

SIMONE SPOMBERG

**USO DE DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X NA QUANTIFICAÇÃO DE FERRITA E
AUSTENITA EM AÇOS INOXIDÁVEIS DÚPLEX**

Relatório final a ser apresentado ao Centro
Universitário da FEI, como parte dos requisitos
estabelecidos pelo Programa de Bolsas de
Iniciação Científica (PBIC), orientado pelo Prof.
Dr. Rodrigo Magnabosco.

São Bernardo do Campo

2010

RESUMO

O modo de processamento mais comum dos aços inoxidáveis dúplex trabalhados é a conformação a quente entre 1300°C e 900°C, obtendo uma estrutura de bandas alternadas de ferrita e austenita, seguido de tratamento isotérmico de solubilização entre 1000°C e 1200°C, e resfriamento em água, para se obter o balanço volumétrico desejado entre as fases. Todavia, a determinação da fração de ferrita e austenita num aço inoxidável dúplex pode apresentar problemas. Assim, este projeto tem como objetivo a avaliação de difratometria de raios-X como técnica alternativa de determinação da fração volumétrica de ferrita e austenita em dois aços inoxidáveis dúplex, através da comparação dos dados obtidos por esta técnica e por outras duas técnicas comuns, metalografia quantitativa e medidas magnéticas, em três diferentes seções (transversal, longitudinal e oblíqua). As análises mostraram, como esperado pela teoria, que a microestrutura dúplex é composta somente pelas fases ferrita e austenita, e que com o aumento da temperatura de solubilização tem-se um aumento da fração volumétrica de ferrita e do tamanho dos grãos que compõem a microestrutura. Esta teoria também foi validada pela análise dos diagramas ternários com o uso das equações de Cr e Ni equivalentes, apesar de ter se mostrado uma técnica imprecisa para a quantificação de fases. Na comparação entre as técnicas, pôde-se avaliar também os efeitos provocados pela influência da orientação cristalográfica preferencial nos resultados obtidos e concluir que a estereologia quantitativa é a técnica menos volúvel a esta influência, comparando também estes resultados obtidos experimentalmente com os resultados calculados pelas simulações de equilíbrio através do software Thermo-Calc[®]. Desta última comparação, pôde-se observar que o equilíbrio esperado para as frações volumétricas de ferrita (conforme calculado pelo Thermo-Calc[®]) não foi obtido nos três planos analisados pelas técnicas de difratometria de raios-X e medições magnéticas. Os resultados obtidos por estereologia quantitativa apresentaram o equilíbrio esperado nos três planos, no entanto para temperaturas inferiores a 1100°C os resultados obtidos da simulação foram menores do que os resultados experimentais, concluindo-se que uma possível causa para este comportamento seja o tratamento de solubilização, que quando realizado a temperaturas inferiores à 1100°C por uma hora não é suficiente para deixar as amostras em condição de equilíbrio.

Palavras-chave: 1. Aço inoxidável dúplex.

2. Solubilização.

3. Transformação de fases.

4. Quantificação de fases.

5. Difração de raios-X.

SUMÁRIO

1	OBJETIVO	5
2	INTRODUÇÃO	6
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	9
3.1	Aços inoxidáveis dúplex	9
3.1.1	Metalurgia física	9
3.1.2	Principais elementos de liga	12
3.1.3	Propriedades mecânicas	15
3.2	Difratometria de raios-X.....	18
3.2.1	Introdução histórica	18
3.2.2	Raios-X	19
3.2.3	Difração de raios-X.....	22
3.3	Métodos de quantificação de fases	23
3.3.1	Difratometria de raios-X.....	23
3.3.1.1	Método do padrão externo.....	26
3.3.1.2	Método da comparação direta	29
3.3.1.3	Método do padrão interno.....	31
3.3.2	Medições magnéticas	33
3.3.3	Estereologia Quantitativa.....	34
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	36
4.1	Materiais em estudo.....	36
4.2	Tratamentos Térmicos	36
4.3	Preparação dos corpos-de-prova.....	36
4.4	Caracterização microestrutural	40
4.4.1	Difração de raios-X.....	40
4.4.2	Microscopia óptica.....	42
4.4.3	Medições magnéticas	43
5	RESULTADOS EXPERIMENTAIS	44

5.1	Difração de raios-X.....	44
5.2	Microscopia óptica.....	83
5.3	Medições Magnéticas.....	94
6	DISCUSSÕES.....	98
6.1	Caracterização microestrutural e metalurgia física.....	98
6.2	Quantificação de fases	101
7	CONCLUSÕES	109
	REFERÊNCIAS	110
	ANEXOS	112

1 OBJETIVO

O presente projeto de pesquisa tem como objetivo a avaliação da técnica de difratometria de raios-X como alternativa na determinação da fração volumétrica de ferrita e austenita em dois aços inoxidáveis dúplex, o SAF 2205 e o SAF 2507. Para tanto, análises comparativas dos dados obtidos por esta técnica e por duas outras técnicas comuns, metalografia quantitativa e medições magnéticas, foram aplicadas em seis amostras produzidas em diferentes temperaturas, visando obter diferentes frações volumétricas de ferrita e austenita. Esta conduta permitirá também a avaliação da influência da temperatura na formação da estrutura dúplex.

2 INTRODUÇÃO

Aços são ligas ferro-carbono que podem conter concentrações de outros elementos em sua estrutura, os quais são responsáveis pelas diferentes propriedades que os aços adquirem.

Aços inoxidáveis apresentam teores de cromo livre na matriz superiores a 11%, o que possibilita a formação de uma película superficial aderente, não porosa e auto-regenerativa, chamada película passiva; tal película inibe a ação de agentes corrosivos (atmosfera, meios aquosos ou orgânicos), conferindo grande resistência à corrosão. Em alguns aços inoxidáveis, a quantidade de cromo pode atingir 30%, e outros elementos de liga (como molibdênio, níquel e nitrogênio) podem ser acrescentados visando aumentar ainda mais a resistência à corrosão e/ou atingir determinadas propriedades **(SEDRIKS, 1996)**.

Com relação à estrutura metalúrgica, os aços inoxidáveis podem ser divididos em três grupos principais: austeníticos, ferríticos e dúplex. A introdução de altos teores de elementos de liga com o intuito de atingir propriedades específicas pode causar a estabilização de uma das fases constituintes das estruturas citadas. Elementos como cromo, silício e molibdênio, têm a capacidade de estabilizar a fase ferrita, de estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC); outros elementos, como níquel, manganês, cobre, carbono e nitrogênio, são capazes de estabilizar a fase austenita, de estrutura cristalina cúbica de faces centradas (CFC) **(SOLOMON e DEVINE, 1982)**.

Aços inoxidáveis austeníticos apresentam altos teores de elementos estabilizadores da austenita (ou alto níquel equivalente, segundo a formulação de *Schaeffler* ou *DeLong*) **(SOLOMON e DEVINE, 1982)**. Recebem este nome pela característica de apresentarem a fase austenita estável inclusive em temperaturas inferiores à ambiente. Estes aços não são magnéticos e têm como propriedades mecânicas a alta ductilidade e tenacidade, além da boa soldabilidade, porém são susceptíveis à corrosão sob tensão e apresentam elevado custo, principalmente em consequência dos altos teores de níquel adicionados **(ECKENROD e PINNOW, 1984)**.

Aços inoxidáveis ferríticos, por sua vez, apresentam altos teores de elementos estabilizadores da ferrita (ou alto cromo equivalente). Tendo a ferrita como fase predominante, estes aços são magnéticos e apresentam menores ductilidade e tenacidade se comparados aos austeníticos, além de temperatura de transição de fratura dúctil-frágil, sendo

no entanto imunes à corrosão sob tensão. Além disso, apresentam normalmente menores custos, principalmente devido à menor presença de cromo e à ausência de níquel **(POTGIETER e CORTIE, 1991)**.

Os aços inoxidáveis dúplex surgiram da necessidade de se obter um aço inoxidável que apresentasse as melhores propriedades dos aços ferríticos e austeníticos, combinando frações volumétricas aproximadamente iguais de ferrita e austenita, através do correto balanço entre os elementos **(MAGNABOSCO, 2001)**. Em 1927 surgiram as primeiras análises e descrições da microestrutura dúplex e a partir de 1930 iniciou-se o desenvolvimento deste aço nos Estados Unidos e na Europa. No entanto, este se tornou comercialmente disponível, somente na década de 70, quando se chegou a um material mais refinado, fazendo com que a utilização dos aços inoxidáveis dúplex experimentasse rápido crescimento nas indústrias **(NILSSON, 1992)**.

Por serem produzidos através de sistema AOD (descarburização por sopro combinado de oxigênio e argônio), os dúplex apresentam muito baixo teor de carbono, sendo praticamente imunes à sensitização por carbonetos de cromo. Este tipo de aço é frequentemente utilizado em aplicações em que se expõem a severa agressividade, como na indústria de óleo e gás, em plataformas petrolíferas, na indústria de papel e celulose, em aplicações *offshore* e em tanques para transporte marítimo de produtos químicos **(ECKENROD e PINNOW, 1984)**.

Quando comparados aos aços inoxidáveis austeníticos, os aços inoxidáveis dúplex apresentam vantagens relevantes, em especial a atrativa combinação da grande resistência à corrosão aliada à alta resistência mecânica oferecida pelo mesmo, sendo a segunda uma consequência da estrutura de grãos refinados presente neste material. Um fator de relevância econômica é a quantidade de níquel (elemento de liga muito caro) aplicada, sendo de 4 a 7% nos dúplex, comparados a 10% ou mais nos austeníticos **(NILSSON, 1992)**.

A estrutura típica dos dúplex é composta em média por 40 a 45% de ferrita e 55 a 60% de austenita, obtida através de tratamento térmico de solubilização entre 1000°C e 1200°C e resfriamento brusco **(NILSSON, 1992)**; no entanto, a determinação da fração de ferrita e austenita pode apresentar problemas. Estudos anteriores **(MAGNABOSCO; SANTOS; MÉLO, 2009)** compararam resultados obtidos por duas técnicas comumente utilizadas na determinação da fração volumétrica de ferrita: metalografia quantitativa e medições magnéticas com auxílio de ferritoscópio; esta análise proporcionou a observação de severa

discrepância entre os resultados, além de não aderência aos resultados de simulação de equilíbrio em software Thermo-Calc[®]. Por este motivo, a investigação de novas técnicas para a determinação da fração volumétrica de ferrita e austenita faz-se necessária, sendo a difratometria de raios-X uma possível técnica alternativa.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aços inoxidáveis dúplex

3.1.1 Metalurgia física

Os aços inoxidáveis dúplex têm em sua composição básica ferro, cromo e níquel, além dos elementos que se assemelham aos dois últimos no comportamento, gerando o conceito de cromo e níquel equivalentes (**SOLOMON e DEVINE, 1982**). Sendo assim, é possível estudar a metalurgia física destes aços através de análises do sistema ternário Fe-Cr-Ni.

O ternário Fe-Cr-Ni, apresenta basicamente quatro fases sólidas. Destas, três são soluções sólidas: austenita (γ), de estrutura cristalina cúbica de faces centradas; ferrita (α), cúbica de corpo centrado e α' , também cúbica de corpo centrado, porém rica em cromo. A quarta fase sólida é uma fase intermetálica denominada sigma (σ), de estrutura tetragonal, extremamente dura, frágil e não magnética (**RAYNOR e RIVLIN, 1988**).

Usualmente, para ligas ferrosas, denomina-se por δ todo sólido de estrutura cúbica de corpo centrado formado na solidificação. No entanto, diversas referências que tratam sobre o ternário Fe-Cr-Ni (**PUGH e NISBET, 1950; SOLOMON e DEVINE, 1982; RAYNOR e RIVLIN, 1988**) convencionaram a utilização de α para qualquer ferrita formada por reações dependentes de difusão, fazendo distinção apenas à martensita, cuja formação independe da difusão. Sendo assim, evita-se a confusão causada por diferentes nomenclaturas, tornando as seções isotérmicas, derivadas do ternário supracitado, de fácil interpretação (**MAGNABOSCO, 2001**), como pode ser constatado na figura 3.1, que apresenta a seção isotérmica a 1300°C do ternário Fe-Cr-Ni.

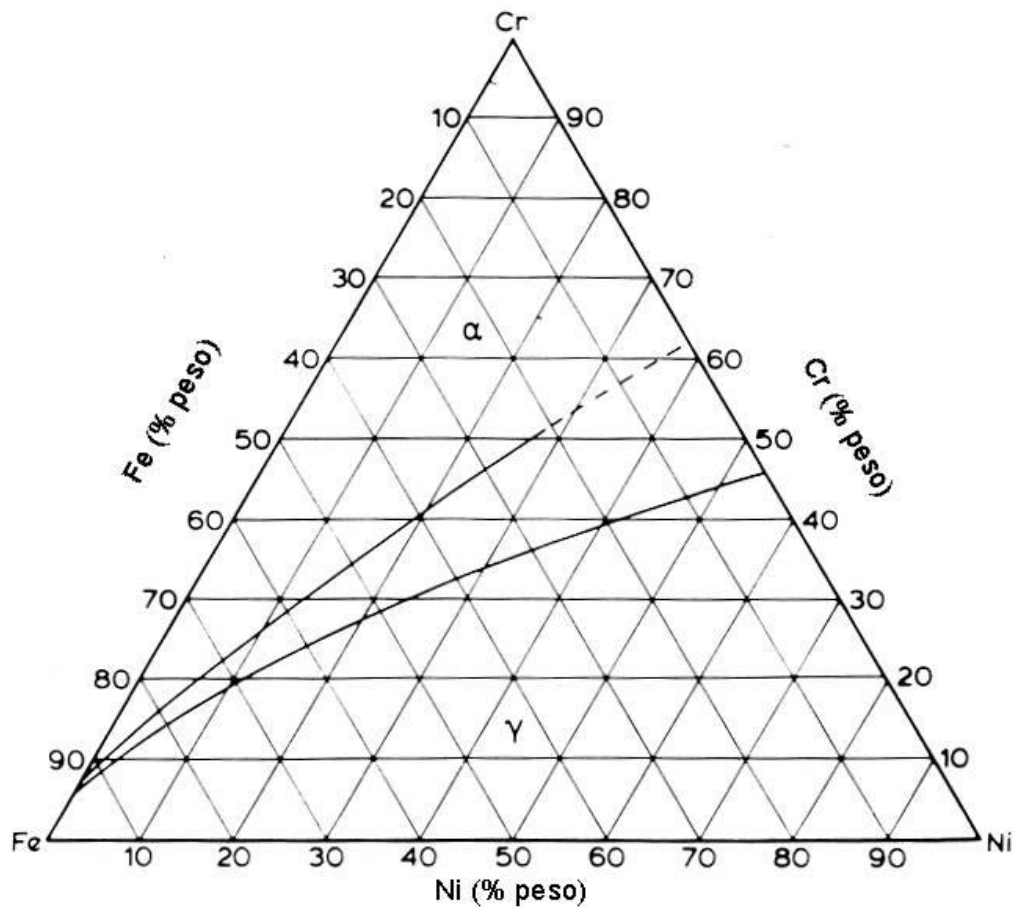


Figura 3.1. Seção isotérmica a 1300°C do ternário Fe-Cr-Ni (RAYNOR E RIVLIN, 1988).

