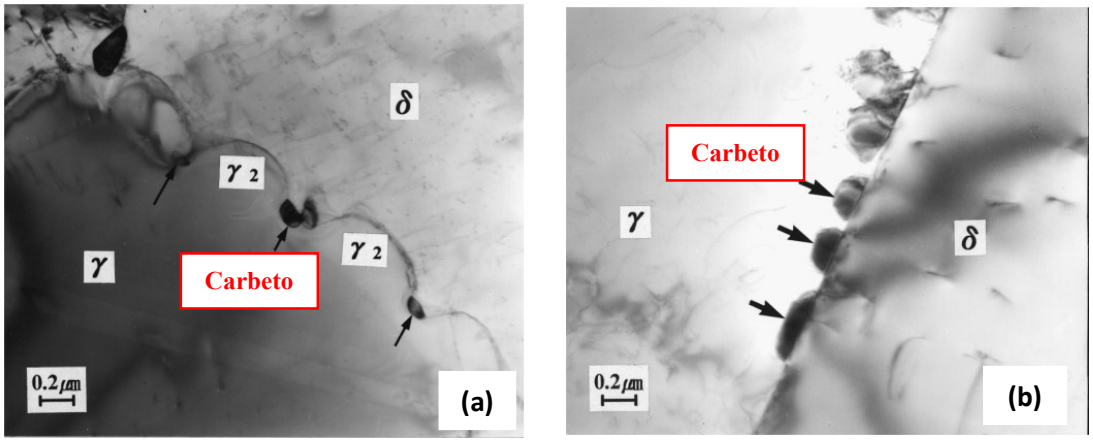


Figura 1.22 – Imagens de MET mostrando carbetos $M_{23}C_6$ precipitados na interface δ/γ de um SAF 2205 envelhecido a 800 ºC (a) por 15 minutos (b) por 30 minutos (LEE et al. 1999)

O carbeto precipitado nos contornos da interface ferrita/austenita (δ/γ), tem alto teor de Cr, o que resulta em uma região pobre desse elemento próximo dos contornos dentro da ferrita, resultando em zonas de maior susceptibilidade à corrosão intergranular,

como pode ser visto nas Figuras 1.23 e 1.24. A região empobrecida em Cr, na ferrita, será transformada em austenita secundária (γ_2), e a medida que a γ_2 cresce, as regiões adjacentes a esse precipitado apresentam um alto teor de Cr, já que o crescimento da $\gamma 2$ expulsa Cr para a ferrita adjacente. Este cromo também favorece o crescimento do carbeto na ferrita (SMUK, 2004).

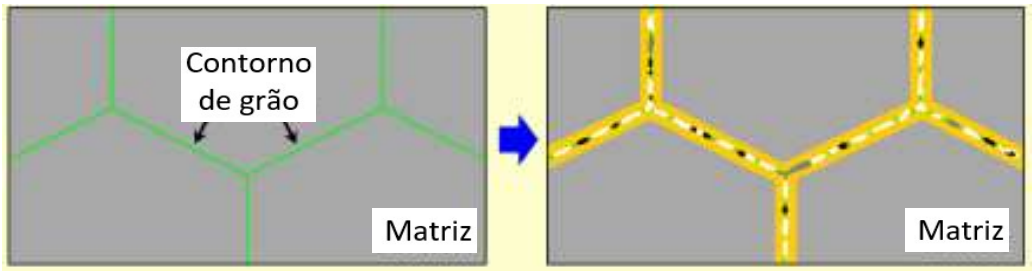


Figura 1.23 - Mecanismo do fenômeno de sensitização (Adaptado de (ZHANG et al.,2016)).

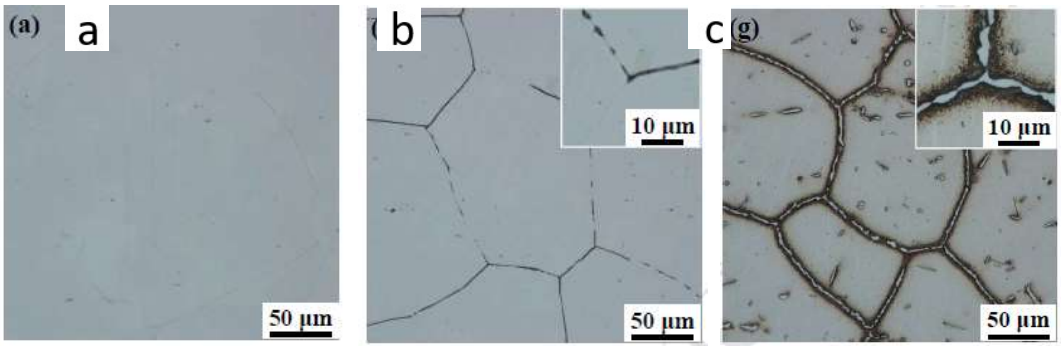


Figura 1.24 – Imagem de Microscopia Óptica de corrosão intergranular em um S32654 envelhecido a 1000 ºC após ensaio de DL-EPR: (a) como recebido (b) 5 minutos (c) 12 horas (Adaptado de (ZHANG et al.,2016)).

Esse precipitado, pode se apresentar em diferentes morfologias, (Figura 1.22 e Figura 1.25), incluindo partículas cúbicas e aciculares, bem como estruturas celulares, no entanto todos os tipos de morfologias desse precipitado, têm sido associados ao empobrecimento em cromo na sua vizinhança, sendo essa zona susceptível a corrosão intergranular (GUNN, 2003; SMUK, 2004).

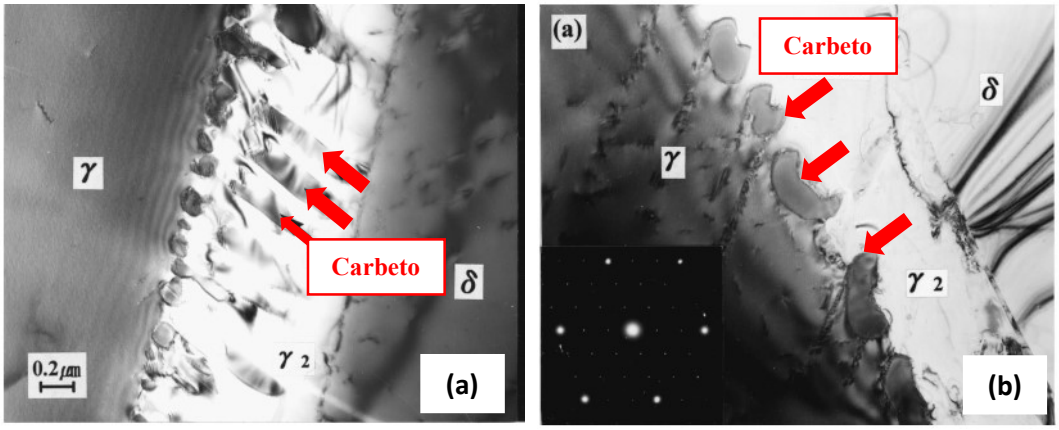


Figura 1.25 – Imagem de MET de um SAF 2205 envelhecido a 800 ºC por 1 hora mostrando (a) carbeto M23C6 lamelar na interface δ/γ (b) carbeto M23C6 tipo "larva" na interface δ/γ (LEE et al. 1999).

Segundo Gunn (2003) os modernos graus comerciais de AID e AISD possuem menos de 0,02% de C, devido a isso, ambos os tipos de carbetos raramente são observados.

Fase Epsilon (ε)

A adição do Cu como elemento de liga, pode resultar em uma supersaturação deste elemento na ferrita, como resultado da queda da solubilidade do Cu devido à queda na temperatura, precipitando partículas ricas em Cu (fase ε) após 100h a 500ºC. Essa fase tende a ser encontrada em ligas com teor de Cu superior a 2% (GUNN, 2003; RESSEL, 2021). Esse precipitado tende a aumentar significativamente a faixa de endurecimento a baixa temperatura dos AID e AISD. Embora a faixa de temperatura para sua formação possa variar, parece que se formam no mesmo regime de temperatura que a austenita secundária, devido a isso essas fases já foram confundidas. A precipitação dessa fase é detectada ao longo de discordâncias e/ou distribuída uniformemente por toda a matriz, em função do tipo de liga (GUNN 2003).

Otárola et al.(2005) observou, em um AISD UNS 32520 envelhecido a 600ºC por 1 hora, a precipitação de nanoparticulas, que provavelmente são precipitados ricos em Cu (fase ε). Tal precipitado pode ser visto na Figura 1.16.

A fase ε, tendem a aumentar a dureza da liga, mantendo uma boa tenacidade, entretanto esse efeito é mais relevante para maiores tempos de envelhecimento (>10h) (OTÁROLA et al., 2005).

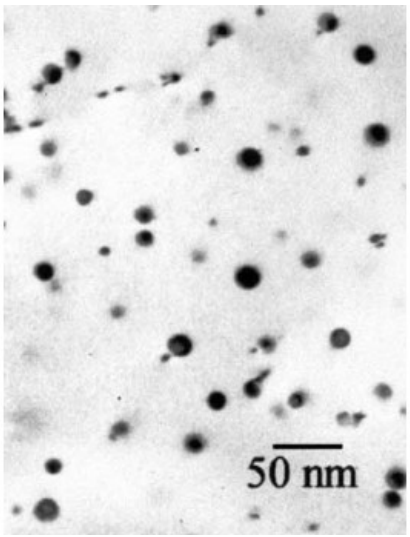


Figura 1.26 – Imagem de MET de Nanoparticulas de ε-Cu observadas em um AISD UNS 32520 envelhecido a 600 ºC por 1 hora (OTÁROLA et al., 2005)

O Cu tem sido utilizado em aços inoxidáveis para melhorar a resistência a corrosão e induzir um endurecimento por precipitação (PARDAL et al., 2013). A presença de Cu em AID aumenta o potencial de corrosão por pites em solução contendo NaCl e HCl com efeitos menores na temperatura critica de corrosão por pites. Entretanto, quando em solução sólida, o Cu facilita a passivação da fase austenítica (γ) (GUNN, 2003).

1.1.4 Resistência Mecânica dos AID e AISD

A microestrutura duplex encontrada nos AID e AISD, confere a esses aços um excelente conjunto de propriedades mecânicas. A resistência mecânica dos AID e AISD, é uma propriedade que se destaca nessas ligas, sendo maior do que das suas fases consideradas separadamente, como pode ser visto na Tabela 1.4. A tensão limite de escoamento em temperatura ambiente, pode ser 2 ou ate 3 vezes maior do que de um aço inoxidável austenítico, como o AISI 304, entretanto com uma menor ductilidade. Além

da alta resistência a tração, os AID e AISD também apresentam um alongamento geralmente em torno de 15 a 25%. Essa combinação de propriedades mecânicas permite, entre outras coisas, a redução da espessura de parede em algumas aplicações. Esses aços, apresentam também uma alta resistência a fadiga, devido a isso são vastamente utilizados na fabricação de equipamentos rotativos, como bombas hidráulicas (GUNN, 2003; IMOA, 2014; NICKEL INSTITUTE, 2020; NILSON, 1992).

Segundo Gunn (2003), a alta tensão limite de escoamento (σ_e) e tensão limite de resistência (σ_{LR}) é resultado de vários mecanismos simultâneos, como:

- Endurecimento por solução sólida intersticial (C, N);
- Endurecimento por solução sólida substitucional (Cr, Mo, Ni, etc.);
- Aumento da resistência pelo refino de grão devido a presença de duas fases;
- Possibilidade de endurecimento devido a formação da fase γ_2;
- Aumento da resistência devido a fase ferrítica (δ), desde que tenha composição química semelhante a fase austenítica (γ), esta fase é mais dura que a estrutura austenítica;
- Deformação induzida pela contração diferencial entre as duas fases no resfriamento a partir de uma temperatura de recozimento.

A combinação desses diferentes mecanismos, explica as notáveis propriedades mecânicas dos AID e AISD. No entanto, é importante destacar o papel importante do nitrogênio. De fato, o aumento do teor de nitrogênio leva a um aumento na resistência, preferencialmente da austenita, gerando um endurecimento por solução sólida intersticial, ao ponto em que ela se torna mais resistente do que a ferrita. Na verdade, para pequenos teores de nitrogênio (< 0,1%), a austenita tem um limite de escoamento σ_e menor, já para maiores teores de nitrogênio (> 0,2%) a austenita se torna a fase mais resistente (GUNN, 2003).

Tabela 1.4 – Propriedades de tração mínimas e durezas máximas à temperatura ambiente de aços inoxidáveis solubilizados e trabalhados (GUNN, 2003).

Aço Inoxidável	**Grau**	**σ_e (MPa)**	**σ_{LR} (MPa)**	**Alongamento (%)**	**Dureza**	
					HB	**HRC**
Ferrítico	S40900	205	380	20	179	-
	S44770	415	550	20	223	20
Austenítico	S31603	170	485	40	217	-
	S31254	300	650	35	223	-
Duplex e Superduplex	S31200	450	690	25	293	31
	S31260	485	690	20	290	-
	S31803	450	620	25	293	31
	S32304	400	600	25	290	32
	S32550	550	760	15	302	32
	S32750	550	795	15	310	32
	S32760	550	750	25	270	-
	S32900	485	620	15	269	28
	S32950	485	690	15	293	32

Outro fator que afeta diretamente as propriedades mecânicas dos AID e AISD, é a temperatura, como pode ser observado pela Figura 1.27, onde é apresenta a variação das propriedades mecânicas, em função da variação de temperatura, para algumas ligas duplex e superduplex.

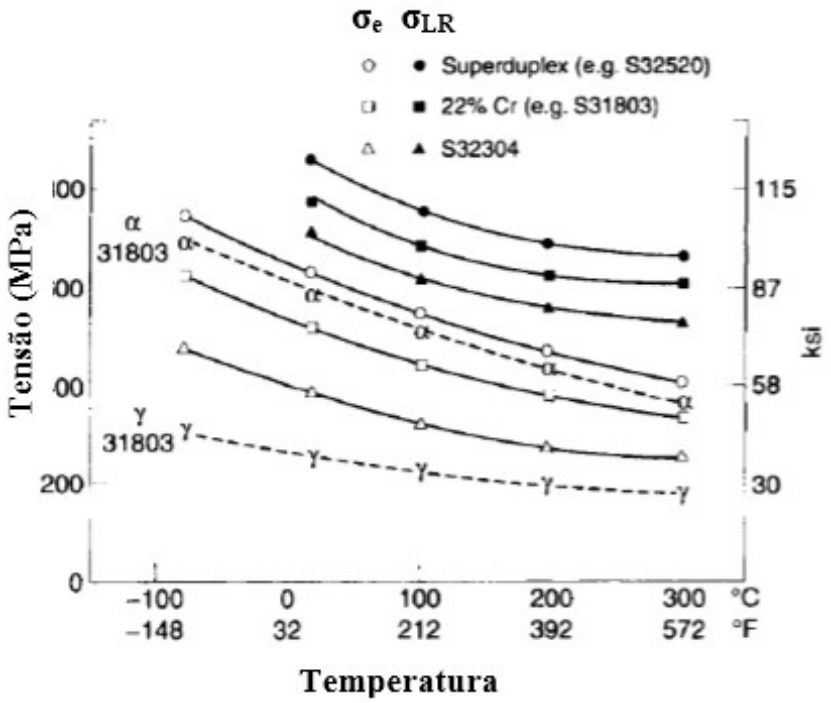


Figura 1.27 – Influência da temperatura nas propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis (GUNN, 2003).

Além do N, o Cu é outro elemento que proporciona uma melhora nas propriedades mecânicas dessas ligas. Tal elemento proporciona um considerável aumento na dureza, sem que haja uma perda excessiva de ductilidade, devido a formação de um precipitado rico em Cu, como visto na seção 1.1.3, desde que o tratamento térmico de envelhecimento seja adequado. Devido a isso, os AID e AISD contendo Cu são particularmente empregados em equipamentos que combinem boa resistência a corrosão e a abrasão (IMOA, 2014; NICKEL INSTITUTE, 2020). Na Figura 1.28 é possível observar o comportamento do limite de escoamento (σ_e) e no Limite de resistência (σ_{LR}), como resultado de uma variação do teor de Cu.

O trabalho a frio, é outra forma de melhorar as propriedades mecânicas dos AID e AISD, que apresentam uma alta dureza e alta taxa de endurecimento por deformação a frio (IMOA, 2014). O efeito da deformação a frio nas propriedades mecânicas de alguns aços inoxidáveis, é apresentado nas Figuras 1.29 e 1.30.

Embora o trabalho a frio possa apresentar resultados benéficos, para as propriedades mecânicas dos AID e AISD, em alguns trabalhos (ALVES e MAGNABOSCO, 2013; JÚNIOR et al., 2012; MARANGONI e MAGNABOSCO,

2012) foi observado uma redução do teor de ferrita na estrutura duplex, com consequência do trabalho a frio.

A alta dureza dos AID e AISD trabalhos a frio, pode gerar uma redução da vida útil da ferramenta em operações de usinagem, ou aumentam o tempo de usinagem, quando comparado a usinagem dos aços inoxidáveis austeníticos. Em alguns casos, se faz necessário o uso do tratamento de recozimento, para aumentar a ductilidade dos AID e AISD, que pode ser aproximadamente metade da ductilidade dos aços inoxidáveis austeníticos (IMOA, 2014).

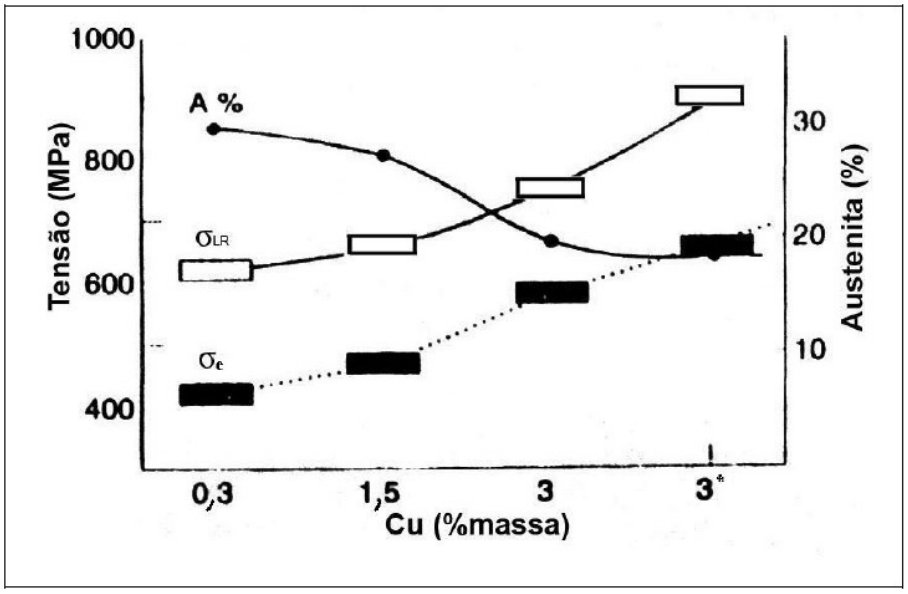


Figura 1.28 – Efeito de adições de cobre nas propriedades mecânicas do aço UNS S32304 envelhecida a 400ºC por 5h (GUNN, 2003).

As propriedades mecânicas dos AID e AISD com estrutura de solidificação são tipicamente isotrópicas, ou seja, são as mesmas independente da direção, por outro lado, as propriedades mecânicas dos AID e AISD trabalhados são altamente anisotrópicas, ou seja, podem variar de acordo com a orientação. Essa anisotropia é causada pelo alongamento dos grãos e textura cristalográfica, resultante de uma laminação a quente ou a frio (IMOA, 2014). Essas diferenças microestruturais, resultantes da solidificação e da conformação a frio, serão melhor abordadas mais adiante.

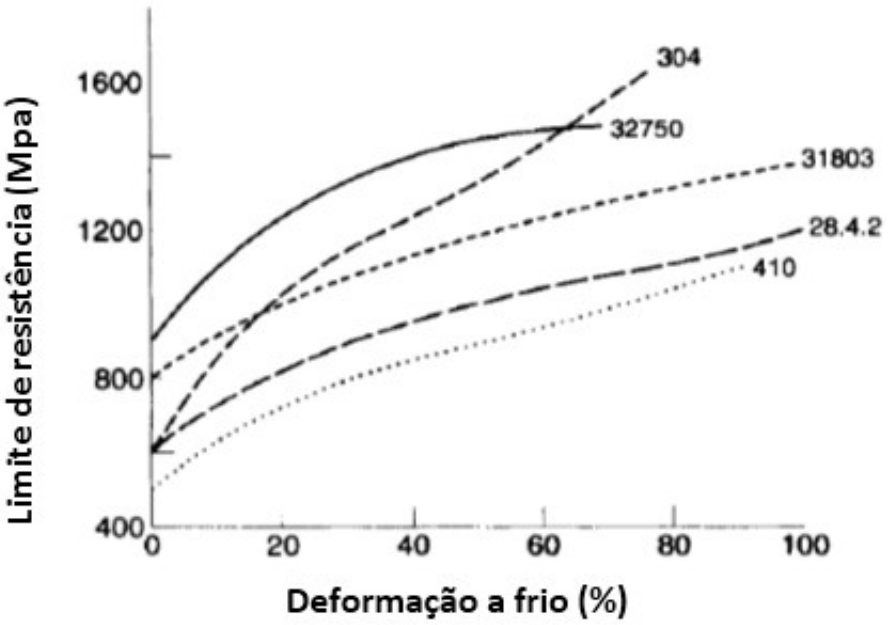


Figura 1.29 – Limite de resistência de diferentes aços inoxidáveis em função da deformação a frio (GUNN, 2003).

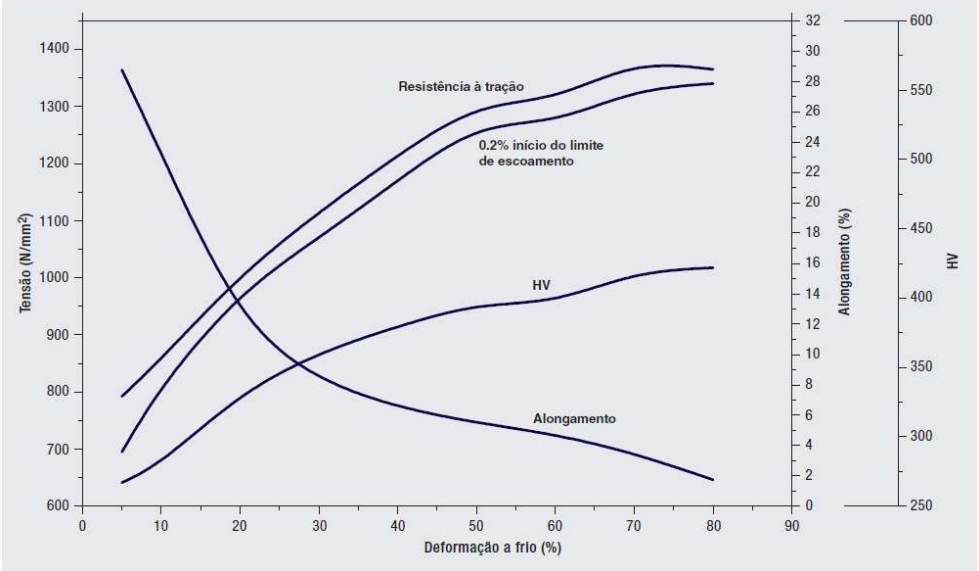


Figura 1.30 – Efeito do trabalho a frio, nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex 2205 (IMOA, 2014).

A resistência mecânica tende a ser maior perpendicularmente a direção de laminação, assim como a tenacidade ao impacto também é maior quando o entalhe é posicionado perpendicularmente à direção de laminação. A energia de impacto de

amostras retiradas transversalmente de um material AID é tipicamente de 1/2 a 2/3 da energia na direção longitudinal (GUNN, 2003; IMOA, 2014).

Além da alta resistência mecânica, os AID e AISD apresentam também uma boa ductilidade e tenacidade em temperatura ambiente e em baixas temperaturas (-40ºC), no entanto, a ductilidade e tenacidade são geralmente menores do que nos aços inoxidáveis austeníticos (GUNN, 2003). A Tabela 1.5, apresenta, de forma comparativa, as ductilidades mínimas de alguns aços inoxidáveis austeníticos e AISD.

Tabela 1.5 - Comparação da ductilidade dos aços inoxidáveis duplex e austeníticos de acordo com os requisitos da ASTM A 240 e EN 10088-2 (IMOA, 2014).

	ASTM A240		**EN 10088-2**			
Grau	UNS No.	Alongamento min. (%)	EN No.	Alongamento min. (%)*		
				P	H	C
	S32101	30	1.4162	30	30	30
	S32202	30	1.4062			
2304	S32304	25	1.4362	25	20	20
	S32003	25				
2205	S32205	25	1.4462	25	25	20
2507	S32750	15	1.4410	20	15	15
304L	S30403	40	1.4307	45	45	45
316L	S31603	40	1.4404	45	40	40

P = Placa laminada a quente / H = Bobina laminada a quente / C = Chapa e bobina laminada a frio / *direção transversal

É importante destacar, que como visto na seção 1.1.3, a tenacidade e a ductilidade dessas ligas, são fortemente impactadas pela presença de fases intermetálicas, como a fase sigma, fase R, fase alfa linha e a fase Chi, como foi relatado por diversos autores (FRANCIS e BYRNE, 2016; PARDAL, 2009; STEUDEL, 2018; VARGAS et al., 2021). Martins et al. (2014) relatou ter observado, em seu estudo, um endurecimento em

amostras de AISD grau 6A, depois de apenas 2 horas de envelhecimento a 475 ºC, que foi atribuido à presença da fase secundária alfa linha (α').

Os AID e AISD apresentam também uma transição dúctil-frágil mais gradual, quando comparado a do aço carbono ou dos aços inoxidáveis ferríticos. Vale ressaltar que os aços inoxidáveis austeníticos, tipicamente não apresentam transição dúctil-fragil, mantendo uma boa tenacidade até mesmo em temperaturas criogênicas (GUNN, 2003. IMOA, 2014).

1.1.5 Resistência a Corrosão dos AID e AISD

A resistência a corrosão dos aços inoxidáveis, é basicamente definida pela habilidade do aço em formar uma camada passiva, e manter essa camada em condições de serviço (GUNN, 2003). A resistência à corrosão, é uma propriedade que se destaca nos AID e AISD, apresentando desempenhos superiores, quando comparado aos aços inoxidáveis comuns, como os aços inoxidáveis austeníticos por exemplo, na maioria das aplicações.

A alta resistência a corrosão dessas ligas, pode ser atribuída a sua estrutura duplex e ao alto teor de alguns elementos como o Cr, que tende a aumentar a resistência a corrosão em ambientes contendo ácidos oxidantes, como também do Mo e do Ni, que tendem a aumentar a resistência à corrosão ambientes contendo ácidos levemente redutores (IMOA, 2014).

Embora os AISD apresentem, de forma geral, uma alta resistência à corrosão, os diferentes teores de Cr, Mo, Ni e N nessas ligas, tendem a resultar em diferentes níveis de resistência à corrosão em ambientes específicos (NICKEL INSTITUTE). Entretanto, a alta resistência à corrosão dos AID e AISD pode ser afetada pela precipitação de fases secundárias, como visto na seção 1.1.3. Tais precipitados podem se formar durante a exposição a altas temperaturas, devido principalmente, ao seu alto teor de elementos de liga (PARDAL et al., 2013).

1.1.5.1 Corrosão Generalizada

Na corrosão generalizada ou uniforme, o produto da corrosão se apresenta em toda a extensão da superfície do material, resultando em perda da espessura do material. Como pode ser vista na Figura 1.31.

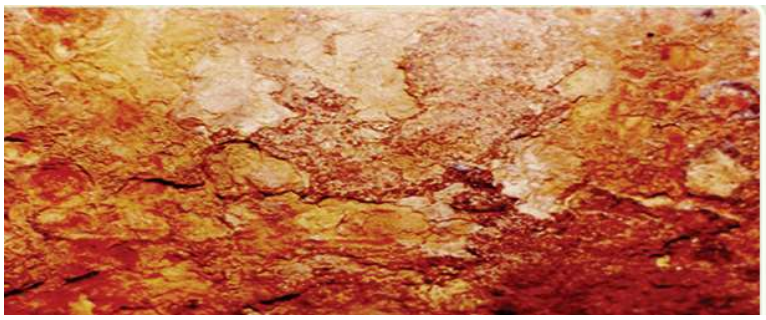


Figura 1.31 – Corrosão generalizada ou uniforme em chapa de aço carbono (GENTIL, 1996)

Uma das principais razões para o uso dos AID e AISD, é sua alta resistência a corrosão sob tesão induzida por cloreto, apresentando desempenho similar aos aços inoxidáveis superausteníticos, sendo superior ao desempenho apresentado pela maioria dos aços inoxidáveis comuns. Embora, esse fenômeno de corrosão pode ocorrer nessas ligas, em temperaturas e concentrações suficientemente altas de cloreto (NICKEL INSTITUTE, 2020).

Em meios contendo ácido sulfúrico em diferentes concentrações e temperaturas, os diferentes graus de AID e AISD apresentam comportamentos bem distintos, como apresentados nas curvas de isocorrosão da Figura 1.32. Também na Figura 1.32, pode ser observado que as ligas contendo Cu, como os graus UNS S32550 e o UNS S32760, apresentam um desempenho superior em diversas concentrações e temperaturas, em comparação a outros graus, como o UNS S31803 e UNS S32750. Esse melhor desempenho, pode ser atribuído ao fato do cobre agir como um elemento ativo na liga, reduzindo os ácidos (IMOA, 2014; PARDAL et al., 2013).

Em meios contendo ácidos fortemente redutores, como o HCl (ácido clorídrico), o uso da maioria dos aços inoxidáveis fica restrita as aplicações em baixas concentrações. Entretanto o AISD UNS S32760, apresenta um desempenho satisfatório, sendo superior à outros aços inoxidáveis, até mesmo o AISD UNS S32750, devido a adição de Cu e W (GUNN, 2003; PARDAL et al., 2013), como ilustra a Figura 1.33.

Em meios altamente oxidantes, contendo altas concentrações de ácido nítrico, por exemplo, os AID e AISD apresentam comportamentos adversos, principalmente devido ao teor de Mo nessas ligas. Nesse tipo de meio, o Mo tem um efeito negativo, por esse motivo, sua utilização é geralmente restrita a 2%. Devido a isso, ligas com menor teor de Mo, como o AID UNS S32304, apresenta um desempenho mais satisfatório nesse tipo de ambiente, quando comparado a alguns outros aços inoxidáveis com um maior teor de Mo (GUNN, 2003; IMOA, 2014; PARDAL et al., 2013)

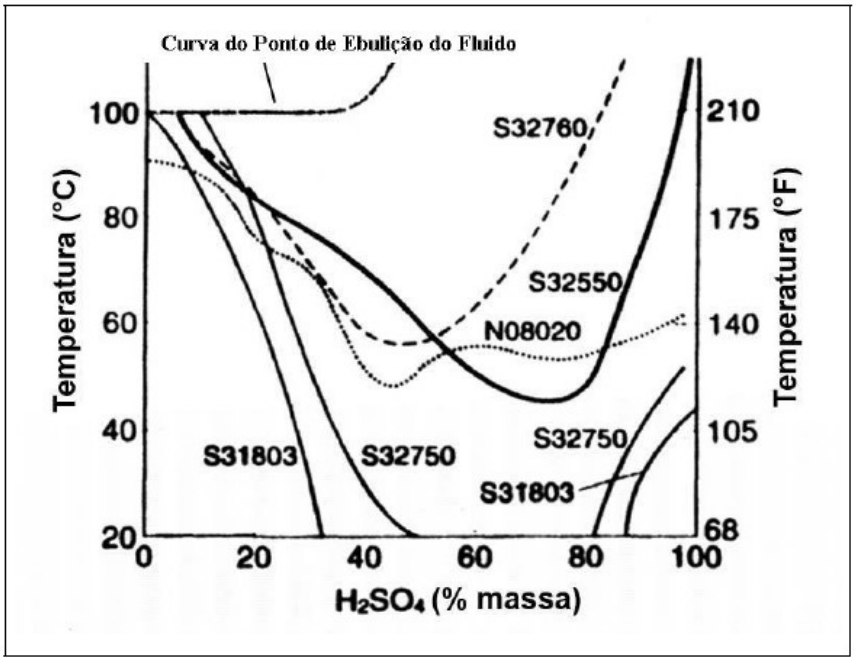


Figura 1.32 – Curvas de isocorrosão de aços inoxidáveis em ácido sulfúrico (0,1 mm/ano) (GUNN, 2003).

Os AID e AISD apresentam um excelente desempenho em meios contendo ácidos orgânicos puros e contaminados. AID mais modernos apresentam maior resistência em ambientes contendo ácido acético em altas temperaturas onde aços, como o AISI 304, sofrem corrosão elevada e pode gerar trincas em altas concentrações. Em ambientes contendo ácido fórmico, um ácido orgânico altamente agressivo, onde a maioria dos aços inoxidáveis é fortemente afetado em médias concentrações e altas temperaturas, o AISD UNS S32750 apresenta boa resistência, a até quase a sua temperatura de fusão (GUNN, 2003; PARDAL et al., 2013).

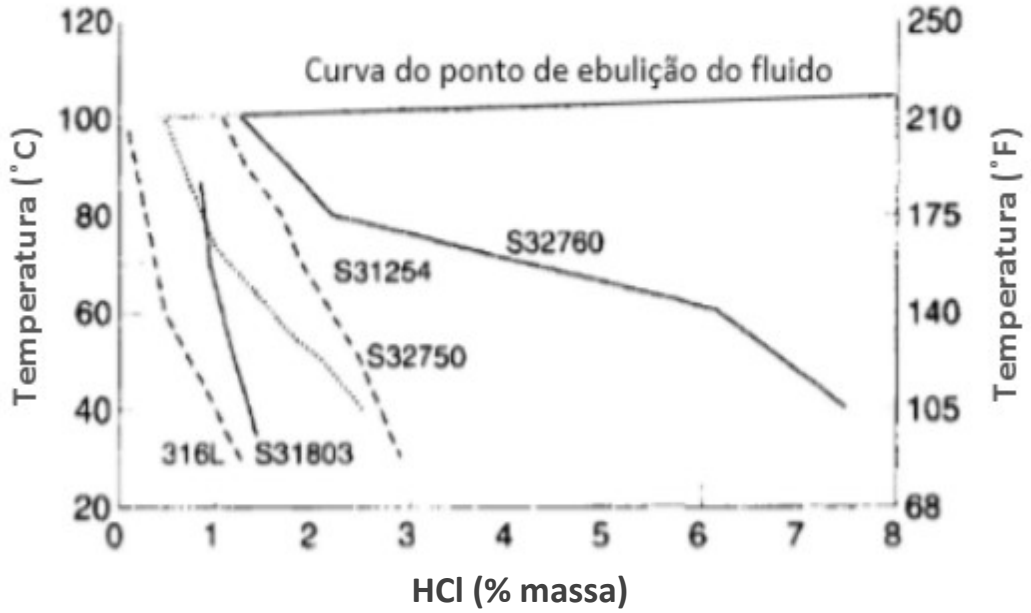


Figura 1.33 – Curvas de isocorrosão de aços inoxidáveis em ácido clorídrico (0,1 mm/ano) (GUNN, 2003).