A formação da microestrutura típica dos aços inoxidáveis dúplex pode se dar através da correta escolha de composição acompanhada da execução de tratamento isotérmico de solubilização seguido de resfriamento rápido. No caso de aços inoxidáveis dúplex trabalhados, um processo de conformação a quente entre 1300°C e 900°C ocorre antes do tratamento térmico supracitado, obtendo-se uma estrutura de bandas alternadas de ferrita e austenita (POTGIETER *et alli.*, 1991).

As figuras 3.2, 3.3 e 3.4 apresentam as seções isotérmicas do sistema ternário Fe-Cr-Ni para as temperaturas de 1200°C, 1100°C e 1000°C, respectivamente. Analisando estas seções isotérmicas, nota-se que o campo de equilíbrio entre as duas fases aumenta com a redução da temperatura.

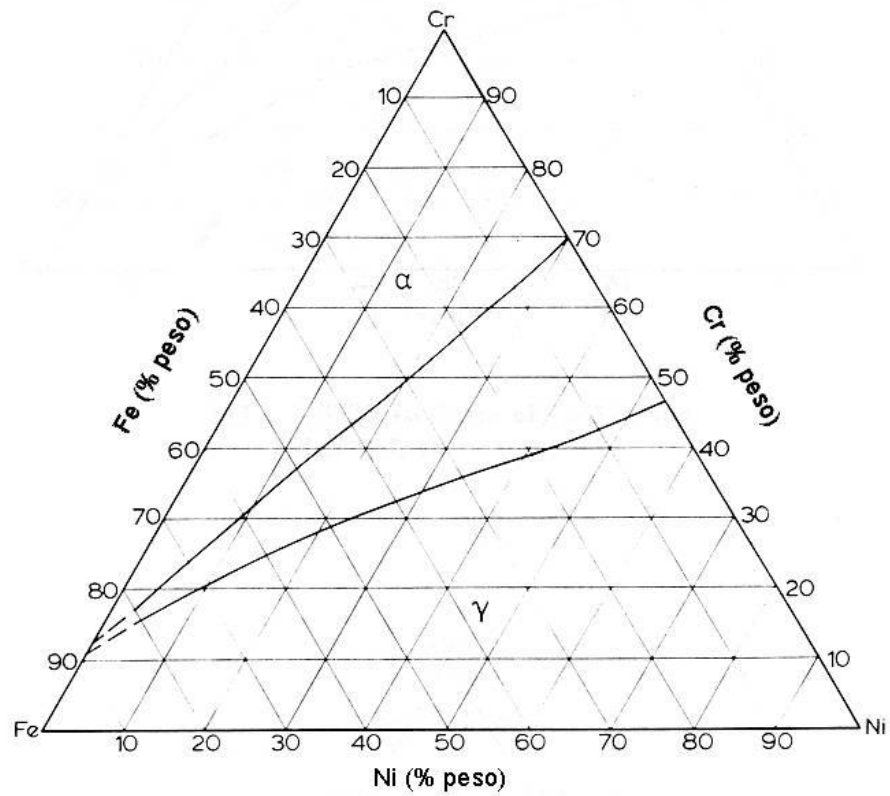


Figura 3.2. Seção isotérmica a 1200°C do ternário Fe-Cr-Ni (RAYNOR E RIVLIN, 1988).

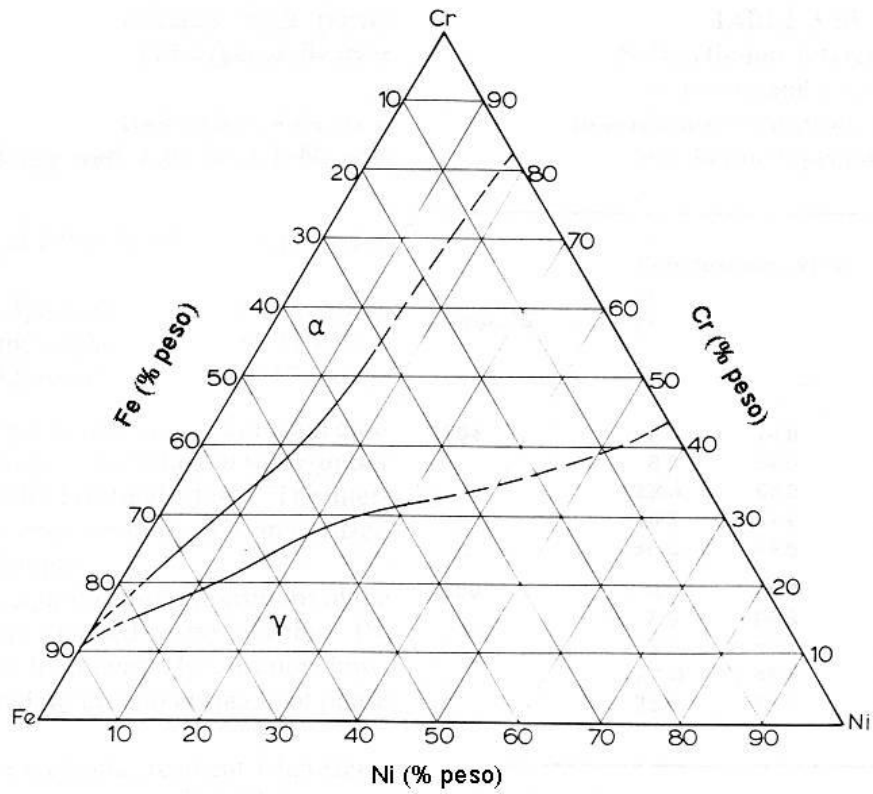


Figura 3.3. Seção isotérmica a 1100°C do ternário Fe-Cr-Ni (RAYNOR E RIVLIN, 1988).

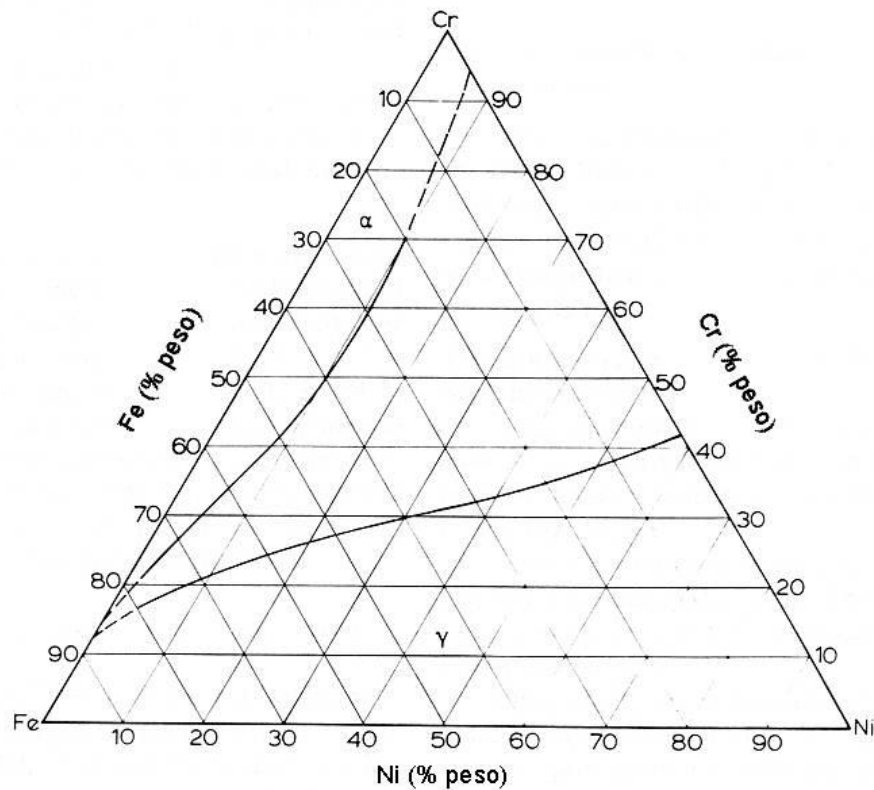


Figura 3.4. Seção isotérmica a 1000°C do ternário Fe-Cr-Ni (RAYNOR E RIVLIN, 1988).

3.1.2 Principais elementos de liga

Os elementos de liga têm importância fundamental na formação da microestrutura dúplex, pois além de ter a função de otimizar as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão do material, podem simultaneamente atuar como estabilizadores de uma das fases da microestrutura. Listam-se abaixo os principais elementos de liga utilizados e os respectivos efeitos causados pelos mesmos (POTGIETER *et alli.*, 1991; SEDRIKS, 1996).

Cromo: sua principal função está relacionada à resistência à corrosão do material. O cromo livre em solução sólida na matriz possibilita a formação da película passiva, que protege o material contra agentes corrosivos. No entanto, existe um limite máximo de cromo que pode ser adicionado para que não haja aumento na taxa de formação da fase sigma, que pode reduzir a ductilidade e tenacidade do material.

Molibdênio: provoca o aumento da resistência à corrosão por pite e em fresta, se associado a presença de cromo. O limite máximo que pode ser adicionado é de 4% em massa, pois este elemento aumenta o campo de fase sigma.

Níquel: proporciona ótima resistência a corrosão por pite e uma boa combinação de resistência e ductilidade.

Carbono: causa endurecimento e aumento da resistência mecânica da liga. Porém, tem um limite máximo de 0,03%, já que em excesso causa perdas na trabalhabilidade a quente e na resistência a corrosão.

Titânio e Nióbio: apresentam importante função na manutenção da inoxidabilidade. Evitam a combinação do carbono com o cromo, formando carbonetos mais estáveis, evitando possíveis perdas de resistência à corrosão.

Nitrogênio: aumenta a resistência mecânica da liga a temperatura ambiente, diminui os riscos de precipitação de carbonetos e surgimento de fases intermetálicas, aumenta a resistência a corrosão e retarda a formação das fases sigma e chi. Este elemento pode substituir o níquel na função de estabilizar a austenita.

Manganês: provoca aumento da solubilidade do nitrogênio na liga. Portanto é empregado em combinação com o mesmo para que se possa diminuir a quantidade de níquel adicionado à liga.

Silício: aumenta a resistência à corrosão sob tensão. No entanto, quando adicionado em porções superiores a 1% em massa aumenta a formação da fase sigma, que pode causar a perda de outras propriedades além da própria resistência à corrosão.

Adotando-se os critérios de cromo e níquel equivalentes propostos por *DeLong*, pode-se utilizar as equações 3.1 e 3.2 para calcular a composição equivalente média da liga (SOLOMON e DEVINE, 1982).

$$C_{req} = \%Cr + \% Mo + 1,5.\% Si + 0,5.\%Nb \quad (\text{eq. 3.1})$$

$$N_{eq} = \%Ni + 0,5.\% Mn + 30.(\% C + \%N) \quad (\text{eq. 3.2})$$

Considerando a composição química média do aço SAF 2205 22,0% Cr – 5,5% Ni – 3,0% Mo – 1,7% Mn – 0,8% Si – 0,14% N – 0,03% C (SEDRIKS, 1989), obtém-se $Cr_{eq} = 26,2\%$ e $Ni_{eq} = 11,5\%$. Sobre estes valores, traçando-se sobre a figura 3.3 as linhas que definem o equilíbrio entre α e γ (“tie-lines”) fornecidas por (RAYNOR e RIVLIN, 1988) e a composição “equivalente” de cromo e níquel do aço SAF 2205, obtém-se a figura 3.5.

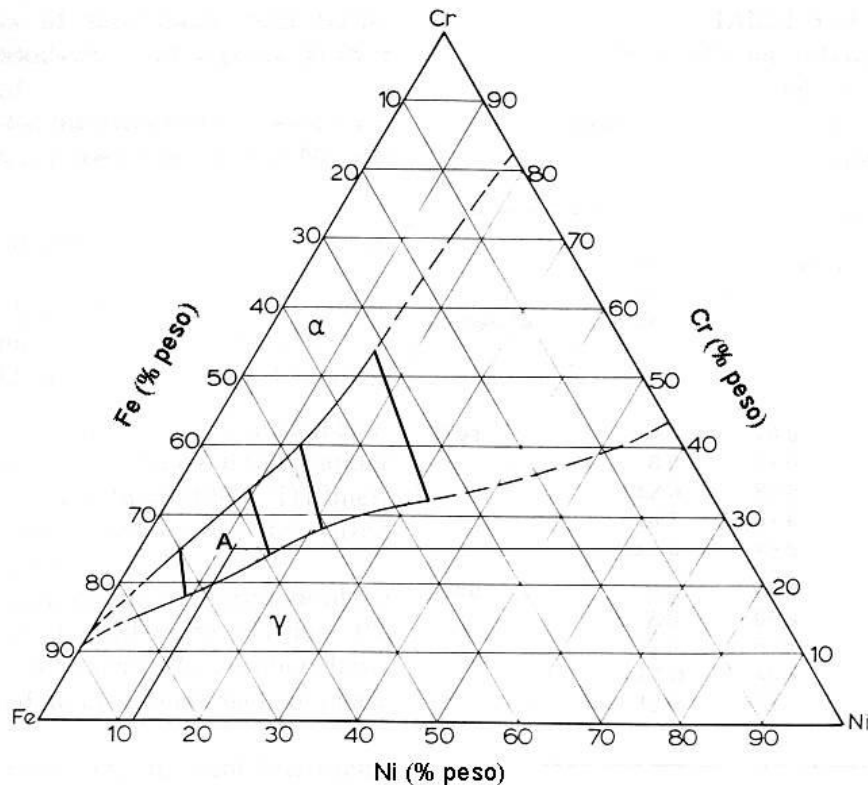


Figura 3.5. Seção isotérmica a 1100°C do ternário Fe-Cr-Ni, mostrando as “tie lines” no campo α / γ . O ponto A representa a composição (em cromo e níquel equivalentes) do aço SAF 2205 (MAGNABOSCO, 2001).

Da figura, nota-se que conduzindo o tratamento isotérmico deste aço a aproximadamente 1100°C, seguido de resfriamento rápido, pode-se formar a estrutura dúplex ferrita-austenita. E se a “tie-line” que passa pelo ponto A da figura 3.5 for paralela à traçada a direita deste, tem-se que o aço SAF 2205 solubilizado a 1100°C e resfriado rapidamente deve apresentar estrutura contendo aproximadamente 39% em massa de ferrita e 61% de austenita (MAGNABOSCO, 2001).

3.1.3 Propriedades mecânicas

Os aços inoxidáveis dúplex possuem uma atrativa combinação de grande resistência mecânica e resistência à corrosão, além de boa soldabilidade. Estas propriedades são um reflexo das propriedades de cada uma das fases e são intensamente influenciadas pela composição da estrutura, ou seja, pela quantidade de ferrita/austenita presente na estrutura do material (**ECKENROD e PINNOW, 1984**).

As figuras 3.6 a 3.10 ilustram a influência da composição da estrutura no comportamento mecânico do material, apresentando a variação de propriedades mecânicas do aço SAF 2205 em função de diferentes frações volumétricas de ferrita.

Analisando as figuras, nota-se que o aumento da fração volumétrica de ferrita causa aumentos consideráveis de dureza e limite de escoamento, além de gerar reduções drásticas na ductilidade e na tenacidade do material. Porém, a variação da fração volumétrica de ferrita não gera alterações significativas no limite de resistência do material.

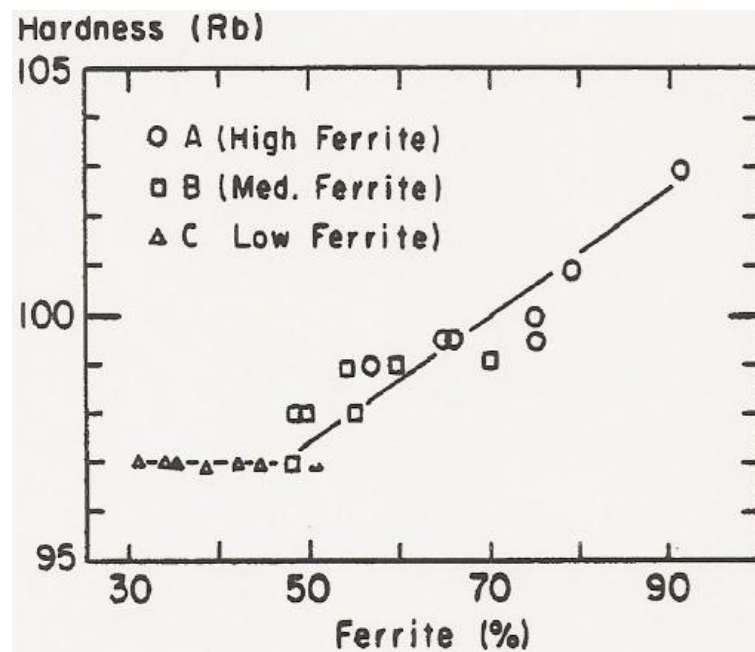


Figura 3.6. Efeito da fração volumétrica de ferrita na dureza do aço SAF 2205 (**ECKENROD E PINNOW, 1984**).

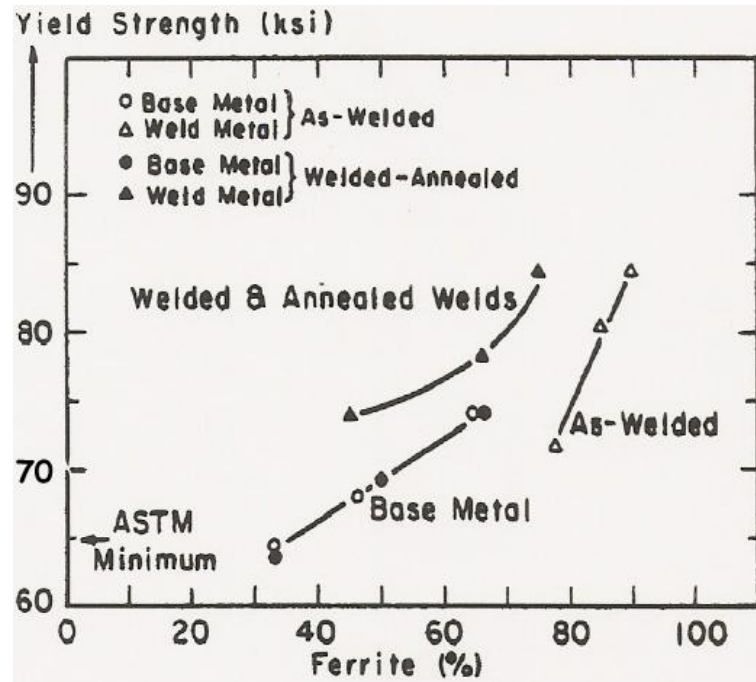


Figura 3.7. Efeito da fração volumétrica de ferrita no limite de escoamento do aço SAF 2205 (ECKENROD E PINNOW, 1984).

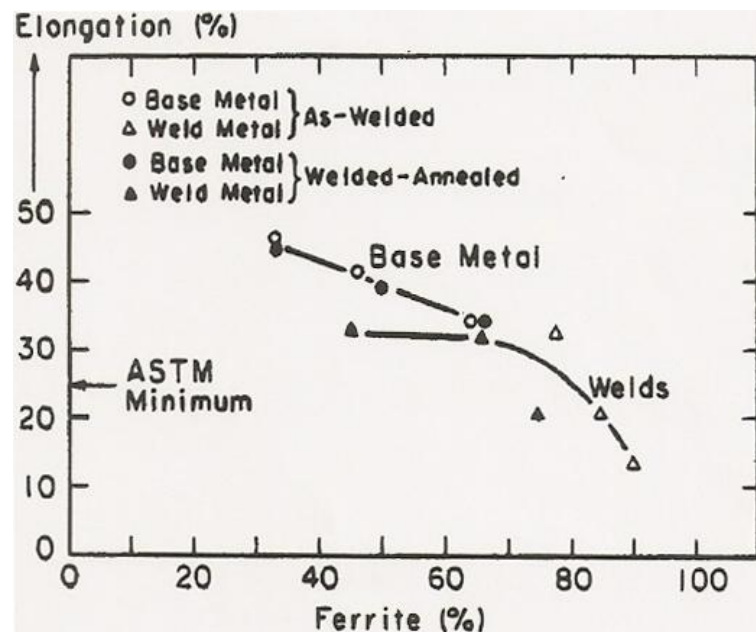


Figura 3.8. Efeito da fração volumétrica de ferrita na ductilidade do aço SAF 2205 (ECKENROD E PINNOW, 1984).

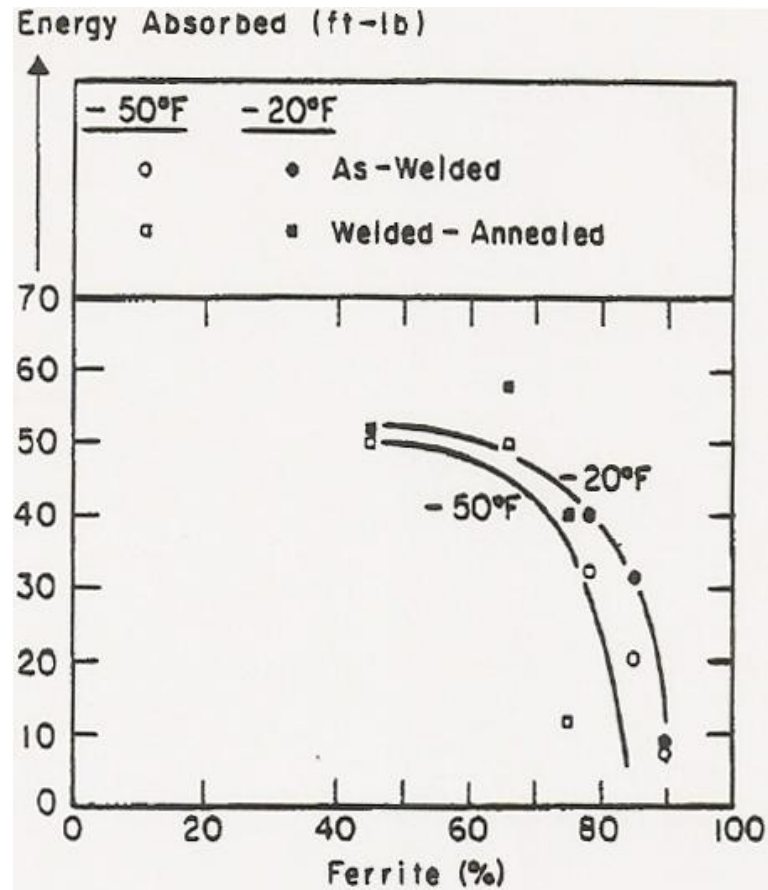


Figura 3.9. Efeito da fração volumétrica de ferrita na tenacidade do aço SAF 2205, obtida de ensaio Charpy (ECKENROD E PINNOW, 1984).

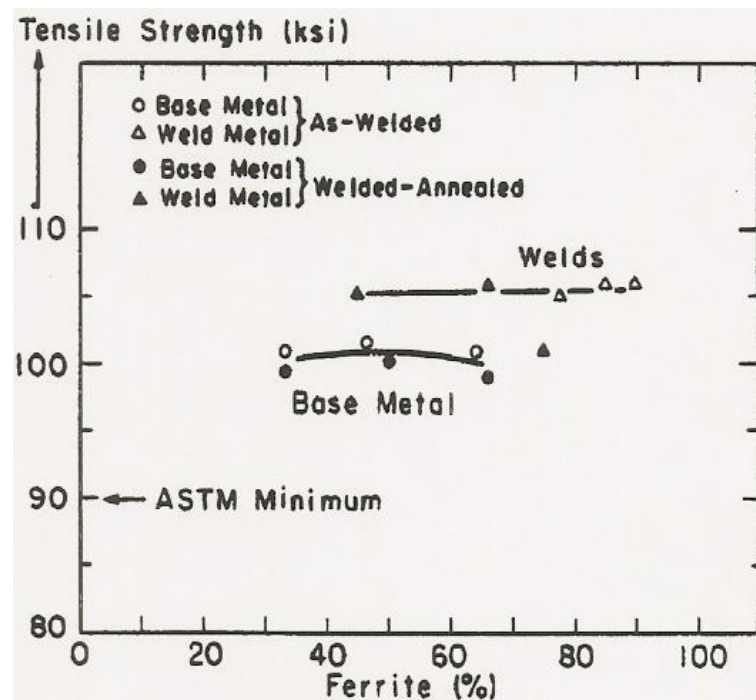


Figura 3.10. Efeito da fração volumétrica de ferrita no limite de resistência do aço SAF 2205 (ECKENROD E PINNOW, 1984).

Além das propriedades supracitadas, a presença de ferrita e austenita garante a este tipo de aço um comportamento superplástico, caracterizado pelas grandes deformações às quais podem ser submetidos, em temperaturas de trabalho a quente, sem que haja formação de estrição. A superplasticidade nos aços inoxidáveis dúplex é causada pela presença de uma estrutura muito refinada, que se desenvolve pela ação da austenita na prevenção do crescimento de grãos da ferrita. Sendo assim, para atingir esta estrutura é necessário que a precipitação de austenita acompanhe ou preceda o fenômeno de recristalização do material **(SOLOMON e DEVINE, 1982)**.

A influência das fases (ferrita e austenita) no comportamento mecânico do material é intensamente atribuída às propriedades individuais de cada fase. A ferrita geralmente apresenta maior limite de escoamento e menor ductilidade e tenacidade, comparada a austenita, justificando as representações gráficas de **ECKENROD E PINNOW (1984)**. Sendo assim, para prever o comportamento mecânico de uma liga de composição ferrita/austenita, faz-se necessário quantificar estas fases.

3.2 Difratometria de raios-X

3.2.1 Introdução histórica

Os raios-X foram descobertos em 1895 por um físico alemão chamado Röntgen e foram assim nomeados por causa de sua natureza desconhecida **(CULLITY, 2001)**.

Apesar da ausência de informações precisas, os raios-X foram quase imediatamente aplicados por físicos e engenheiros que desejavam estudar estruturas internas de objetos opacos **(CULLITY, 2001)**. Porém, somente em 1912, quando Max von Laue descobriu a difração dos raios-X pelos cristais, pôde-se comprovar a natureza ondulatória dos mesmos e o surgimento de um novo método de investigação da estrutura atômica dos materiais. **(SANTIN, 1995)**.

Inicialmente, a difratometria de raios-X foi utilizada somente para a determinação de estruturas cristalinas. Mais tarde, outras aplicações foram desenvolvidas, e atualmente este

método é utilizado em análises químicas, medição de tensões, estudo do equilíbrio de fases, medição de partículas e determinação de orientações em cristais **(CULLITY, 2001)**.

3.2.2 Raios-X

Os raios-X são emissões eletromagnéticas de natureza semelhante à luz visível, porém com comprimentos de onda extremamente pequenos. São produzidos quando qualquer partícula eletricamente carregada colide com um anteparo. Elétrons são normalmente utilizados nesta função, sendo que para este fim deve haver uma mínima diferença de potencial responsável pela aceleração destes elétrons em direção ao anteparo, produzindo raios-X que irradiam em todas as direções.

Quando os raios-X que saem do anteparo são analisados, observa-se que são constituídos de uma mistura de diferentes comprimentos de onda e que a variação da intensidade com o comprimento de onda depende da voltagem aplicada.

A intensidade é zero até um certo comprimento de onda, denominado comprimento mínimo de onda (λ_{SWL}), a partir do qual a mesma aumenta rapidamente até um máximo e, então, diminui sem limite definido para o comprimento de onda máximo. Com o aumento da voltagem, as intensidades de todos os comprimentos de onda aumentam, e tanto o comprimento mínimo de onda como o ponto de máxima intensidade se deslocam para comprimentos de onda menores. Se esta voltagem for aumentada acima de um certo valor crítico, característico do material do anteparo, máximos de intensidade bem definidos aparecem em determinados comprimentos de onda.