1.1.5.2 Corrosão Localizada

Os AID e AISD, tem como uma das principais características a alta resistência a corrosão localizada, apresentando geralmente altos valores de temperatura crítica de pite *critical pitting temperatures (CPT)* e temperatura crítica de fresta *critical crevice temperatures* (CCT), o que indica uma alta resistência corrosão localizada em ambientes ricos em cloreto (NICKEL INSTITUTE, 2020). A corrosão localizada, tende a ser mais perigosa do que a corrosão generalizada, pois seu monitoramento é difícil, sendo mais facilmente detectável quando já está em estágio avançado (GENTIL, 1996).

O teor relativamente alto de Cr, Mo e N oferece aos AID e AISD boa resistência à corrosão por pites e por frestas. Em ambientes contendo hidrocarbonetos halogenados, os AID e AISD tendem a apresentar uma boa resistência à corrosão por pites e a corrosão sob tensão (IMOA, 2014).

Essa elevada resistência à corrosão pode ser observada através do índice equivalente de resistência ao pite - *Pitting Resistance Equivalent Number* (PREN), apresentado na Equação 1.5, que pode ser usado para estimar o nível de resistência à

corrosão por pites de um aço inoxidável. O PREN descrever a relação entre o teor de alguns elementos de liga, e as propriedades de resistência a corrosão (GUNN, 2003). É importante ressaltar, que uma das características dos AISD é apresentar um valor de PRE superior a 40 (PARDAL et al., 2013).

$$PREN = \%Cr + 3{,}3.(\%Mo) + 16.(\%N) \quad (1.5)$$

A Equação 1.5 é a forma mais empregada para calcular o valor do PRE, entretanto devido à adição de tungstênio (W) aos novos AISD, o PRE de alguns AISD pode ser melhor determinado através da Equação 1.6 (PARDAL et al., 2013).

$$PRE_w = \%Cr + 3{,}3.(\%Mo + 0{,}5\%W) + 16.(\%N) \quad (1.6)$$

Corrosão por pites

A corrosão por pites, é um tipo de corrosão localizada, que apresenta uma profundidade maior que seu diâmetro, com fundo anguloso, ocorrendo em pontos localizados da superfície, como visto na Figura 1.34. Esse tipo de corrosão é muito comum em materiais metálicos formadores de películas protetoras, como é o caso dos aços inoxidáveis. Esse tipo de corrosão é resultado do rompimento localizado da camada passiva (GENTIL, 1996).



Figura 1.34 – Corrosão por pites (BARBOSA e SOKOLOWSKI, 2013).

Embora todos os elementos de liga, em diferentes níveis, afetam a resistência a corrosão dos AID e AISD, os elementos associados ao valor de PRE, contidos na Equação 1.6 (Cr, Mo, N e W), são os principais responsáveis pela alta resistência a corrosão por pites dessas ligas (GUNN).

Embora os AISD apresentem boa resistência a corrosão em ambientes severos, como já apresentado anteriormente, essa resistência a corrosão pode ser afetada em algumas situações, como observado por Souza et al. (2010) que verificaram uma boa resistência a corrosão por pites de um AISD grau 5A em temperatura ambiente, mesmo com altas concentrações de NaCl (entre 5,800 ppm e 80,000 ppm). Entretanto em temperaturas acima de 60 ºC, houve um drástico aumento no tamanho médio e na quantidade de pites no material, em um ambiente menos severo (22,770 ppm de Cl^-), demonstrando um forte efeito da temperatura na resistência a corrosão do material nesse ambiente.

Devido a estrutura duplex dos AID e AISD, é importante considerar a resistência a corrosão por pites na ferrita e na austenita individualmente, devido a partição de elementos de liga, que será função do tratamento térmico empregado, pois se uma das fases estiver deficiente em Cr, N, Mo ou W isso pode acarretar valores de PRE localizados muito baixo, resultando em pontos com uma menor resistência à corrosão por pites (GUNN, 2003; PARDAL et al., 2013; PARDAL, 2009).

Corrosão por frestas

A corrosão por frestas é um tipo de corrosão localizada, que geralmente surge em pequenos espaços livres, onde o fluido escoa com dificuldade, como juntas soldadas sobrepostas, juntas rebitadas, ligações flangeadas, ligações roscadas, revestimentos com chapas aparafusadas, debaixo de areia ou impurezas depositadas sobre a superfície do aço, além de pontos de contato com materiais não metálicos (GENTIL, 1996; PARDAL et al., 2013).

É importante destacar que a temperatura crítica de corrosão por fresta - *critical crevice temperatures* (CCT) é aproximadamente igual à temperatura crítica de corrosão por pite - *critical pitting temperatures (CPT)*, como pode ser observado pela Figura 1.35, existindo, dessa forma, uma relação entre a resistência à corrosão por frestas e a resistência à corrosão por pites (PARDAL et al., 2013).

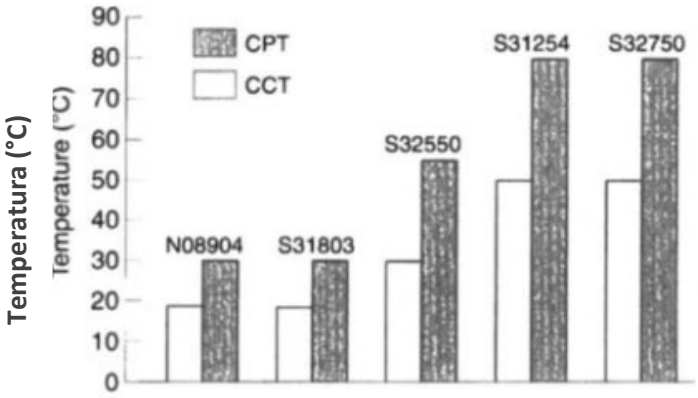


Figura 1.35 – Comparação das temperaturas críticas de corrosão por frestas (*CCT*) e de corrosão por pites (*CPT*) de diversos materiais, em uma solução de FeCl3 por 24 h (GUNN, 2003)

1.1.5.3 Corrosão sob tensão

Em algumas situações, um aço pode ser exposto a um ambiente agressivo, como um ambiente rico em cloreto, ao mesmo tempo em que é submetido a tensão de tração ou possui tensões internas. A combinação desses dois fatores, pode levar a uma falha, denominada corrosão sob tensão (GENTIL, 1996).

A resistência a corrosão sob tensão nos AID e AISD tem um valor intermediário, entre os aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos, todavia na estrutura duplex, a ferrita apresentar maior resistência a esse tipo de corrosão, devido a isso, confere a essas ligas um melhor desempenho, principalmente em ambientes contendo cloretos (GENTIL, 1996; PARDAL et al., 2013). Segundo Gunn (2003), os AISD são praticamente imunes à corrosão sob tensão, em temperaturas superiores a 250 ºC, em meios contendo NaCl a 3%.

Embora os AID e AISD apresentem alta resistência à corrosão, tanto generalizada quanto localizada, a precipitação de fases secundárias, com o a fase sigma (σ), Chi (χ) e alfa linha (α'), pode fragilizar e diminuir a resistência à corrosão da liga (GUNN, 2003; MARTINS, 2017). Tais precipitados tendem a se formar durante tratamentos térmicos, durante o processamento ou durante o serviço, surgindo principalmente na ferrita, pois apresenta maior taxa de difusão. Além disso, a ferrita é rica em Cr e Mo, que são

elementos que favorecem a precipitação dessas fases secundárias (GUNN, 2003; MARTINS, 2017; PARDAL et al., 2013).

Nos trabalhos conduzidos por Silva et al. (2017) e Vargas et al. (2021), foram observadas reduções da resistência a corrosão de um AID e um AISD, depois de serem submetidos a tratamentos térmicos de envelhecimentos a 475ºC, possivelmente devido a presença da fase alfa linha (α'). Assim como relatado por Pezzato et. al. (2018), que observou a redução da resistência a corrosão de AID e AISD, juntamente com o surgimento do fases secundárias (χ, σ e nitretos), após o envelhecidos entre 750 e 900ºC por diferentes períodos.

Através da Figura 1.36, é possível observar a formação de pite na superfície de um AID 2205 após ensaio de corrosão conforme a norma G 48 a 40ºC.

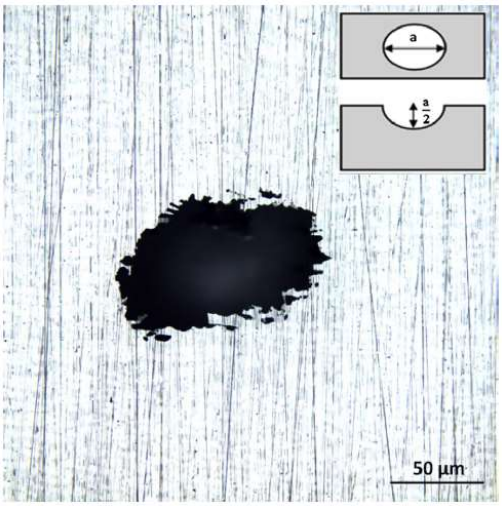


Figura 1.36 – Formação de pite na superfície de um AID 2205 após ensaio de corrosão segundo a ASTM G48 a 40ºC (HOSEINPOOR et al., 2014).

1.2 O AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S32760

O aço inoxidável UNS S32760 é um aço inoxidável da família dos superduplex (AISD) com alto teor de elementos de liga, que apresenta uma excelente combinação de propriedades mecânicas e de resistência a corrosão. Sua microestrutura é composta por proporções aproximadamente iguais de ferrita e austenita, entretanto, o aspecto de sua

microestrutura, pode variar de acordo com o processamento aplicado, como será melhor detalhado na seção seguinte.

A Tabela 1.6 apresenta a composição química média de um AISD UNS 32760, na condição fundido e trabalhado. A Tabela 1.7, apresenta algumas das nomenclaturas que podem ser utilizadas para designar esse grau de AISD, de acordo com diferentes normas.

Tabela 1.6 – Composição química típica do AISD UNS S32760 trabalhado e fundido (Adaptado de (IMOA, 2014)).

Tipo	**Elementos em peso %**								
	C	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**N**	**Mn**	**Cu**	**W**	**PREN**
UNS S32760 (Zeron 100) Trabalhado	0.03	24.0 – 26.0	6.0 – 8.0	3.0 – 4.0	0.2 – 0.3	1.0	0.5 – 1.0	0.5 – 1.0	40 - 43
UNS J93380 (Grau 6A) Fundido	0.03	24.0 – 26.0	6.5 – 8.5	3.0 – 4.0	0.2 – 0.3	1.0	0.5 – 1.0	0.5 – 1.0	40 - 42

Tabela 1.7 - Nomenclaturas do aço Inoxidável Superduplex UNS S 32760 por diferentes Normas (http://www.f55superduplex.co.uk/.)

Norma	**EN/DIN**	**AFNOR**	**AISI**	**GOST**	**BRANDS®**	**NACE**	**ISO**	**UNS**
Sigla	1.4501	Z3CND25.06Az	F55	12Kh13	ZERON100	MR01-75	15156	S32760

O UNS S32760 na condição fundido, também identificado por grau 6A, é um AISD que, devido ao seu alto teor de nitrogênio, apresenta melhor soldabilidade e melhor resistência a corrosão, quando comparado com aços duplex fundidos de primeira geração, como o J93370 (NICKEL INSTITUTE, 2020).

Quando livres de fases secundárias, o AISD UNS S32760 apresenta grande resistência a corrosão por pites e corrosão sob tensão (IMOA, 2014; NICKEL INSTITUTE, 2020), como comprovado por Francis (1991), que realizou uma comparação da resistência a corrosão sob tensão a 80 ºC, e da resistência a corrosão por pites, com diferentes concentrações de H_2S, utilizando os aços inoxidáveis UNS S31803,

UNS S31200 e UNS S32760 conformados a frio. O pesquisador observou que enquanto o UNS S31803 e o UNS S31200 já apresentavam trincas em baixas e médias concentrações de H_2S, respectivamente, o UNS S32760 não apresentou trincas, mesmo em altas concentrações. Tal comportamento foi atribuído ao maior teor de elementos de liga do UNS S32760. Já em relação a resistência a corrosão por pites, foi observado que todas as amostras sofreram corrosão por pites quando submetidas a altas concentrações de H_2S, com pites preferencialmente na ferrita, entretanto, entre os três materiais estudados, o UNS S32760 apresentou maior resistência a esse tipo de corrosão.

Segundo Gunn (2003) o UNS S32760 apresenta desempenho superior a outras ligas da mesma família, quando submetidos a ambientes contento ácido clorídrico (HCl) em maiores concentrações, devido ao seu teor de Cu e W, como pode ser visto nas curvas de isocorrosão da Figura 1.33.

Uma as principais características do UNS S32760, é a sua alta resistência a corrosão por pites, entretanto, quando submetidos a ambientes mais severos como altas pressões e/ou altas temperaturas, a corrosão por pites pode ocorrer. Tal resistência à corrosão pode ser correlacionada com seu alto valor de temperatura crítica de pite (FRANCIS e BYRNE, 2016; NICKEL INSTITUTE, 2020). Em seu estudo, Tsaprailis et al. (2009) constataram que as temperaturas críticas de pite de um UNS S32760 em barra e em placa, ficaram entre aproximadamente 80 e 85 ºC, conforme Figura 1.37. Francis e Byrne (2016), observaram uma temperatura crítica de pite, para um UNS S32760 solubilizado, de aproximadamente 75 ºC, como pode ser visto na Figura 1.38.

De forma geral, o UNS S32760 livre de fases secundárias, tende a apresentar uma temperatura crítica de pite, superior a 75 ºC, valor superior aos encontrados por Hoseinpoor et al (2014), que ao utilizar diferentes métodos para determinar a temperatura crítica de pite de um AID 2205, encontrou valores variando entre 40 e 49 ºC. Assim como Xu et al. (2018), que também utilizaram diferentes métodos para determinar a temperatura crítica de pite de um AISD UNS S32707, e encontrou valores variando entre 55 e 65 ºC.

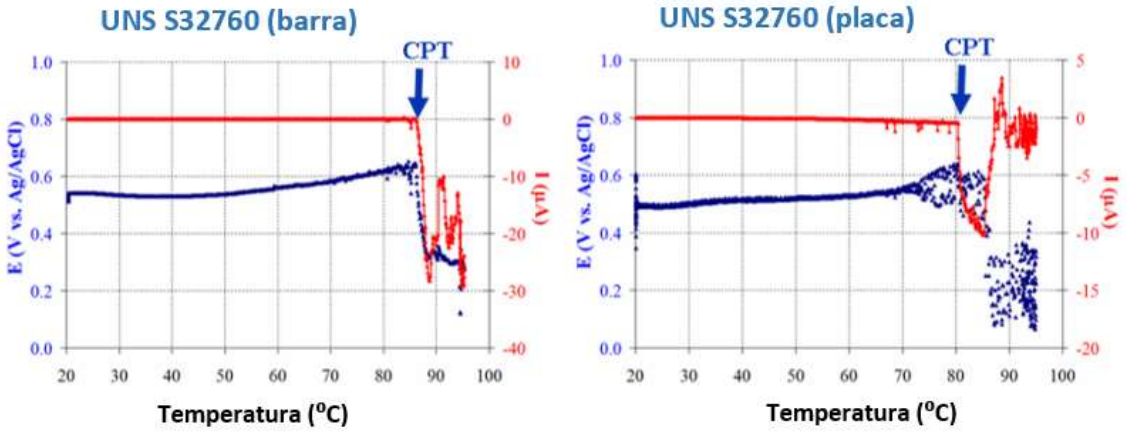


Figura 1.37 – Determinação de temperatura crítica de pite de um UNS S32760 em barra e placa em solução de 6% de $FeCl_3$. Adaptado de (TSAPRAILIS et al., 2009).

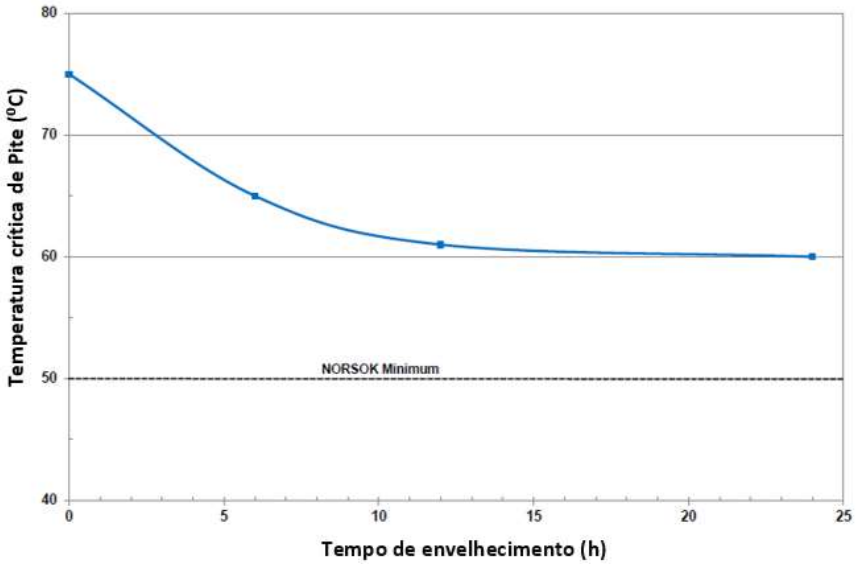


Figura 1.38 – Temperatura crítica de pite de um UNS S32760 em função do tempo de envelhecimento a 450 ºC. Adaptado de (FRANCIS; BYRNE, 2016).

O UNS S32760 é comumente comercializado na condição solubilizado, na faixa de temperatura de 1100 ºC, todavia, GUNN (2003) destaca, que os tratamentos térmicos de solubilização realizado entre 1100°C - 1200°C geram efeitos sobre a microestrutura duplex, podendo ocasionar alterações em sua morfologia. Segundo Hatwig (2015), as propriedades mecânicas do aço inoxidável superduplex UNS S32760 são fortemente influenciadas pelo tempo e pela temperatura de solubilização, onde a variação dessas

variáveis, pode levar a alterações nas frações volumétricas das fases ferrita e austenita da liga. A Tabela 1.8, apresenta as propriedades mecânicas tipicamente apresentadas por um UNS S32760.

Hatwig (2015) realizou uma comparação entre as propriedades mecânicas do aço UNS S32760 submetido a solubilização em diferentes tempos (30, 90 e 240 min) e temperaturas (1050 ºC e 1150 ºC), onde foi observada uma variação nos valores de dureza em função do aumento do tempo de solubilização, para ambas as temperaturas de solubilização utilizadas, se mostrado superiores à dureza média do material como recebido (solubilizada a 1100 ºC por 240 min), como pode ser visto na Figura 1.39 (a-b). No mesmo estudo, Hatwig (2015) obteve as curvas de tensão-deformação, para o UNS S32760 nas diferentes condições de solubilização, onde não foram observadas grandes diferenças entre as curvas do gráfico, como pode ser visto na Figura 1.40.

Tabela 1.8 – Propriedades mecânicas de um UNS S32760 trabalhado baseado na ASTM A 240. Adaptado de (NICKEL INSTITUTE, 2020; IMOA, 2014).

UNS	0,2% Limite de escoamento mínimo (MPa)	Tensão de ruptura mínima (MPa)	Alongamento mínimo (%)	Dureza máxima (HB)
S32760	550	750	25	310

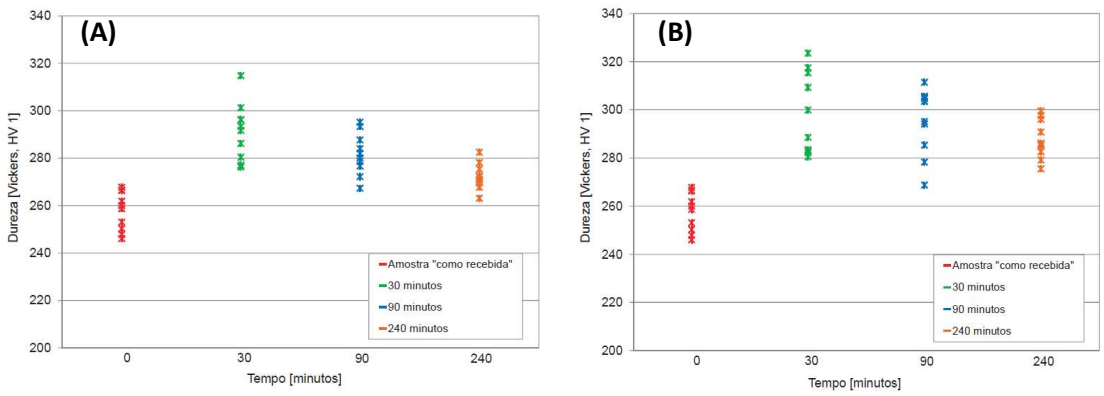


Figura 1.39 – Valores das medidas de dureza (HV) obtidos para um UNS S32760 tratadas isotermicamente a (a) 1050ºC (b) 1150ºC por diferentes períodos (HATWIG, 2015).

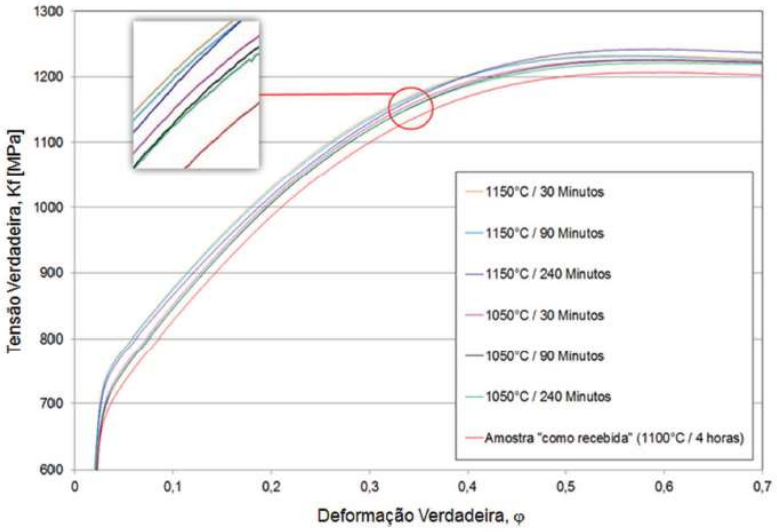


Figura 1.40 – Curvas de tensão-deformação do aço UNS S32760 forjado e solubilizado em diferentes tempos e temperaturas de solubilização (HATWIG, 2015).

O maior teor de elementos de liga presente no UNS S32760, resulta em vantagens e desvantagens para essa liga. Por um lado, os níveis de Cu e W, acarretam uma melhor resistente à corrosão em ambientes ricos em ácido clorídrico (HCl) (GUNN, 2003; IMOA, 2014). Além disso, os teores de Cu e W encontrados no AISD grau 6A, tendem a ajudar na estabilização do filme passivo dessa liga (MARTINS et al., 2014). Por outro lado, o alto teor de elementos de liga, como o Cr e o Mo, pode acelerar a formação e os efeitos de fases secundárias (NICKEL INSTITUTE, 2020). Contudo, segundo Martins (MARTINS et al., 2014), devido ao menor teor de Mo do AISD 6A, essa liga apresenta uma menor taxa de formação da fase secundária alfa linha (α'), quando envelhecidas a 475 ºC, em comparação com o AISD grau 5A.

O UNS S32760 se destaca pela alta resistência a corrosão por pite e por fresta; excelente resistência a corrosão sob tensão em ambientes contendo cloretos e ácidos; alta resistência a erosão e corrosão por fadiga; boa soldabilidade; condutividade térmica alta; baixo coeficiente de expansão térmica e excelente tenacidade (GUNN, 2003; SAWCZEN, 2014). Devido a esse conjunto de características, essa liga é utilizado em aplicações como: trocadores de calor; tubos para transporte de óleo e gás; componentes mecânicos e estruturais; equipamentos para indústria nuclear; equipamentos para transporte de substâncias ricas em cloretos; utilização na fabricação de eixos, rotores, turbinas, rolos compressores que exijam elevada resistência a corrosão por fadiga;

tanques e vasos para a indústria química, peças e equipamentos sujeitos a contato com água salgada (NICKEL INSTITUTE, 2020; IMOA, 2014).

1.3 EFEITOS DOS PROCESSOS DE FABRICAÇÃO

No presente trabalho, foi utilizado o AISD UNS S32760, obtidos por três diferentes rotas de processamento: fundição, forjamento e laminação. Segundo Gunn (2003) os AID e AISD fundidos e trabalhados tem frações volumétricas equivalentes de ferrita (δ) e austenita (γ), entretanto os componentes trabalhados apresentam uma textura resultante da deformação plástica sofrida. Além de afetar diretamente as propriedades mecânicas, como a tenacidade e a resistência mecânica, grandes níveis de deformação plástica podem afetar as balanço entre a ferrita e austenita, nos AID e AISD. Nos trabalhos conduzidos por (ALVES e MAGNABOSCO, 2013; JÚNIOR et al., 2012; MARANGONI e MAGNABOSCO, 2012), foi observada uma diminuição da fração de ferrita com o aumento do grau de deformação plástica a frio e encruamento, em amostras de AID, gerando um desequilíbrio na microestrutura duplex.

Os processos de fundição, são considerados processos metalúrgicos de solidificação, que transformam o material metalurgicamente, a partir do aquecimento acima da temperatura de fusão do material, levando-o ao estado líquido ou semissólidos, e posteriormente, resfriando e solidificando, dessa forma, dando origem as peças fundidas. Por outro lado, a laminação e o forjamento, são considerados processos de conformação plástica, onde a forma de um material no estado sólido é alterada pela aplicação de tensões, abaixo do limite de resistência do material, gerando deformações plásticas no mesmo (BOLANHO, 2017; TÂMEGA, 2017).

Processo de fundição

O processo de fundição consiste no vazamento do metal líquido em um molde, que apresenta uma cavidade em seu interior. Tal cavidade, corresponde ao formato da peça que se deseja produzir. Tal processo é representado esquematicamente na Figura 1.41 (CHIAVERINI, 1986).



Figura 1.41 – Processo de fundição (REVISTA FERRAMENTAL, 2021)

A maioria dos processos de fabricação, tem a fundição como ponto de partida, pois a fundição permite a fabricação de peças acabadas com a forma definitiva e semiacabadas com a forma quase definitiva da peça projetada (Figura 1.42), assim como formas simples como lingotes (Figura 1.43), que são usadas como matéria prima para outros processos de fabricação como a laminação, o forjamento ou a usinagem (BIBBY, M. J. e BEDDOES, 2003; CHIAVERINI, 1986).

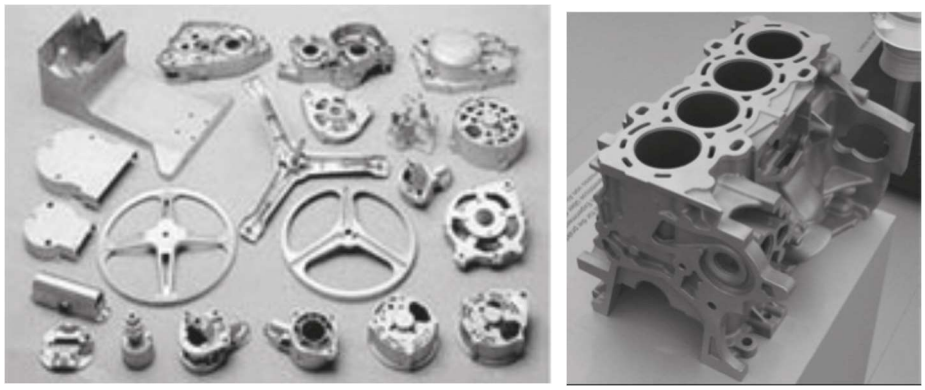


Figura 1.42 – Exemplos de peças fundidas acabadas e semiacabadas (TÂMEGA, 2017)



Figura 1.43 – Lingote fundido (MATINS et al., 2014).

Quando, no processo de fundição, o metal está no estado líquido, seus átomos movimentam-se e distribuem-se desordenadamente, sendo que, durante o resfriamento e solidificação, eles passam a se posicionar de maneira mais definida e ordenada, formando estruturas regulares chamadas de dendritas. Essas dendritas tendem a cresce até que se depararem com as dendridas vizinhas, onde seu crescimento é impedido, dando origem aos grãos, com seus contornos irregulares. Desta forma, as ligas metálicas, em geral, apresentam sua solidificação por meio da formação de dendritas, conforme representada na Figura 1.44 (BIBBY, M. J. E BEDDOES, 2003; CHIAVERINI, 1986; TÂMEGA, 2017).



Figura 1.44 – Processo de formação e crescimento de dendritas (CHIAVERINI, 1986).

Durante o resfriamento e solidificação de um lingote fundido, diferentes microestruturas podem surgir, com diferentes aspectos dos grãos. Algumas das possíveis macroestruturas de solidificação de um lingote fundido são apresentadas na Figura 1.45 (TÂMEGA, 2017).

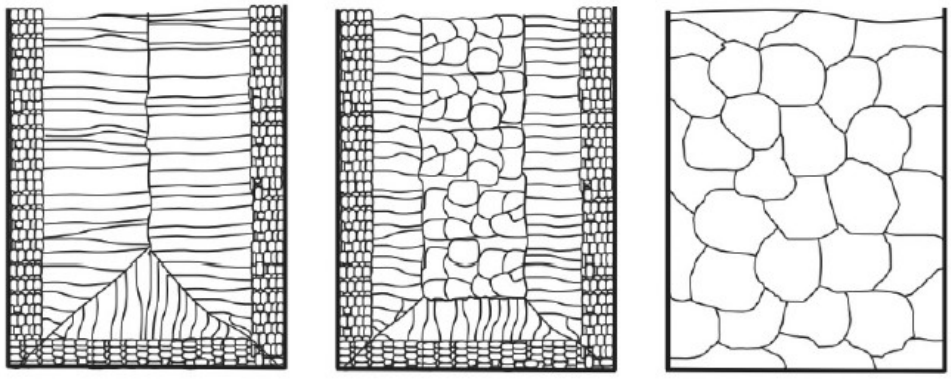


Figura 1.45 – Possíveis microestruturas de um lingote fundido solidificado (TÂMEGA, 2017).

É importante salientar, que uma liga metálica que tenha o tamanho de grãos pequenos, tende a apresentar uma melhor resistência mecânica, mantendo seu alongamento. Pois uma estrutura com grãos menores, tem mais contornos de grãos, e o contorno do grão é uma barreira para o deslocamento das discordâncias e deformação plástica, aumentando, dessa forma, a resistência mecânica da liga. Tal processo de redução no tamanho dos grãos, é conhecido como "refino de grãos". Esse refino no tamanho dos grãos, pode ser feito por meio da adição de inoculantes, nos materiais fundidos antes da solidificação, ou por meio de conformação a frio em materiais solidificados (TÂMEGA, 2017).

No início da solidificação, os AID e AISD apresentam uma estrutura totalmente ferrítica, e ao longo do resfriamento e solidificação, ocorre o surgimento das primeiras ilhas de austenita, dando origem a estrutura duplex, composta por uma matriz ferrítica e ilhas de austenita, com uma microestrutura com aspecto típica de AID e AISD fundidos, como pode ser visto na Figura 1.46 (LONDOÑO, 2001).

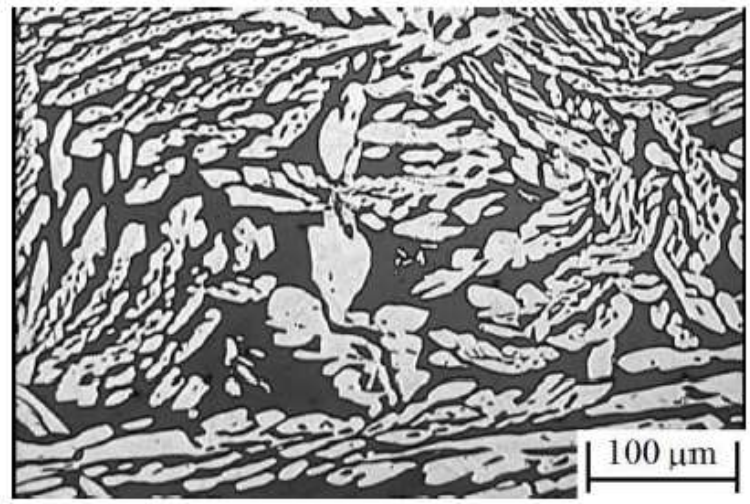


Figura 1.46 – Microestrutura de um AISD 2507 fundido (grau 5A) composta por ferrita (fase escura) e austenita (fase clara) (MATIAS et al., 2017).

Processo de laminação

A laminação, é um processo de conformação mecânica, que consiste em forçar o metal a passar entre dois cilindros, girando em sentidos opostos com a mesma velocidade

superficial, distanciados entre si a uma distância menor do que o valor da espessura da peça a ser deformada. Durante essa passagem através dos cilindros, ocorre a deformação plástica do metal, onde a espessura do material e reduzida e o comprimento e largura são aumentados, conforme representado pela Figura 1.47 (BOLANHO, 2017; CHIAVERINI, 1986).

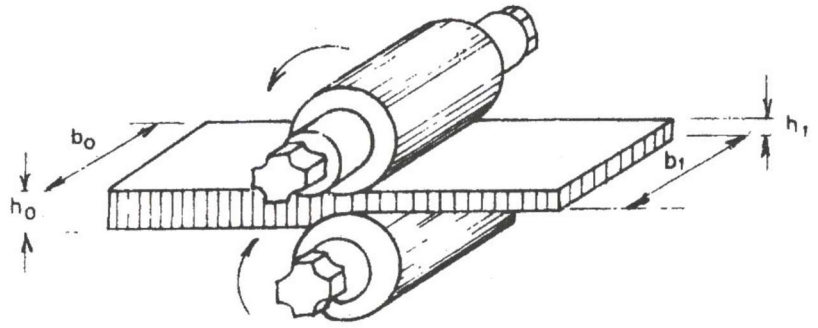


Figura 1.47 – Representação esquemática do processo de laminação (CHIAVERINI, 1986).