Sendo assim, pode-se dividir a radiação emitida em dois tipos: radiação contínua e radiação característica. A figura 3.11 apresenta um espectro de raios-X para um alvo de molibdênio, no qual pode-se verificar os dois tipos de radiação e o comportamento do espectro com o aumento da voltagem aplicada **(CULLITY, 2001)**.

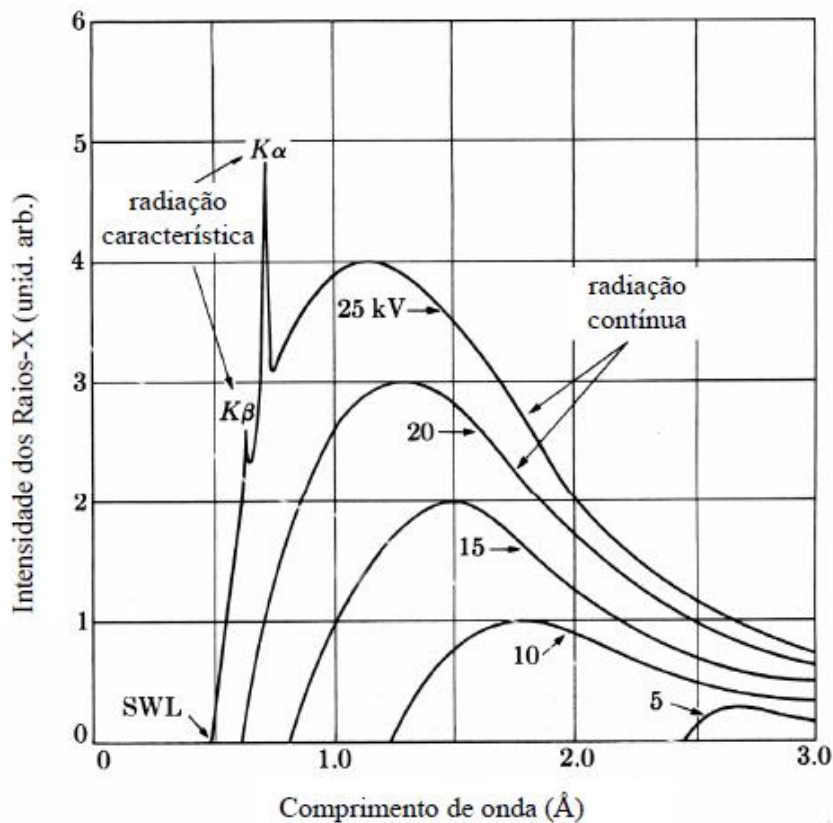


Figura 3.11. Espectro de raios-X para um alvo de molibdênio em função da voltagem aplicada (CULLITY, 2001).

A radiação contínua é também conhecida como *Bremsstrahlung*, termo alemão para “radiação de frenagem”, já que a mesma é causada pela rápida desaceleração dos elétrons. Porém, nem todos os elétrons são desacelerados da mesma maneira.

Alguns elétrons são brecados em um único impacto, liberando toda sua energia de uma vez e dando origem aos fótons de máxima energia, que correspondem aos raios-X com comprimento de onda mínimo (λ_{SWL}).

Outros elétrons não são brecados em uma única colisão, sofrendo impactos que causam perdas sucessivas de frações de sua energia cinética total, até que esta seja totalmente transformada. Sendo assim, somente uma fração de sua energia é emitida como radiação, dando origem a fótons de energia inferior à máxima, que correspondem aos raios-X com comprimentos de onda maiores que o comprimento de onda mínimo (λ_{SWL}). A totalidade destes comprimentos de onda, maiores que o comprimento de onda mínimo, constituem o espectro contínuo.

A radiação característica, também conhecida como “linhas características”, é causada pela transição de elétrons entre níveis energéticos dentro do átomo. Estes níveis são conhecidos como K, L, M, etc., respectivamente em ordem crescente de comprimento de onda, e todos estes níveis juntos formam o espectro característico do material usado como anteparo. A intensidade das linhas características depende da corrente e de quanto a voltagem aplicada excede a voltagem crítica

Se um dos elétrons que estiverem bombardeando o anteparo tiver energia cinética suficiente para arrancar um elétron da camada K, deixando assim o átomo excitado, num estado de alta energia, um dos elétrons das camadas externas tomará o lugar da lacuna aberta pelo elétron que foi arrancado. Este processo emite energia em forma de radiação com comprimentos de onda delimitados, e faz com que o átomo retome seu estado normal de energia. No caso deste exemplo seria emitida radiação característica K.

A lacuna aberta pela arrancada do elétron da camada K pode ser preenchida por um elétron de qualquer outra camada. As linhas K_{α} e K_{β} , por exemplo, são emissões conseqüentes do preenchimento na camada K por um elétron da camada L e M, respectivamente. No entanto, é mais provável que uma lacuna na camada K seja preenchida por um elétron da camada L do que da camada M, uma vez que está mais próxima da camada K. Consequentemente, a linha K_{α} é mais forte do que a linha K_{β} . Vale ressaltar que é impossível excitar uma linha K sem excitar todas as outras, uma vez que esta está mais próxima do núcleo e é portanto a que necessita de maior emissão de energia.

O mesmo procedimento explicado na excitação da linha K serve para as outras camadas. Sendo assim, se por exemplo existir uma lacuna na camada L e for preenchida por um elétron da camada M, será gerada uma linha característica L_{α} .

Quando se denomina o tipo de radiação utilizada em determinado experimento como Mo - K_{α} , por exemplo, isto significa que o material do anteparo é molibdênio e que a corrente e a voltagem aplicadas são tais que provocam a emissão de radiação K_{α} (CULLITY, 2001).

A figura 3.12 apresenta a disposição dos níveis energéticos do átomo e o sentido de transição dos elétrons.

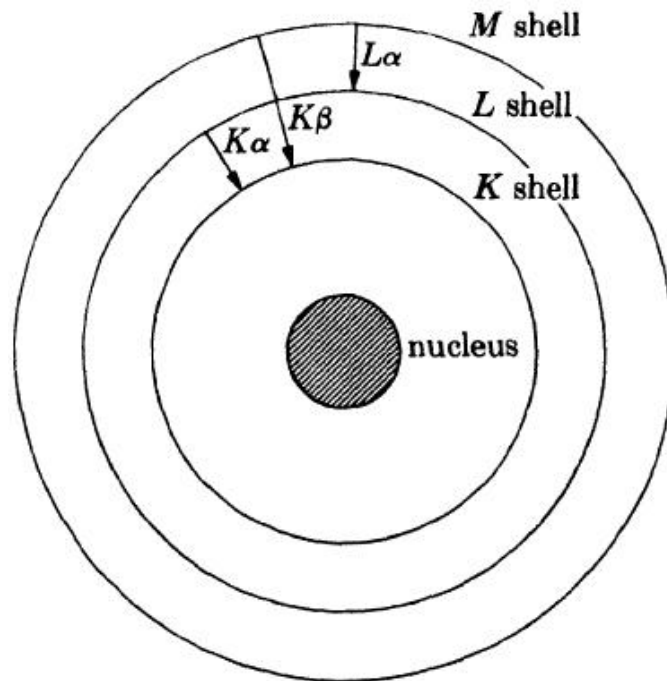


Figura 3.12. Estrutura dos níveis energéticos do átomo e sentido de transição dos elétrons (CULLITY, 2001).

3.2.3 Difração de raios-X

A difração é um fenômeno característico do movimento ondulatório, e pode ser observada quando uma onda é “deformada” por um obstáculo de dimensões próximas ao seu comprimento de onda.

A unidade de medida utilizada para comprimentos de onda de raios-X é o angstrom (Å), equivalente a 10^{-10} m, e no espectro eletromagnético, os raios-X ocupam uma faixa entre 0,01Å e 100Å. No entanto, utiliza-se em difração a faixa de 0,5 a 2,5Å, já que os raios-X com comprimentos de onda da ordem de 1Å são da mesma ordem das dimensões dos espaçamentos atômicos nos cristais (CULLITY, 2001).

A teoria que descreve o fenômeno de difração de raios-X nos cristais, ou seja, que relaciona os parâmetros do cristal e da radiação incidente, é conhecida como Lei de Bragg, e é dada por:

$$2d \sin\theta = n\lambda \quad (\text{eq. 3.3})$$

- d – distância entre os planos de rede;
 θ – ângulo de difração e complementar do ângulo de incidência;
 n – número inteiro chamado de ordem de difração;
 λ – comprimento de onda do raio incidente.

A Lei de Bragg supõe que as ondas incidentes são refletidas por planos paralelos de átomos do cristal, e que os raios refletidos a partir dos sucessivos planos produzem interferência construtiva desde que a diferença de caminho óptico seja um múltiplo inteiro do comprimento de onda do raio incidente. A representação ilustrativa desta teoria pode ser observada na figura 3.13.

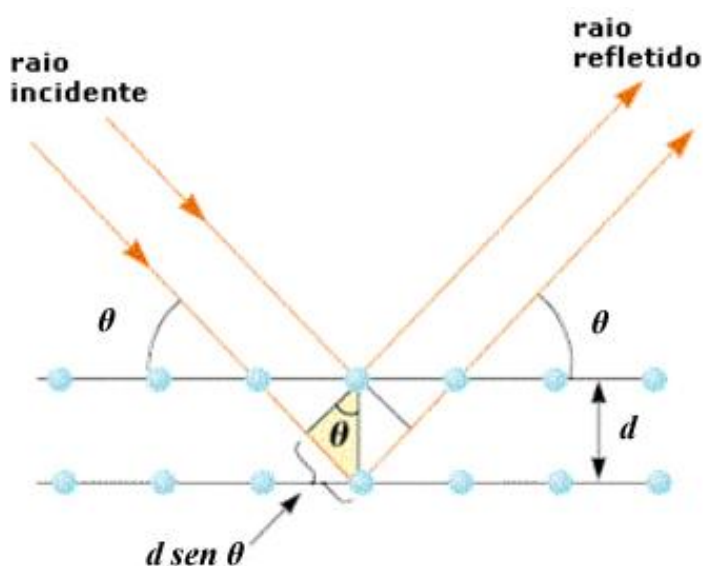


Figura 3.13. Difração de raios-X por um cristal (**PORTAL DE ESTUDOS EM QUÍMICA**).

3.3 Métodos de quantificação de fases

3.3.1 Difractometria de raios-X

A análise quantitativa de fases utilizando a difratometria de raios-X é baseada na ideia de que a intensidade dos raios difratados para determinada fase, presente numa mistura de fases, depende da concentração desta fase na mistura. Esta relação entre a intensidade e a

concentração geralmente não é linear, uma vez que a intensidade depende do coeficiente de absorção da mistura, e este por sua vez varia com a concentração.

A expressão utilizada para determinar a intensidade difratada para uma amostra em pó de única fase está representada na equação 3.4.

$$I(hkl) = \left(\frac{I_0 A \lambda^3}{32 \pi r} \right) \left[\left(\frac{\mu_0}{4 \pi} \right)^2 \frac{e^4}{m^2} \right] \left(\frac{1}{v^2} \right) \left[|F(hkl)|^2 p \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] \left(\frac{e^{-2M}}{2\mu} \right) \quad (\text{eq. 3.4})$$

Onde,

(hkl) = Índices de Miller de um determinado plano cristalográfico;

$I(hkl)$ = Intensidade de reflexão para determinado material policristalino;

I_0 = Intensidade do feixe incidente;

A = Área da seção transversal do feixe incidente;

λ = Comprimento de onda do feixe incidente;

r = Raio do círculo do difratômetro;

$\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ m.kg.C}^{-2}$;

e = carga no elétron;

v = volume da célula unitária;

$F(hkl)$ = Fator de estrutura para reflexão de determinada estrutura cristalina;

m = massa do elétron;

p = fator de multiplicidade;

θ = ângulo de difração;

e^{-2M} = fator de temperatura;

μ = coeficiente de absorção linear, utilizado como $1/2\mu$ = coeficiente de absorção.

A equação 3.4 se aplica apenas a substâncias puras, portanto para realizar análises de misturas compostas por duas fases ou mais esta equação deve ser reformulada.

Supondo que objetivo seja analisar uma mistura composta por duas fases, α e β , esta equação deve ser reescrita de maneira particular para cada uma das fases. Na equação particular da fase α , por exemplo, a intensidade (I) será a medida do pico característico selecionado referente à fase α , e o outro lado da igualdade deve ser multiplicado por c_α (fração volumétrica de α na mistura), uma vez que o volume difratado por α na mistura é menor do que seria se a amostra fosse puramente composta por α . O mesmo tipo de equação particular deve ser montado para a outra fase presente na mistura. Deve-se também substituir μ por μ_m , onde μ_m é o coeficiente de absorção linear da mistura. Seguindo esta linha de montagem das equações e agrupando todos os fatores constantes e independentes da concentração de α , tem-se como resultado a equação 3.5, aonde K_1 é uma constante desconhecida, uma vez que o valor de I_0 (intensidade do feixe incidente) é geralmente desconhecido. No entanto isto não é relevante, desde que se obtenha o valor de I_α (intensidade do pico característico referente a fase α), através do qual pode se obter a concentração de α aplicando algum dos métodos de análise quantitativa.

$$I_\alpha = \frac{K_1 \cdot c_\alpha}{\mu_m} \quad (\text{eq. 3.5})$$

Os três principais métodos de análise quantitativa diferem sobre o tipo de “linha” (pico) que é utilizado como referência: método do padrão externo, método de comparação direta e método do padrão interno.

O método do padrão externo, além de ser limitado a amostras de duas fases, é dependente de uma amostra da fase avaliada pura como referência. O método de comparação direta não necessita ter amostra da fase pura como referência, uma vez que relaciona a fase avaliada a outras fases presentes na mistura. E o método do padrão interno utiliza uma fase

pura como referência, no entanto esta fase é estranha a mistura e é adicionada a mesma de forma que se conhece sua respectiva concentração (**CULLITY, 2001**).

3.3.1.1 Método do padrão externo

O método do padrão externo, conforme citado no tópico 3.3.1, é limitado a amostras compostas por duas fases e dependente de uma amostra pura da fase de interesse como referência.

Sabendo que ρ é a densidade e μ/ρ é o coeficiente de absorção de massa, quando se tem uma mistura o valor deste coeficiente é a média ponderada dos coeficientes de absorção de massa dos componentes presentes na mistura. Se ω_α e ω_β são as frações em peso dos elementos α e β e $(\mu/\rho)_\alpha$ e $(\mu/\rho)_\beta$ seus coeficientes de absorção de massa, então o coeficiente de absorção de massa da mistura poderá ser calculado como descrito na equação 3.6.

$$\frac{\mu_m}{\rho_m} = \omega_\alpha \left(\frac{\mu}{\rho_\alpha} \right) + \omega_\beta \left(\frac{\mu}{\rho_\beta} \right) \quad (\text{eq. 3.6})$$

Considerando um volume unitário para a mistura, o peso da mesma seria ρ_m , o peso do constituinte α seria $\omega_\alpha \cdot \rho_\alpha$ e o volume do mesmo seria $\omega_\alpha \cdot \rho_m \cdot \rho_\alpha$, que pode ser expresso por c_α . Seguindo o mesmo roteiro para o constituinte β , atinge-se c_β , e então a equação 3.6 pode ser escrita da seguinte forma:

$$\begin{aligned} \mu_m &= c_\alpha \mu_\alpha + c_\beta \mu_\beta = c_\alpha \mu_\alpha + (1 - c_\alpha) \mu_\beta \\ \mu_m &= c_\alpha (\mu_\alpha - \mu_\beta) + \mu_\beta \end{aligned}$$

Assim, a intensidade de difração de uma fase pode ser descrita conforme a equação 3.7, onde é relacionada à fração volumétrica desta fase e aos coeficientes de absorção linear de ambas as fases.

$$I_{\alpha} = \frac{K_1 c_{\alpha}}{c_{\alpha}(\mu_{\alpha} - \mu_{\beta}) + \mu_{\beta}} \quad (\text{eq. 3.7})$$

Com o intuito de colocar a equação 3.7 em função das frações em peso de cada fase, considera-se uma massa unitária para a mistura. Assim, o volume de fase α pode ser representado por $\omega_{\alpha} / \rho_{\alpha}$ e o volume de β por $\omega_{\beta} / \rho_{\beta}$. Sendo assim, tem-se:

$$c_{\alpha} = \frac{\omega_{\alpha} / \rho_{\alpha}}{\omega_{\alpha} / \rho_{\alpha} + \omega_{\beta} / \rho_{\beta}} = \frac{\omega_{\alpha} / \rho_{\alpha}}{\omega_{\alpha}(1 / \rho_{\alpha} - 1 / \rho_{\beta}) + 1 / \rho_{\beta}} \quad (\text{eq. 3.8})$$

Combinando as equações 3.7 e 3.8, obtém-se a equação 3.9.

$$I_{\alpha} = \frac{K_1 \omega_{\alpha}}{\rho_{\alpha}[\omega_{\alpha}(\mu_{\alpha} / \rho_{\alpha} - \mu_{\beta} / \rho_{\beta}) + \mu_{\beta} / \rho_{\beta}]} \quad (\text{eq. 3.9})$$

Para uma amostra puramente composta por α , partindo das equações 3.5 e 3.9, obtém-se a equação 3.10, aonde o subscrito “p” indica que é uma amostra puramente composta por α .

$$I_{\alpha p} = \frac{K_1}{\mu_{\alpha}} \quad (\text{eq. 3.10})$$

Dividindo a equação 3.9 pela equação 3.10, elimina-se a constante K_1 e obtém-se a equação 3.11.

$$\frac{I_\alpha}{I_{\alpha p}} = \frac{\omega_\alpha(\mu_\alpha/\rho_\alpha)}{\omega_\alpha(\mu_\alpha/\rho_\alpha - \mu_\beta/\rho_\beta) + \mu_\beta/\rho_\beta} \quad (\text{eq. 3.11})$$

A equação 3.11 possibilita a análise quantitativa de uma mistura composta por duas fases, desde que os coeficientes de absorção de massa de cada fase sejam conhecidos. Se estes não forem conhecidos, a quantificação pode ser obtida experimentalmente. Para este fim, as amostras utilizadas devem ter composições conhecidas e para cada análise uma amostra puramente composta pela fase de interesse deve ser utilizada como referência. Deve-se garantir também que as medições de I_α e I_β sejam feitas sob idênticos padrões de medição.

Exemplos de resultados para este tipo de análise experimental podem ser verificados na figura 3.14, através da qual nota-se que geralmente a variação de I_α / I_β em relação a ω_α não é linear. A reta observada na figura trata de duas formas alotrópicas de sílica que têm coeficiente de absorção de massa idênticos. Quando os coeficientes são iguais, a equação 3.11 torna-se simples, como se nota na equação 3.12 (CULLITY, 2001).

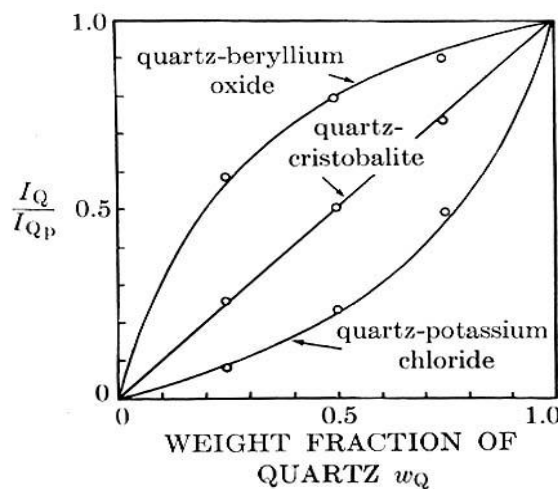


Figura 3.14. Exemplo de resultados de medições realizadas através de difratometria.

$$\frac{I_{\alpha}}{I_{\alpha p}} = \omega_{\alpha} \quad (\text{eq. 3.12})$$

3.3.1.2 Método da comparação direta

Este método não utiliza amostra de fase pura na análise porque tem como referência o pico da outra fase presente na mistura. Esta característica do método faz com que o mesmo seja largamente utilizado principalmente nos casos em que a medição ocorre entre duas fases de mesma composição, porém diferentes estruturas cristalinas.

Assume-se que a intensidade difratada é dada através da equação 3.13, onde K_2 é uma constante que independe da composição e volume de cada fase e R depende de θ , de hkl e da composição da amostra.

$$K_2 = \left(\frac{I_0 e^4}{m^2 c^4} \right) \left(\frac{\lambda^3 A}{32 \pi r} \right)$$

$$R = \left(\frac{1}{v^2} \right) \left[|F|^2 p \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] (e^{-2M})$$

$$I = \frac{K_2 R}{2\mu} \quad (\text{eq. 3.13})$$

Aplicando a equação 3.13 às fases presentes no material de estudo do presente trabalho, ferrita (α) e austenita (γ), tem-se:

$$I_{\gamma} = \frac{K_2 R_{\gamma} c_{\gamma}}{2\mu_m} \quad \text{e} \quad I_{\alpha} = \frac{K_2 R_{\alpha} c_{\alpha}}{2\mu_m}$$

Dividindo uma equação pela outra, obtém-se a equação 3.16.

$$\frac{I_{\gamma}}{I_{\alpha}} = \frac{R_{\gamma} c_{\gamma}}{R_{\alpha} c_{\alpha}} \quad (\text{eq. 3.16})$$

Sendo assim, o valor de c_{γ} / c_{α} pode ser obtido através da medição de I_{γ} / I_{α} e do cálculo de R_{γ} e R_{α} (para calcular o valor de R é necessário o conhecimento da estrutura cristalina e dos parâmetros de rede de ambas as fases). Uma vez que o valor de c_{γ} / c_{α} é obtido, as frações volumétricas (c_{γ} e c_{α}) podem ser facilmente calculadas através da relação representada na equação 3.17.

$$c_{\alpha} + c_{\gamma} = 1 \quad (\text{eq. 3.17})$$

Assim, se obtém o valor absoluto das porcentagens volumétricas das fases do aço através de comparação diretamente proporcional entre a intensidade dos picos de ambas as fases.

Ao realizar a análise do difratograma e seleção dos picos que serão utilizados na comparação, deve-se evitar a utilização de picos que estão sobrepostos ou linhas adjacentes muito próximas de fases diferentes, pois isto pode gerar imprecisões devido à possível interferência entre os picos (**CULLITY, 2001**).

3.3.1.3 Método do padrão interno

Este método utiliza uma fase pura como referência, no entanto esta fase é estranha à mistura e é adicionada a mesma em proporções conhecidas. Este método se restringe a amostras em pó.

Supondo que se tenha uma mistura de fases “A,B,C,D”, da qual deseja-se obter a porcentagem volumétrica relativa a fase “A”, e as quantidades relativas das outras fases presentes (“B, C e D”) variam de amostra para amostra. Adiciona-se então uma quantidade conhecida de uma substância padrão “S” a uma quantidade conhecida da amostra original. Denomina-se c_A e c'_A as frações volumétricas da fase “A” na amostra original e na amostra composta, respectivamente, e c_S a fração volumétrica da fase “S” na amostra composta.

De um difratograma obtido da amostra composta, a intensidade da linha característica da fase “A” é dada por:

$$I_A = \frac{K_3 c'_A}{\mu_m}$$

e a intensidade da linha característica da fase “S” é dada por:

$$I_S = \frac{K_4 c_S}{\mu_m}$$

Dividindo uma equação pela outra, tem-se a equação 3.18:

$$\frac{I_A}{I_S} = \frac{K_3 c'_A}{K_4 c_S} \quad (\text{eq. 3.18})$$

Nota-se da equação 3.18 que o coeficiente de absorção linear da mistura desaparece quando as expressões são relacionadas. Fisicamente, isto significa que variações no coeficiente de absorção devido a variações nas quantidades relativas dos componentes “B, C e D” não causam efeito na relação I_A / I_S pois afetam I_A e I_S na mesma proporção.

Partindo da equação 3.8, pode-se escrever uma expressão para a fração volumétrica de “A” na mistura da seguinte forma:

$$c'_A = \frac{\omega'_A / \rho_A}{\omega'_A / \rho_A + \omega'_B / \rho_B + \omega'_C / \rho_C + \dots + \omega_S / \rho_S} \quad (\text{eq. 3.19})$$

Construindo uma expressão semelhante para c_S , obtém-se a relação:

$$\frac{c'_A}{c_S} = \frac{\omega'_A \rho_S}{\rho_A \omega_S} \quad (\text{eq. 3.20})$$

Substituindo esta relação na equação 3.18 e garantindo que ω_S seja mantido constante em todas as amostras da mistura, obtém-se a equação 3.21.

$$\frac{I_A}{I_S} = K_5 \cdot \omega'_A \quad (\text{eq. 3.21})$$

Sabendo-se que a relação entre a fração em peso de “A” na amostra original e na mistura é dada por:

$$\omega'_A = \omega_A \cdot (1 - \omega_S) \quad (\text{eq. 3.22})$$

Combinando as equações 3.21 e 3.22, obtém-se:

$$\frac{I_A}{I_S} = K_6 \cdot \omega_A \quad (\text{eq. 3.23})$$

Prova-se assim que a razão entre as intensidades do pico “A” e do pico “S” é portanto uma função linear em função de ω_A (fração em peso de “A” na amostra original) **(CULLITY, 2001)**.

3.3.2 Medições magnéticas

O ferritoscópio é um instrumento de medição que tem um princípio de funcionamento baseado em indução magnética.

O ferritoscópio emprega um campo magnético, gerado por uma bobina, que interage com os componentes magnéticos presentes na amostra a ser avaliada. Esta interação provoca mudanças no campo magnético, e estas mudanças, por sua vez, geram uma voltagem proporcional à quantidade de fase ferromagnética numa bobina secundária. A intensidade desta voltagem é composta pela participação de todos componentes magnéticos da matriz, e através da mesma pode-se determinar o percentual de fase ferromagnética na estrutura **(TAVARES, 2006)**.

As amostras analisadas no presente trabalho possuem apenas duas fases, ferrita e austenita, sendo a primeira magnética e a segunda não. Portanto, ao aplicarmos este método, o resultado do percentual de fase ferromagnética obtido corresponde ao percentual de ferrita presente na microestrutura.

Antes de iniciar o procedimento de análise das amostras, deve ser feita a aferição do ferritoscópio, para a qual se utiliza quatro padrões de calibração.

3.3.3 Estereologia Quantitativa

A estereologia quantitativa aplicada à ciência dos materiais é um método de análise microestrutural que possibilita a caracterização de microestruturas através da obtenção de dados como identificação e quantificação de fases, medição de tamanho de grãos, identificação de inclusões, entre outros. Através destes dados, é possível identificar a liga que compõe o material, o processo a que este material foi submetido e até prever o comportamento mecânico do mesmo.

Este método acrescenta maior objetividade e eficácia nas avaliações e análises das amostras, uma vez que tem como base a probabilidade geométrica, que permite a observação em três dimensões, como volume e extensão, a partir de imagens bidimensionais **(FAZANO, 2007)**.

Atualmente, esta técnica utiliza um microscópio e um software de análises como instrumentos de medição. Para a obtenção de resultados confiáveis, faz-se necessário que o plano de interesse da amostra seja devidamente preparado através de lixamento e polimento, seguidos de ataque com reagente químico para que as fases de interesse sejam reveladas na microestrutura.

Características como falta de planicidade, presença de riscos, manchas provocadas por resquícios do reagente e falta de contraste entre as fases podem prejudicar grandemente a qualidade dos resultados das análises.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais em estudo

Os materiais em estudo (SAF 2205 e SAF 2507) foram adquiridos na forma de barras cilíndricas de 20 mm de diâmetro, laminadas a quente e posteriormente tratadas a 1100°C por 30 minutos, com resfriamento em água. A composição química dos materiais pode ser constatada na Tabela 4.1.

Tabela 4.1. Composição química (% em massa) dos aços em estudo.