Assim como a fundição, a laminação também é capaz de produzir produtos acabados e prontos para o uso, como trilhos ferroviários, vigas e perfis metálicos. Entretanto, a laminação também pode gerar produtos intermediários que serão empregados como matéria-prima em outros processos de fabricação, como tarugos para forjamento e chapas para estampagem profunda e para a produção de tubos com costura (BOLANHO, 2017).

No processo de laminação, a passagem do metal entre os dois cilindros, tende a gerar um alongamento dos grãos do metal, resultando em uma microestrutura com aspecto típico de materiais laminados, como mostrado na Figura 1.48 (BOLANHO, 2017).

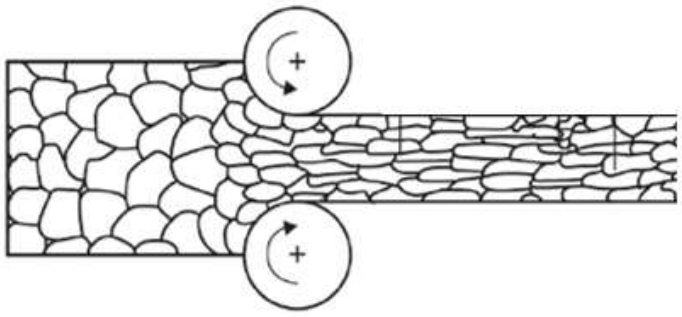


Figura 1.48 – Representação do alongamento dos grãos durante a laminação a frio (Adaptado de (BOLANHO, 2017)).

No caso dos AIS e AISD, o processo de laminação tende a gerar uma microestrutura com morfologia típica resultante do processo de laminação, caracterizado por uma matriz ferrítica, com ilhas de austenita alongadas na direção da laminação, como pode ser visto na Figura 1.49 e na Figura 1.50.

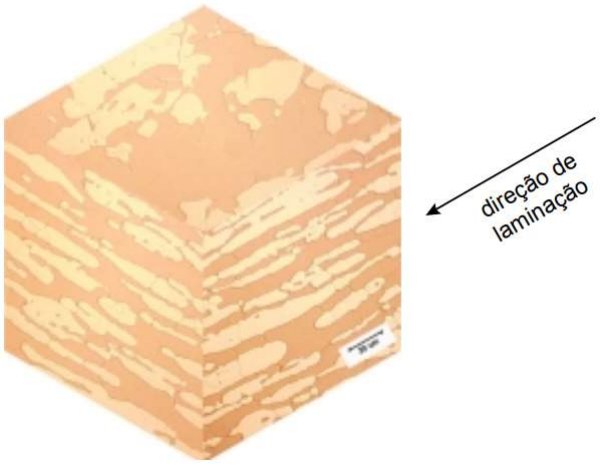


Figura 1.49 – Microestrutura de um AISD UNS S32760 laminado composta por uma matriz ferritica (fase escura) e ilhas alongadas de austenita (fase clara) (LONDOÑO, 2001).

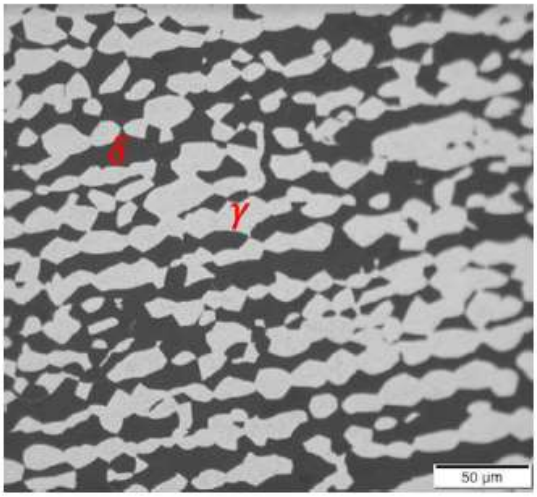


Figura 1.50 – Microestrutura de um UNS S32760 laminado com matriz ferritica (fase escura) e ilhas de austenita (fase clara) (ALVES e SILVA, 2022).

A laminação, é um processo de conformação, que pode ser feito a frio ou a quente. Entretanto, vale destacar, que durante a conformação a quente, o material é constantemente submetido a recristalização dinâmica, resultando em uma estrutura

refinada e eliminando a estrutura dendritica da fundição, melhorando assim as propriedades mecânicas do material em comparação com peças fundidas. Já na conformação a frio, não há recristalização, todavia, tal processo pode acarretar um fenômeno denominado “encruamento”, que resulta no aumento da dureza da liga (BIBBY, M. J. e BEDDOES, 2003; BOLANHO, 2017).

Processo de forjamento

O forjamento é o processo de conformação mecânica, mais antigo que se tem conhecimento, datando de séculos antes de Cristo. Iniciado com o trabalho dos ferreiros de forma braçal, que utilizavam martelos e bigornas para produzir a deformação do metal e posteriormente, o processo foi mecanizado desde o início da Revolução Industrial. O forjamento consiste na aplicação de esforços de compressão sobre um material, que apresente ductilidade adequada, gerando deformação plástica, com a finalidade de alterar sua forma, conforme ilustrado pela Figura 1.51. O forjamento, pode ser realizado por meio de prensagem ou martelamento (BOLANHO, 2017; CHIAVERINI, 1986).

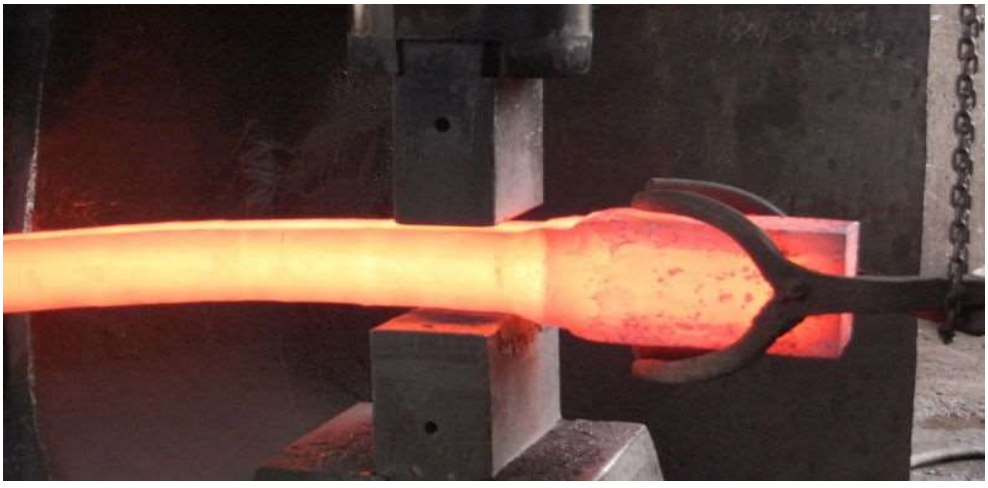


Figura 1.51 – Processo de forjamento (https://www.mecanicaindustrial.com.br/forjados-de-aco-inoxidavel)

O forjamento por martelamento consiste na aplicação de golpes rápidos e sucessivos no metal, onde a pressão atinge a máxima intensidade quando o martelo toca

a peça, e decai rapidamente à medida que a energia do golpe é absorvida pela deformação plástica, o que gera deformação principalmente nas camadas superficiais da peça. Tal processo utiliza martelos de forja ou martelos de queda. Já no forjamento por prensagem, que é realizado por prensas, o metal fica sujeito a ação de uma forte compressão a baixa velocidade, e a pressão máxima é atingida no final da prensagem, atingindo as camadas mais profundas do metal e gerando deformações mais uniformes e regulares, do que o forjamento por martelamento (CHIAVERINI, 1986).

As operações de forjamento podem ser realizadas a quente, geralmente para produção de grandes pecas, como eixos de navios, rotores de turbina, rolo laminador e virabrequins, ou a frio para produzir peças pequenas, como parafusos, pregos e alfinetes. Os processos de forjamento podem ser classificados de acordo com a forma da matriz, em: forjamento em matriz aberta e forjamento em matriz fechada. No forjamento em matriz aberta ou livre, o esforço para deformação do metal se dá pela aplicação de golpes com o uso de uma matrizes, que apresente formas simples e superfície plana, como representado na Figura 1.52, sendo utilizada para produzir produtos de grande porte, acabados ou não, e que possuam formas simples, como os eixos de grande porte para turbinas de navios ou como rolos laminadores, além de dar forma a pecas que serão acabadas em outros processos de forjamento mais complexos, como em matrizes fechadas (BOLANHO, 2017; CHIAVERINI, 1986).

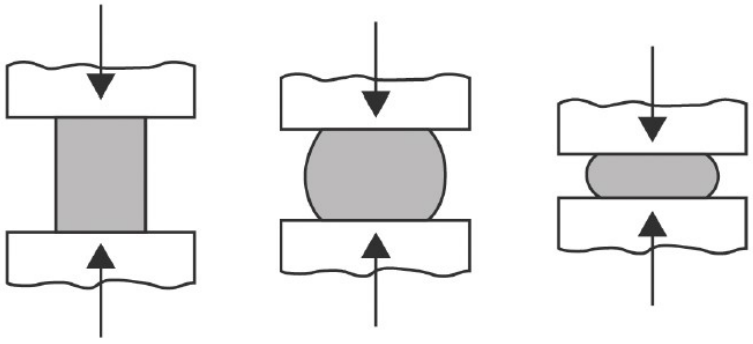


Figura 1.52 – Representação do processo de forjamento em matriz aberta (BOLANHO, 2017)

Já no forjamento em matriz fechada, a conformação se dá pela prensagem do material em uma matriz bipartida, que deve ser construída de acordo com o perfil da peça que será produzida, devendo apresentar, em seu interior, cavidades com a forma

correspondente a peça projetada, conforme ilustrado na Figura 1.53. A conformação total das peças ocorre com o fechamento ou semi-fechamento da matriz, momento em que se atingem as maiores pressões nesse tipo de processo (BOLANHO, 2017; CHIAVERINI, 1986).

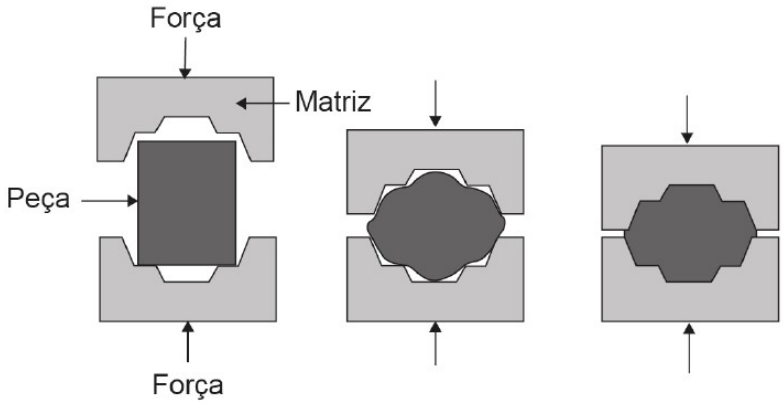


Figura 1.53 – Representação do processo de forjamento em matriz fechada (BOLANHO, 2017).

Assim como no processo de laminação, o forjamento também gera uma microestrutura característica de materiais que passaram por esse processamento. A Figura 1.54 apresenta a microestrutura de um UNS S32760 forjado, onde é possível observar as duas fases do material, a matriz ferritica (fase escura) e ilhas de austenira (fase clara) em forma de lóbulos com cantos arredondados. Tal morfologia, é característico de aços duplex forjadas (HATWIG, 2015).

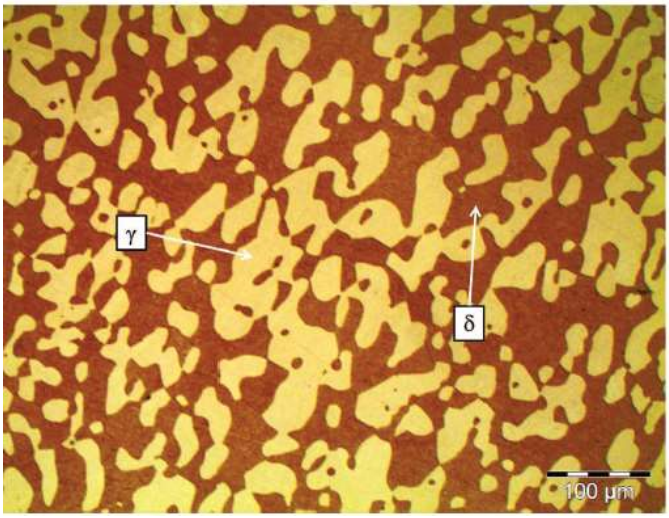


Figura 1.54 – Microestrutura de um UNS S32760 forjado e tratado isotermicamente a 1150°C por 240 minutos (HATWIG, 2015).

1.4 CARACTERIZAÇÃO POR ENSAIO ELETROMAGNÉTICO

O objetivo deste capítulo é fazer uma introdução a alguns conceitos necessários para a correta interpretação e entendimento dos resultados dos ensaios eletromagnéticos, que serão apresentados nessa dissertação, e não uma discussão aprofundada sobre magnetismo.

1.4.1 - Noções básicas de magnetismo

O magnetismo é o fenômeno segundo o qual os materiais exercem uma influência sobre outros materiais, caracterizada por uma força de atração ou repulsão. Alguns materiais como o ferro e alguns aços são materiais que exibem propriedades magnéticas, entretanto, na verdade todas as substâncias sofrem influência, em maior ou menor grau, na presença de um campo magnético (CALLISTER, 2008).

1.4.2 Campo Magnético (H)

Um campo magnético (H) é gerado, sempre que existirem partículas eletricamente carregadas em movimento (CALLISTER, 2008; CULLITY e GRAHAM, 2009). Esse campo magnético, pode ser produzido por uma corrente elétrica fluindo em um condutor, ou por um imã permanente. Na verdade, esse movimento de partículas eletricamente carregadas, gera forças magnéticas, que podem ser mais facilmente interpretadas na forma de campo, formado por linhas imaginárias de força (CALLISTER, 2008), conforme ilustra a Figura 1.55.

O magnetismo comumente apresenta uma natureza bipolar, apresentando dois polos magnéticos, chamados de polo norte e polo sul, separados por uma distância determinada. Tendo por convenção, que as linhas de campo magnético, saem do polo norte, e entrem no polo sul (SPALDIN, 2011), conforme Figura 1.56.

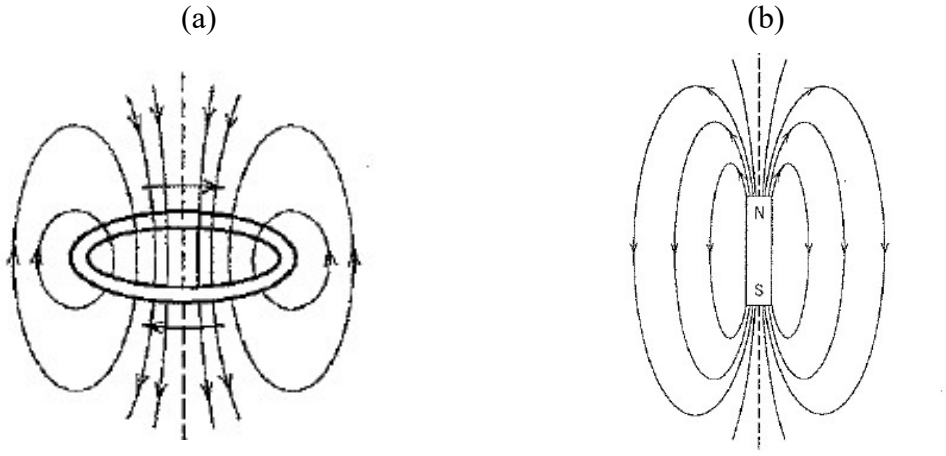


Figura 1.55 – Linhas de força de um campo mangético: a) Ao redor de um candutor de corrente elétrica; b) Ao redor de um imã de barra (CALLISTER, 2008).

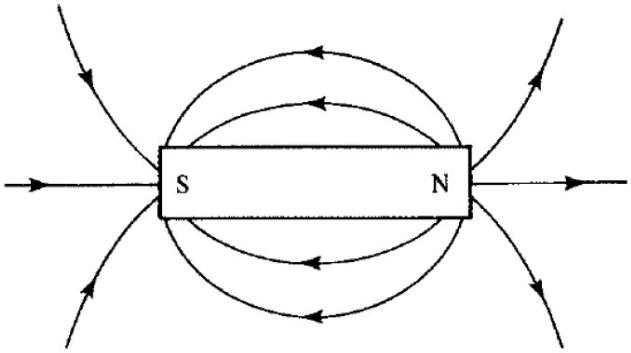


Figura 1.56 – Sentido das linhas de campo magnético em um imã permanente (CULLITY e GRAHAM, 2009).

A ação de um campo magnético, pode ser observada na Figura 1.57, onde é possível ver a dispersão de pequenas partículas de ferro, distribuídas sobre um pedaço de papel, ao redor de um imã permanente, sendo possível observar as linhas dos campos magnéticos.

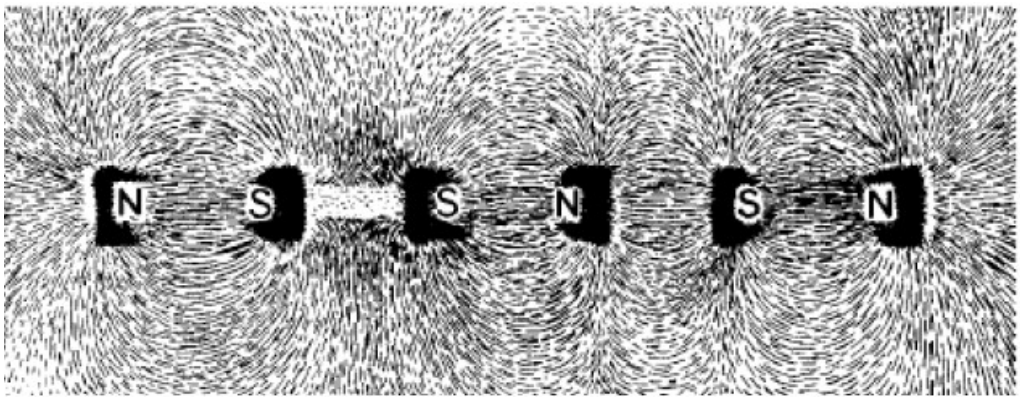


Figura 1.57 - Ação do campo magnético gerado por imã permanente, sobre partículas de ferro dispersas (CULLITY e GRAHAM, 2009).

Ao partir um ímã ao meio, obtêm-se dois ímãs, ambos com um polo norte e um polo sul. Se esse processo for repetido até o limite da divisão, o resultado será um ímã muito pequeno de momento finito chamado *dipolo magnético*. Os dipolos magnéticos podem ser considerados pequenos ímãs em forma de barra compostos de um polo norte e um polo sul, que pode ser representado por uma seta (CULLITY e GRAHAM, 2009).como mostra a Figura 1.58.

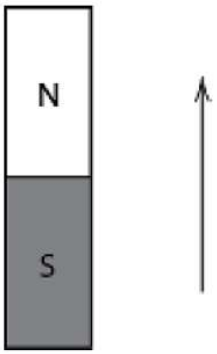


Figura 1.58 – Dipolo magnético (SILVA, 2020).

Vale ressaltar que os dipolos magnéticos de um material são influenciados por campos magnéticos externos, fazendo com que os mesmos tendam a se orientar na direção do campo magnético externo (CULLITY e GRAHAM, 2009).

Um campo magnético também pode ser gerado por uma bobina cilíndrica (ou solenoide), que consiste em um enrolamento de *N* voltas de um condutor, de comprimento

L, e que conduz uma corrente elétrica de magnitude I , conforme ilustra a Figura 1.59 (CALLISTER, 2008).

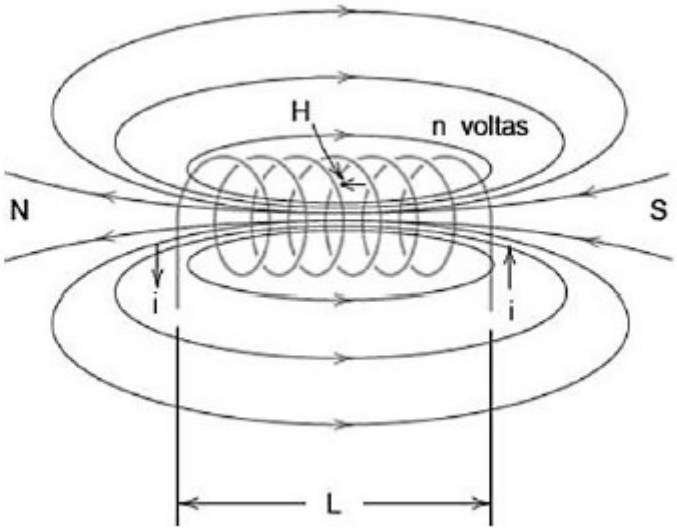


Figura 1.59 - Campo magnético (H) gerado por corrente elétrica fluindo em um condutor (solenoide) (SILVA, 2020).

O campo magnético gerado por uma bobina solenoide, pode ser determinado pela Equação 1.7.

$$H = \frac{N.I}{L} \tag{1.7}$$

Onde:

H = campo magnético [A/m]

N = número de voltas

I = corrente elétrica [A]

L = comprimento do enrolamento [m]

1.4.3 Indução Magnética (B)

A indução magnética (B), ou densidade de fluxo magnético, representa a magnitude da força do campo interno, no interior de uma substância que é submetida a

um campo magnético (H) externo (CALLISTER, 2008). Em outras palavras, a indução magnética, pode ser interpretada como a resposta do material a ação de um campo magnético externo aplicado, ou seja, está associado à interação entre um campo magnético externo e um material (SPALDIN, 2011).

Como exemplo, se uma barra de ferro desmagnetizada for colocada no interior de uma solenoide, será observado um aumento no campo magnético na parte externa da solenoide. Tal aumento, é resultado da soma do campo magnético gerado pela solenoide, e do campo magnético da barra de ferro que se magnetizou. Ao campo magnético resultante, dá-se o nome de indução magnética (B) (CALLISTER, 2008; CULLITY e GRAHAM, 2009).

A relação entre campo magnético H, e indução magnética B, é expressa na Equação 1.8.

$$B = \mu_0 (H+M) \tag{1.8}$$

Onde $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ [Tm/A] é a permeabilidade magnética no vácuo, que é uma constante universal, e M é a intensidade da magnetização ou simplesmente magnetização, que é definida como o momento magnético induzido por unidade de volume gerado pela barra (JILES, 1991). A Tabela 1.8 exibe algumas magnitudes magnéticas e suas respectivas unidades.

Tabela 1.9 – Magnitudes magnéticas e suas unidades (CALLISTER, 2008; NORIS, 2017).

Magnitude magnética	**Unidade (SI)**	**Unidade (cgs)**
B, indução magnética	Weber/metro² (Wb/m²) ou Tesla (T)	Gauss (G)
H, campo aplicado	Ampere/metro (A/m)	Oersted (Oe)
M, magnetização	Ampere/metro (A/m)	Oersted (Oe)
Fatores de conversão: 1 Oe = 79.58 A/m 1wb/m² = 1T = 10000G		

1.4.4 Susceptibilidade Magnética (χ_m)

A susceptibilidade magnética χ_m é uma constante de proporcionalidade adimensional, que relaciona a magnetização (M) de um material, e o campo magnético aplicado a ele, conforme a Equação 1.9 (CALLISTER, 2008).

$$M = \chi_m . H \tag{1.9}$$

1.4.5 Permeabilidade Magnética (μ)

A permeabilidade magnética (μ) é uma constante de proporcionalidade, que relaciona a indução magnética (B), e o campo magnético (H) (JILES, 1991), e pode ser definida pela Equação 1.10.

$$\mu = \frac{B}{H} \tag{1.10}$$

A permeabilidade magnética, pode ser mais facilmente entendida, como o quanto o material é permeável ao campo magnético externo (SILVA, 2020). Ou seja, quando um material está na presença de um campo magnético externo, e apresenta no seu interior, uma grande concentração de densidade de fluxo magnético, é considerado um material com alta permeabilidade (NORIS, 2017).

Em algumas situações, é usual utilizar a permeabilidade magnética do material em relação à permeabilidade do vácuo (μ_0) que é uma constante, nessa situação, se obtém a permeabilidade relativa μ_r, que é expressa pela Equação 1.11.

$$\mu r = \frac{\mu}{\mu 0} \tag{1.11}$$

A permeabilidade relativa (μ_r) de um material é uma medida do grau facilidade que o material pode ser magnetizado ou a facilidade com que a densidade de fluxo (B) pode ser induzida na presença de um campo magnético externo (CALLISTER, 2008).

1.4.6 Magnetismo dos materiais

Uma forma de classificar os diferentes tipos de materiais magnéticos, é segundo a sua permeabilidade magnética (μ), que é a relação entre o campo magnético (H) e a indução magnética (B), descrita pela Equação 1.12 (JILES, 1991).

$$\mu = \frac{B}{H} = \mu r . \mu 0 = \mu 0 \, (1 + xm) \tag{1.12}$$

De acordo com a permeabilidade magnética, os materiais magnéticos podem ser divididos em três grupos, são eles: diamagnéticos, paramagnéticos e ferromagnéticos (SILVA, 2020).

Materiais diamagnéticos

Os materiais diamagnéticos apresentam uma permeabilidade relativa (μ_r) menor do que 1, e uma suscetibilidade magnética (x_m) pequena e negativa, na ordem de -10^{-5}, ou seja, a densidade de fluxo em materiais diamagnéticos é menor do que no vácuo (CALLISTER, 2008). A Figura 1.60 ilustra as configurações dos dipolos magnéticos atômicos para um material diamagnético com e sem a presença de um campo magnético externo, onde as setas representam os momentos de dipolo atómico (CALLISTER, 2008).

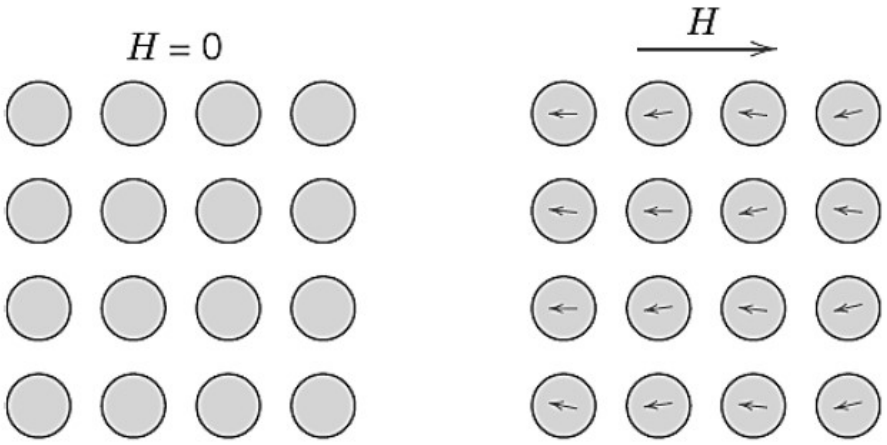


Figura 1.60 - Configuração do dipolo atômico para um material diamagnético com e sem campo magnético (CALLISTER, 2008).

Nesses materiais, quando não existe um campo magnético externo, não existem dipolos atómicos, e quando na presença de um campo magnético externo, os dipolos atómicos são induzidos, e se alinham no sentido oposta ao sentido do campo magnético externo (CALLISTER, 2008), como pode ser visto na Figura 1.60.

Materiais paramagnéticos

Os materiais paramagnéticos, apresentam uma permeabilidade relativa (μ_r) maior do que 1, e uma suscetibilidade magnética (x_m) relativamente pequena e positiva, na ordem de 10^{-5} e 10^{-2} (CALLISTER, 2008; SPALDIN, 2011). Esse tipo de material, apresenta uma distribuição ou soma de momentos magnéticos atômicos nula, e uma magnetização fraca (JILES, 1991).

Nos materiais paramagnéticos, quando não existe um campo magnético externo, as orientações dos dipolos atómicos são aleatórios, e na presença de um campo magnético externo, os dipolos atómicos tendem a se alinhar preferencialmente no sentido do campo magnético externo, conforme representado na Figura 1.61 (CALLISTER, 2008).

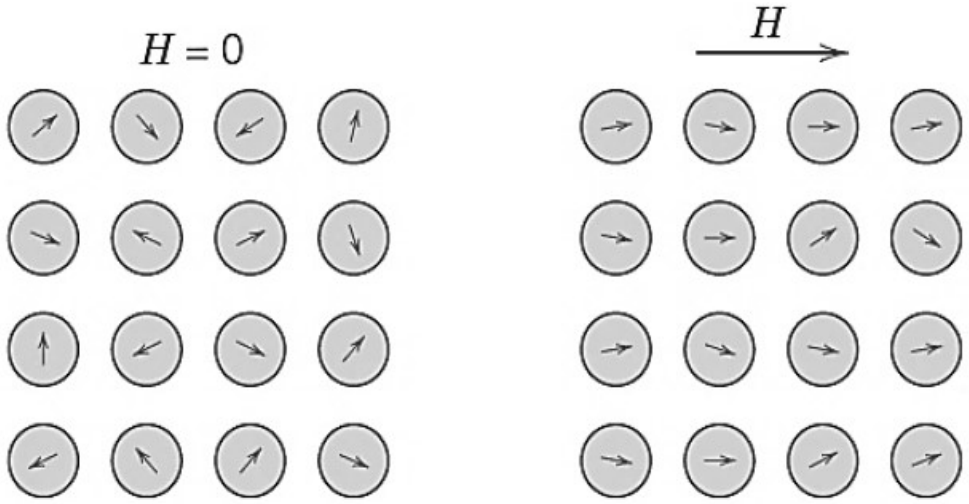


Figura 1.61 - Configuração de dipolo atômico com e sem um campo magnético externo para um material paramagnético CALLISTER, 2008).

Materiais ferromagnéticos

Alguns materiais metálicos, apresentam um momento magnético permanente, mesmo na ausência de um campo magnético externo, e manifestam uma magnetização grande e permanente. Apresentam também, uma susceptibilidade magnética (x_m) positiva, podendo alcançar valores na ordem de 10^6 e uma permeabilidade relativa (μ_r) muito maior do que 1. Essa materiais são classificados como materiais ferromagnéticos (CALLISTER, 2008; SPALDIN, 2011). Esses materiais apresentam, um alinhamento dos momentos magnéticos individuais de grandes grupos de átomos ou moléculas, mesmo na ausência de um campo magnético externo. A Figura 1.62 exibe, de modo esquemático, o alinhamento de dipolos atômicos para um material ferromagnético, que existirá mesmo na ausência de um campo magnético externo (CALLISTER, 2008).

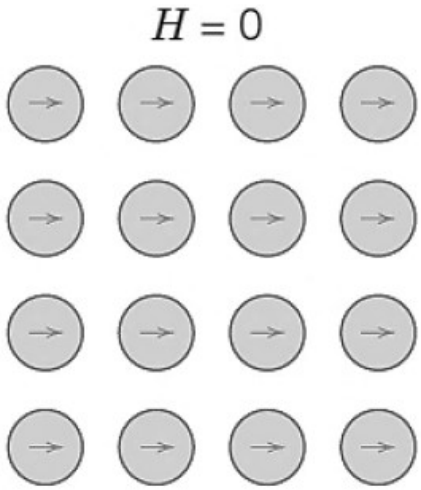


Figura 1.62 - Configuração esquemática do alinhamento mútuo de dipolos atômicos para um material ferromagnético, que existirá mesmo na ausência de um campo magnético externo (CALLISTER, 2008).

Essas regiões volumétricas relativamente grande do cristal do material, que apresentam um alinhamento mútuo, são chamadas de *domínios magnéticos* (CALLISTER, 2008).

A relação entre densidade de fluxo (B) e campo magnético (H), para cada um dos três tipos de materiais (diamagnético, paramagnético e ferromagnético), pode ser observada, através de curvas B × H na Figura 1.63.

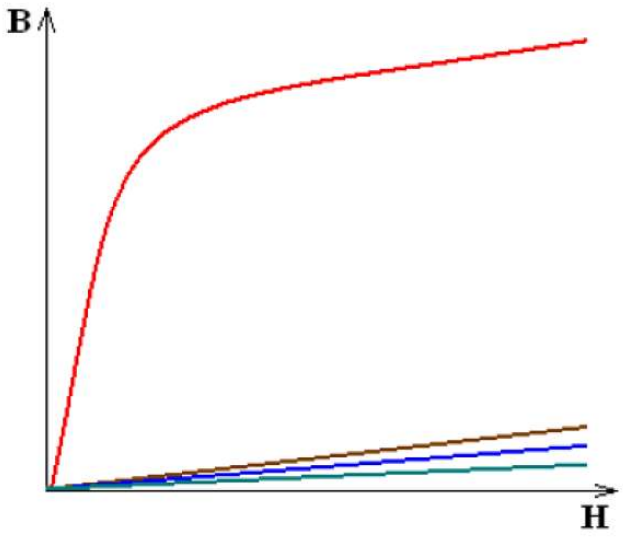


Figura 1.63 - Curvas B *x* H de três materiais, um diamagnético (linha verde), um paramagnético (linha marrom) e um ferromagnético (linha vermelha). A linha azul é a resposta de B no ar (SILVA, 2020).

Conforme pode ser observado no gráfico, os materiais diamagnéticos e paramagnéticos, apresentam um comportamento similar, sendo distinto do comportamento de um material ferromagnético.

Como os materiais diamagnéticos e os materiais paramagnéticos só exibem magnetização quando estão na presença de um campo magnético externo, ambos são considerados não-magnéticos, embora a rigor, somente o vácuo possa ser considerado realmente não-magnético. Ainda, para ambos os tipos de materiais, a densidade de fluxo no seu interior, é quase a mesma que seria no vácuo (CALLISTER, 2008; JILES, 2011).

Nos aços com estrutura duplex, a ferrita apresenta um comportamento ferromagnético. Todavia, em elevadas temperaturas, a ferrita pode se decompor, dando origem a fases secundárias, que podem apresentar um comportamento paramagnético (LO, 2012), como relatado por Silva et al. (2017), que observaram uma redução do ferromagnetismo em um lean duplex 2404, após envelhecimento a 475ºC por 2000 h, que foi atribuída a decomposição da fase ferrítica para a formação da fase α', que tem um comportamento paramagnético.

1.4.7 Domínios magnéticos

Um material ferromagnético, que se encontre abaixo da temperatura de Curie, é composto por regiões de pequeno volume, onde existe um alinhamento espontâneo de todos os momentos dipolo magnético em uma mesma direção, como mostrado na Figura 1.64. Tal região de alinhamento é chamada de *domínio magnético* (CALLISTER, 2008).

No interior de cada domínio, todos os dipolos estão alinhados, enquanto a direção de alinhamento varia, de um domínio para outro. Os domínios magnéticos são separados por uma região de transição, através da qual, a direção de magnetização varia gradualmente. Essa região é chamada de *parede de domínio* (CALLISTER, 2008; SILVA, 2020), como pode ser observado nas Figuras 1.64 e 1.65.

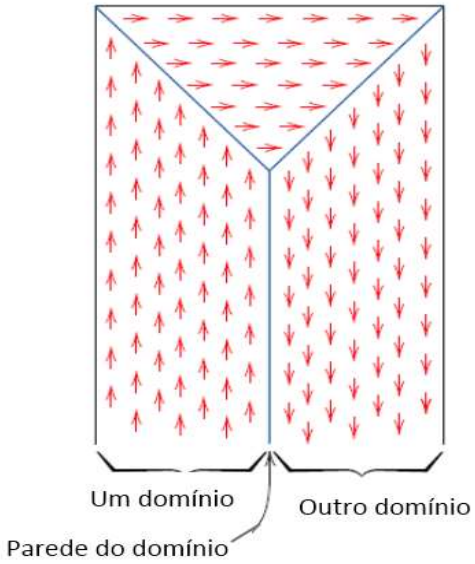


Figura 1.64 – Representação esquemática dos domínios magnéticos em um material ferromagnético; as setas representam os dipolos magnéticos atómicos e as linhas azuis representam os limites dos domínios (paredes dos domínios) (CALLISTER, 2008).

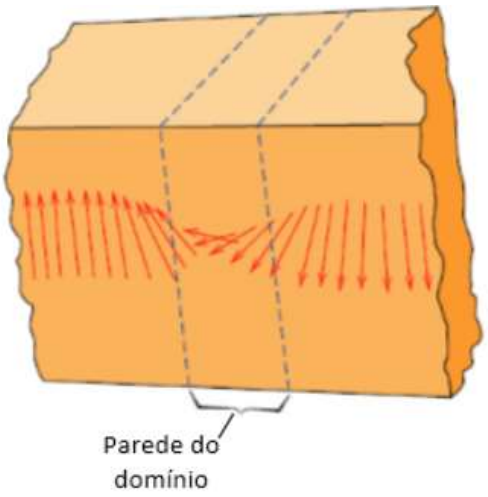


Figura 1.65 – Variação gradual na orientação do dipolo magnético através da parede de um domínio (CALLISTER, 2008).

Normalmente, os domínios apresentam dimensões microscópicas, devido a isso, em um material policritalino, cada grão pode possuir múltiplos domínios magnéticos, dessa forma, em um material com dimensões macroscópicas, haverá muitos domínios, com diferentes orientações de magnetização (CALLISTER, 2008).

A Figura 1.66, ilustra a disposição aleatório dos domínios magnéticos, em um material ferromagnético policristalino desmagnetizado. Nessa condição, cada grão contém um único domínio magnético.

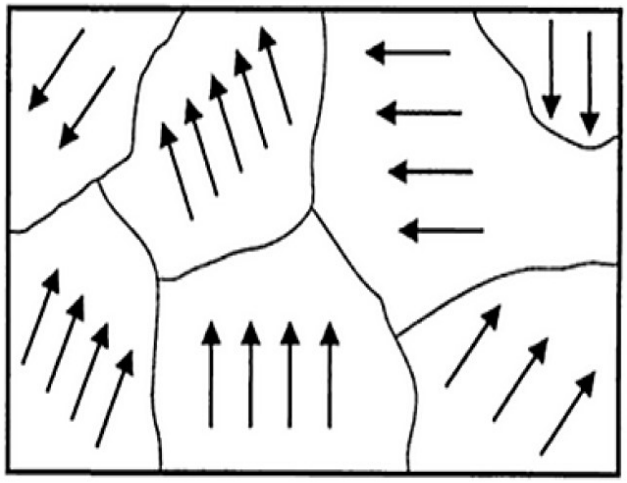


Figura 1.66 – Representação das orientações de magnetização dos domínios magnéticos dispostos aleatoriamente em um material ferromagnético policristalino (SILVA, 2020).

A magnitude da magnetização em um material sólido, com dimensões macroscópicas, é a soma das magnetizações de todos os domínios magnéticos. No caso de um material não magnetizado, a soma das magnetizações de todos os domínios magnéticos é igual a zero (CALLISTER, 2008).

A Figura 1.67 mostra a os domínios magnéticos em um aço inoxidável com estrutura duplex, sem a presença de um campo magnético externo, onde pode ser visto a uniformidade da estrutura dos domínios magnéticos, apenas dentro dos grãos de ferrita, apresentando, portando, um comportamento ferromagnético.

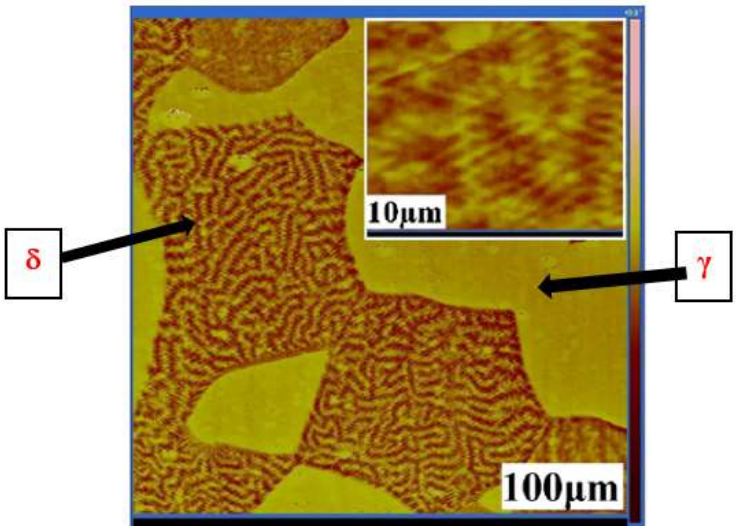


Figura 1.67 – Estrutura dos domínios magnéticos de um aço inoxidável duplex 7MoPLUS solubilizado a 1100 ºC por 1hora. Adaptado de (LO, 2012).

Em materiais ferromagnéticos inicialmente desmagnetizados, a densidade de fluxo magnético e o campo magnético externo não são proporcionais, na verdade, a densidade de fluxo varia como uma função do campo magnético externo (CALLISTER, 2008), como é mostrado da Figura 1.68.

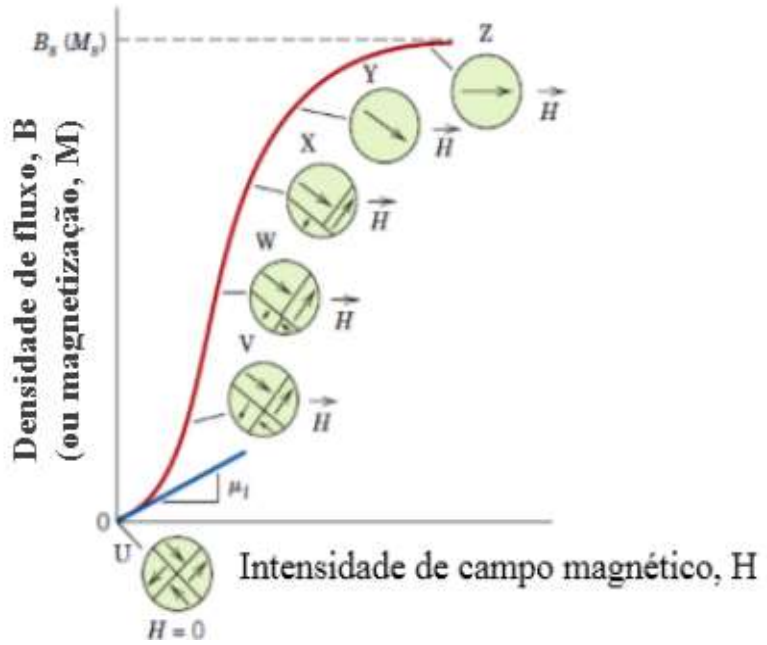


Figura 1.68 – Crescimento e rotação dos domínios na curva da densidade de fluxo B em função de um campo magnético H externo para um material ferromagnético, inicialmente não magnetizado (CALLISTER, 2008).

Durante o processo de magnetização (Figura 1.68), é possível observar que a curva de magnetização começa na origem, e a medida que a intensidade do campo magnético externo aumenta, a densidade de fluxo também começa a aumentar, inicialmente de forma mais lenta, e em seguida de forma mais acentuada, até que alcança a densidade de fluxo de saturação B_s. Nesse ponto, a densidade de fluxo se torna independente do campo magnético externo. Vale ressaltar que no ponto de densidade de fluxo de saturação, a magnetização corresponde a magnetização de saturação M_s (CALLISTER, 2008).

Como pode ser visto na Figura 1.68, a medida em que um campo magnético externo é aplicado, os domínios do material ferromagnético mudam de forma e tamannho. Inicialmente, os domínios estão orientados de forma aleatória, de tal modo que não exista qualquer indução magnética liquida. À medida que o campo magnético externo é aumentado, os domínios que estão orientados favoravelmente em relação ao campo magnético externo tendem a crescer, e os que estão alinhados de forma desfavorável

tendem a reduzir. Esse processo continua até a saturação do material. A partir do ponto de saturação, o material apresenta, macroscopicamente, um único domínio que é paralelo e alinhado ao campo magnético externo (CALLISTER, 2008), representada pelo ponto $B_s(M_s)$ na curva da Figura 1.68.

1.4.8 Curvas de Histerese magnética

A partir do ponto de saturação do material (ponto S indicado na curva da Figura 1.69), à medida que a intensidade do campo magnético externo é reduzida, a curva não retorna seguindo sua trajetória original, na verdade a densidade de fluxo diminui a uma taxa mais baixa do que o campo magnético externo, dando origem ao efeito denominado *histerese magnética*, que é uma defasagem ou atraso da indução em relação ao campo magnético aplicado (CALLISTER, 2008), que pode ser observada na Figura 1.69.

A curva de magnetização obtida a partir do gráfico da função B(H) (Figura 1.69), é denominada laço de histerese. Na Figura 1.69, o laço de histerese, é representado pela curva contínua, e a curva tracejada indica a magnetização inicial do material.

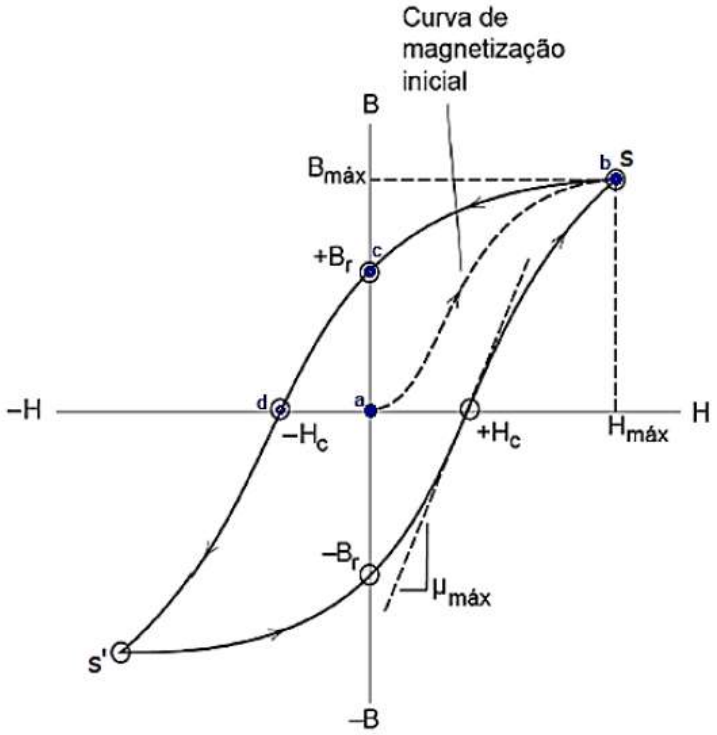


Figura 1.69- Densidade do fluxo magnético (B) em função da intensidade do campo magnético (H) para um material ferromagnético que está sujeito às saturações avante e reversa, respectivamente os pontos S e S'. A remanência (Br) e a força coercitiva (Hc) também estão mostradas (silva, 2020).

O ciclo de histerese magnética revela o quanto um material se magnetiza sob a influência de um campo magnético externo e o quanto de magnetização permanece nele na ausência desse campo magnético externo (MORGAN, 2013).

Algumas propriedades magnéticas do material, podem ser obtidas através da curva do laço de histerese (MORGAN, 2013; SPALDIN, 2011), dentre elas estão:

$H_{máx}$: Campo magnético máximo, que corresponde a intensidade de campo magnético necessário para realizar a saturação magnética do material (M=Ms), ou seja, levar o material até Bs.

$B_{máx}$: Campo de indução máxima (saturação), que corresponde à magnetização máxima (Ms).

B_r: Remanência ou densidade de fluxo remanescente, que corresponde a indução magnética residual, que permanece após o campo magnético aplicado ser reduzido de $H_{máx}$ para H=0.

H_c: Coercibilidade ou força coercitiva, que corresponde ao campo magnético (H) necessário para reduzir a indução magnética (B) de volta a zero, após a saturação, ou seja, levar o material de B_s para B=0.

A medida em que a intensidade do campo magnético aplicado é reduzida a zero, retornando para a origem (ponto c sobre a curva na Figura 1.69), verifica-se que a densidade de fluxo não reduz a zero, na verdade o material permanece magnetizado, mesmo sem a presença de um campo magnético externo, pois existe uma densidade de fluxo residual, que é chamada de *remanência*, ou *densidade de fluxo remanescente* B_r (CALLISTER, 2008).

Para reduzir a densidade de fluxo do material à zero (ponto d sobre a curva na Figura 1.69), se faz necessária a aplicação de um campo magnético externo, de magnitude –Hc e com sentido oposto à do campo magnético aplicado original. O ponto Hc é denominado *coercibilidade* ou *força coercitiva*. Ao continuar com a aplicação do campo magnético externo, no sentido oposto, a saturação é atingida no sentido oposto, com

polaridade oposta (ponto S’ sobre a curva na Figura 1.69). O ciclo de histerese estará completo, quando ocorrer uma segunda inversão do campo magnético externo, até o ponto de saturação inicial (ponto S sobre a curva na Figura 1.69) (CALLISTER, 2008).

Vale ressaltar, que as curvas de ciclo de histerese magnética não necessitam ser levados à saturação (JILES, 1991), como pode ser observado na Figura 1.70, onde são apresentas curvas de histerese abaixo do ponto de saturação.

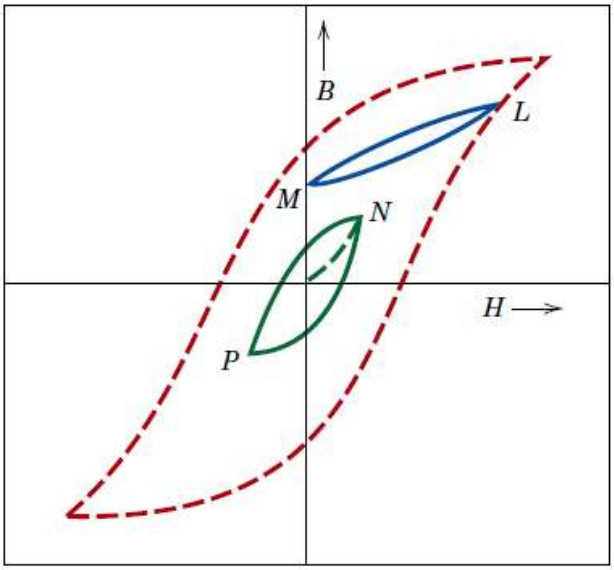


Figura 1.70 - Laços de histerese abaixo da saturação magnética para materiais ferromagnéticos (CALLISTER, 2008).

Em função da forma do laço de histerese, os materiais magnéticos podem ser classificados em dois grandes grupos: materiais magnéticos moles e materiais magnéticos duros, conforme ilustrado na Figura 1.71. Os materiais magnéticos moles, são caracterizados por apresentar laços de histerese fino e estreito, baixo valor de campo coercitivo, serem facilmente magnetizados e desmagnetizados e possuírem área relativa dentro do laço de histerese pequena, por outro lado, os materiais magnéticos duros são a base dos *ímãs permanentes,* apresentando elevados valores de campo coercitivo (H_c), indução de remanência (Br) e de densidade de fluxo de saturação (B_s), e apresentam dificuldade em serem magnetizados e desmagnetizados (MORGAN, 2013).

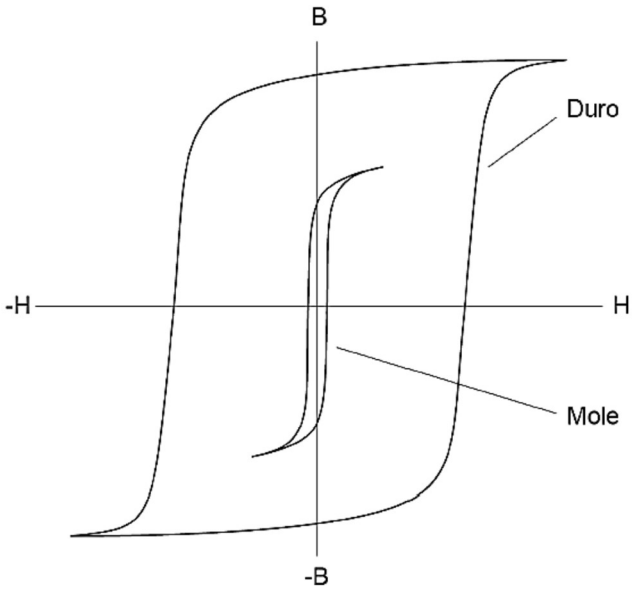


Figura 1.71 - Curvas de magnetização esquemáticas para materiais magnéticos moles e duros (CALLISTER, 2008).

CAPÍTULO 2
MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 – MATERIAIS

Este trabalho estudou o aço superduplex UNS32760 nas condições de fundido (ASTM 890A/890M grau 6A), que foi fornecido pela empresa SULZER no estado solubilizado a 1140°C por 4 horas, forjado (ASTMA484/A484M – 20b) no estado solubilizado a 1120°C por 4 horas, fornecido pela empresa MULTIALLOY e laminado a quente (ASTM A 240) no estado solubilizado a 1120°C por 3 horas, fornecido pela empresa VILLARES METALS. A Tabela 2.1 apresenta as características dos materiais recebidos e a Tabela 2.2 mostra a composição química de cada um destes materiais, conforme certificado do fabricante.

Tabela 2.1 – Características dos materiais recebidos.

Designação	Produto	Dimensões (mm)	Norma Atendida
UNS32760	Lingote fundido	45 x 45 x 145	ASTM 890A/890M
	Disco forjado	∅ 140 x 45	ASTM A 484/A 484M
	Barra redonda laminada	∅ 12,7	ASTM A240

Tabela 2.2 – Composições químicas dos materiais recebidos (% em peso). (Fe) balanço.

Material	C	Cr	Ni	Mn	Si	Mo	S	P	Cu	W	N
Fundido	0,028	24,37	7,97	0,96	0,74	3,52	0,006	0,026	0,53	0,51	0,249
Forjado	0,019	24,96	7,12	0,70	0,33	3,51	0,0001	0,022	0,596	0,629	0,241
Laminado	0,010	25,36	7,02	0,57	0,35	3,59	0,0005	0,017	0,53	0,66	0,246

2.2 – PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Os materiais utilizados neste estudo foram cortados e usinados para a fabricação de corpos de prova Charpy-V no tamanho reduzido (55mm x 10mm x 7,5 mm), conforme a norma ASTM A370, salientando que o entalhe foi efetuado após a realização dos

tratamentos térmicos de envelhecimento. Após essa etapa de preparação obteve-se 8 (oito) amostras de cada produto, totalizando 24 (vinte e quatro) CPs,

2.3 – TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO

O tratamento de envelhecimento térmico foi realizado em forno a resistência convencional no Laboratório de Soldagem do CEFET-RJ (LASOL), a uma temperatura de 480°C por períodos de 4 horas, 8 horas e 12 horas, com posterior resfriamento em água. O envelhecimento foi realizado nesta temperatura, porque é próxima a temperatura de maior cinética de formação da fase secundária alfa linha (α'). É ressaltado que estas condições serão comparadas a condição de cada material como recebido, ou seja, sem o tratamento de envelhecimento.

A Tabela 2.3 apresenta cada uma das amostras, em suas distintas condições de tratamento térmico.

Tabela 2.3 – Identificação de cada amostra analisada

Amostra	Condição de tratamento térmico
FD0	Fundido com recebido
FD4	Fundido envelhecido a 480 ºC por 4 horas
FD8	Fundido envelhecido a 480 ºC por 8 horas
FD12	Fundido envelhecido a 480 ºC por 12 horas
FJ0	Forjado como recebido
FJ4	Forjado envelhecido a 480 ºC por 4 horas
FJ8	Forjado envelhecido a 480 ºC por 8 horas
FJ12	Forjado envelhecido a 480 ºC por 12 horas
LM0	Laminado como recebido
LM4	Laminado envelhecido a 480 ºC por 4 horas
LM8	Laminado envelhecido a 480 ºC por 8 horas
LM12	Laminado envelhecido a 480 ºC por 12 horas

2.4 - CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

2.4.1 - Microscopia Ótica (MO)

As amostras, em todas as condições, foram analisadas no microscópio ótico Olympus modelo BX60M, pertencente ao Laboratório de Materiais do CEFET/RJ (LAMAT). A preparação das amostras teve início com o embutimento em resina termofixa de cura a quente (baquelite), usando uma embutidora PRE 30 da Arotec. Após o embutimento, foi realizado um processo de lixamento, com diminuição progressiva da granulometria (100, 220, 320, 400, 600 e 1200) e posterior polimento mecânico, utilizando suspensão aquosa de abrasivo de alumina (Al_2O_3) com granulometria 1μm. Esse procedimento foi realizado com o auxílio de uma politriz Aropol 2V da Arotec. Em seguida, foi realizado o ataque químico com o reagente Behara, conforme apresentado na Tabela 2.4, sendo que cada amostra foi imersa no reagente por um período de 20 segundos.

Tabela 2.4 - Reagente utilizado para revelar características microestruturais.

ATAQUE	COMPOSIÇÃO	OBJETIVO
Behara	Solução composta de: 20 ml de HCl em 100 ml de H_2O destilada + 0,4 g de metabissulfito de potássio.	Revelar as fases ferrita (δ) e austenita (γ) das amostras. Caracterizar as mudanças microestruturais das amostras.

2.4.2 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS)

De forma complementar, as amostras foram caracterizadas por MEV (Scanning electron microscopy – SEM), através dos microscópio Quanta FEG 450, pertencente ao Instituto Nacional de Tecnologia (INT). A preparação das amostras seguiu o mesmo

procedimento descrito no item 2.4.1, obtendo-se imagens por elétrons secundários (*Secondary electrons – SE*).

Devido às pequenas dimensões das fases intermetálicas presentes, considera-se os resultados obtidos por EDS como semiquantitativo.

2.4.3 - Permeabilidade Magnética (Ferritoscópio)

Neste trabalho o fenômeno de decomposição da ferrita (δ), pela precipitação de fases intermetálicas secundárias, foi caracterizado magneticamente, através de medidas baseadas na permeabilidade magnética, com a utilização do ferritoscópio. O princípio de funcionamento deste equipamento, desenvolvido pela Helmut Fischer®, é explicado pela interação de um campo magnético gerado por uma bobina com a fase magnética da amostra. As mudanças no campo magnético induzem uma voltagem proporcional ao conteúdo da fase ferromagnética em uma segunda bobina. Esta voltagem de saída é então avaliada, como ilustrado na Figura 2.1. O sinal de leitura do ferritoscópio é proporcional ao teor de fase ferromagnética das amostras, e a precipitação de fases intermetálicas na ferrita (δ) provocará uma diminuição da permeabilidade magnética.

As medições foram realizadas com o ferritoscópio Helmut Fisher modelo FMP30 (Figura 2.2), pertencente ao Laboratório de Materiais do CEFET/RJ (LAMAT), permitindo a caracterização da ferrita (δ) em cada condição.

Para obter um resultado com maior precisão, foram realizadas vinte medições para cada uma das amostras, sendo considerado como valor final, o valor médio das medições.

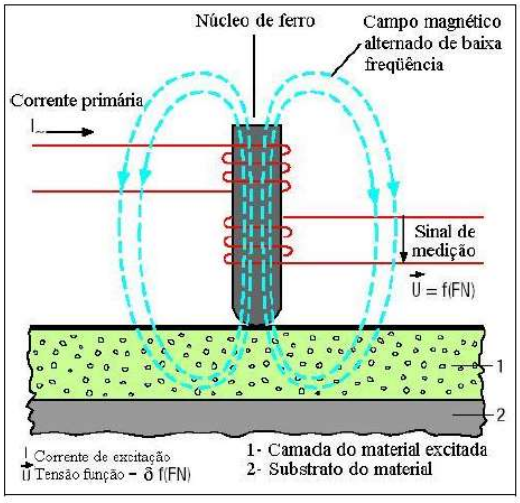


Figura 2.1 – Princípio de funcionamento do ensaio de ferritoscopia (PARDAL, 2009).



Figura 2.2 - Ferritoscópio FMP30 da marca FERITSCOPE (ALVES e SILVA, 2022)

2.4.4 – Permeametria

Os ensaios para os levantamentos dos Ciclos de Histerese locais, aplicando uma variação de fluxo magnético (medida do campo magnético total que atravessa uma área específica), foram realizados no Laboratório de Ensaios Não Destrutivos (LEND) da UFF, através do uso de um equipamento denominado BarkTech, desenvolvido integralmente no Laboratório de Dinâmica e Instrumentação do Departamento de Engenharia Mecânica da POLIUSP (Ladin-PME-EPUSP). Além disso o BarkTech foi ligado a uma fonte de alimentação marca Kepco visando amplificar a corrente injetada nas bobinas de excitação para conseguir 5A de corrente. Para a medição e registro da corrente de excitação foi usada uma pinça amperimétrica da marca Hantek CC-65. Na Figura 2.3 é apresentada uma fotografia de todo o esquema de medição junto com a sonda utilizada para medição dos valores de fluxo magnético, e na Figura 2.4 é mostrada a realização do ensaio.

Este equipamento, o BarkTech, fornece uma onda senoidal em que foram usadas frequência de excitação do campo magnético de 1Hz, com uma corrente injetada na bobina de excitação de 5 A como já foi mencionado. Além disso, foi utilizada também um sensor magnético para magnetizar e monitorar a magnetização das amostras. Neste caso como pode-se ver na imagem tanto a bobina de leitura como a bobina excitadora faram enroladas num mesmo carretel de plástico. A bobina leitora com um fio AWG-44

tem 250 voltas e a bobina excitadora com um fio AWG-21 com 650 voltas, ambas faram enroladas de forma colineares uma acima da outra. Sendo que a bobina leitora ficou no interior com o intuito de que fique o mais perto e centrada possível na amostra a ser medida, para fazer medições muito mais precisas e com o menor ruido. Além disso a sonda junto com o CP foi colocada num quadro de Fe-Si de grão orientado, com o intuito de fechar o circuito magnético, e assim tentar minimizar o máximo possível a aparição do campo desmagnetizante não desejado.

A partir do uso do Matlab® foi levantado, com base nos valores obtidos, o ciclo de histerese para cada condição de envelhecimento térmico no qual as amostras foram submetidas, e em seguida foram plotadas curvas de histerese magnética por meio de gráficos B x H (T *vs* A/m). Cabe destacar que através deste software serão obtidos os valores do campo máximo (Hmáx), do campo de indução máxima (Bmáx), da permeabilidade magnética (μ), do ângulo de inclinação da curva de histerese magnética (θ), da indução de remanência (Br) e do campo coercitivo (Hc).

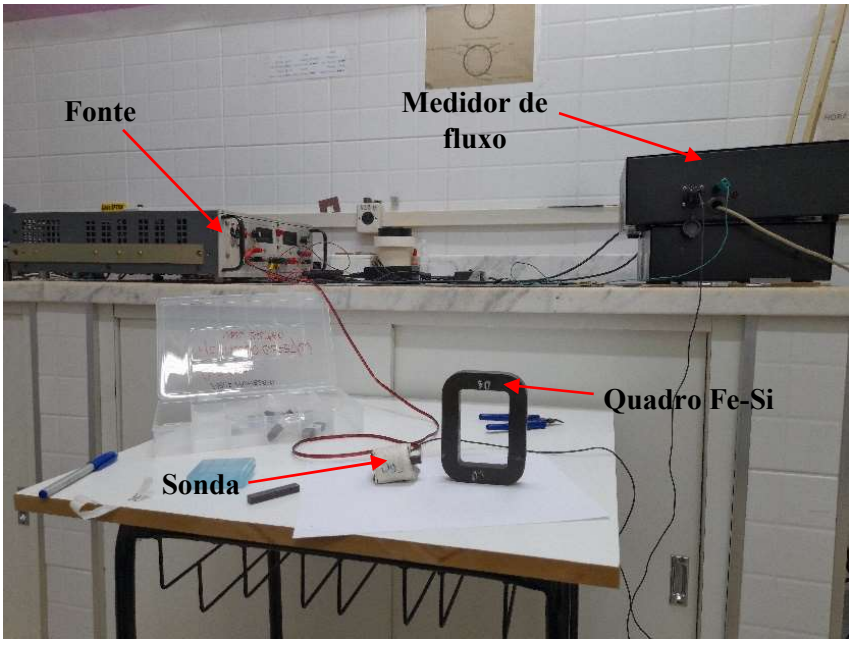


Figura 2.3 – Aparato experimental com a sonda utilizada para medição dos valores de fluxo magnético (BarkTech).

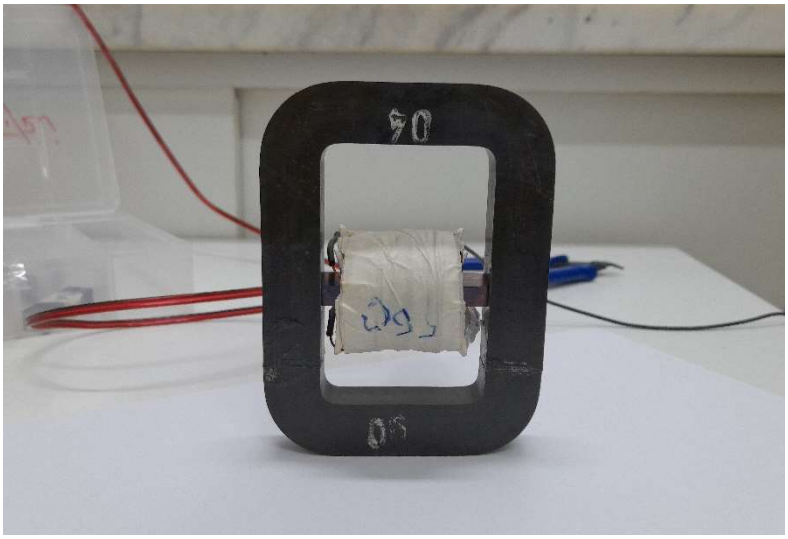


Figura 2.4 – Realização da medição dos Ciclos de Histerese magnético locais.

2.5 - ENSAIOS MECÂNICOS

2.5.1 - Dureza (Vickers)

Na realização das análises, no que tange os aspectos de propriedade mecânica, foram realizados ensaio de dureza na escala Vickers. Para execução desta etapa do projeto foram utilizados recursos do Laboratório de Materiais do CEFET/RJ (LAMAT), com a utilização da máquina universal de ensaio de dureza do fabricante Instron-Wolpert, conforme a norma ASTM E384-17.

Foram executadas 4 medições de dureza em cada condição estudada, obtendo os valores médios, assim como os seus respectivos desvios padrões. aplicando como parâmetros do ensaio a carga de 5 kgf com tempo de carregamento de 15 s.

2.5.2 - Ensaios de Impacto Charpy-V

As amostras foram submetidas ao ensaio de impacto do tipo Charpy com entalhe em V, na temperatura de - 46 ºC, no Laboratório da empresa Rio Lab, com a utilização da Máquina para Teste de Impacto Charpy da marca Equilam, utilizando um pêndulo universal Charpy com capacidade máxima de 300J e valor de graduação de 2J. Os

entalhes foram feitos conforme os critérios normativos da ASTM E 23 ed. 2014 e da ASTM 370 ed. 2014.

2.5.3 – Caracterização da superfície de fratura

Após a realização do ensaio de tenacidade ao impacto de Charpy-V, as superfícies das fraturas, nas condições estudadas, foram caracterizadas por MEV utilizando o microscópio CanScan 3200 LV 40kV, pertencente ao Laboratório de Materiais do CEFET/RJ (LAMAT).

2.6 - Ensaio de Corrosão

2.6.1 - Ensaio de polarização Potenciodinâmico Cíclico

Para avaliação da susceptibilidade do aço inoxidável superduplex UNS S32760 a corrosão por pites, nas condições analisadas, foi aplicada a técnica de polarização potenciodinâmica cíclica. Esse ensaio de corrosão tem o principal objetivo de determinação do potencial de pite (Ep), uma medida importante para analisar a resistência por pites. O equipamento utilizado foi o Potenciostato / Galvanostato Autolab modelo PGSTAT204, do Laboratório de Materiais do CEFET/RJ (LAMAT).

A célula eletroquímica consistiu em um eletrodo de trabalho, um contra eletrodo de platina e um eletrodo de referência de calomelano saturado. A célula foi mergulhada numa solução de 3,5% de NaCl, conforme a norma ASTM G 61. As condições analisadas foram ensaiadas com aeração natural à temperatura de 50°C, por ser uma temperatura mais severa, colocando a célula eletroquímica em banho maria.

Os eletrodos de trabalho foram lixados até a lixa de granulometria 600. As laterais e vértices dos corpos de prova foram cuidadosamente recobertas com esmalte incolor, selecionando sempre uma janela de exposição, com uma área livre de aproximadamente 0,7 cm^2.

A varredura se iniciou a partir do potencial de circuito aberto (E_{PCA}), com uma taxa de 1mV$_{SCE}$/s. O potencial foi revertido ao ser atingida a densidade de corrente de 1mA/cm2. O software NOVA 2.1.2 forneceu como resultado os dados da variação do potencial e da corrente. Esses dados foram tratados, de modo a se obter a densidade de corrente, e o módulo do potencial, garantindo apenas o uso de valores positivos.

A partir do gráfico de densidade de corrente e potencial pode se determinar do potencial de pites (E_{PITE}), que aponta a resistência a corrosão por pite do material. Geralmente o potencial de pites é dado no ponto em que há um aumento abrupto da densidade de corrente. O potencial de repassivação (E_{REP}) foi considerado no ponto de encontro das curvas de varredura anódica e catódica, onde se pode ter o entendimento que a camada passiva do material foi restaurada. A Figura 2.5 mostra o aparato utilizado para a realização do ensaio de polarização Potenciodinâmico Cíclico.