Material	Cr	Ni	Mo	N	C	Mn	Si	P	S	bal.
SAF 2205	22,21	5,40	3,15	0,178	0,015	0,76	0,45	0,020	0,005	Fe
SAF 2507	24,95	6,91	3,79	0,263	0,015	0,43	0,26	0,017	0,001	Fe

4.2 Tratamentos Térmicos

A partir dos materiais como recebidos, seis séries de amostras foram produzidas através de solubilização, respectivamente a 1000°C, 1050°C, 1100°C, 1150°C, 1200°C e 1250°C, por 1 hora, e resfriamento rápido, visando a obtenção de diferentes frações volumétricas de austenita e ferrita. Os tratamentos térmicos foram conduzidos em fornos do tipo mufla “Jung”, com controladores por relê de estado sólido (mostrados na figura 4.1).

4.3 Preparação dos corpos-de-prova

Após serem tratadas termicamente, cada uma das barras foi cortada na máquina de corte *MESOTOM – Struers Panambra* (Cut-off, mostrado na figura 4.2), mantendo seu formato cilíndrico e assumindo comprimento aproximado de 18 a 20 mm, como mostra a figura 4.3, obtendo-se as amostras de seções transversais.

Utilizando mais uma vez a máquina de corte supracitada, cada barra cilíndrica foi cortada no sentido de seu comprimento, obtendo-se assim as amostras longitudinais. E para a

obtenção das amostras oblíquas, os corpos-de-prova foram usinados a 30° do plano da seção transversal. Optou-se pela usinagem para que houvesse precisão na inclinação pré-determinada e para garantir a padronização dos planos a serem analisados.

Após serem cortadas, as amostras longitudinais e oblíquas foram embutidas em resina termofixa de cura a quente (baquelite) e devidamente identificadas com o correspondente material e temperatura de solubilização a que foi tratado, além da identificação do plano de análise.

Estas amostras foram lixadas até a obtenção de granulometria de 500 *mesh* e, em seguida, polidas com pasta de diamante de granulação 6 μm , 3 μm e 1 μm . Para ambas as etapas foi utilizado o equipamento de polimento semi-automático *Struers Abramin* (Figura 4.4). A representação de todas as etapas dos procedimentos de lixamento e polimento pode ser constatada na Tabela 4.2.



Figura 4.1. Fornos Mufla “Jung” – CDMatM-FEI.



Figura 4.2. Máquina de Corte MESOTOM (Cut-off).



Figura 4.3. Amostras cortadas com aproximadamente 18 a 20 mm de comprimento.

Tabela 4.2. Descrição das etapas de lixamento e polimento para aços inoxidáveis dúplex.

Etapas	Abrasivo	Lubrificante	Tempo	Força	Rotação
1	SiC / #220	Água	3 min	150 N	150 rpm
2	SiC / #320	Água	3 min	150 N	150 rpm
3	SiC / #400	Água	3 min	150 N	150 rpm
4	SiC / #600	Água	3 min	150 N	150 rpm
5	diamante / 6 μ m	Álcool	3 min	150 N	150 rpm
6	diamante / 3 μ m	Álcool	3 min	150 N	150 rpm
7	diamante / 1 μ m	Álcool	3 min	150 N	150 rpm
8	OP-S	Água*	3 min	150 N	150 rpm

*Nos 15 segundos finais utilizar sabão especial como lubrificante para remoção do excesso de OP-S (suspensão de sílica).

Figura 4.4. Equipamento de polimento semi-automático *Struers Abramin*.

4.4 Caracterização microestrutural

4.4.1 Difração de raios-X

Espectroscopia de raios-X foi realizada nas seções transversal, longitudinal e oblíqua das amostras com o objetivo de quantificar as fases presentes. A radiação utilizada foi a Cu-K α e o monocromador de Ni. A fonte de raios-X foi excitada a 30 kV e 30 mA.

Varrendo-se ângulos de difração $35^\circ < 2\theta < 95^\circ$, a velocidade de $1^\circ/\text{min}$ e amostragem a cada $0,04^\circ$, pôde-se determinar um intervalo angular reduzido onde se apresentam os picos de máxima intensidade das fases ferrita e austenita. A partir disto, foram realizados ensaios dentro deste intervalo reduzido, mantendo todos os parâmetros constantes com exceção da velocidade, que foi alterada para $0,5^\circ/\text{min}$.

O equipamento utilizado para obter estas medições foi o *XRD-7000 Shimadzu* do CDMatM-FEI, mostrado nas figura 4.5 e 4.6.



Figura 4.5. Difratorômetro *XRD-7000 Shimadzu* - CDMatM-FEI.



Figura 4.6. Visão interna do difratômetro XRD-7000 Shimadzu - CDMatM-FEI.

A partir dos dados coletados das medições, realizou-se a quantificação de fases para cada ensaio. No que se refere ao critério de seleção do melhor método para quantificação de fases, dentre os três principais, o método do padrão interno não poderia ser utilizado, pois se limita a ensaios com amostras em pó. O método do padrão externo também não poderia ser utilizado, pois as amostras de estudo do presente trabalho apresentam duas fases em sua microestrutura, ferrita e austenita, de mesma composição química e estruturas cristalográficas diferentes, o que torna quase impossível a obtenção de uma amostra pura, ou de uma mistura já quantificada, da mesma composição química da amostra que se quer quantificar, o que geraria grande imprecisão nos resultados das análises. Além disto, os dois métodos supracitados não apresentam a objetividade do terceiro método (método da comparação direta), uma vez que ambos necessitam de amostras puras como referência.

Sendo assim, selecionou-se o método da comparação direta para a quantificação de fases, que consiste na comparação das intensidades relativas dos picos correspondentes aos planos que geram intensidade máxima de difração para amostras monofásicas. Através deste método, as frações volumétricas de ferrita (v_α) e de austenita (v_γ) podem ser diretamente relacionadas às intensidades dos picos através da equação 4.1.

$$\frac{I_{\alpha}}{I_{\gamma}} = \frac{v_{\alpha}}{v_{\gamma}}$$

(eq. 4.1)

4.4.2 Microscopia óptica

Os corpos-de-prova metalográficos foram lixados e polidos conforme descrito no item 4.3. Para a revelação microestrutural utilizou-se o reativo de *Behara* modificado, cuja solução base possui composição de 20 mL de ácido clorídrico (HCl) e 80 mL de água destilada e deionizada, a qual foram adicionados 1 g de metabissulfito de potássio ($K_2S_2O_5$) e 2 g de bifluoreto de amônio (NH_4HF_2), e o ataque pôde então ser conduzido variando-se o tempo entre 30 segundos e 40 segundos de imersão ininterrupta. O ataque foi interrompido com água, e a superfície de observação seca através de evaporação de álcool etílico absoluto, auxiliada por jato de ar quente. Todas as amostras preparadas metalograficamente foram observadas no microscópio LEICA DMLM do CDMatM-FEI, mostrado na figura 4.7, e as análises de estereologia quantitativa foram conduzidas com auxílio do software Analysis-Olympus. Foram analisados 20 campos por amostra, com objetiva de 20x de aumento.



Figura 4.7. Microscópio óptico LEICA DMLM, acoplado a sistema digital Analysis-Olympus.

4.4.3 Medições magnéticas

A fração volumétrica de ferrita (% α) foi também obtida com o auxílio de um ferritoscópio FISCHER modelo MP30 (mostrado na figura 4.8) do CDMatM-FEI, calibrado com o auxílio de padrões, tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita. Vinte medições foram realizadas em cada uma das séries de amostras.



Figura 4.8. Ferritoscópio FISCHER modelo MP30.

De posse destes dados, e assumindo a presença apenas de ferrita e austenita nas estruturas estudadas, foi estimada a fração volumétrica de austenita (% γ) através da relação descrita pela equação 4.2.

$$\% \gamma = 100 - \% \alpha \quad (\text{eq. 4.2})$$

5 RESULTADOS EXPERIMENTAIS

5.1 Difração de raios-X

Com o objetivo de quantificar as fases presentes na estrutura dúplex, foi realizada difração de raios-X nas seções transversal, longitudinal e oblíqua das amostras. Partindo das seções transversais, o primeiro ensaio foi realizado com o aço SAF 2205 solubilizado a 1200°C; este ensaio foi conduzido no intervalo angular de 35° a 95°, visando possibilitar a determinação do intervalo onde os picos máximos de intensidade aparecem. Como resultado deste ensaio, foi obtido o espectro de difração mostrado na figura 5.1. (Os planos referentes aos picos característicos estão indicados nesta figura e foram extraídos dos cartões-referência do ICDD, que podem ser visualizados nos anexos I e II).

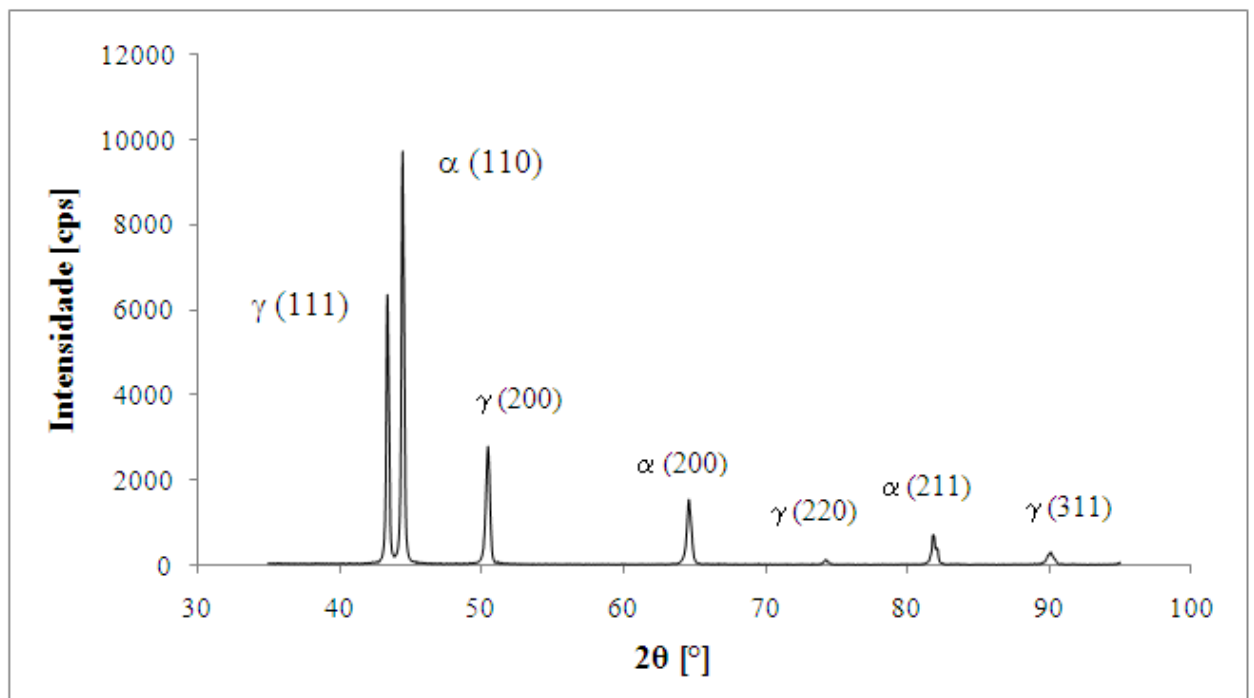


Figura 5.1. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1200°C por 1 hora, obtido das seção transversal da amostra.

A partir deste ensaio, constatou-se o aparecimento dos picos de máxima intensidade das fases ferrita (α) e austenita (γ) no intervalo de 42° a 46° . A partir deste dado, foram realizados ensaios com as outras cinco amostras deste mesmo material, dentro deste intervalo angular. As figuras 5.2 a 5.7 representam os espectros referentes a cada temperatura de solubilização para o aço SAF 2205, e a figura 5.8 apresenta todos os espectros sobrepostos, facilitando a observação da influência da temperatura de solubilização na intensidade dos picos.

Os espectros mostram que, como esperado, a intensidade do pico referente à austenita diminui com o aumento da temperatura de solubilização, enquanto o contrário ocorre com o pico referente à ferrita. Este comportamento é justificado pelo aumento da fração volumétrica de ferrita com o aumento da temperatura de solubilização do material.

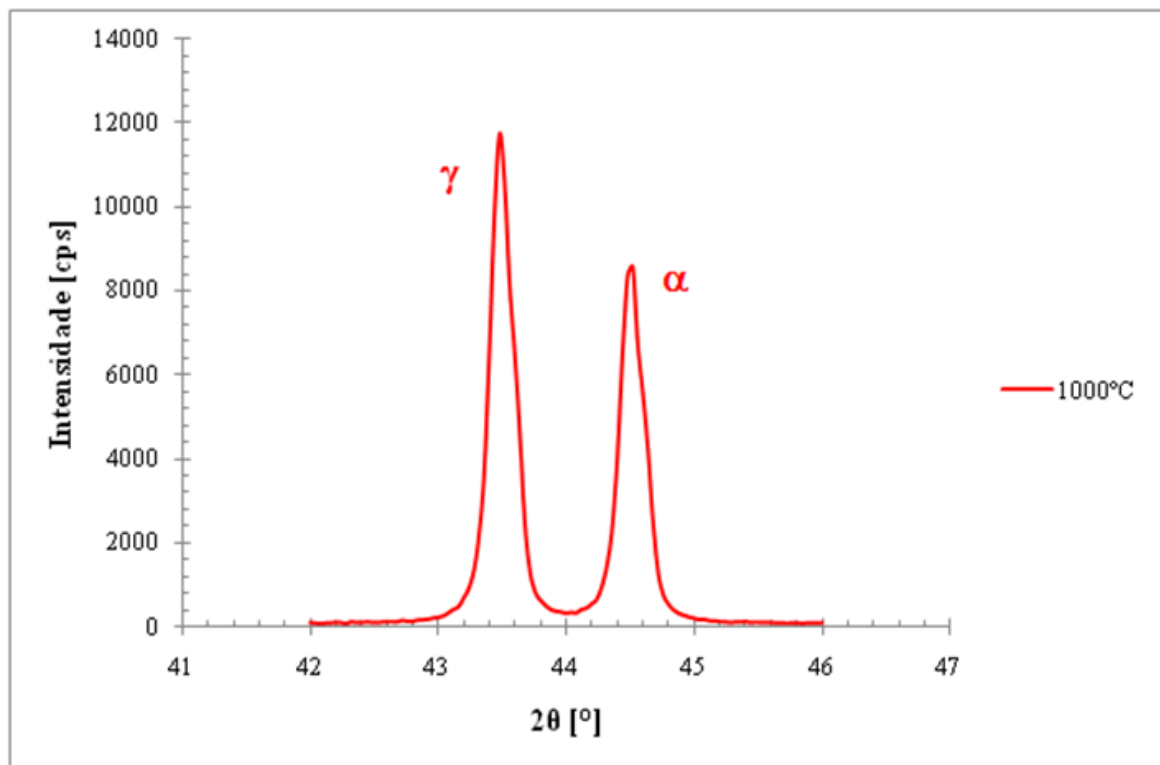


Figura 5.2. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1000°C por 1 hora, obtido da seção transversal da amostra.