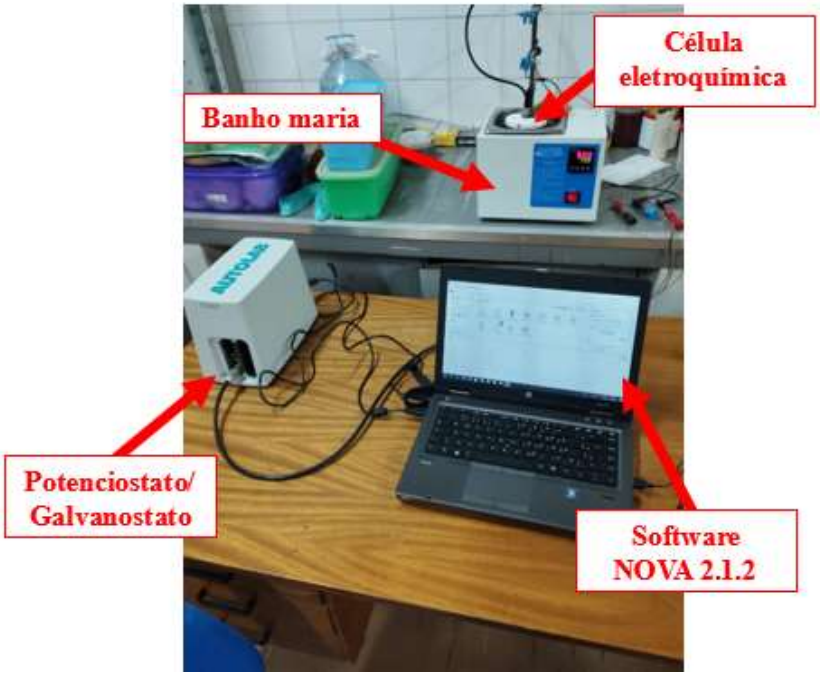


Figura 2.5 - Montagem da célula Eletrolítica Ensaio de polarização Potenciodinâmico Cíclico.

2.6.7 Ensaio de Polarização Eletroquímica com Reativação Cíclica (PERC)

A fim de avaliar a resistência a corrosão intergranular das amostras estudadas, foi realizado o Ensaio de Polarização Eletroquímica com Reativação Cíclica (PERC), também chamado de "*Double Loop Eletrochemical Potentiokinetic Reactivation"* (DL-EPR).

Para realização deste ensaio foi utilizado o potenciostato modelo PGSTAT 204 do fabricante AUTOLAB com auxílio software NOVA, versão 2.1.2, para obtenção dos resultados. A célula eletroquímica empregada consistiu em um eletrodo de trabalho (ET), um contra eletrodo de platina (CE) e um eletrodo de referência de calomelano saturado (ER), como é ilustrado na Figura 2.6. Todo o ensaio foi realizado conforme a norma ASTM G108. Os eletrodos de trabalho foram lixados até lixa de granulometria 400. Para que não ocorresse corrosão por frestas nas amostras, as interfaces entre a amostra e a resina foram cobertas com esmalte incolor, selecionando sempre uma janela de exposição com uma área livre de aproximadamente 0,7 cm2. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente em uma solução aquosa contendo 2,5M H2SO4 + 0,1M KSCN + 1M NaCl.

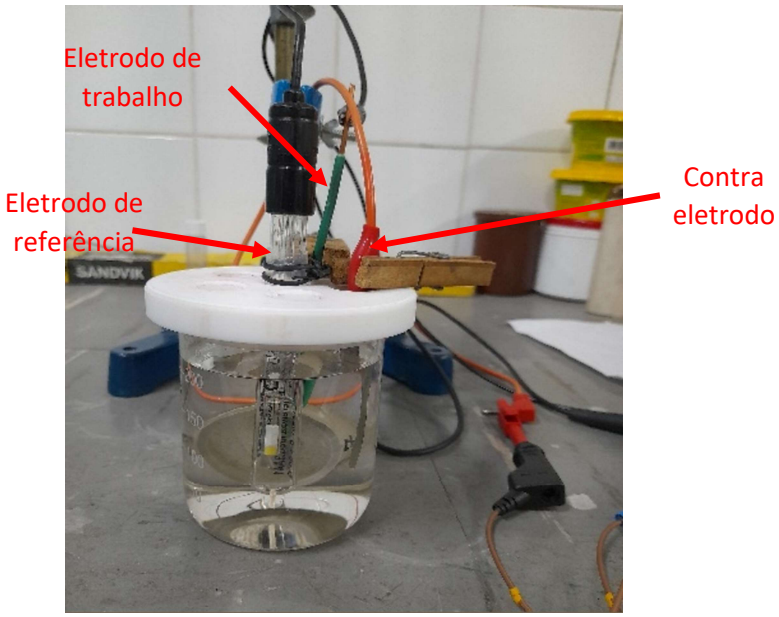


Figura 2.6 – Montagem da célula Eletrolítica Ensaio de Polarização Eletroquímica com Reativação Cíclica

CAPÍTULO 3

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

3.1.1 Caracterização por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) com Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS)

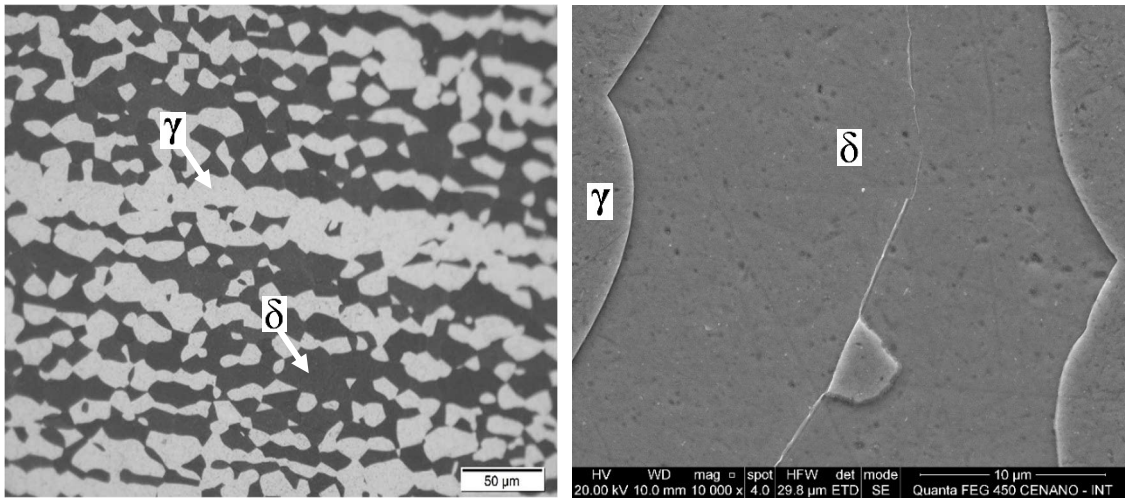
As imagens das microestruturas, foram reveladas por meio da utilização do reagente Behara, e posteriormente caracterizadas por microscopia óptica (MO) e por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com eletrons secundários (SE), conforme descrito nas seções 2.4.1 e 2.4.2.

Amostras laminadas

As Figuras 3.1 a 3.4, apresentam as imagens das microestruturas das amostras laminadas L0, L4, L8 e L12. Onde é possível observar a microestrutura característica de aços inoxidáveis duplex laminados, composta por uma matriz ferrítica (δ) e ilhas de austenita (γ) orientadas no sentido da laminação. O que está de acordo com as microestruturas de duplex laminados, encontradas por diversos autores como Silva et al. (2017) e Tavares et al. (2018). Além disso não foram encontradas outras fases, além da austenita (fase clara) e ferrita (fase escura), em nenhuma dessas amostras laminadas analisadas. Todavia, foram observadas pequenas ilhas de austenita precipitadas nos contornos de grão da ferrita, em todas as amostras laminadas, com composição química semelhante à da austenita primária, como pode ser observado pela análise semiquantitativa de EDS apresentada na Tabela 3.1, realizadas nos pontos 1, 2 e 3, identificadas na Figura 3.2.

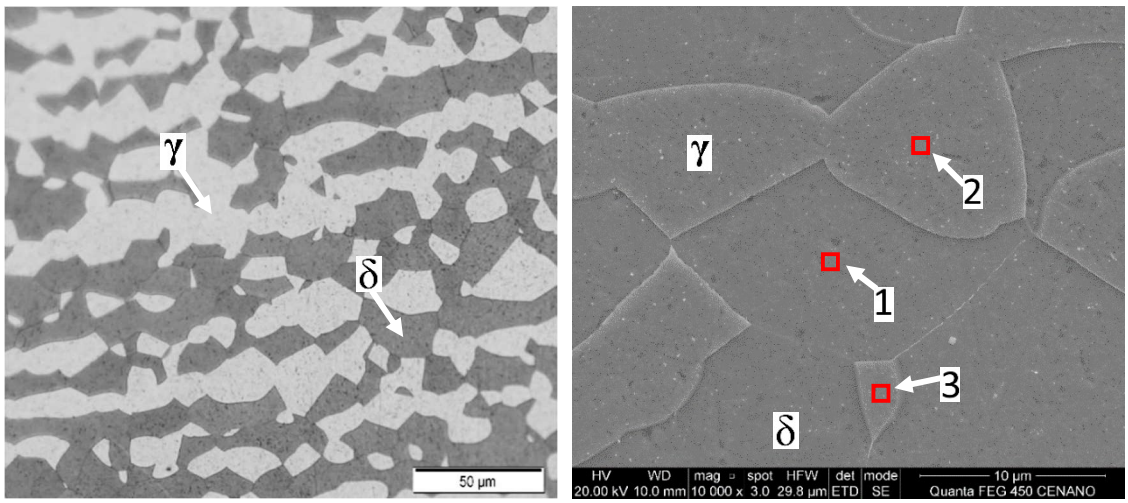
A presença dessas ilhas de austenita, foi reportado também por Pardal (2009) que observou ilhas de austenita nos contornos dos grãos de ferrita, ao realizar tratamento de envelhecimento em um AISD UNS S32750 por 500 horas a 475 ºC, onde segundo o autor,

essas ilhas de austenita podem se formado por difusão, durante o tratamento térmico de solubilização prévio ao envelhecimento, ou por cisalhamento durante o envelhecimento. Com base nas imagens de microscopia óptica, das Figuras 3.1 a 3.4, pode ser observado, que o aumento do tempo de envelhecimento causou um alargamento e união das ilhas de austenita, assim como reportado por Hilders et al. (2018), após o envelhecimento por 24 horas a 475 ºC, de um SAF 2507.



(a) (b)

Figura 3.1 – Imagem do AISD UNS S32760 laminado como recebido (LM0). (a) por microscopia óptica (MO) (b) por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

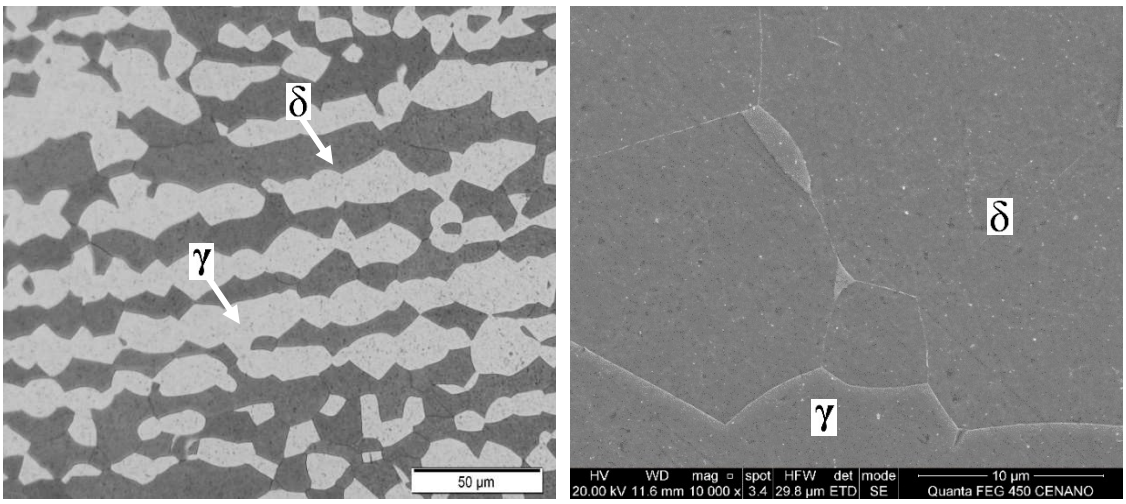


(a) (b)

Figura 3.2 – Imagem do AISD UNS S32760 laminado e envelhecido a 480 ºC por 4 horas (LM4) (a) por microscopia óptica (MO) (b) por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

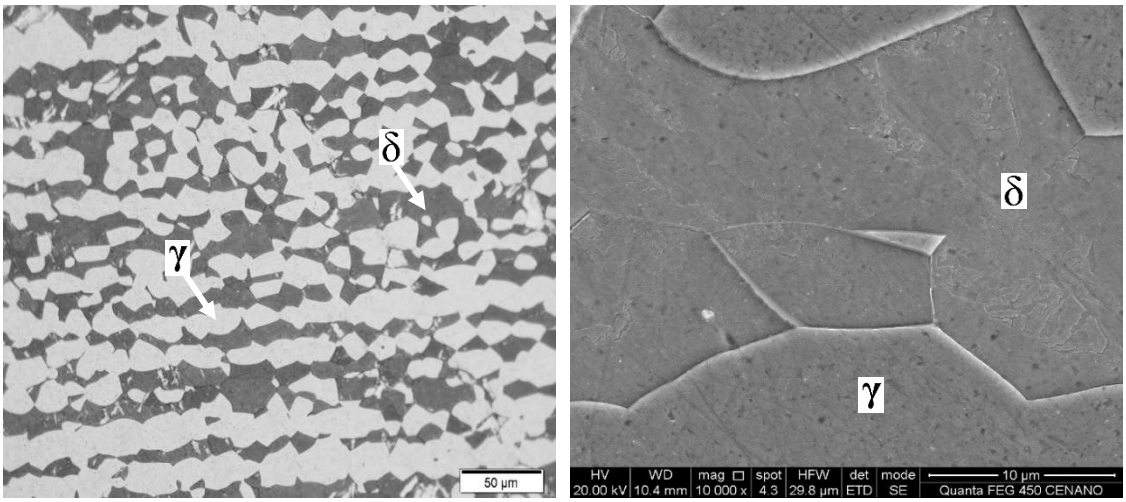
Tabela 3.1 – Análise semiquantitativa por EDS da amostra LM4 (em % massa).

Ponto analisado	Composição química (% em peso)						Fase
	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	
1	57,99	27,90	5,34	0,61	6,64	0,61	Ferrita (δ)
2	60,88	24,25	8,69	0,74	3,18	0,45	Austenita (γ)
3	61,64	24,07	8,61	0,69	3,57	0,52	Austenita (γ)



(a) (b)

Figura 3.3 – Imagem do AISD UNS S32760 laminado e envelhecido a 480 ºC por 8 horas (LM8) (a) por microscopia óptica (MO) (b) por microscopia eletrônica de varredura (MEV).



(a) (b)

Figura 3.4 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 laminado e envelhecido a 480 ºC por 12 horas (LM12) (a) por microscopia óptica (MO) (b) por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Amostras fundidas

Com base nas imagens de MO e MEV das amostras fundidas, é possível observar uma microestrutura composta por uma matriz ferrítica (fase escura) e ilhas de austenita com aspecto dendritrico (fase clara), que se formaram durante o resfriamento e solidificação. Tal morfologia microestrutural foi atribuída a aços inoxidáveis duplex fundidos por diversos autores, como nos trabalhos conduzidos por De Lima et al.(2019) e Raha (2018) .

As observações das imagens de MO das amostras fundidas, revelaram a presença de pequenos precipitados aglomerados localizados na fase ferrítica em todas as amotras fundidas, que se intensificaram com o aumento do tempo de envelhecimento. Devido a sua morfologia e localização, esse precipitado possivelmente se trata de austenita secundária (γ_2).

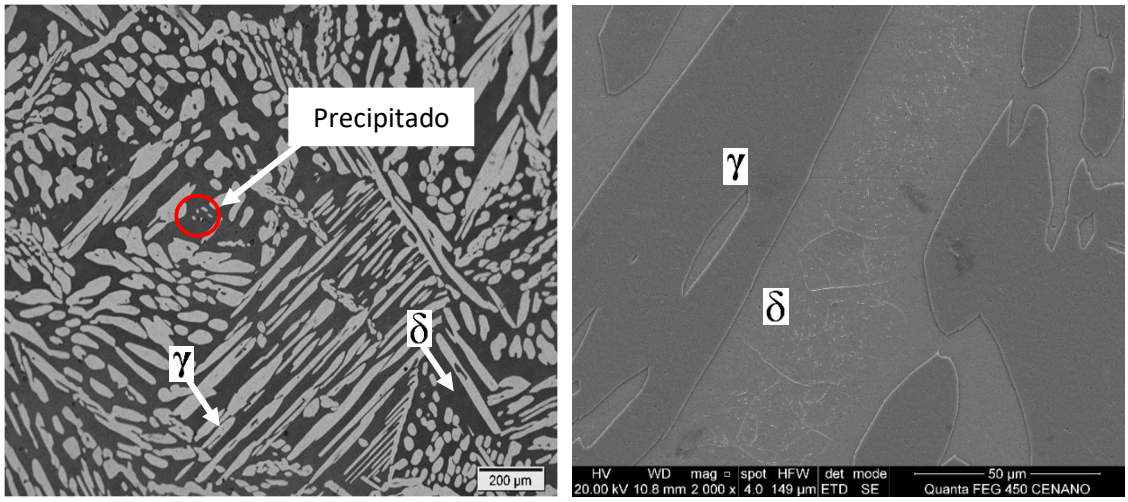
As imagens de MEV das amostras fundidas, revelaram a presença de colonias de precipitados, com formato de bastões dispersos no interior da matriz ferrítica, como visto nas amostras FD0 e FD4 (Figuras 3.5 e 3.6 respectivamente). Pela localização e morfologia, pode-se deduzir que esses precipitados são colonias de nitreto de cromo (Cr_2N), tal qual observado no trabalho de Londoño (2001), que relatou a presença de colonias de nitreto de cromo em um UNS S32750, com teor de nitrogênio similar ao encontrado nas amostras fundidas analisadas nesse estudo, como visto na Figura 3.7.

O aumento no tempo de envelhecimento, provocou uma redução no nitreto de cromo (Cr_2N) como visto na amostra FD8 (Figura 3.8), e esse precipitado não foi observada na amostra fundida FD12 (Figura 3.9), indicando uma possível dissolução desse precipitado com o aumento no tempo de envelhecimento, o que está de acordo com o que foi relatado por Conceição (2022), que após realizar o envelhecimento de um aço UNS S39274 a 400 ºC por 12 horas, observou uma drástica redução na quantidade de nitreto de cromo. No mesmo estudo, o aço UNS S39274 não apresentou mais a presença desse precipitado após o envelhecimento a 475 ºC por 200 horas. Em ambas as condições de tratamento térmico, o material foi envelhecido a partir da condição como recebida.

Na temperatura de solubilização, a solubilidade do nitrogênio é elevada, mas durante o resfriamento a solubilidade do nitrogênio cai rapidamente, gerando uma ferrita supersaturada de nitrogênio, levando a precipitação de nitretos de cromo na matriz ferrítica. O nitreto de cromo se forma após altas temperaturas de solubilização, até mesmo

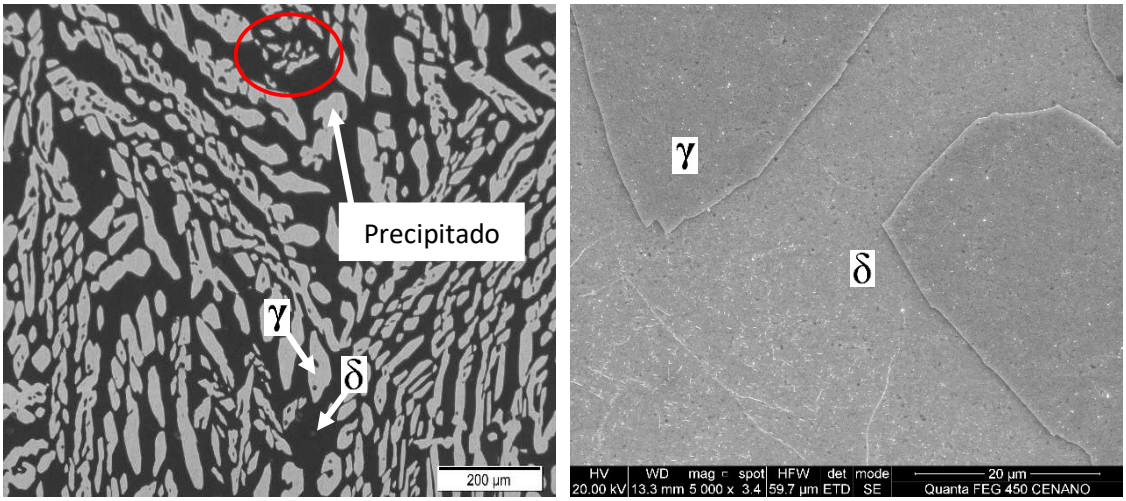
com resfriamento em água, devido a sua rápida cinética de formação (GUNN, 2003; SATHIRACHINDA et al., 2011; SOUZA, 2016).

O fato da precipitação de nitreto de cromo, ter sido observada na amostra FD0, indica que esse precipitado é decorrente do processo de fabricação aplicado no material. O que é coerente com o que foi relatado por Sathirachinda et al. (2011), que observaram a precipitação de nitreto de cromo, na matriz ferritica, em um UNS S32750 solubilizado a 1125 ºC por 10 minutos, e resfriado em água. Em um estudo recente, Conceição et al. (2022) relataram ter observado a presença de nitreto de cromo na ferrita, em um UNS S39274, após solubilização a 1050 ºC, 1100 ºC e 1150 ºC com resfriamento em água. No mesmo estudo, foi observado que o aumento na temperatura de solubilização, causou um aumento na quantidade de nitreto de cromo precipitado, após resfriamento. Vale destacar, que os materiais utilizados nos estudos acima citados, apresntaram teores similares de nitrogênio, aos encontrados na amostra fundida analisadas nesse estudo.



(a) (b)

Figura 3.5 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 fundido como recebida (FD0) (a) por microscopia óptica (b) por microscopia eletrônica de varredura.



(a) (b)

Figura 3.6 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 fundido e envelhecido a 480 ºC por 4 horas (FD4) (a) por microscopia óptica (b) por microscopia eletrônica de varredura.

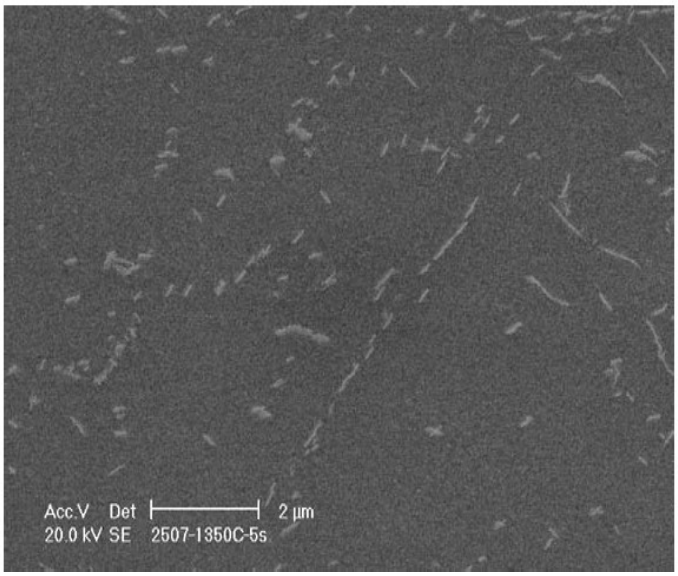
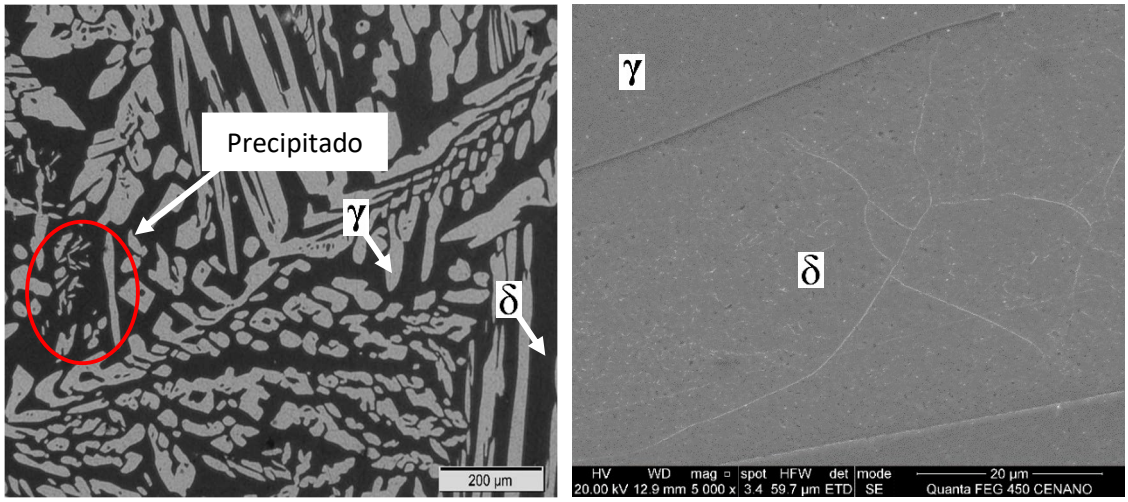
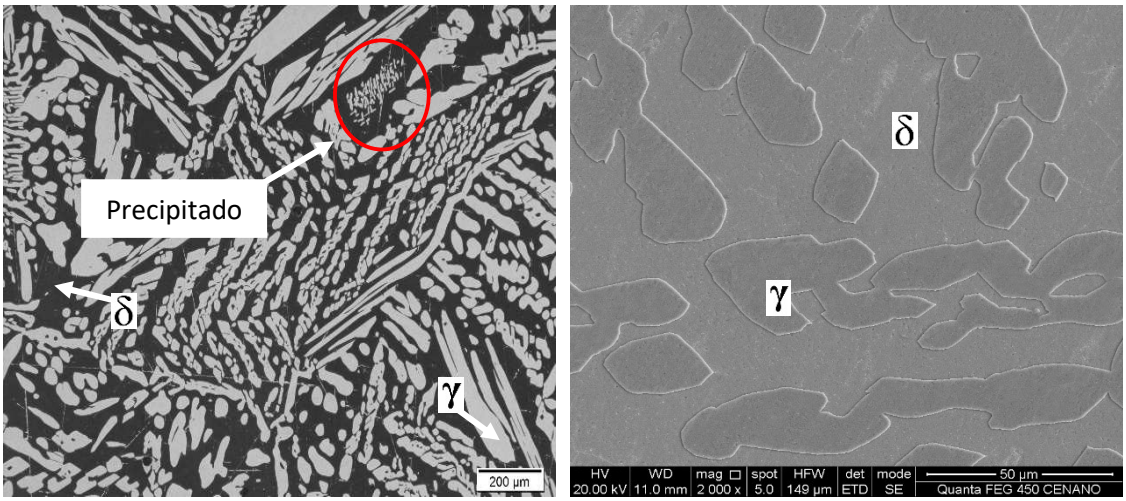


Figura 3.7 – Colônias de Cr_2N no interior da ferrita em um UNS S32750 observado por MEV (LONDOÑO, 2001).



(a) (b)

Figura 3.8 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 fundido e envelhecido a 480 ºC por 8 horas (FD8) (a) por microscopia óptica (b) por microscopia eletrônica de varredura.



(a) (b)

Figura 3.9 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 fundido e envelhecido a 480 ºC por 12 horas (FD12) (a) por microscopia óptica (b) por microscopia eletrônica de varredura.

Amostras Forjadas

Com base nas imagens das microestruturas das amostras forjadas, foi possível observar a morfologia típica de aços inoxidáveis duplex forjados, sendo composta por

uma matriz ferrítica (fase escura) e ilhas de austenita com cantos arredondados (fase clara), assim como as microestruturas de aços inoxidáveis duplex forjados, encontrado nos trabalhos de Ciuffini et al. (2017) e Ressel et al. (2021).

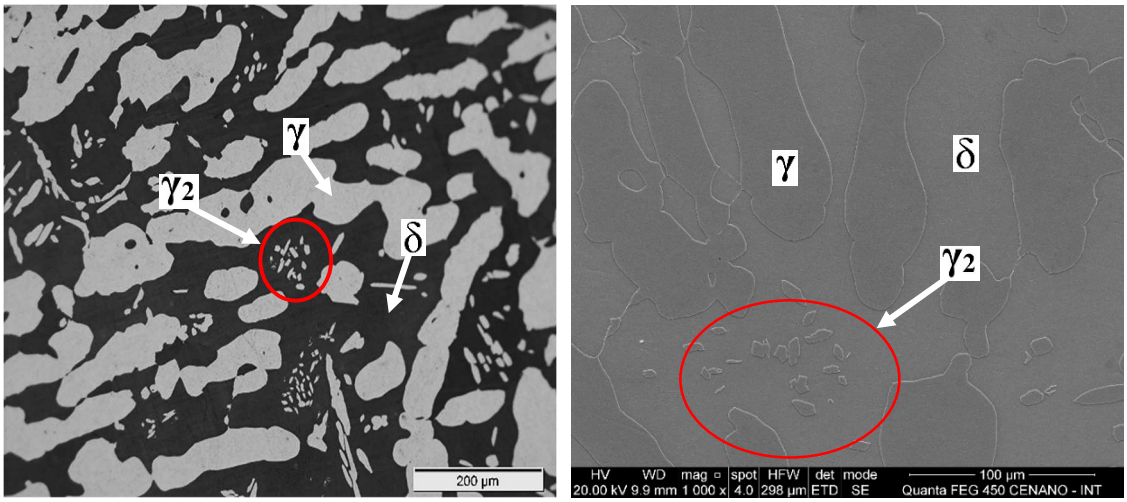
Figura 3.10 apresenta as imagens de MO e MEV, da amostra forjada como recebida (FJ0), onde é possível observar, além das fases austenita (fase clara) e ferrita (fase escura), a presença de austenita secundária (γ_2) com morfologia similar a relatada por outros autores (Figura 3.11).

A Figura 3.12 revela que a amostra FJ4, além das fases ferríta (δ), austenita (γ) e austenita secundária (γ_2), apresenta também a presença de nitreto de cromo (Cr_2N) disperso na matriz ferritica na forma de bastões, tal qual foi observado nas amostras fundidas. Tal precipitado foi também observado na amostra FJ8 (Figura 3.13), entretanto, em uma quantidade muito menor do que foi observado na amostra FJ4.

Como visto na Figura 3.13, a amostra FJ8 apresentou a presença de um precipitado no contorno de grão da ferrita. A área onde esse precipitado foi observado, foi destacada na Figura 3.13 (quadrado branco) e ampliada na Figura 3.14. A tabela 3.2 apresenta os resultados da análise de EDS dos pontos 1, 2 e 3, identificados na Figura 3.14, onde é possível observar o alto teor de cromo na região desse precipitado.

A precipitação de nitreto de cromo não foi mais observado na amostra FJ12, como visto na Figura 3.15. Tal fato indica que o aumento do tempo de envelhecimento resultou em uma dissolução desse precipitado. O que está de acordo com os resultados encontrados nas amostras fundidas do presente trabalho, e com os resultados relatados por Conceição (2022), onde foi observado que maiores tempos de envelhecimento resultaram em uma redução na quantidade de nitreto de cromo na ferrita em um UNS S39274, a 400 ºC por 12 horas, e a 475 ºC por 200 esse precipitado não foi mais observado. Vale destacar que o material estudado por Conceição (2022), apresentou teores similares de nitrogênio ao material forjado analisado nesse estudo.

Se o processo de resfriamento e solidificação dos AID e AISD for muito rápido, isso pode gerar uma estrutura com elevados teores de ferrita. Nesse caso, a austenita secundária ($\gamma 2$) pode se formar rapidamente como aglomerados de partículas na forma de agulhas, a partir de um reaquecimento que pode ser durante a soldagem, tratamento térmico ou em serviço, a partir desta estrutura metaestável rica em ferrita (δ) (GUNN, 2003; LONDOÑO, 2001; PIRES, 2017; SMUK, 2004).



(a) (b)

Figura 3.10 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 forjado como recebido (FJ0) (a) por microscopia óptica (MO) (b) por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

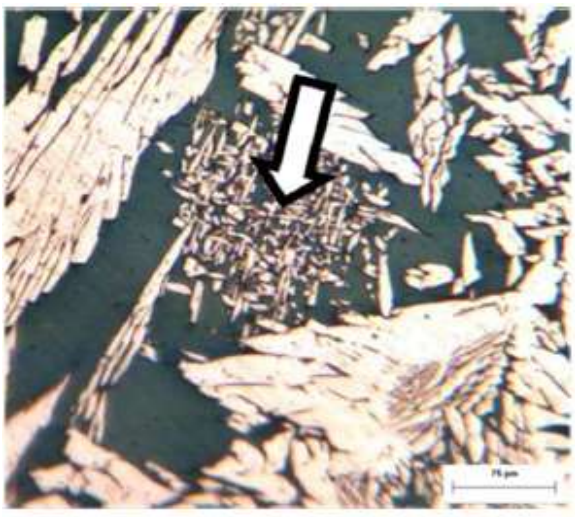
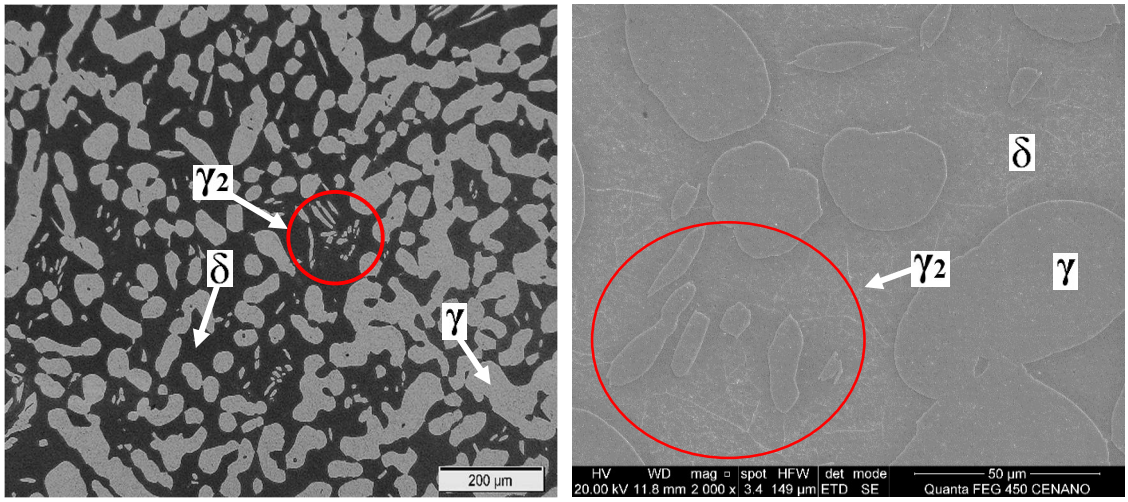
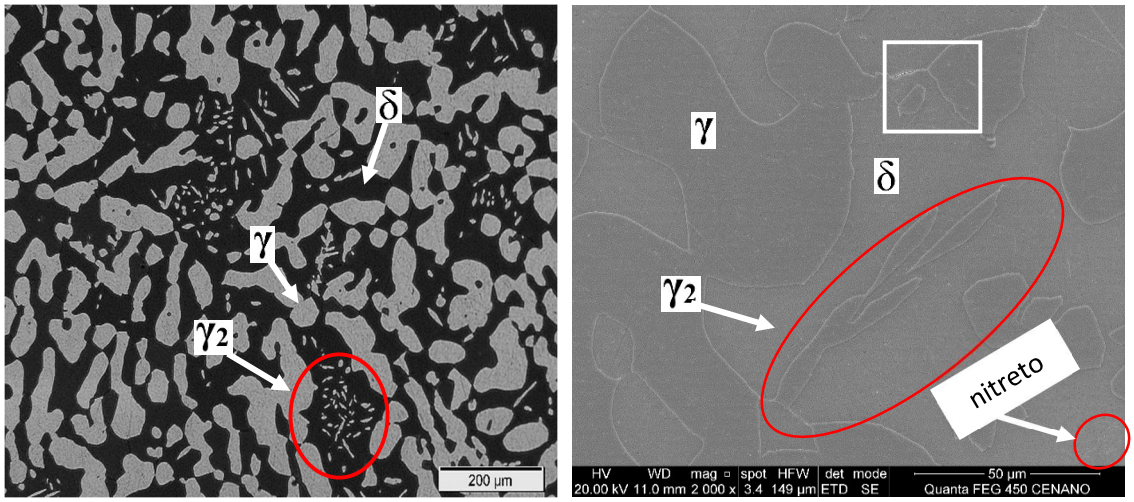


Figura 3.11 – Austenita secundária em um aço Inoxidável Duplex SAF 2205 (PIRES, 2017)



(a) (b)

Figura 3.12 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 forjado e envelhecido a 480 ºC por 4 horas (FJ4) (a) por microscopia óptica (b) por microscopia eletrônica de varredura.



(a) (b)

Figura 3.13 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 forjado e envelhecido a 480 ºC por 8 horas (FJ8) (a) por microscopia óptica (MO) (b) por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

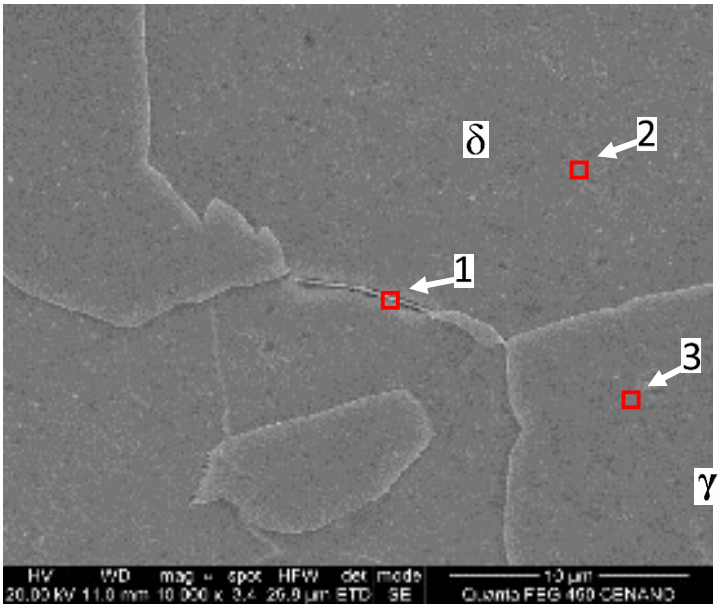


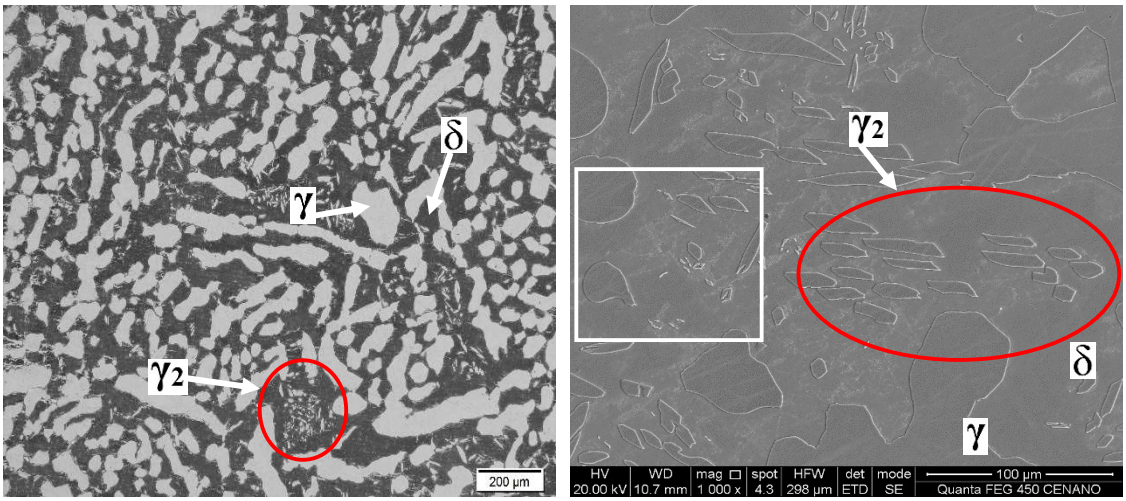
Figura 3.14 – Imagem da área em destaque com um retângulo na cor branca na Figura 3.13 obtida por MEV referente a amostra FJ8

Tabela 3.2 – Composição química das fases identificadas por EDS da Figura 3.14 (% peso)

Ponto analisado	Composição química (% em peso)						Fase
	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	
1	55,68	29,76	5,39	0,51	7,61	0,31	Precipitado
2	58,03	27,10	5,92	0,73	6,99	0,43	Ferrita (δ)
3	60,98	24,24	8,91	0,83	3,48	0,43	Austenita (γ)

Com base na Figura 3.15, é possível observar que na amostra FJ12 a presença de austenita secundária na matriz ferrítica foi intensificada como resultado do aumento do tempo de envelhecimento. A Tabela 3.3, apresenta o resultado da análise de EDS nos pontos 1, 2 e 3, identificados na Figura 3.16, onde é possível observar, que a austenita secundária encontrada, apresenta uma composição química similar à da ferrita que a circunda, o que sugere uma formação sem difusão, com características similares a formação de martensita, apresentando as características de uma austenita secundária do tipo I (GUNN, 2003; SMUK, 2004). O que está coerente com os resultados reportados

por Pardal (2009), que relatou ter observado a presença de austenita secundária do tipo l com composição química semelhante à da matriz ferritica, após o envelhecimento de um UNS S32760 a 475 ºC por 500 horas.



(a) (b)

Figura 3.15 – Microestrutura obtida do AISD UNS S32760 forjado e envelhecido a 480 ºC por 12 horas (FJ12) (a) por microscopia óptica (b) por microscopia eletrônica de varredura.

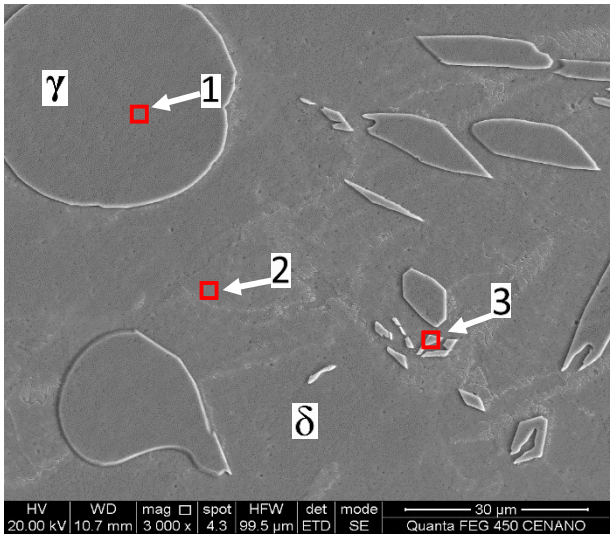


Figura 3.16 – Imagem da área em destaque com um retângulo na cor branca na Figura 3.15 obtida por MEV referente a amostra FJ12

Tabela 3.3 – Composição química das fases identificadas por EDS da Figura 3.16 (% peso)

Ponto analisado	Composição química (% em peso)						Fase
	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	
1	57,43	23,60	8,30	0,74	4,23	0,41	Austenita (γ)
2	53,35	25,04	5,70	0,67	8,42	0,31	Ferrita (δ)
3	54,04	25,16	5,94	0,64	7,77	0,42	Austenita secundaria (γ_2)

3.1.2 Permeabilidade magnética (Ferritoscópio)

A Tabela 3.4 e a Figura 3.17, apresentam os valores médios encontrados das frações volumétricas de ferrita (δ), obtidos nos ensaios de ferritoscopia, realizados para quantificar a fase ferrita do AISD UNS S32760 nas distintas condições estudadas.

Tabela 3.4 - Fração volumétrica da fase ferrita (δ) do UNS S 32760 fundido, forjado e laminado.

Fração Volumétrica (%)	
Identificação	**Ferrita (δ)**
FD-0	47,8 ± 1,9
FD-4	47,6 ± 1,3
FD-8	50,9 ± 1,7
FD-12	53,2 ± 1,6
FJ-0	52,1 ± 2,1
FJ-4	53,7 ± 0,9
FJ-8	50,9 ± 0,7
FJ-12	50,2 ± 2,4
LM-0	59,3 ± 0,5
LM-4	55,1 ± 1,6
LM-8	55,1 ± 1,0
LM-12	56,7 ± 2,0

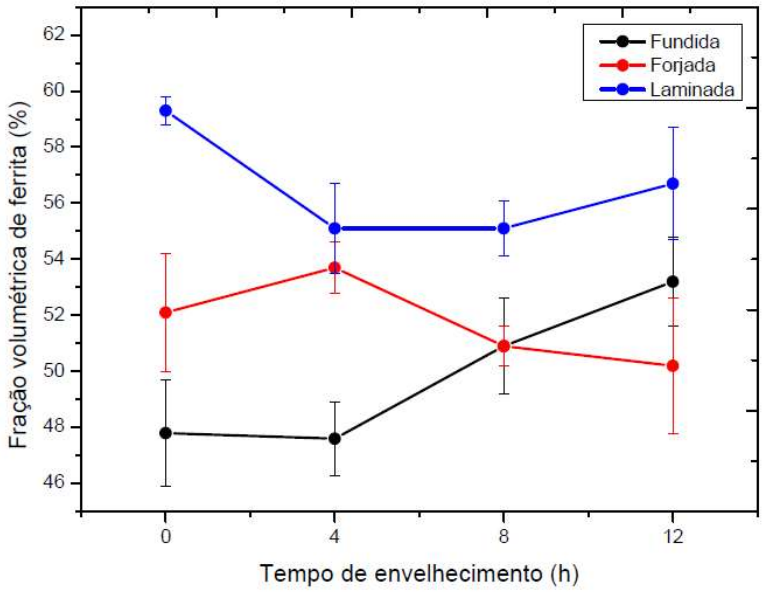


Figura 3.17 - Fração volumétrica da fase ferrita (δ) do UNS S 32760 fundido, forjado e laminado.

Com base na Tabela 3.4 e a Figura 3.17, é possível constatar que as amostras laminadas, apresentam frações volumétricas de ferrita (δ), significativamente superiores às demais amostras, em todas as condições. Em contrapartida a amostra fundida como recebida (FD0), apresentou a menor fração volumétrica de ferrita (δ), dentre todas as amostras. O que pode ser atribuído ao processamento a que esse material foi submetido e ao fato desse material apresentar o um maior teor de C, Si, Mn e S, e menor teor de cromo (ferritizante). Segundo Tavares et al. (2003), os aços inoxidáveis duplex fundidos geralmente apresentam menos ferrita do que austenita, devido a sua composição química e a taxa de resfriamento. Todavia, o aumento do tempo de envelhecimento, resultou em um aumento da fração volumétrica de ferrita, da amostra FD0 (47,8 ± 1,9 de fase ferrita) para a amostra FD12 (53,2 ± 1,6 de fase ferrita), o que pode estar associado a dissolução de nitreto de cromo com o aumento no tempo de envelhecimento, observado na caracterização microestrutural. Tal resultado se mostra coerente, com os apresentados por Conceição (2022), que observou um aumento nos valores da fase ferrita, em um UNS S39274 após envelhecimentos a 400ºC e a 475ºC (valores entre 54 ± % e 60 ± % de fase ferrita), em comparação com o mesmo material na condição como recebida (44 ± % de fase ferrita). Vale destacar, que a fração volumétrica de ferrita na amostra FD0, é coerente

com o valor encontrado por Alves e Magnobosco (2013), em um aço duplex fundido com composição química similar ao SAF 2507.

Foi observado uma redução nas frações volumétricas de ferrita nas amostras forjadas e laminadas, como resultado do aumento no tempo de envelhecimento, como visto na Tabela 3.4 e na Figura 3.17. O que pode estar associado com a intensificação da precipitação da fase austenita secundária, observada na microestrutura das amostras forjadas, e com o alargamento das ilhas de austenita, que foram observadas nas imagens da microestrutura das amostras laminadas. Assim como Dainezi (2020), que observou a redução da fração volumétrica de ferrita, ao realizar o envelhecimento a 450ºC, 475ºC e 500ºC, em um SAF 2205, que foi atribuído ao aumento dos grãos de austenita.

Tendo como base que os teores de ferrita obtidos por ferritoscopia, se baseiam na medida de permeabilidade magnética, a redução nos valores de ferrita, indicam uma redução na permeabilidade magnética do material. Segundo Lo e Lai (2011) o aumento no tempo de envelhecimento, pode resultar em uma redução nas propriedades magnética nos AISD devido a decomposição espinodal da ferrita primária ferromagnética, que se decompõe dando origem a fase paramagnética alfa linha (α'), que leva a uma redução no ferromagnetismo. Além disso, a morfologia da ferrita resultante da decomposição espinodal também pode levar a reduções na permeabilidade magnética nos AISD, devido a uma dificuldade no movimento das paredes dos domínios magnéticos.

3.1.3 Permeametria

Como visto na seção 1.4.9 do presente trabalho, o ciclo de histerese magnética releva o comportamento magnético do material, quando sujeito a um campo magnético aplicado. A Figura 3.18(a-c) exibe o comportamento das curvas de magnetização ou curvas de histerese magnética, obtidas através da relação $B \times H$ (B = densidade de fluxo magnético e H = campo magnético), para as amostras como recebidas e para aquelas envelhecidas a 480 ºC por 4 horas, 8 horas e 12 horas, em cada uma das diferentes rotas de processamento analisadas (fundição, forjamento e laminação). A tabela 3.5 apresenta os valores de força coercitiva (H_c), indução de remanência (B_r) e indução magnética máxima (B_{max}), obtidos a partir das amostras estudadas no presente trabalho. Vale

destacar que embora as amostras utilizadas nesse estudo não tenham sido de fato saturadas, para o presente trabalho, pode-se considerar $B_{max} = B_s$ (indução de saturação).

Com base nas curvas apresentadas na Figura 3.18 e nos valores apresentados na Tabela 3.5, é possível observar que todas as amostras apresentaram curvas de histerese magnéticas bastante estreitas, baixos valores do campo coercitivo (H_c) e da indução de remanência (B_r). Resultados similares, aos encontrados por Alinejad e Abbasi (2021), ao realizar envelhecimentos a diferentes temperaturas (700, 800 e 900 ºC) por 120 minutos, em um UNS S32304, forjado a quente. Tavares et al. (2003) também observou o aspecto estreito, das curvas de histerese magnéticas, em um UNS S39205 solubilizado a 1300 ºC. Tais aspectos são características de um material magnético mole, que apresenta uma facilidade em ser magnetizado e desmagnetizado (MORGAN, 2013). Além disso, os baixos valores de força coercitiva e de indução de remanência, podem ser atribuídos ao baixo teor de carbono dessa liga (ALINEJAD; ABBASI, 2021).

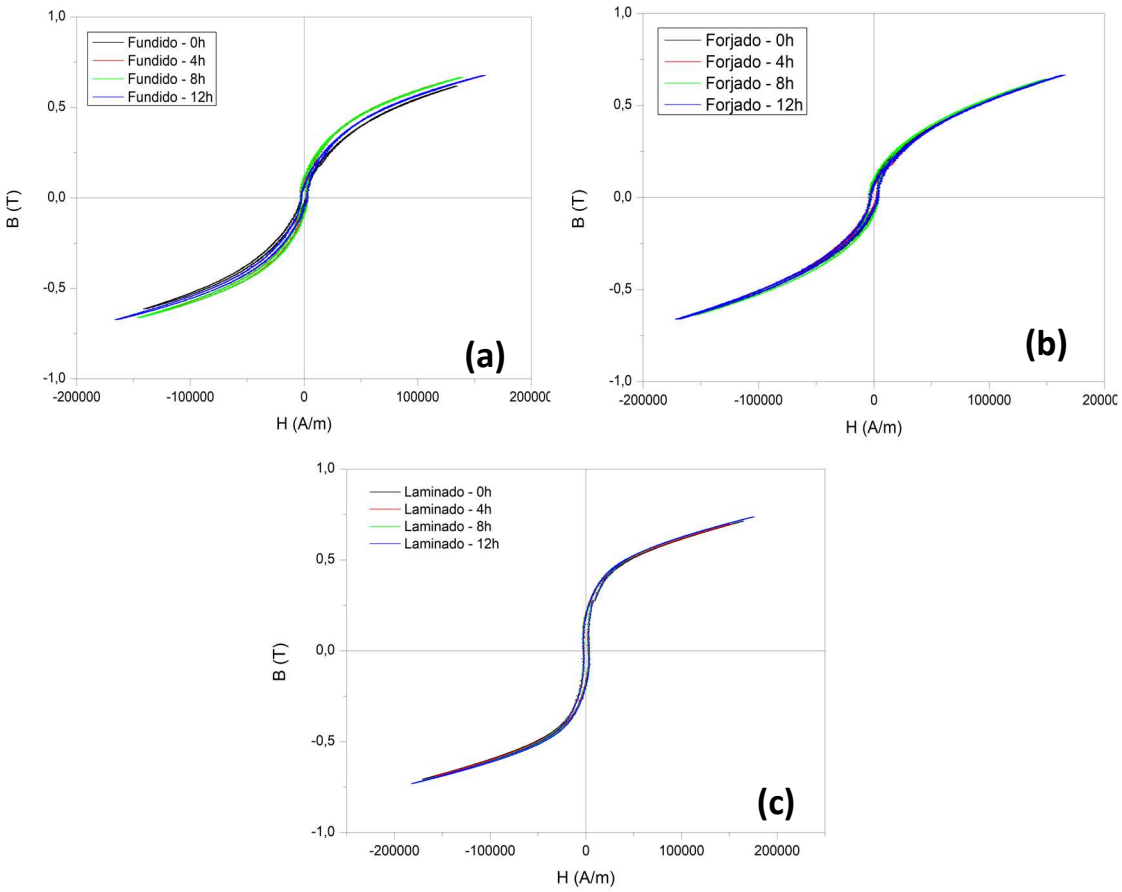


Figura 3.18 – Ciclos de histerese magnéticas das amostras (a) fundidas (b) forjadas e (c) laminadas como recebidas e envelhecidas a 480 ºC por 4 horas, 8 horas e 12 horas.

Tabela 3.5 -Valores de indução magnética máxima (Bmáx), indução de remanência (Br) e campo coercitivo (Hc) das amostras fundidas, forjadas e laminadas, nas diferentes condições de tratamento térmico.

Amostra	*Bmax (T)*	*Br (T)*	*Hc (U.A.)*
FD0	0,618	0,029	2783,41
FD4	0,649	0,103	2883,39
FD8	0,668	0,088	2931,58
FD12	0,678	0,076	2816,99
FJ0	0,611	0,066	2983,22
FJ4	0,621	0,039	2431,61
FJ8	0,644	0,069	2565,39
FJ12	0,665	0,074	2131,73
LM0	0,713	0,196	2060,16
LM4	0,697	0,181	2091,02
LM8	0,731	0,193	2268,06
LM12	0,737	0,207	2546,25

Como visto na seção 1.4.9 do presente trabalho, a curva de histerese magnética parte na origem (H=0 e B=0), e a medida que a intensidade do campo magnético (H) aumenta, a densidade de fluxo (B) também começa a aumentar, até que alcança a densidade de fluxo de saturação (Bs). A partir desse ponto, a medida em que a intensidade do campo magnético é reduzida, a densidade de fluxo também reduz, mas à uma taxa menor. No momento em que intensidade do campo magnético é reduzida a zero, retornando para a origem, verifica-se que a densidade de fluxo não é reduzida a zero, apresentando, nesse momento, uma densidade de fluxo residual, que recebe o nome de *indução de remanência* ou *densidade de fluxo remanescente* (Br). Em outras palavras, a *indução de remanência* é a indução magnética retida no material quando o campo magnético é reduzido de Hmáx até H=0 (CALLISTER, 2008; CULLITY; GRAHAM, 2009; JILES, 1991; SPALDIN, 2011; S.S.M. TAVARES, 2000). Com base nisso, é possível observar na Figura 3.19, que a amostra fundida na condição como recebida (FD0), apresentou o mais baixo valor de indução de remanência, entre todas as amostras estudadas, entretanto o aumento no tempo de envelhecimento provocou um acentuado

aumento nas primeiras horas de envelhecimento, e sucessivas reduções para maiores tempos de envelhecimento.

Vale destacar, que os valores de indução de remanência das amostras na condição como recebidas, estão coerentes com as frações volumétricas de ferrita encontrados. O que era esperado, pois as propriedades magnéticas dos aços com estrutura duplex, são fortemente influenciadas pelo percentual da sua fase ferromagnética (ferrita) (ALINEJAD; ABBASI, 2021; DILLE et al., 2018; GUNN, 2003; IMOA, 2014). Além disso, diferentes parametros de solubulização, podem gerar mudanças nas estruturas dos domínios magnéticos, gerando alterações nas propriedades magnéticas do material (LO, 2012).

Como pode ser visto na Figura 3.19, o aumento no tempo de envelhecimento, provocou um aumento nos valores de indução de remanência das amostras laminadas e forjadas. Ne sentido, Tavares *et al.* (2000) apresentou em seu trabalho, resultados de outros pesquisadores, que também relataram ter observado um aumento da indução de remanência, em função do aumento do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475 ºC, em aços inoxidáveis duplex. Tal comportamento, foi por eles atribuído, à decomposição espinodal da ferrita, que impede a movimentação das paredes dos domínios, levando à um aumento nos valores de indução de remanência com o aumento do tempo de envelhecimento. Além disso, a deformação plástica podem gerar um efeito no tamanho e na forma dos domínios magnéticos, alterando assim, as propriedades magnéticas do material (GHENO; SANTOS; KURI, 2008).

Quanto maior a indução de remanência apresentada por um material, maior é a magnetização que ele retém depois de ser submetido a um campo magnético externo (CULLITY; GRAHAM, 2009). Nesse sentido, destacam-se os valores de indução de remanência nas amostras laminadas, que foram superiores às demais amostras, em todas as condições de tratamento térmico (Figura 3.19), o que sugere que esse processamento resultou em um material com maior capacidade de reter a magnetização, após a remoção do campo magnético aplicado.

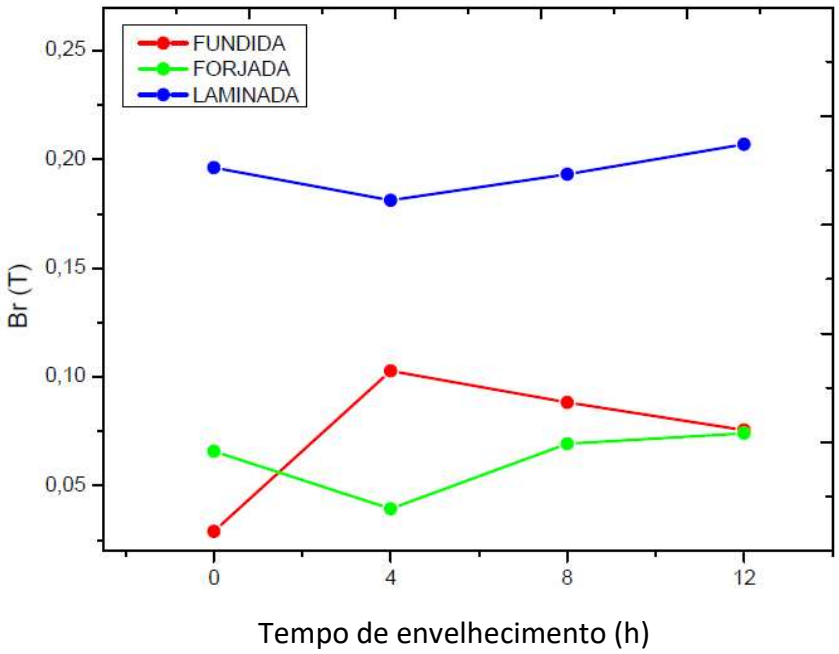


Figura 3.19 – Variação de indução de remanência (Br) dos aços UNS S32760 nas diferentes condições de processamento, em função dos tempos de envelhecimento a 480 ºC.

Como visto na seção 1.4.9, a intensidade de campo magnético necessário para reduzir a magnetização de um material à zero, após a saturação, ou seja, levar o material de Ms para M=0, é denominada *coercividade* ou *campo coercitivo* (Hc). Ou seja, quanto maior o campo coercitivo (Hc), maior é a dificuldade que o material tem, em se desmagnetizar (CULLITY; GRAHAM, 2009). Na Figura 3.20, é apresentado o comportamento do campo coercitivo (Hc) das amostras na condição laminada, forjada e fundida, como recebidas e envelhecidas a 480 ºC por 4 horas, 8 horas e 12 horas, onde é possível observar que o aumento no tempo de envelhecimento, provocou efeitos distintos no campo coercitivo, em cada uma das amostras. Nas amostras fundidas, o aumento do tempo de envelhecimento provocou uma pequena oscilação, nos valores de campo coercitivo. Enquanto, que nas amostras forjadas, foi observada uma acentuada redução do campo coercitivo, em função do aumento no tempo de envelhecimento. Já nas amostras laminadas, o aumento do tempo de envelhecimento, resultou em um contínuo aumento, nos valores de campo coercitivo, o que pode, dentre outros fatores, estar associado a formação da fase α'.

A decomposição espinodal da ferrita, associada a formação de precipitados, tende a gerar uma maior heterogeniedade na estrutura dos domínios magnéticos, entre os grãos e dentro de um mesmo grão (LO, 2012). Todavia, as modificações na estrutura dos domínios magnéticos na ferrita, com o aumento do tempo de envelhecimento, ainda não são perfeitamente compreendidos (DILLE et al., 2018).

Tavares *et al.* (2000), relatou ter observado um pequeno aumento nos valores de Hc, com o aumento do tempo de envelhecimento em um UNS S31803, mesmo após 500 horas de envelhecimento a 475ºC.

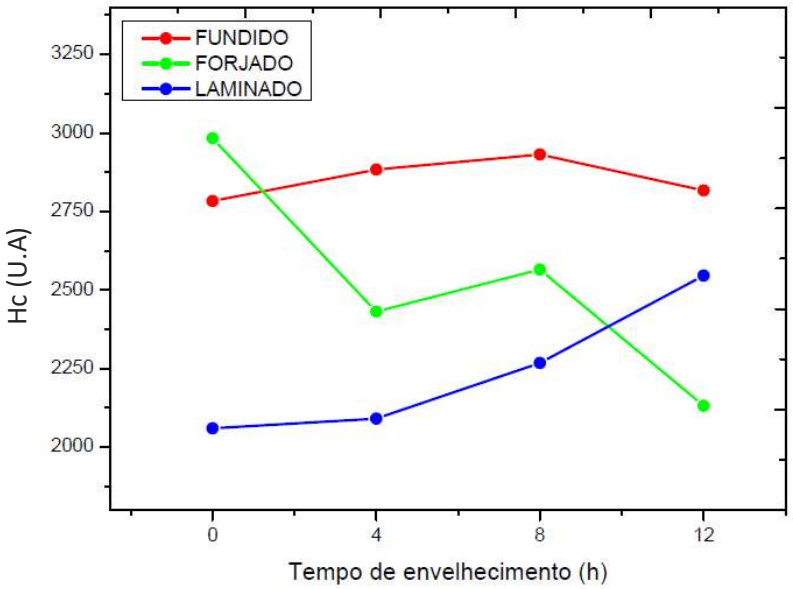


Figura 3.20 - Variação de campo coercitivo (Hc) dos aços UNS S32760 nas diferentes condições de processamento, em função dos tempos de envelhecimento à 480 ºC.
Obs: U.A = Unidade arbitrária

Na Figura 3.21, é posível observar o comportamento da indução magnética máxima (Bmax), em função do tempo de envelhecimento, para cada uma das condições de processamento. Onde é possível observar, que todas as amostras estudadas, apresentaram um aumento na indução magnética máxima, com o aumento no tempo de envelhecimento. O valor da indução de saturação de amostras resfriadas em água, aumenta significativamente, principalmente nas primeiras 20 horas de envelhecimento, devido a grande quantidade de vacâncias provocadas pelo resfriamento rápido, e é possível que a eliminação desses defeitos promova um arranjo atômico durante o

envelhecimento e leve a um aumento na magnetização de saturação do aço (TAVARES et al., 2003).

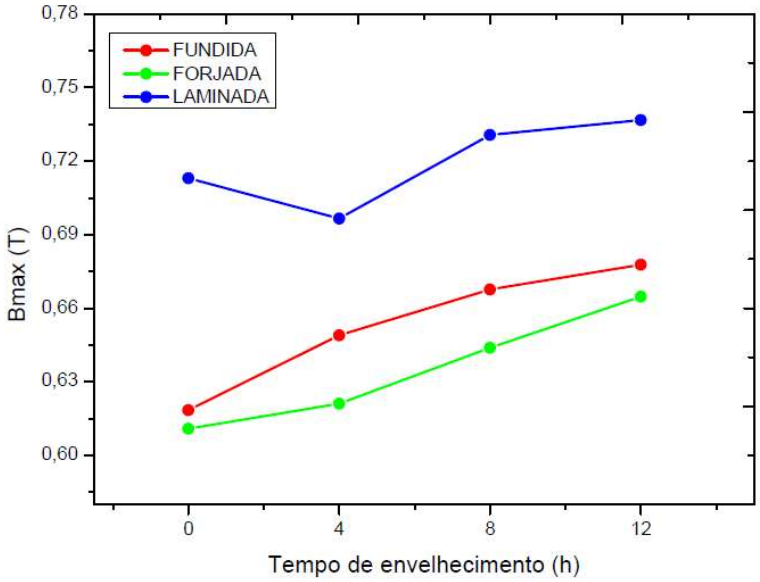


Figura 3.21 - Variação da indução magnética máxima (Bmax) dos aços UNS S32760 nas diferentes condições de processamento, em função dos tempos de envelhecimento a 480 ºC.

A exposição dos AID e AISD, a temperaturas na faixa de 300 à 1000 ºC, pode resultar na precipitação de fases não magnéticas, como a fase sigma (σ) e a fase alfa linha (α'), e gerar uma redução na fração volumétrica de ferrita, o que pode resultar em mudanças nas suas propriedades magnéticas dessas ligas (ALINEJAD; ABBASI, 2021; DILLE et al., 2018; GUNN, 2003; - IMOA, 2014).

3.2 ENSAIOS MECÂNICOS

3.2.1 Dureza (Vickers)

Os resultados dos ensaios de dureza das amostras do UNS S32760 fundidas, forjadas e laminadas, nas distintas condições de tratamento térmico, são apresentados na Tabela 3.6. Para facilitar a visualização do comportamento da dureza das amostras, nas

diferentes condições, foram plotados gráficos apresentados na Figura 3.22, baseados nos valores contidos na Tabela 3.6.

Tabela 3.6 - Medidas de durezas do AISD UNS S32760 para cada condições de processamento em função do tratamento térmico.

Amostra	Dureza - Média (HV)
FD0	249,75 ± 12,04
FD4	290,75 ± 9,03
FD8	311,75 ± 16,70
FD12	280,5 ± 7,14
FJ0	266 ± 5,23
FJ4	299,25 ± 8,46
FJ8	279,75 ± 10,05
FJ12	288,25 8,66
LM0	283,5 ± 3,70
LM4	317,5 ± 9,95
LM8	300,25 ± 7,09
LM12	320 ± 4,08

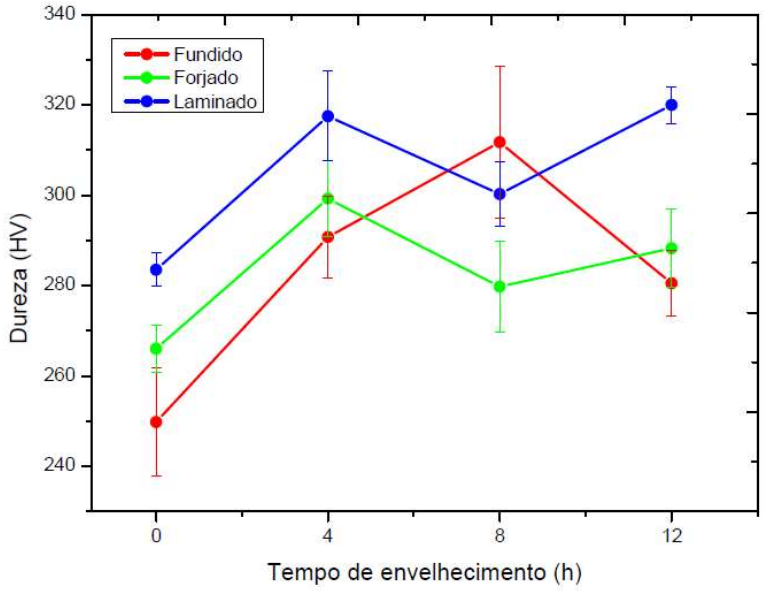


Figura 3.22 – Curvas de durezas do AISD UNS S32760 para cada condições de processamento em função do tratamento térmico.