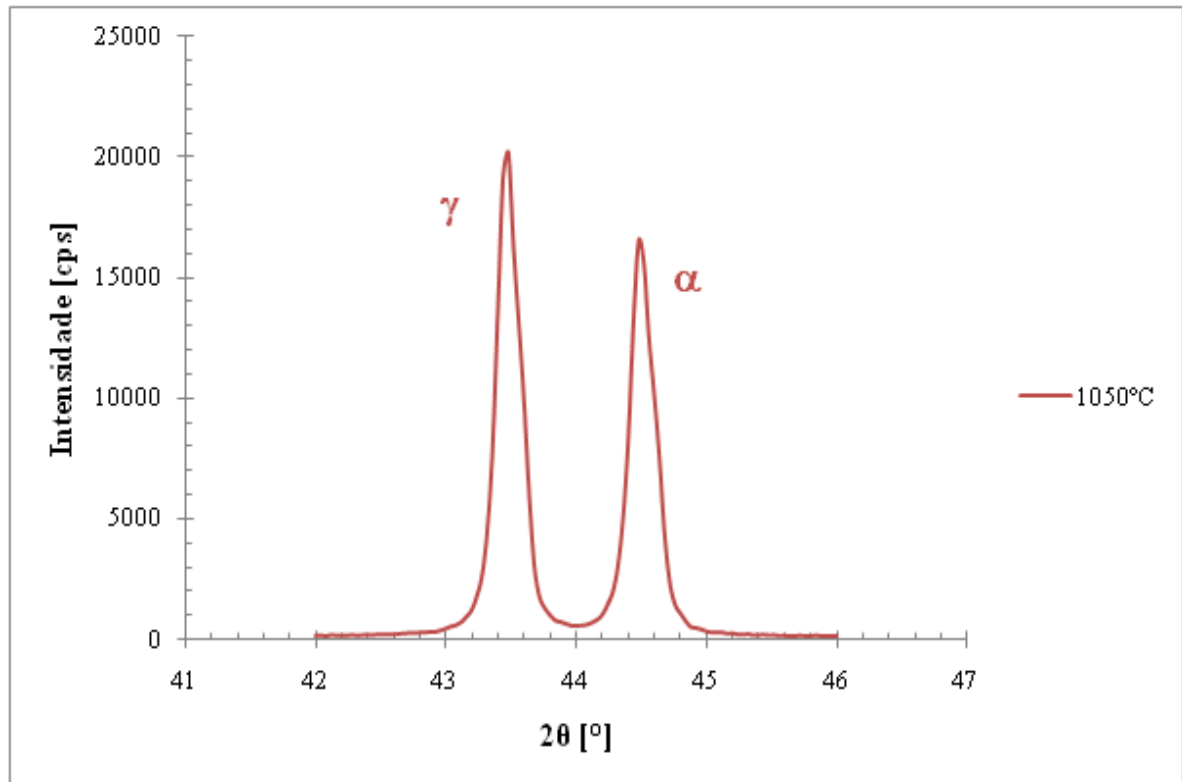


Figura 5.3. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1050°C por 1 hora, obtido da seção transversal da amostra.

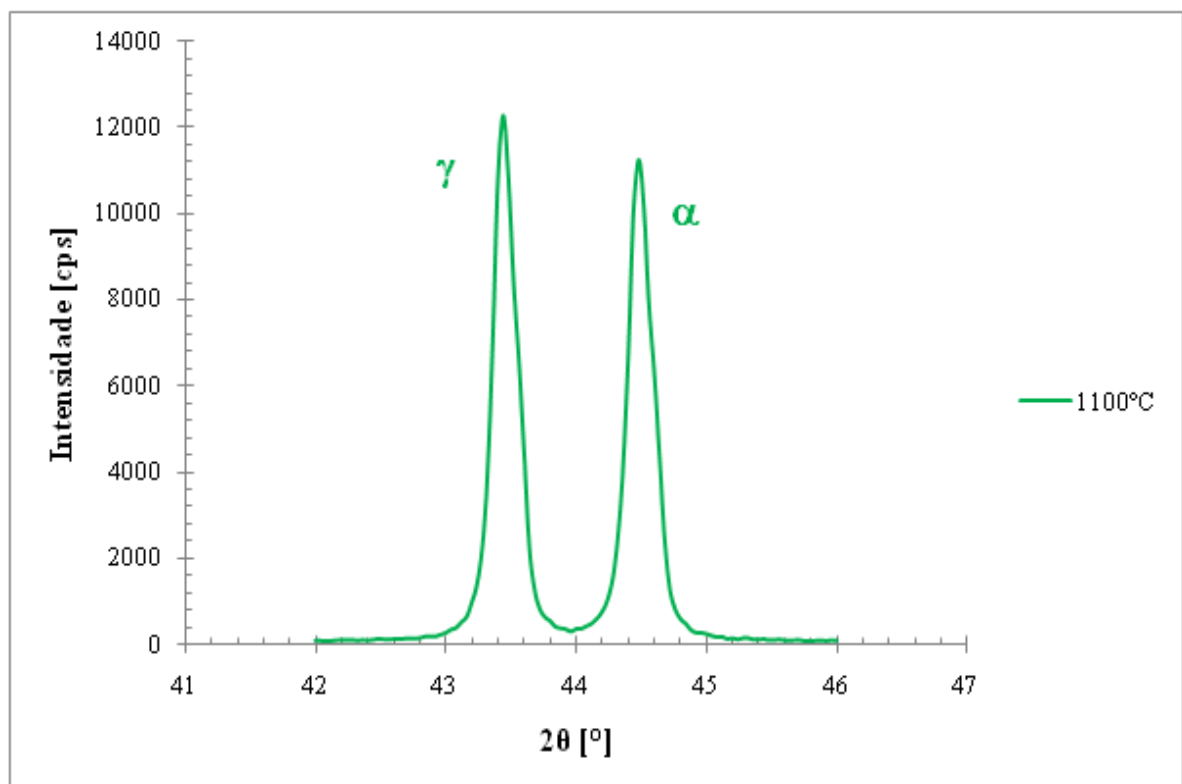


Figura 5.4. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1100°C por 1 hora, obtido da seção transversal da amostra.

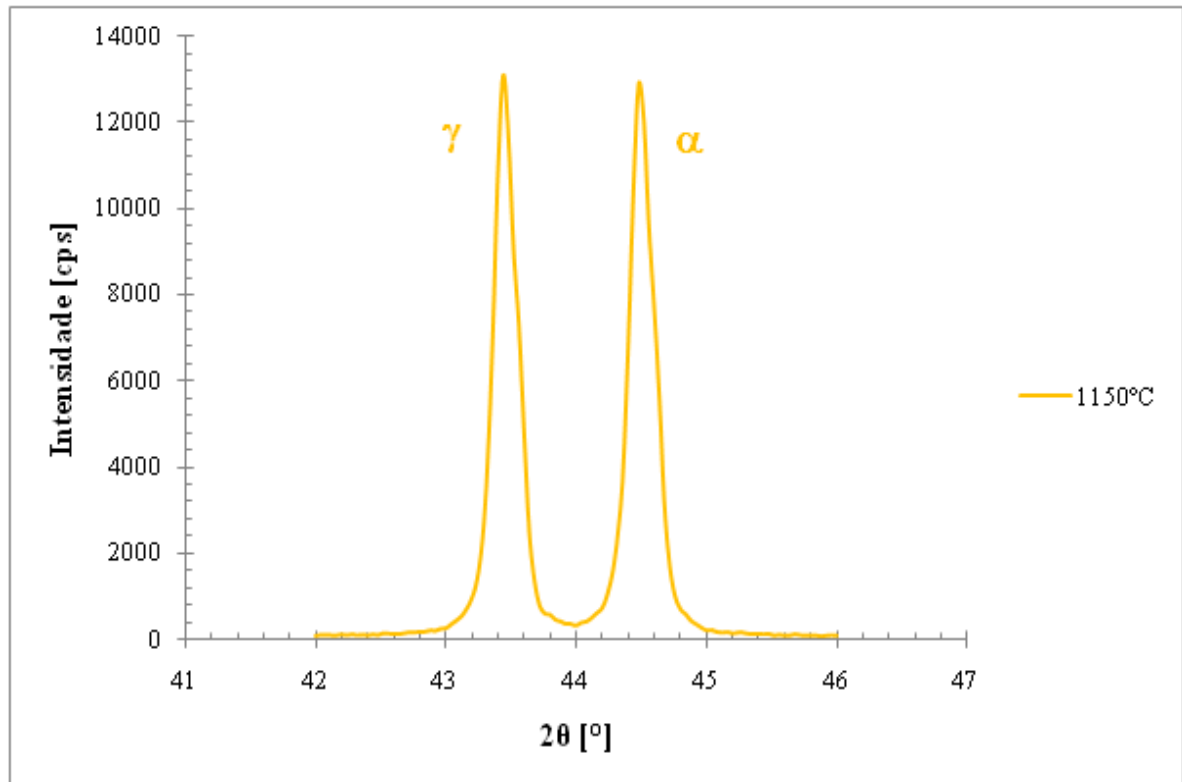


Figura 5.5. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1150°C por 1 hora, obtido da seção transversal da amostra.

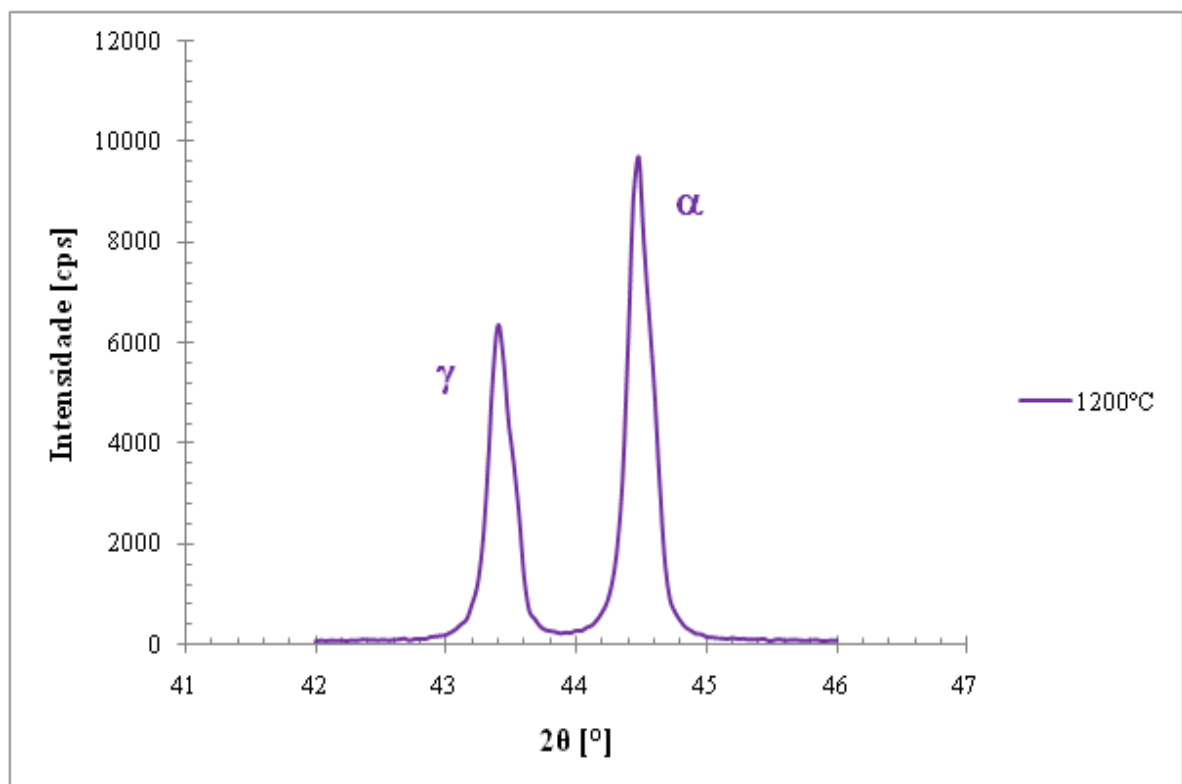


Figura 5.6. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1200°C por 1 hora, obtido da seção transversal da amostra.

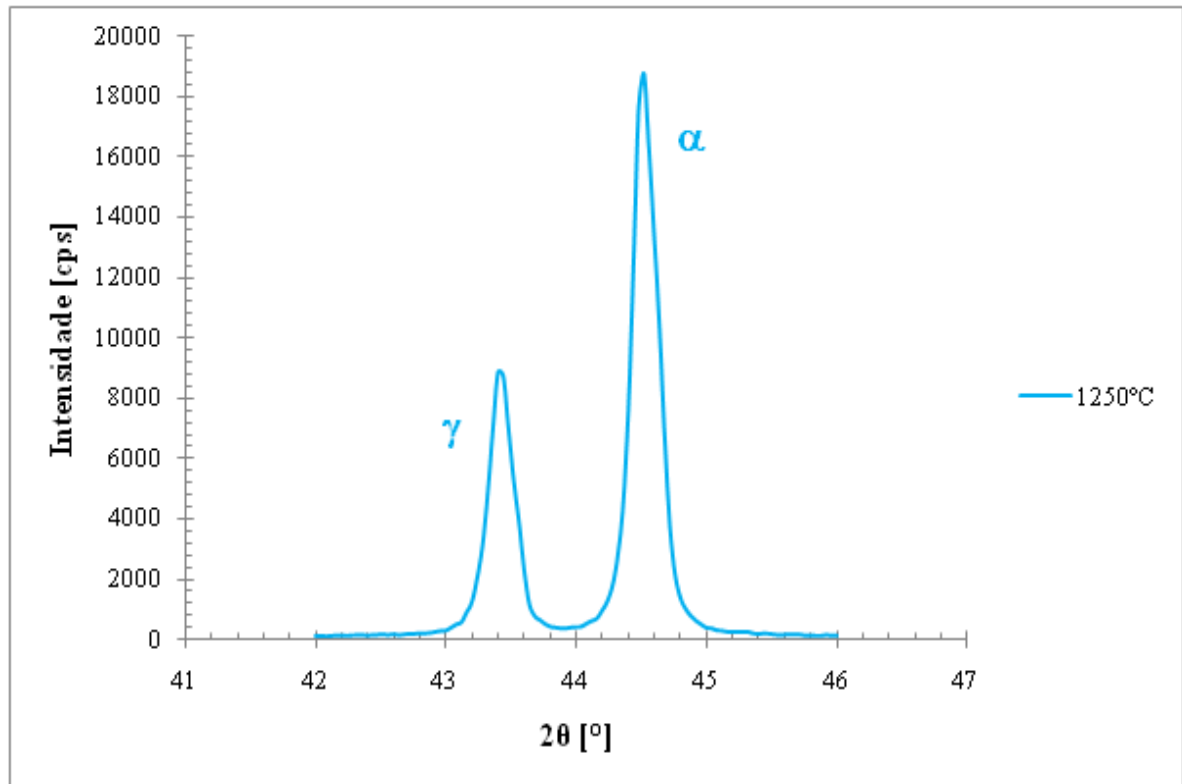


Figura 5.7. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1250°C por 1 hora, obtido da seção transversal da amostra.