Algumas observações interessantes podem ser feitas, sobre os valores de dureza, apresentados. Primeiramente, é possível observar, que as curvas de dureza das amostras laminada e forjada, apresentaram o mesmo comportamento, para todas as condições de tratamento térmico, tal fato pode indicar que a conformação mecânica durante o processamento, pode afetar o perfil de dureza, durante o envelhecimento térmico. Além disso, pode-se notar que no período de 8 horas de envelhecimento, o patamar de dureza das três condições de processamento foi alterada.

Com exceção da amostra laminada envelhecida a 480 ºC por 8 horas (LM8), todas as amostras laminadas apresentaram valores de dureza superior às demais condições de processamento. É possível observar que na amostra fundida a 12 horas (FD12), houve uma queda acentuada na dureza, o que pode ter relação com o fato dessa mesma amostra não apresentado a precipitação de nitretos de cromo na matriz ferrítica, em comparação com as demais amostras fundidas. Além disso, a amostra forjada envelhecida a 480 ºC por 8 horas (FJ8), também teve um comportamento inesperado, apresentando o mais baixo valor de dureza, para esse tempo de envelhecimento. Tal comportamento, pode ser resultado da presença de precipitados e da redução na quantidade de nitreto de cromo observada durante a análise microestrutural na matriz ferrítica. O que sugere uma relação da precipitação de nitreto de cromo com a dureza observada.

Vale destacar, que todas as amostras apresentaram um aumento nos valores de dureza, em comparação com a condição como recebida.

Com base na Tabela 3.6 e na Figura 3.22, pode ser observado que todas as amostras apresentaram um aumento significativo na dureza, nas primeiras 4 horas de envelhecimento. Tal endurecimento progressivo do material pode estar associado a precipitação da fase α'. Esse comportamento se mostra coerente, com o que foi relatado por Matias *et al.* (2017), que ao realizar o envelhecimento a 475°C por diferentes períodos de tempos (4, 8 e 12 horas), em um UNS J93404 (Grau 5A), observou um aumento substancial da dureza, já nas primeiras horas de tratamento térmico, que foi atribuído a precipitação da fase α'. Vargas *et al.* (2021) observou um aumento de 14% na microdureza da austenita e de 21% na microdureza da ferrita, nas primeiras 10 horas de envelhecimento a 475 ºC em um UNS S32750, atribuído a presença da fase α'. Tal comportamento convergente, sugere que os efeitos da decomposição da ferrita, e

formação da fase α', pode ser notada em curtos períodos, durante o envelhecimento na faixa de temperatura de 475 ºC.

O aumento da dureza, como consequência da precipitação da fase α', resultante da decomposição espinodal da fase ferrita (δ), durante o envelhecimento térmico na faixa de temperatura de 480 ºC nos AID e AISD, já foi reportado por diversos autores (MATIAS et al., 2017; PARDAL, 2009; STEUDEL, 2018; VARGAS et al., 2021).

3.2.2 Tenacidade ao impacto (Charpy-V a - 46ºC)

Para verificar a tenacidade ao impacto nas amostras analisadas, foram realizados ensaios Charpy-V a - 46ºC. Os resultados desse ensaio estão apresentados na Tabela 3.7 e na Figura 3.23.

Tabela 3.7 – Valores médios de tenacidade ao impacto medidos com desvio padrão

Amostra	Energia absorvida (J)
FD0	80,12 ± 5,91
FD4	65,44 ± 7,59
FD8	51,18 ± 0
FD12	65,01 ± 1,06
FJ0	34,26 ± 12,20
FJ4	35,36 ± 15,46
FJ8	22,18 ± 6,29
FJ12	23,50 ± 4,43
LM0	241,23 ± 0,15
LM4	199,56 ± 14,66
LM8	181,37 ± 20,04
LM12	64,27 ± 2,11

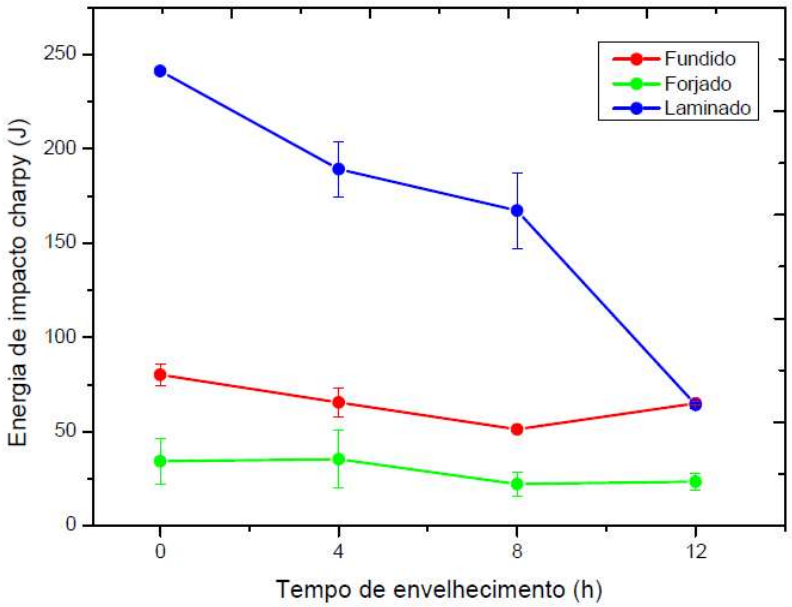


Figura 3.23 – Curvas de tenacidade ao impacto Charpy-V a - 46 ºC do UNS S32760 nas condições analisadas.

O primeiro ponto que chama atenção no gráfico da Figura 3.23, é o alto valor da tenacidade ao impacto apresentado pela amostra laminada, na condição como recebida (LM0). Todavia, tal amostra apresentou uma acentuada redução nos valores de tenacidade ao impacto, com o aumento no tempo de envelhecimento, passando de 241,23 J (amostra LM0) para 64,27 J (amostra LM12). O fato de não terem sido observadas fases secundárias nesse material, é um forte indício de que essa redução na tenacidade é efeito da fragilização causada pela fase alfa linha. O aumento no tempo de envelhecimento, também provocou uma redução nos valores de tenacidade ao impacto na amostra forjada e na fundida, entretanto, de uma forma muito menos acentuada, quando comparada ao comportamento apresentado pela amostra laminada, o que pode indicar uma competição entre diferentes fases secundárias, como a alfa linha, a austenita secundária e o nitreto de cromo.

Como pode ser visto na Figura 3.23 e na Tabela 3.7, a tenacidade ao impacto da amostra forjada, se manteve quase estável com o aumento no tempo de envelhecimento, apresentando valores muito inferiores às demais condições de processamento. Com destaque para as amostras forjadas FJ8 e FJ12, apresentando valores de tenacidade ao impacto insatisfatórios, ficando abaixo de 27 J, valor mínimo recomendado pela norma Norsok M-601:2016 para ensaios de tenacidade realizados a – 46 ºC. Tal fato converge

com as observações microestruturais realizadas, onde foi possível observar uma variedade de precipitados, com destaque para a intensa presença de austenita secundária na matriz ferritica, que se intensificou com o aumento do tempo de envelhecimento. Nessa faixa de temperatura (480 ºC), o processo de fragilização é consequência da precipitação de diferentes fases secundárias (PARDAL, 2009).

De uma forma geral, o aumento no tempo de envelhecimento resultou em uma redução nos valores da tenacidade ao impacto em todas as amostras analisadas, o que é um indício uma fragilização causada pela presença de fases secundárias como a austenita secundária e a alfa linha.

Matias *et al.* (2017) observou a uma drástica redução na tenacidade ao impacto, em um UNS J93404 (2507 Grau 5A), durante o ensaio de tenacidade ao impacto Charpy-V a – 46° C, após tratamento de envelhecimento por 4 horas, 8 horas e 12 horas, devido a formação da fase secundária α'. Silva *et al.* (2017) observou a redução na tenacidade ao impacto em um lean duplex 2404, nas primeiras 100 horas de envelhecimento a 475 ºC, que foi atribuído a presença da fase alfa linha (α'), ao realizar ensaios de tenacidade ao impacto Charpy-V em temperatura ambiente. Pardal (2009) relatou ter observado uma queda acentuada na energia absorvida ao impacto, em um UNS S32760 após envelhecimento a 450 ºC, 475 ºC e 500ºC já nas primeiras 24 horas.

3.2.3 Análise das superfícies de fratura

As Figuras 3.24 a 3.27, apresentam as imagens de MEV das superfícies fraturadas das amostras nas condições analisadas, após ensaio Charpy-V a - 46 ºC. A Figura 3.24, mostra as superfícies fraturadas, das amostras fundidas, onde é possível observar a presença de microcavidades ou *dimples* arredondados, que são característicos de uma fratura do tipo dúctil. Todavia, na amostra fundida a 480 ºC por 12 horas (FD12), foram observadas algumas regiões com facetas de *clivagem*, característica associada a uma fratura do tipo frágil. Tal fato indica, que o aumento no tempo de envelhecimento, resultou em uma mudança no tipo de fratura, de totalmente dúctil (FD0) para uma fratura predominantemente ductil com regiões de fratura frágil (FD12). Tal observação se mostra coerente com as reduções nos observadas nos valores de tenacidade ao impacto Charpy-

V, observado nas amsotras fundidas. Vale destacar, que em todas as amostras fundidas, foi observada a intensa presença de inclusões no fundo nos *dimples*, o que faz sentido, pois partículas de inclusão, são formadoras dos *dimples*, por uma ação de tensão de cisalhamento sobre a superfície da fratura (PARDAL, 2009).

Nas Figuras 3.25 e 3.26 é possível observar que as superfícies fraturadas das amostras forjadas, apresentam pouca mudança com o aumento no tempo de envelhecimento, sendo caracterizada por facetas de *clivagem*, com pequenas e isoladas regiões com *dimples*, indicando uma fratura predominantemente do tipo frágil. O que converge com as observações microestruturais, e com os baixos valores de tenacidade encontrados, que em algumas condições ficaram abaixo do mínimo recomendado pela norma Norsok M-601:2016. Sendo que o aumento no tempo de envelhecimento, resultou em um aumento no tamanho das facetas de *clivagem*, como fica claro na amostra 3.25-d (FJ12). Tal comportamento, foi também observado por Pardal (2009) ao realizar o envelhecimento em um UNS S32750 a 475 ºC por 500 horas.

A Figura 3.27, apresenta as micrografias das superfícies fraturadas das amostras laminadas. Onde é possível notar uma transição da superfície de fratura. Inicialmente, é possível observar uma superfície com características de fratura do tipo dúctil, composta por *dimples*, que ficam cada vez menores e mais profundos com o aumento no tempo de envelhecimento. Todavia, na amostra laminada envelhecida a 480 ºC por 12 horas (LM12), é possível observada uma mudança drástica no aspecto da superfície fraturada, onde não são mais observadas a presença de *dimples,* e sim a presença de facetas de clivagem, indicando que o mecanismo de fratura do tipo frágil se tornou dominante. Tal mudança drástica, foi também observada na tenacidade ao impacto dessas amostras.

A presença de planos de clivagem, decorrentes de tratamento térmico de envelhecimento, é resultado da precipitação da fase alfa linha, assim como da presença da fase G na matriz ferrítica, o que reduz a mobilidade das discordâncias, fragilizando o material e promovendo uma fratura do tipo frágil (PARDAL, 2009; SILVA et al., 2017; TERADA et al., 2008).

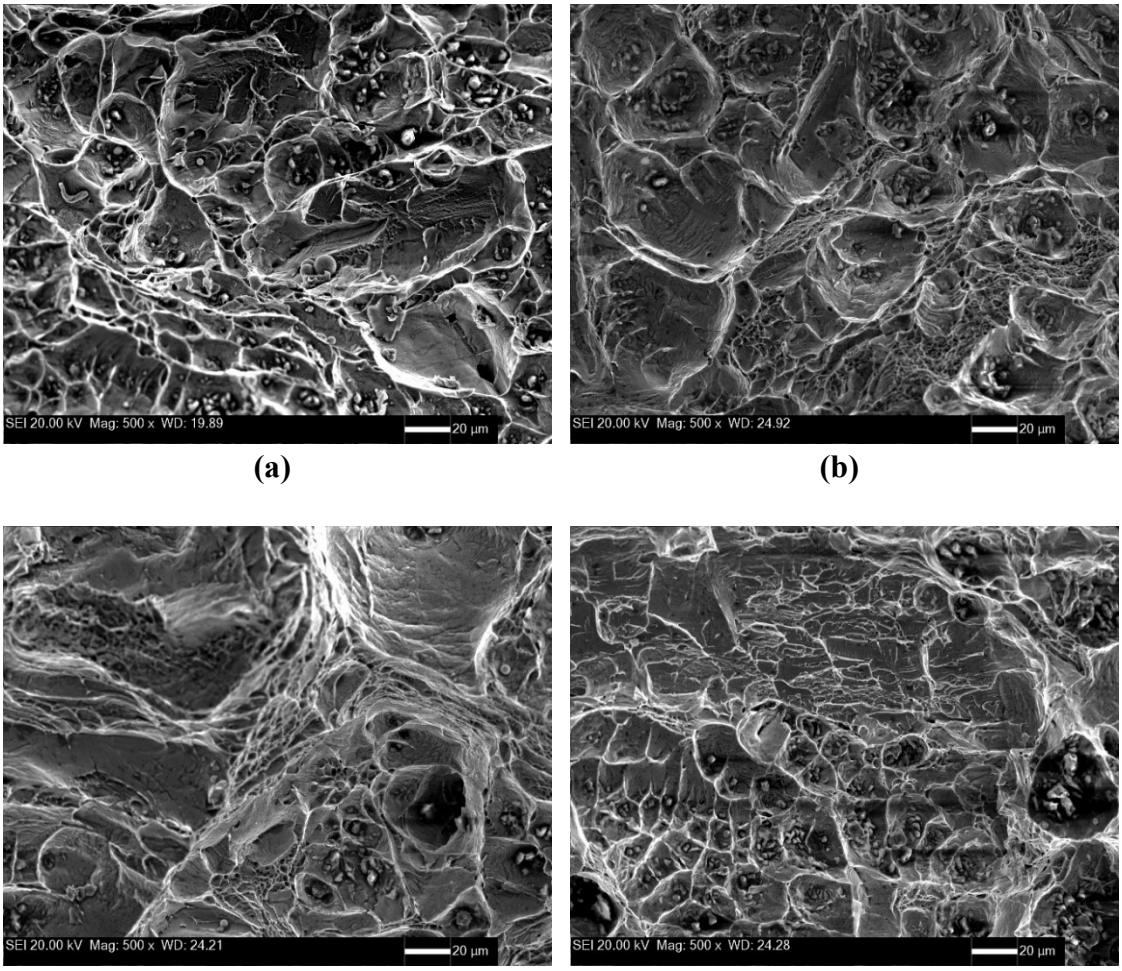


Figura 3.24 – Micrografia da superfície fraturada após ensaio de Charpy-V a -46°C das amostras fundidas (a) FD0 (b)FD4 (c) FD8 (d) FD12.

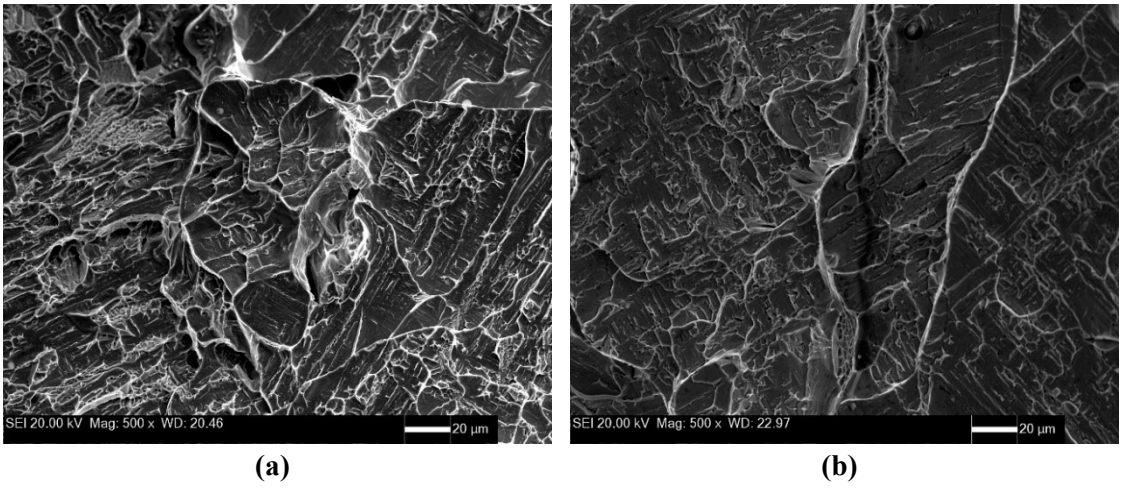
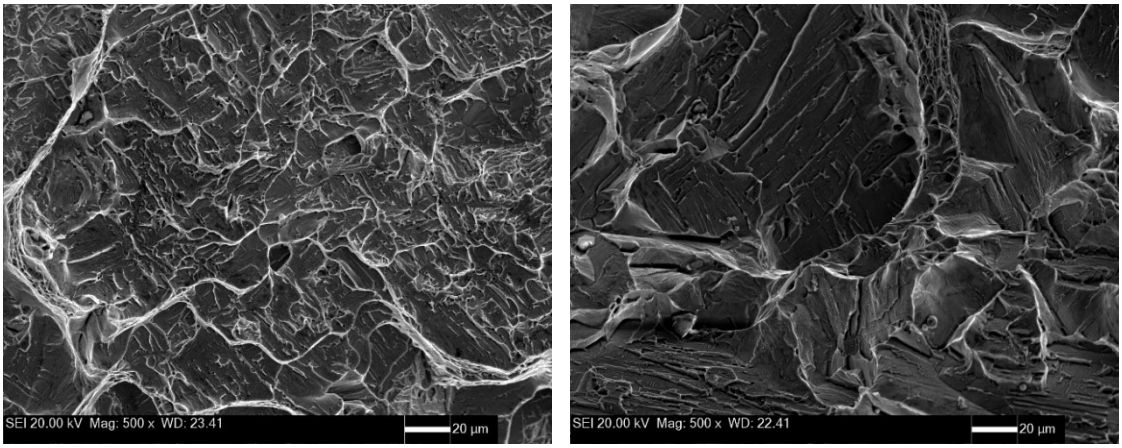
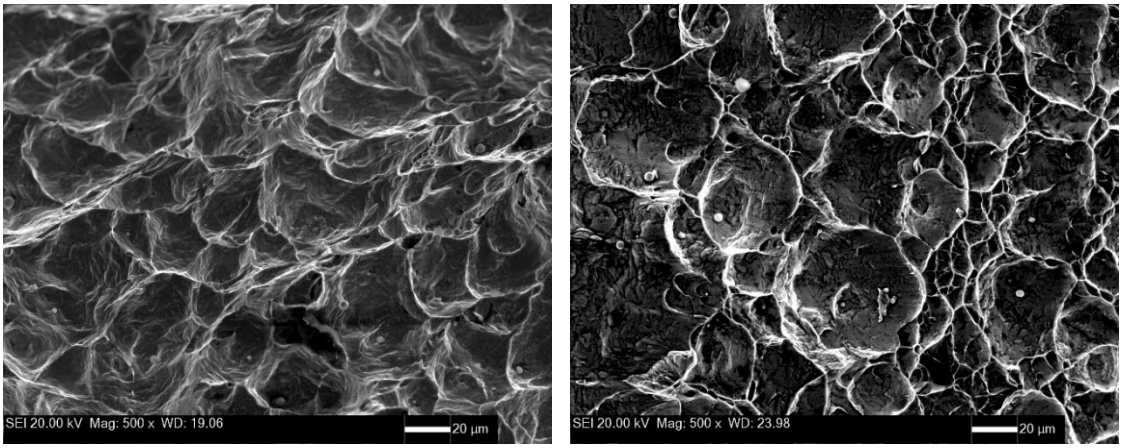


Figura 3.25 – Micrografia da superfície fraturada após ensaio de Charpy-V a -46°C das amostras forjadas (a) FJ0 (b) FJ4

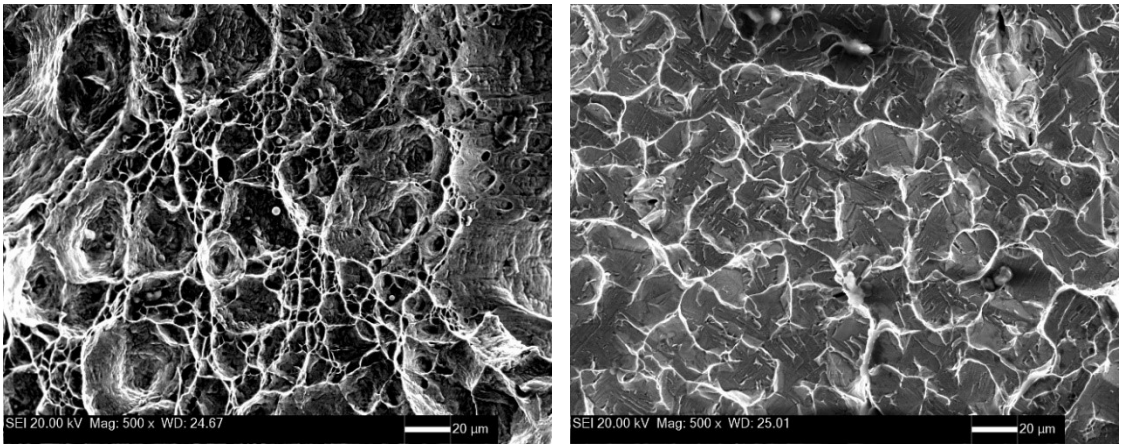


(a) **(b)**

Figura 3.26 – Micrografia da superfície fraturada após ensaio de Charpy-V a -46°C das amostras forjadas (a) FJ8 (b) FJ12.



(a) (b)



(a) (b)

Figura 3.27 – Micrografia da superfície fraturada após ensaio de Charpy-V a -46°C das amostras laminadas (a) LM0 (b) LM4 (c) LM8 (d) LM12

Com base nas imagens 3.24 a 3.27 é possível notar que o aumento no tempo de envelhecimento, resultou em uma maior fragilização das amostras, em todas as condições de processamento, o que se mostra coerente com as reduções nos valores de tenacidade ao impacto, verificadas durante o ensaio Charpy-V. Tal comportamento, foi também reportado também por Silva et al. (2017), ao comparar a superfície fratura de um Lean duplex 2404, após o ensaio Charpy-V a temperatura ambiente, na condição solubilizada e na condição envelhecido a 475 ºC por 2000 horas. Assim como foi visto por Terada (2008), ao comparar a superfície fraturada de um DIN 1.4575 solubilizado e um envelhecido a 457 ºC por 1hora.

3.3 RESISTÊNCIA A CORROSÃO

3.3.1 Polarização Potenciodinâmico Cíclico

Pelo fato dos AID e AISD se destacarem dos aços inoxidáveis comuns, devido ao alto nível de resistência a corrosão, principalmente corrosão por pites, é de extrema importância avaliar como os envelhecimentos aplicados afetaram a resistência a corrosão do AISD analisado nesse estudo. Para tal, foram realizados ensaios de polarização potenciodinâmica cíclica, onde é possível determinar o potencial de pites (E_{PITE}) em cada uma das condições analisadas. Quanto maior for o potencial de pites (E_{PITE}), maior é a resistência a corrosão por pite do material. Como apresentado na Tabela 3.8 e na Figura 3.28, o potencial de pite (Epite) foi obtido no ponto da curva onde a densidade de corrente começa a aumentar de forma abrupta, indicando o rompimento localizado do filme passivo.

As curvas dos ensaios de polarização potenciodinâmica cíclica são apresentadas na Figura 3.28, e seus valores são apresentados na Tabela 3.8, onde é possível observar valores similares de potencial de pites, que não foram significativamente alterados com o aumento do tempo de envelhecimento, dessa forma mantendo seus níveis de resistência a corrosão, mesmo para maiores tempos de envelhecimento. Resultado similares foram encontrados por Dainezi (2020), que não observou alterações significativas ao comparar

os valores de potencial de pite de um SAF 2205 na condição como recebido, solubilizado, solubilizado e envelhecido a 450 ºC por 1 hora, 475 ºC por 12 horas e 500 ºC por 1 hora. Assim como De Lima (2017) que observou valores similares de potencial de pites em um AISD fundido grau 6A na condição solubilizado e na condição envelhecido a 475 ºC por 2 horas, 10 horas, 50 horas e 100 horas. Entretanto, Fontes (2009), observou uma brusca redução do potencial de pite, após o envelhecido de um supersuplex UR 52N+ (UNS S32520) a 475 ºC por 1032 horas. Dessa forma, os resultados encontrados no ensaio de polarização potenciodinâmica cíclica, se mostram convergentes com a literatura, que sugere que nas condições de tempo e temperatura analisadas nesse estudo, as possíveis fases secundárias precipitadas não apresentam efeitos significativos sobre a resistência a corrosão.

O comportamento da amostra forjada vale um destaque especial, pelo fato de apresentar o maior (FJ8 = 1,01 V_{SCE}) e menor (FJ0 = 0,83 V_{SCE}) valor de potencial de pites, registrado entre todas as amostras ensaiadas. Essa variação mais pronunciada, pode estar associado a precipitação das fases secundárias, que foram observadas nas amostras forjadas, durante as análises microestruturais (MO e MEV).

Vale destacar, que embora o potencial de pite das amostras analisadas não tenham apresentado alterações significativas, o aumento no tempo de envelhecimento provocou alterações no intervalo de passivação (E_{PITE} - E_{PCA} (V_{SCE})), sendo mais pronunciada nas amostras laminadas. O que pode estar associado ao processamento aplicado a esse material, pois a capacidade de passivação, sofre forte influência do refino dos grãos (RALSTON; BIRBILIS, 2010).

Outra observação importante, feita com base na Figura 3.28, é que as amostras submetidas a envelhecimento por 4 horas (FD4, FJ4 e LM4), não apresentaram repassivação dos pites formados, assim como foi relatado por Fontes (2009), após envelhecimento a 475 ºC por 48 horas em um aço inoxidável supersuplex UR 52N+ (UNS S32520), que foi associado a uma possível dificuldade na redistribuição do cromo na matriz ferrítica devido à formação da fase alfa linha (α'), que consome grande parte deste elemento.

Além disso, a amostra laminada LM4 além de não apresentar repassivação, apresentou um aumento na área do laço na curva e um menor intervalo de passivação

(E_{PITE} – E_{PCA}) o que pode indicar uma diminuição na resistência a corrosão por pite (FONTES, 2009).

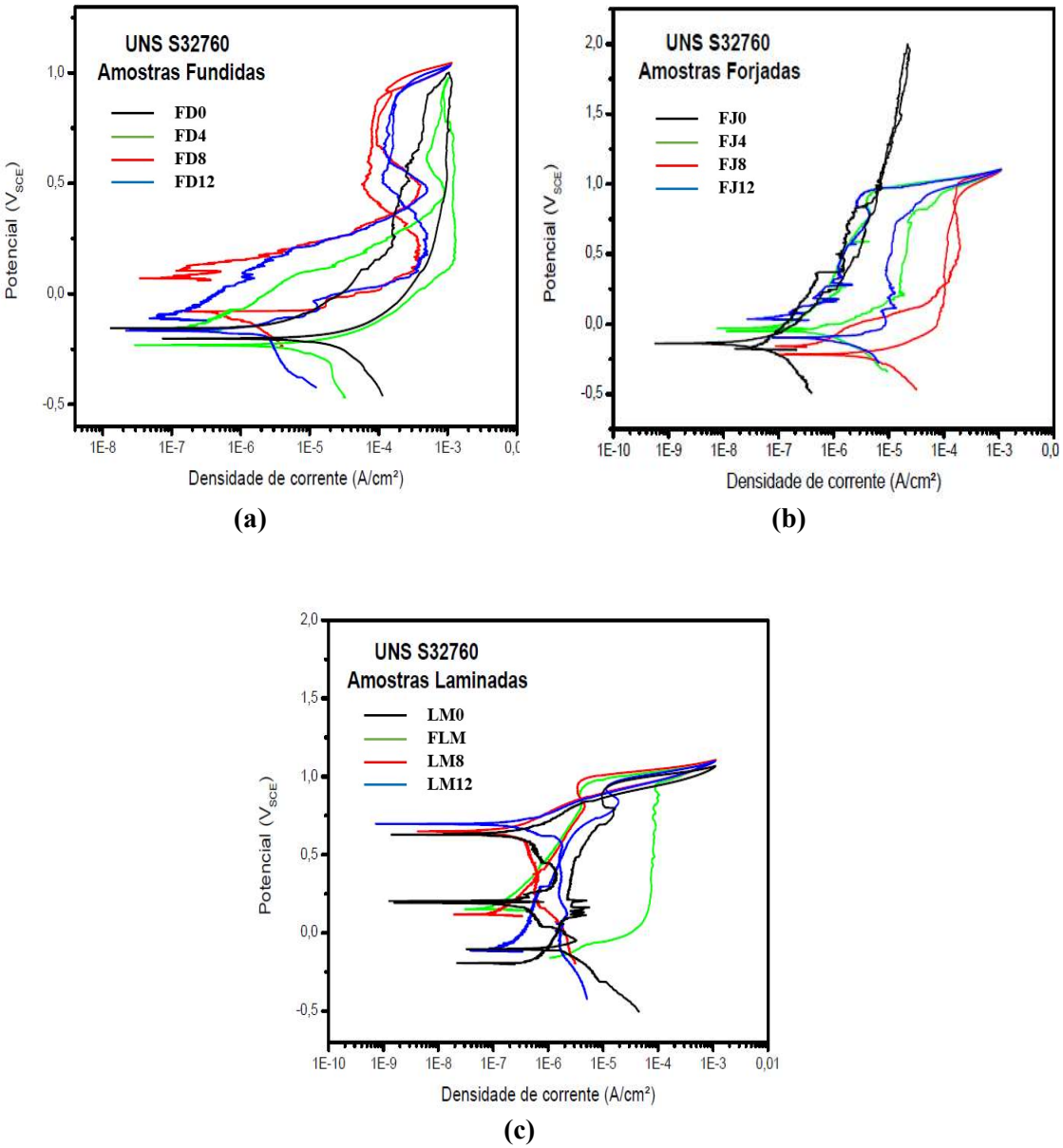


Figura 3.28 - Curvas de potencial de formação de pite das amostras (a) fundidas (b) forjadas e (c) laminadas

Tabela 3.8 - Parâmetros obtidos das curvas de polarização potenciodinâmica cíclica das amostras nas distintas condições.

Condição	E_{PCA} (V_{SCE})	E_{PITE} (V_{SCE})	$E_{PITE} - E_{PCA}$ (V_{SCE})
FD0	-0,15	0,90	1,05
FD4	-0,15	0,91	1,06
FD8	0,07	0,89	0,82
FD12	-0,11	0,89	1,00
FJ0	-0,14	0,83	0,97
FJ4	-0,03	0,95	0,98
FJ8	-0,16	1,01	1,17
Fj12	0,04	0,95	0,91
LM0	-0,19	0,95	1,14
LM4	0,15	0,94	0,79
LM8	0,13	0,99	0,86
LM12	-0,11	0,95	1,06

3.3.2 Polarização Eletroquímica com Reativação Cíclica (PERC)

As Figuras 3.29 a 3.32, apresentam as curvas do ensaio de corrosão de reativação potenciodinâmica de ciclo duplo (DL-EPR) do UNS S32760, nas diversas condições estudadas. A partir das curvas dos ensaios de DL-EPR foi calculado o grau de sensitização (I_r/I_a), para cada uma das amostras, como pode ser visto na Figura 3.32.

Através das Figuras 3.29 a 3.32 observa-se, que o AISD UNS S32760 como recebido e envelhecido não apresentou graus significativos de sensitização em nenhuma das condições analisadas. Segundo Zhang et al.(2016), os efeitos deletérios de baixos graus de sensitização, sobre a resistência a corrosão, podem ser desconsiderados. Dessa

forma não houve mudanças significativas na resistência à corrosão intergranular na condição como recebida, assim como nas amostras tratados termicamente por envelhecimento, em nenhuma das condições de processamento analisadas, apesar da presença das fases secundárias encontradas, o que está de acordo com o que foi relatado por Dainezi (2020), que após realizar o envelhecimento em um AID SAF 2205 a 450ºC por 1 hora, 475ºC por 12 horas, 500ºC por 1 hora e 600ºC por 12 horas, não observou efeitos significativos no grau de sensitização, em nenhuma das condições, mesmo com a presença de fases secundárias como a alfa linha (α'), sigma (σ) e chi (χ), devido aos pequenos níveis de precipitação dessas fases.

Conceição (2022), observou um valor de sensitização próximo de zero, em um UNS S39274 envelhecido a 475ºC por 12 horas, assim como Vargas et al. (2021), que após realizar o envelhecimento de um UNS S32750 a 475ºC, concluiu que o material não apresentou graus significativos de sensitização, para períodos de envelhecimento inferiores a 50 horas, entretanto foram observados valores significativos de sensitização, para períodos superiores a 100 horas. Assim como Silva et al. (2017), que também observou valores significativos de sensitização, em um AID SAF 2205 envelhecido a 475ºC por 2000 horas. O que leva a concluir, que na faixa de temperatura analisada no presente estudo, a sensitização só é significativa para maiores tempos de envelhecimento.

Com base na Figura 3.33, nota-se que as amostras laminadas e fundidas, apresentaram graus de sentsitização similares, todavia, a amostra forjada apresentou um aumento no grau de sensitização, em função do aumento do tempo de envelhecimento, o que está de acordo com as observações feitas, nas análises microestruturais, que revelaram a presença de alguns precipitados, com destaque para a presença de austenita secundária, que apresentou uma acentuada intensificação devido ao aumento do tempo de envelhecimento, o que pode indicar um efeito deletério pequeno, porém presente, da austenita secundária na resistência a corrosão. O que converge Londoño (2001), que concluiu que a austenita secundária pode gerar efeitos deletérios na resistência a corrosão.

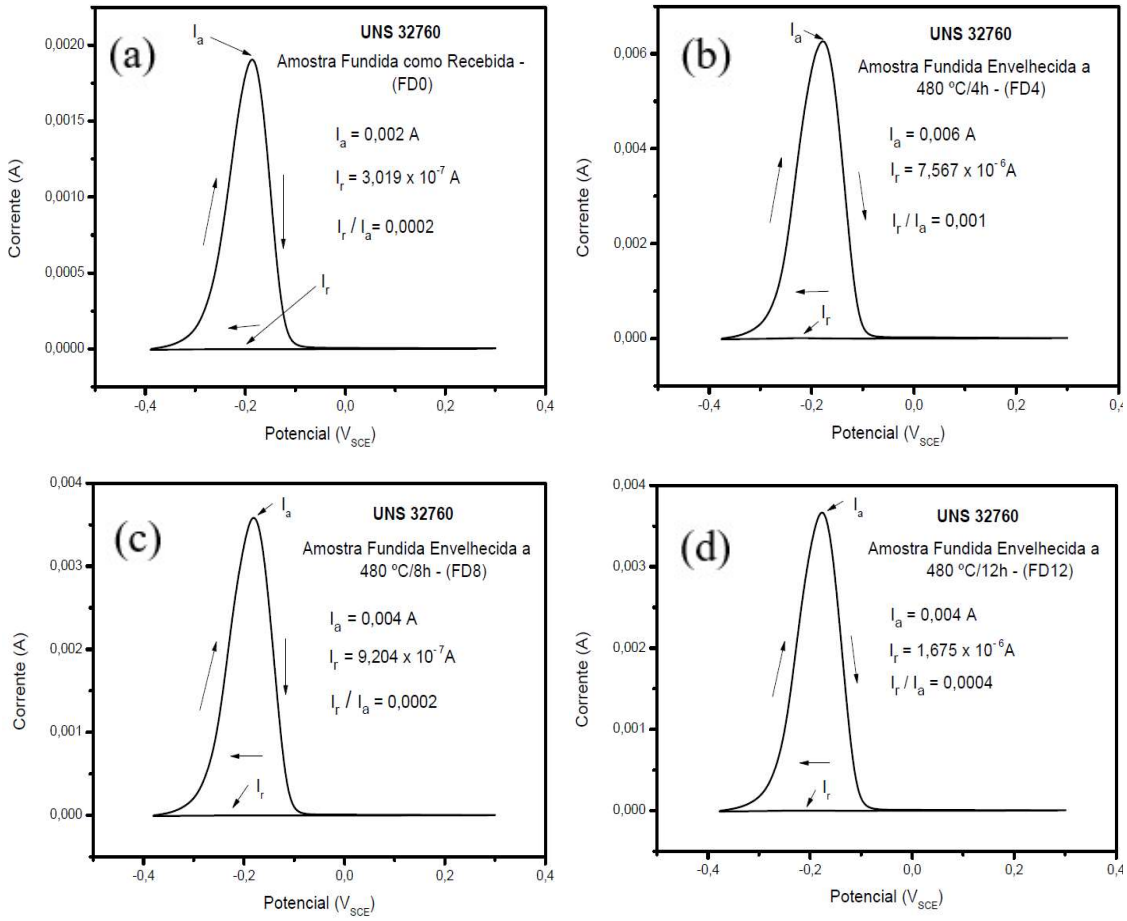


Figura 3.29 - Curva de polarização para as amostras fundidas. (a) como recebida (b) com tratamento térmico por 4 horas (c) com tratamento térmico por 8 horas (d) com tratamento térmico por 12 horas.

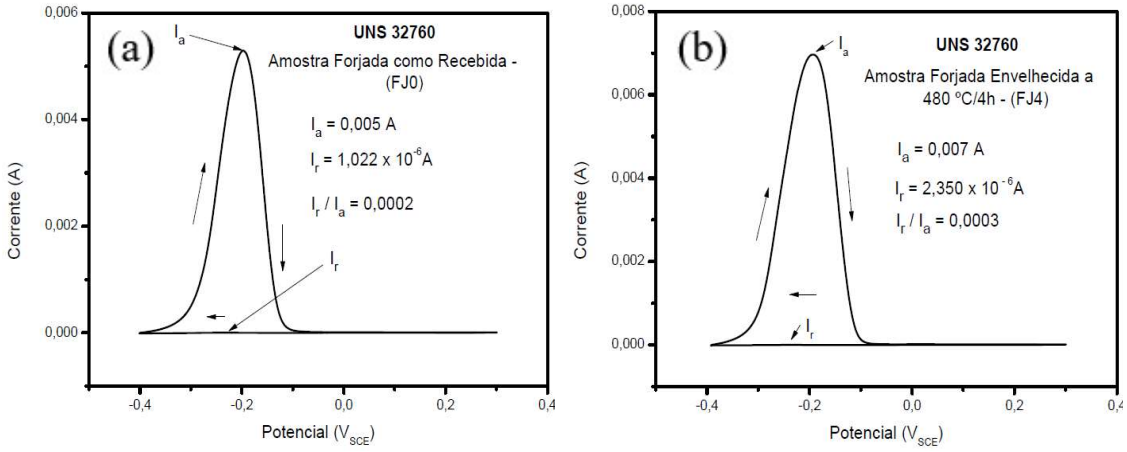


Figura 3.30 - Curva de polarização para as amostras forjadas (a) como recebida (b) com tratamento térmico por 4 horas.

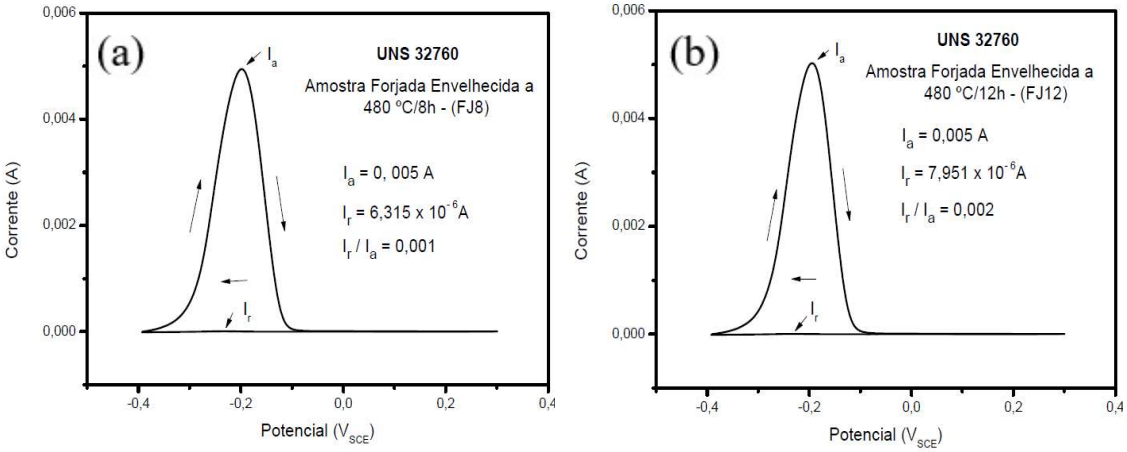


Figura 3.31 - Curva de polarização para as amostras forjadas (a) com tratamento térmico por 8 horas (b) com tratamento térmico por 12 horas.

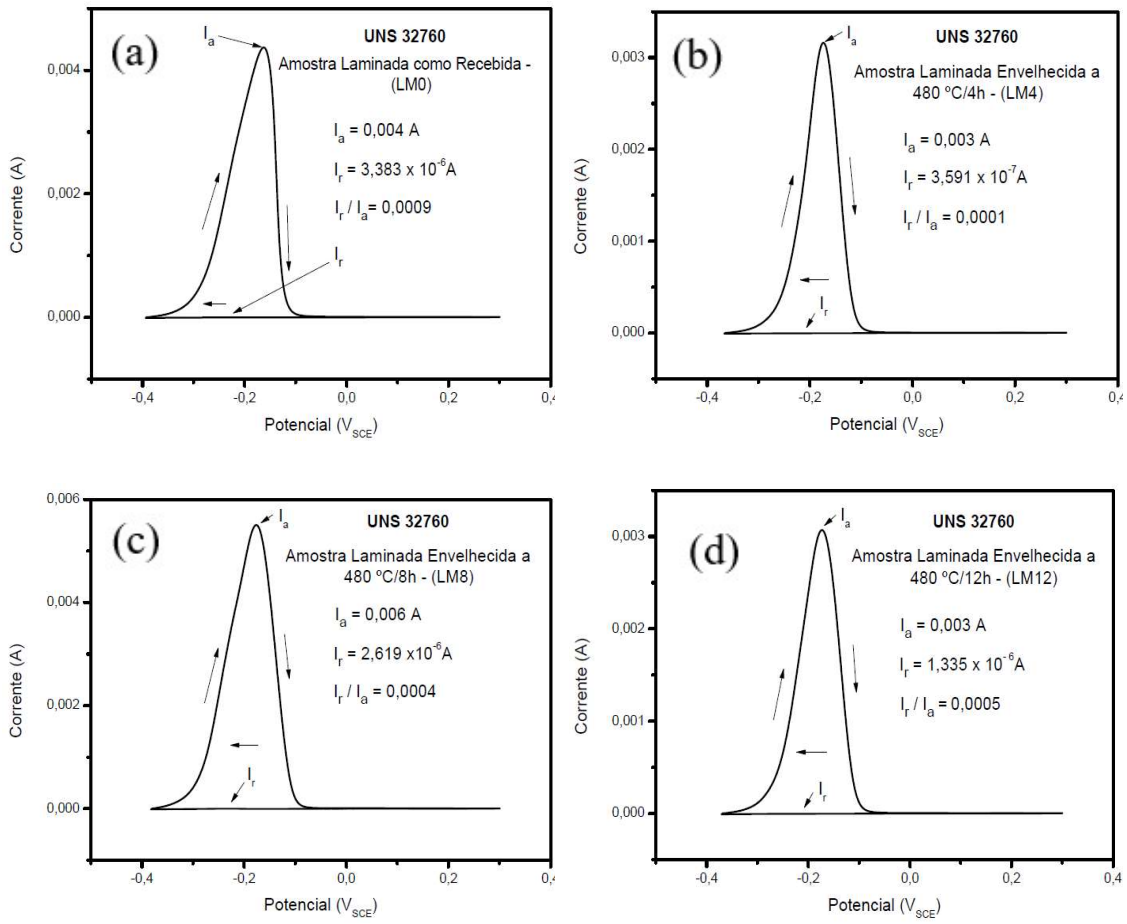


Figura 3.32 - Curva de polarização para as amostras laminadas (a) como recebida (b) com tratamento térmico por 4 horas (c) com tratamento térmico por 8 horas (d) com tratamento térmico por 12 horas.

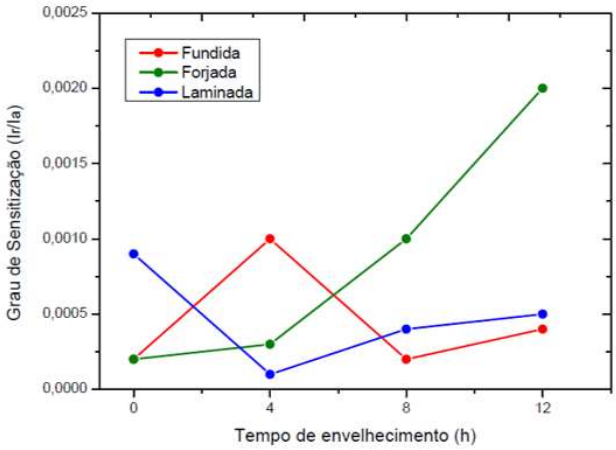


Figura 3.33 – Graus de sensitização das amostras fundidas, forjadas e laminadas, nas distintas condições de tratamento térmico.

CAPÍTULO 4

CONCLUSÕES

O presente estudo, que teve o objetivo de avaliar o comportamento e as possíveis alterações na microestrutura e nas propriedades do aço inoxidável superduplex UNS S32760, obtido por diferentes rotas de processamentos, comparando a condição como recebido com as condições envelhecido a 480 ºC por 4 horas, 8 horas e 12 horas, por meio de ensaios destrutivos e não destrutivos, revelou que:

1. Por meio de imagens de MO e MEV, foi possível verificar que o UNS S32760 apresentou uma microestrutura típica, composta por uma matriz ferrítica e ilhas de austenita, com diferentes morfologias decorrente do processamento aplicado.

2. A amostra laminada foi a única que não apresentou a presença de fases secundárias, em todas as condições, devido a isso, acredita-se que as alterações nos ensaios destrutivos e não destrutivos observadas neste material, sejam decorrentes exclusivamente da formação de fases secundárias.

3. O aço UNS S32760 laminado apresentou valores significativamente superiores de indução de remanência (Br), que podem ser atribuídos ao alto teor de ferrita (ferromagnética) observado nos ensaios de ferritoscopia, indicando que esse material apresentou maior magnetização retida.

4. Verificou-se um aumento do campo coercitivo (Hc) das amostras laminada e fundida com o aumento no tempo de envelhecimento, que pode ser associado à precipitação da fase alfa linha (α').

5. A amostra forjada apresentou uma redução do campo coercitivo (Hc), com o aumento no tempo de envelhecimento, assim como uma redução na fração volumétrica de ferrita, o que ser resultado das diversas fases secundárias observada nas análises microestruturais.

6. O aumento no tempo de envelhecimento provocou, em todas as amostras, um acentuado aumento de dureza nas primeiras 4 horas de envelhecimento, e redução na energia de impacto Charpy-V com o aumento no tempo de envelhecimento, sendo mais acentuada na amostra laminada. Esse comportamento pode ser atribuído à precipitação da fase alfa linha (α'), que resultou em uma fragilização nas amostras.

7. O aumento no tempo de envelhecimento, provocou uma pequena redução na tenacidade ao impacto da amostra forjada, todavia, essa condição de processamento apresentou as menores tenacidades ao impacto, em comparação com as demais condições, sendo que as amostras FJ8 e FJ12 apresentaram valores de tenacidade ao impacto inferiores a 27 J, que é o valor mínimo especificado pela norma Norsok M-601:2016 para ensaio charpy-V a - 46 ºC. Além disso, a amostra forjada apresentou fratura do tipo frágil em todas as condições de tratamento térmico. Tal comportamento possivelmente pode ser um efeito da intensa presença de austenita secundária e de outras fases secundárias como a α', nitretos.

8. Foi verificado, que o aumento no tempo de envelhecimento, resultou em alterações na superfície de fratura em todas as condições de processamento analisadas, promovendo uma fratura cada vez mais frágil nas amostras, o que converge com os resultados de tenacidade ao impacto, indicando que essas amostras sofreram fragilização pela presença da fase α' (fragilização a 475ºC).

9. O aumento no tempo de envelhecimento não provocou alterações significativas na resistência a corrosão intergranular nem na resistência corrosão por pites, em nenhuma das amostras analisadas, mesmo com a possível presença da fase alfa linha e de outras fases secundárias que foram observadas nas análises microestruturais, como a γ_2, nitretos.

10. A amostra forjada apresentou um aumento no grau de sensitização, em função do aumento no tempo de envelhecimento, possivelmente devido a intensificação da precipitação de austenita secundária.

CAPÍTULO 6
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

a) Realizar microscopia eletrônica de transmissão (MET), para uma análise mais profunda dos precipitados, por análise microestrutural.

b) Realizar o envelhecimento a 480 ºC por 1 hora, 50 horas, 100 horas e 500 horas, para avaliar os efeitos da fase alfa linha, em maiores tempos de envelhecimento.

c) Realizar o envelhecimento a 700ºC, 800 ºC e 900ºC por 1 hora, 4 horas, 8 horas e 12 horas, no UNS S32760, para avaliar a influência da fase sigma, nas diferentes condições de processamento.

d) Determinar a influência do tamanho de grão, na cinética de formação da fase alfa linha, nas diferentes condições de processamento.

e) Realizar a microdureza na ferrita e na austenita, no UNS S32760 nas diversas condições de processamento e de tratamento térmico.

f) Efetuar ensaio de CPT nas diversas condições de processamento e tratamento térmico

BIBLIOGRAFIA

ALINEJAD, H.; ABBASI, M. Effects of precipitated phases on the magnetic properties of 2304 duplex stainless steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 537, n. June, p. 168244, 2021.

ALVES, B. B. DE A.; SILVA, P. L. A. DA. **Caracterização Dos Efeitos De Diferentes Formas De Processamento Na Microestrutura E Na Resistência À Corrosão Do Aço Inoxidável Superduplex Uns S32760**. Trabalho de Conclusão de Curso—Rio de Janeiro: Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, 2022.

ALVES, J. R. O.; MAGNABOSCO, R. **Estudo De Uma Rota De Processamento Para Obtenção De Aços Inoxidáveis Dúplex**. 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil, p. 56–67, 2013.

ASTM 890A/890M grau 6A. ASTM INTERNATIONAL, 890A / 890M: Standard Specification for Castings, Iron-Chromium-Nickel-Molybdenum Corrosion- Resistant, Duplex (Austenitic/Ferritic) for General Application, 2013.

ASTM A 240. ASTM INTERNATIONAL. A240/A240M: Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Stripfor pressure Vessels and for General Applications, 2011.

ASTM E384-17. ASTM INTERNATIONAL. E 384: Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials1, 2017.

ASTM G 61. ASTM INTERNATIONAL. G 61: Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron-, Nickel-, or Cobalt-Based Alloys, 2009.

ASTMA484/A484M − 20b. ASTM INTERNATIONAL. A484/A484M: Standard Specification for General Requirements for Stainless Steel Bars, Billets, and Forgings, 2013.

BARBOSA, C. A.; SOKOLOWSKI, A. **Development of UNS S 32760 super-duplex stainless steel produced in large diameter rolled bars**. Metallurgy and materials - INOX 2010 • Rem: Rev. Esc. Minas 66 (2), v. 69, n. 4, p. 201–208, 2013.

BIBBY, M. J.; BEDDOES, J. **Principles of Metal Manufacturing Processes**. 2003. ed. ButtenNorth - Heinemann, 2003.

BOLANHO, P. D. **Manufatura mecânica: conformação dos metais**. Londrina: Editora e Distribuidora Educacional S.A., 2017.

CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 8. ed. LTC, 2008.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica**. 2. ed. São Paulo: McGraw-Hill, 1986.

CONCEIÇÃO, J. N. **Estudo dos Efeitos dos Tratamentos de Solubilização e Envelhecimento nas Propriedades Mecânicas e na Resistência à Corrosão de Tubos de Aço Inoxidável Superduplex UNS S39274**. Tese de Doutorado—Itajuba: UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ, 2022.

CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction To Magnetic Materials**. 2. ed. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, 2009.

DAINEZI, I. **Efeito Do Tratamento Térmico De Envelhecimento Na Microestrutura E Na Resistência À Corrosão Do Aço Inoxidável Duplex**. Dissertação de Mestrado—Poços de Caldas/MG: Universidade Federal de Alfenas., 2020.

DAMIN, K. V. S.; GENEROSO, D. J.; NETO, F. C. **Aços inoxidáveis duplex: uma breve visão**. Novo Hamburgo. Revista Liberato, p. 01–132, 2017.

DE LIMA, H. M. L. F. **Efeito Do Tratamento Térmico Na Passivação Dos Aços Inoxidáveis Superduplex Astm A 890/A 890m Grau 5A E 6A**. Dissertação de mestrado—Fortaleza: Universidade Federal do Ceará, 2017.

DE LIMA, H. M. L. F. et al. The effect of copper addition on the corrosion resistance of cast duplex stainless steel. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 8, n. 2, p. 2107–2119, 1 abr. 2019.

DILLE, J. et al. Influence of Heat Treatments on Microstructure and Magnetic Domains in Duplex Stainless Steel S31803. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 49, n. 8, p. 3515–3524, 2018.

FONTES, T. F. **Efeito Da Fase Alfa Linha Nas Propriedades Mecânicas E De Resistência À Corrosão Do Aço Inoxidável Duplex Ur 52n+**. Dissertação de mestrado—São Paulo: INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES, 2009.

FRANCIS, R. **The Corrosion Of Duplex Stainless Steels In Sour Service**. Weir Materials Limited, 1991.

FRANCIS, R.; BYRNE, G. **The Detection of Alpha Prime in Duplex Stainless Steels**. CORROSION, n. NACE-2016-7025, 2016.

GENTIL, V. **Corrosão**. 3º ed. Rio de Janeiro: LTC, 1996.

GHENO, S. M.; SANTOS, F. S.; KURI, S. E. **Probing The Duplex Stainless Steel Phases Via Magnetic Force Microscopy**. Journal of Applied Physics, v. 103, n. 5, 2008.

GROBNER, P. J. The 885ºF (475ºC) **Embrittlement Of Ferritc Stainless Steel**. metallurgical Transactions, v. 4, p. 251–260, 1973.

GUNN, R. N. **Duplex Stainless Steels. Microstructure, properties and applications**. Abington P ed. Cambridge - England: ABINGTON, 2003.

HATWIG, R. A. **Aplicação De Tratamentos Isotérmicos Para Adequação Microestrutural Do Aço Inoxidável Superduplex Uns S32760 Visando Conformação A Frio**. Dissertação de Mestrado—Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, 2015.

HILDERS, O. A.; ZAMBRANO, N.; OCHOA, M. J. L. **Microstructural Evolution And Mechanical Property─Fractal Behavior Relations Of An Aged Super Duplex Stainless Steel**. Acta Microscopica, v. 27, n. N.2, p. 83–107, jun. 2018.

HOSEINPOOR, M. et al. **EIS Assessment Of Critical Pitting Temperature Of 2205 Duplex Stainless Steel In Acidified Ferric Chloride Solution**. Corrosion Science, v. 13, p. 197–204, mar. 2014.

IMOA. **Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steels**. London, UK: International Molybdenum Association, 2014.

NICKEL INSTITUTE. **Practical guide to using duplex stainless steels - A GUIDE TO THE USE OF NICKEL-CONTAINING ALLOYS.** Em: MOE, G. (Ed.). 2. ed. 2020.

JILES, D. **Introduction to Magnetism and Magnetic Materials**. 1. ed. New Delhi: Thomson Press (India) Lt, 1991.

JÚNIOR, A. F. et al. **Transformação Da Ferrita Em Austenita Em Um Aço Inoxidável Dúplex Submetido A Carregamento Uniaxial**. 67º Congresso da ABM - Internacional / 12º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, Rio de Jabeiro. p. 884–894, 2012.

LEE, K. M.; CHO, H. SUNG; CHOI, D. C. **Effect Of Isothermal Treatment Of SAF 2205 Duplex Stainless Steel On Migration Of δ/γ Interface Boundary And Growth Of Austenite**. Journal of Alloys and Compounds, v. 285, n. 1- 2 Complete, p. 156–161, 1999.

LO, K. H. **Magnetic Domain Characterisation Of Duplex Stainless Steel After Different Treatments**. Materials Characterization, v. 72, p. 46–52, 2012.

LO, K. H.; LAI, J. K. L. **Microstructural Characterisation And Change In A.C. Magnetic Susceptibility Of Duplex Stainless Steel During Spinodal Decomposition**. Journal of Nuclear Materials, v. 401, n. 1–3, p. 143–148, 1 mar. 2011.

LONDOÑO, A. J. R. **Estudo Da Precipitação De Nitreto De Cromo E Fase Sigma Por Simulação Térmica Da Zona Afetada Pelo Calor Na Soldagem Multipasse De Aços Inoxidáveis Duplex**. Universidad Nacional de Colombia, 1997.

LONDOÑO, A. J. R. **Precipitação de Fases Intermetálicas e Austenita Secundária na ZAC de Soldagens Multipasse de Aços Inoxidáveis Duplex**. Tese de Doutorado—São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2001.

MARANGONI, J.; MAGNABOSCO, R. **Investigação Da Transformação De Ferrita Em Austenita Induzida Por Deformação Em Aço Inoxidável Dúplex1.** 67º Congresso da ABM - Internacional / 12º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, Rio de Janeiro, 2012., p. 898–905, 2012.

MARTINS, A. S.; MARTINS, M.; ARAUJO, W. S. **Resistência À Corrosão Dos Aços Inoxidáveis Super Duplex ASTM A 890/A 890m Grau 5A E 6A**. 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas. Anais...São Paulo: 2014.

MARTINS, M. A. **Influência de tratamentos térmicos de recozimento na precipitação de fase sigma e nas propriedades mecânicas de um aço inoxidável duplex UNS S31803**. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto, 2017.

MATIAS, J. V. S., et al. **Fragilização Provocada Pelo Envelhecimento A 475°C Em Aço Inoxidável Duplex**. 9º CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM PETRÓLEO E GÁS. Anais...2017. Disponível em: <http://www.portalabpg.org.br/site_portugues/anais/anais9/repositorio/trabalho/242810170820178438.pdf>

MECÂNICA INDUSTRIAL. **Forjados De Aço Inoxidável**. Disponível em: <https://www.mecanicaindustrial.com.br/forjados-de-aco-inoxidavel/>. Acesso em: 26 maio. 2023.

MIN, W. et al. **Temperature Dependence Of Precipitation Mechanism Of Intragranular X Phase In Super Duplex Stainless Steel S32750.** Materials Letters, v. 287, p. 1–4, 2021.

MORGAN, M. A. C. **Ruído Magnético De Barkhausen Contínuo Rotacional**. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2013.

MUTHUPANDI, V.; BALA SRINIVASAN, P.; SESHADRI, S.K.; SUNDARESAN, S. **Effect Of Weld Metal Chemistry And Heat Input On The Structure And Properties Od Duplex Stainless Steel Weld**. Materials Science and Engineering, v. A358, p. 9–16, 2003.

NILSON, J. O. **Overview Super Duplex Stainless Steels.** Materials Science and Technology, v. 8, p. 685–700, 1992.

NORIS, L. F. **Técnica De Escaneamento Contínuo Com Ruído Magnético De Barkhausen Para Chapas Aços Carbono**. Dissetação de Mestrado—São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2017.

OTÁROLA, T. et al. **Embrittlement Of A Superduplex Stainless Steel In The Range Of 550-700 °C**. Engineering Failure Analysis, v. 12, n. 6 SPEC. ISS., p. 930–941, 2005.

PARDAL, J. M. et al. **Influence Of The Grain Size On Deleterious Phase Precipitation In Superduplex Stainless Steel UNS S32750**. Materials Characterization, v. 60, n. 3, p. 165–172, 2009.

PARDAL, J. M. et al. **A Review Of Corrosion Resistance In Duplex And Superduplex Stainless Steels.** Revista Virtual de Química, v. 5, n. 4, p. 658–677, 2013.

PARDAL, R. M. **Efeitos Dos Tratamentos Térmicos Nas Propriedades Mecânicas, Magéticas E Na Resistência À Corrosão De Aços Inoxidáveis Superduplex**. Tese (Doutorado) - Universidade Federal Fluminense - Departamento de Engenharia Mecânica, 2009.

PEZZATO, L. et al. **Effect Of The Heat Treatment On The Corrosion Resistance Of Duplex Stainless Steels.** Journal of Materials Engineering and Performance, v. 27, n. 8, p. 3859–3868, 2018.

PIRES, S. A. **Precipitação Da Austenita Secundária Durante A Soldagem Do Aço Inoxidável Duplex 2205.** Dissertação de mestrado- Universidade Federal Fluminense, 2017.

RAHA, B. **Study On Deleterious Phases Precipitation On Super Duplex Stainless Steel Grade 6A- ASTM A890**. Materials Today: Proceedings, v. 5, n. 2, p. 7836–7844, 2018.

RALSTON, K. D.; BIRBILIS, N. **Effect Of Grain Size On Corrosion: A Review**. CORROSION SCIENCE SECTION CORROSION, v. 66, n. 7, 2010.

RESSEL, G. et al. **Copper And Its Effects On Microstructure And Correlated Tensile Properties Of Super Duplex Stainless Steels.** Materials science and engineering: A, Structural materials: properties, microstructure and processing. v. 821p. 1–11, 2021.

REVISTA FERRAMENTAL. **Fundição: O Que É E Como Funciona?** Disponível em: <https://www.revistaferramental.com.br/artigo/fundicao-o-que-e-e-como-funciona/>. Acesso em: 26 maio. 2023.

SAKATA, M. et al. **Difference In Susceptibility To 475°C Embrittlement Of Duplex Stainless Steel Base Metal And Weld Metal**. American Society of Mechanical Engineers, Pressure Vessels and Piping Division (Publication) PVP, v. 6B-2018, p. 1–8, 2018.

SATHIRACHINDA, N. et al. **Scanning Kelvin Probe Force Microscopy Study Of Chromium Nitrides In 2507 Super Duplex Stainless Steel - Implications And Limitations**. Electrochimica Acta. Anais...15 jan. 2011.

SAWCZEN, T. **Caracterização Eletroquímica E Proposta De Metodologia Para A Determinação Da Temperatura Crítica De Pite De Aços Inoxidáveis Super Duplex Uns S32760**. São Paulo. Dissertação (Mestrado) - UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO - Departamento de Química, 2014.

SILVA, M. C. DA. **Caracterização Por Técnicas Não Destrutivas Do Aço Aisi 317l Envelhecido Em Diferentes Temperaturas**. Rio de Janeiro. Dissertação (Mestrado) - Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, 2020.

SILVA, R. et al. **Thermal Aging At 475 °C Of Newly Developed Lean Duplex Stainless Steel 2404: Mechanical Properties And Corrosion Behavior.** Corrosion Science, v. 116, n. 16, p. 66–73, 2017.

SMUK, O. **Microstructure and Properties of Modern P/M Super Duplex Stainless Steels**. Thesis - (Doctoral) - Department of Materials Science and Engineering - Division of Ceramics - Royal Institute of Technology - Stockholm, Sweden, 2004.

SOUZA, G. C. DE. **Avaliação De Técnicas Não Destrutivas Para Caracterização Microestrutural De Juntas Soldadas De Aços Inoxidáveis Austeno-Ferríticos**. Tese (Doutorado) - Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2016.

SOUZA, E. C.; ROSSITTI, S. M.; ROLLO, J. M. D. A. **Influence Of Chloride Ion Concentration And Temperature On The Electrochemical Properties Of Passive Films Formed On A Superduplex Stainless Steel.** Materials Characterization, v. 61, n. 2, p. 240–244, 2010.

SPALDIN, N. A. **Magnetic Materials, Fundamentals And Applications**. Second Edi ed.

TAVARES, S. S. M., DA SILVA, M.R., & NETO, J.M. **Magnetic Property Changes During Embrittlement Of A Duplex Stainless Steel**. Journal of Alloys and Compounds, p. 168–173, jun. 2000.

STEUDEL, G. **Estudo Da Cinética De "Fragilização De 475º C" E Seus Efeitos Nas Propriedades Mecânicas Dos Aços Inoxidáveis AISI 430 E SAF 2507**. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2018.

TÂMEGA, F. **Fundição De Processos Siderúrgicos**. Londrina: Editora e Distribuidora Educacional S.A., 2017.

TAVARES, S. S. M. et al. **Magnetic Properties Of The UNS S39205 Duplex Stainless Steel**. Journal of Alloys and Compounds, v. 351, n. 1–2, p. 283–288, 2003.

TAVARES, S. S. M. et al. **Failure Of Superduplex Stainless Steel Flange Due To Inadequate Microstructure And Fabrication Process**. Engineering Failure Analysis, v. 84, n. August 2017, p. 1–10, 2018.

TERADA, M. et al. **Effect Of Alpha Prime Due To 475 °C Aging On Fracture Behavior And Corrosion Resistance Of DIN 1.4575 And MA 956 High Performance Ferritic Stainless Steels**. Journal of Materials Science, v. 43, n. 2, p. 425–433, 2008.

TSAPRAILIS, H. et al. **Testing Of High Corrosion Resistant Metallic Coatings For Tensioner Risers And Piston Rods Exposed To Marine Environments**. Atlanta, Georgia.: NACE International - Corrosion Conference and Expo 2009, 2009.

VARGAS, G. G. et al. **Evaluation of 475 °C embrittlement in UNS S32750 super duplex stainless steel using four-point electric conductivity measurements**. Nuclear Engineering and Technology, v. 53, n. 9, p. 2982–2989, 2021.

VITIELLO, R. P. **Trincamento Sob Tensão Induzido Pelo Hidrogênio Em Aços Superduplex Submetidos A Proteção Catódica**. Porto Alegre: Dissertação (Mestrado) - UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL - Departamento de Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais., Rio Grande do Sul, 2009.

XU, X. Q. et al. **A Comparative Study Of Critical Pitting Temperature (CPT) Of Super Duplex Stainless Steel S32707 In Nacl Solution**. International Journal of Electrochemical Science, v. 13, n. 5, p. 4298–4308, 1 maio 2018.

ZHANG, S. et al. **Detection Of Susceptibility To Intergranular Corrosion Of Aged Super Austenitic Stainless Steel S32654 By A Modified Electrochemical Potentiokinetic Reactivation Method**. Journal of Alloys and Compounds, v. 43, p. 36–49, 2016.

ANEXO

PRODUÇÃO DA DISSERTAÇÃO



Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais
06 a 10 de Novembro de 2022 | Águas de Lindóia – SP – Brasil

IIId21-002

Caracterização por técnica não destrutiva do aço inoxidável superduplex uns S32760 envelhecido termicamente por diferentes períodos de tempo

Teixeira, C.E.O.(1); Farneze, H.N.(1); Noris, L.F.(2); Pardal, J.M.(2); Tavares, S.S.M.(2);
(1) CEFET/RJ - Campus Maracanã; (2) UFF;

Os aços inoxidáveis superduplex (AISD) apresentam uma excelente combinação de resistência mecânica, resistência à corrosão e tenacidade ao impacto. Devido a isso, sua utilização vem crescendo, principalmente em aplicações que necessitem de maior resistência à corrosão, como no setor off shore. Entretanto, as etapas de processamento necessárias para a fabricação de peças e componentes desse material podem resultar em mudanças microestruturais. Além disso, a exposição desse material a temperaturas na faixa de 300°C a 550°C pode resultar na formação da fase alfa linha (?'), o que tende à afetar as propriedades supracitadas. Nesse contexto, o presente trabalho avaliou a cinética de formação da fase alfa linha (?') em um aço inoxidável superduplex UNS S32760 obtido por diferentes formas de processamento (fundido, laminado e forjado), após envelhecimento à 480°C por 4h, 8h e 12h. A microestrutura foi caracterizada por microscopias óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) com auxílio de um espectrômetro de dispersão de energia (EDS). O fenômeno de decomposição da ferrita (?), pela precipitação de fases intermetálicas deletérias, foi caracterizado magneticamente por técnica não destrutiva, através de ensaios de permeametria para os levantamentos dos ciclos de histerese locais, aplicando uma variação de fluxo magnético, correlacionando com as mudanças microestruturais e análises por ensaios mecânicos de microdureza Vickers. As metodologias de caracterização aplicadas apresentaram resultados convergentes, permitindo estabelecer uma correlação entre elas, detectando o efeito do aumento do tempo de exposição na formação progressiva de fases deletérias. Observou-se, com relação ao ciclo de histerese, que o campo coercitivo (Hc) cresceu com o aumento do tempo de envelhecimento, onde este fato pode estar associado à precipitação da fase alfa linha (?'). Dessa forma, esse trabalho pretende contribuir para a consolidação do uso de técnicas não destrutivas de caracterização microestrutural e o entendimento dos impactos do processo de fabricação na cinética de formação da fase ?' e seus efeitos nesta família de aços inoxidáveis.