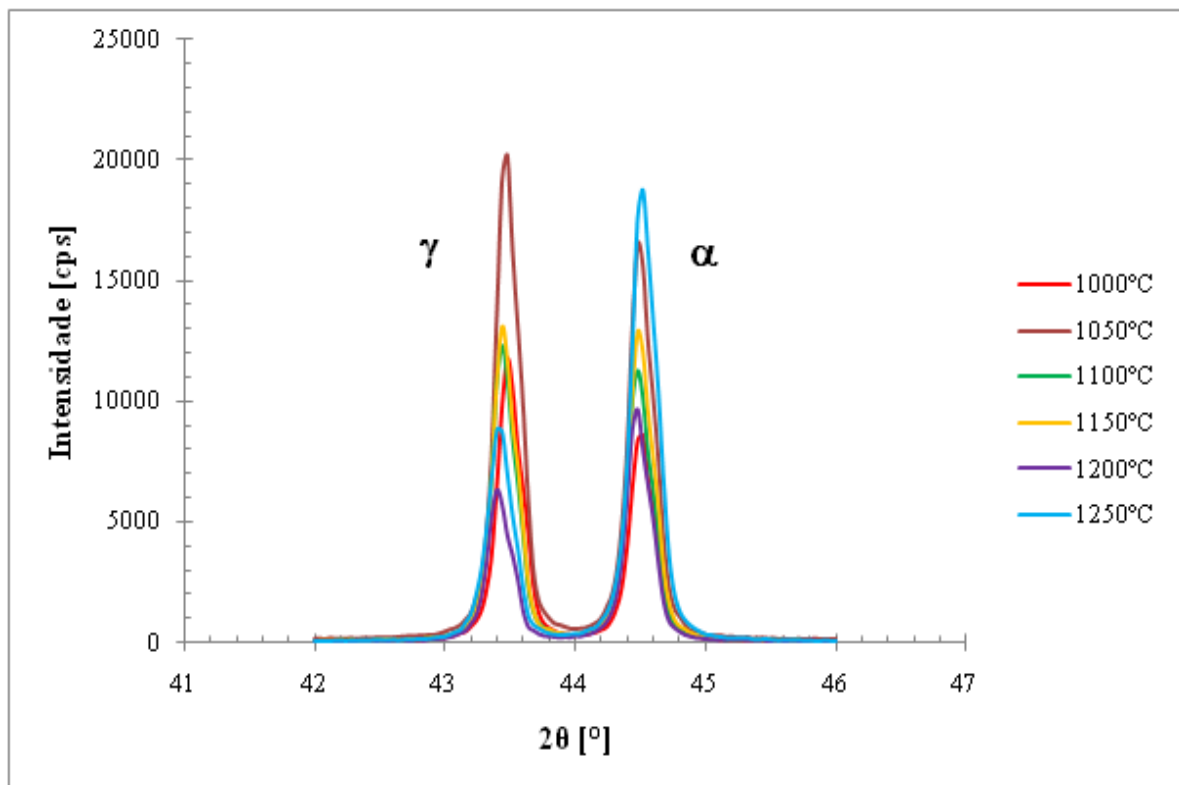


Figura 5.8. Espectros de difração de raios-X para o SAF 2205 solubilizado em seis temperaturas diferentes, obtidos das seções transversais das amostras.

A tabela 5.1 apresenta os valores de razão entre os picos (I_{α} / I_{γ}) em função da temperatura de solubilização, obtidos das seções transversais, e a figura 5.9 representa graficamente esta relação além de apresentar a linearidade da mesma.

A figura 5.10 mostra a razão da intensidade do pico máximo de ferrita pela soma dos picos máximos de ambas as fases em função da variação da temperatura de solubilização.

Tabela 5.1. Razão entre os picos (I_{α}/I_{γ}) em função da temperatura de solubilização para o aço SAF 2205, obtido das seções transversais das amostras.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
I_{α} / I_{γ}	0,729	0,819	0,916	0,985	1,528	2,119

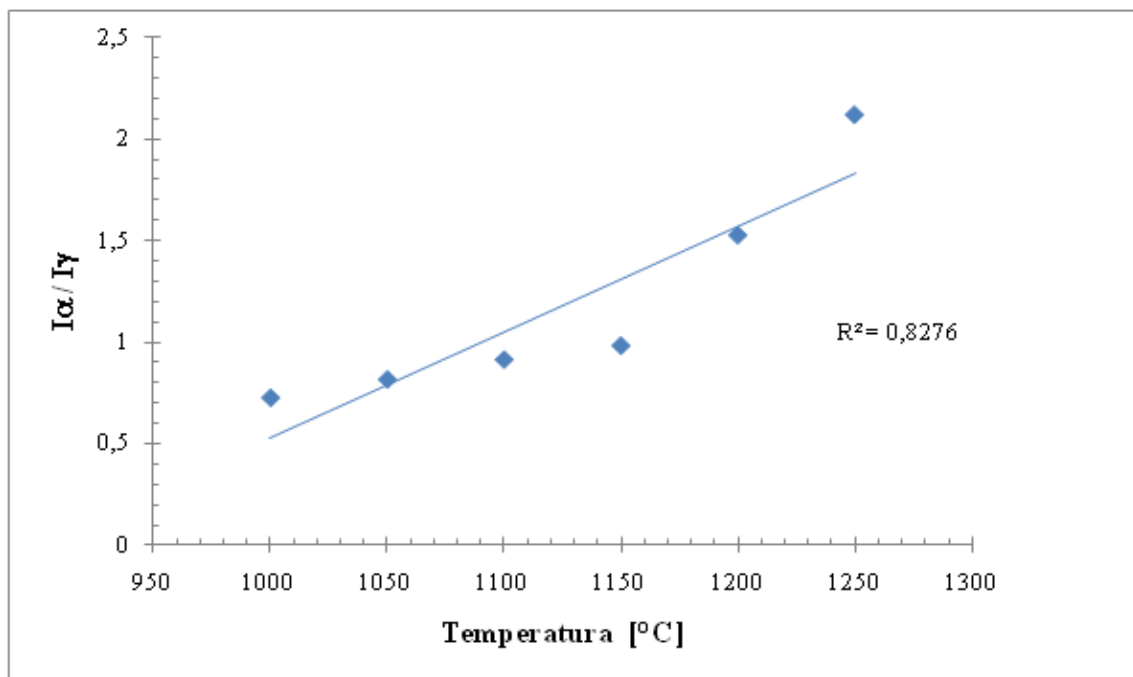


Figura 5.9. Gráfico da razão entre a intensidade das fases (I_{α}/I_{γ}) em função da temperatura de solubilização para o aço SAF 2205, obtido das seções transversais das amostras.

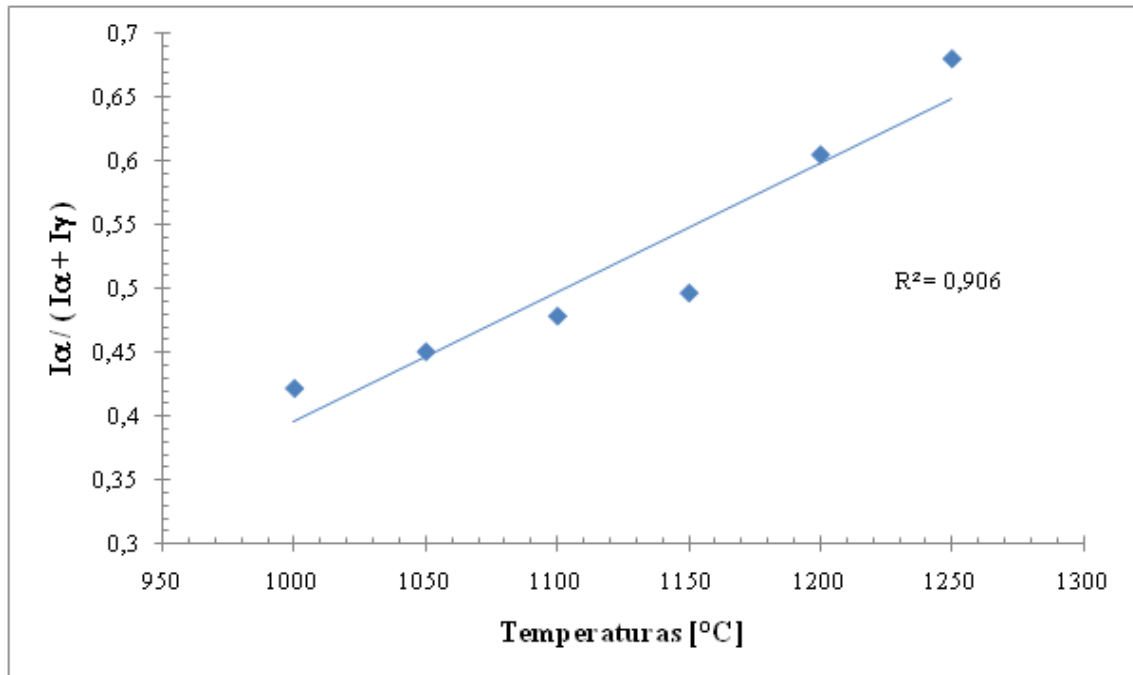


Figura 5.10. Gráfico da razão do pico de ferrita pela soma dos picos de ambas as fases para o aço SAF 2205, obtido das seções transversais das amostras.

A partir dos dados coletados, realizou-se a quantificação de ferrita para cada temperatura de solubilização, como descrito no item 4.4.1. A tabela 5.2 apresenta os valores obtidos da quantificação para o aço SAF 2205 e a figura 5.11 representa graficamente a variação da fração volumétrica de ferrita em função da temperatura solubilização, utilizando a difratometria de raios-X como técnica aplicada nas seções transversais das amostras.

Tabela 5.2. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida da quantificação de fases utilizando difratometria de raios-X nas seções transversais das amostras, para o aço SAF 2205.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
% α	42,16	45,02	47,81	49,62	60,44	67,95

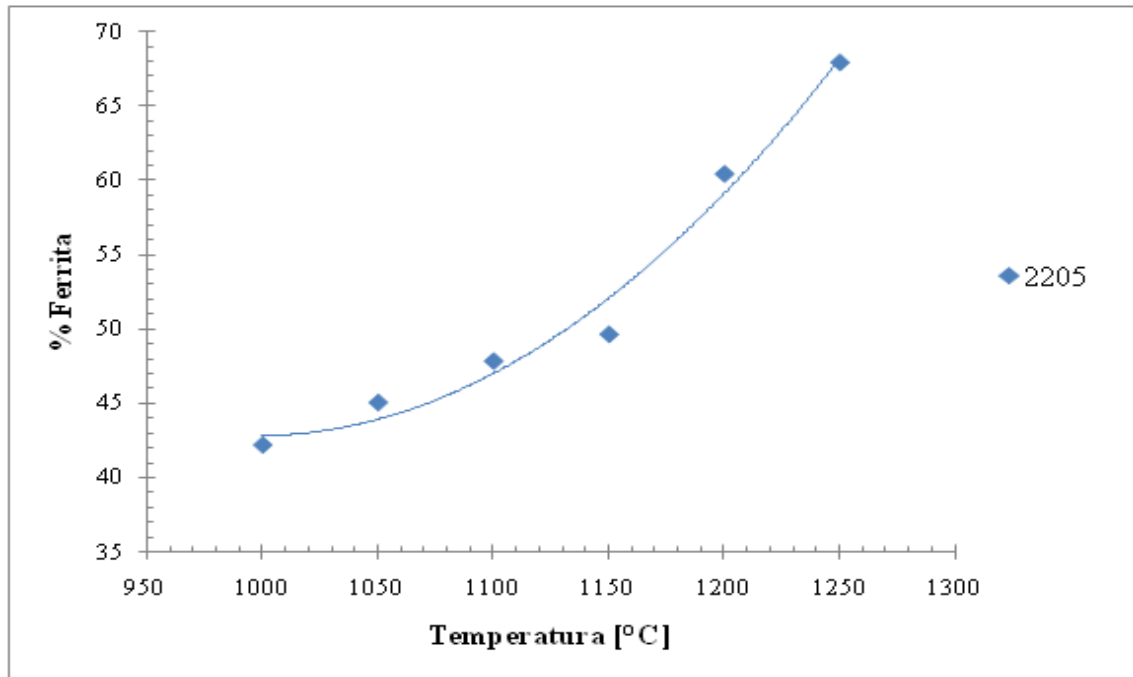


Figura 5.11. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida da quantificação de fases utilizando difratometria de raios-X nas seções transversais das amostras, para o aço SAF 2205.

O mesmo procedimento foi realizado com as amostras do aço SAF 2507, constatando-se mais uma vez, o aparecimento dos picos de máxima intensidade no mesmo intervalo angular reduzido, $42^\circ < 2\theta < 46^\circ$, que pode ser observado na figura 5.12. (Os planos referentes aos picos característicos também estão indicados nesta figura e foram extraídos dos cartões-referência do ICDD, que podem ser visualizados nos anexos I e II). Sendo assim, foram realizados ensaios com as outras cinco amostras deste aço neste mesmo intervalo angular.

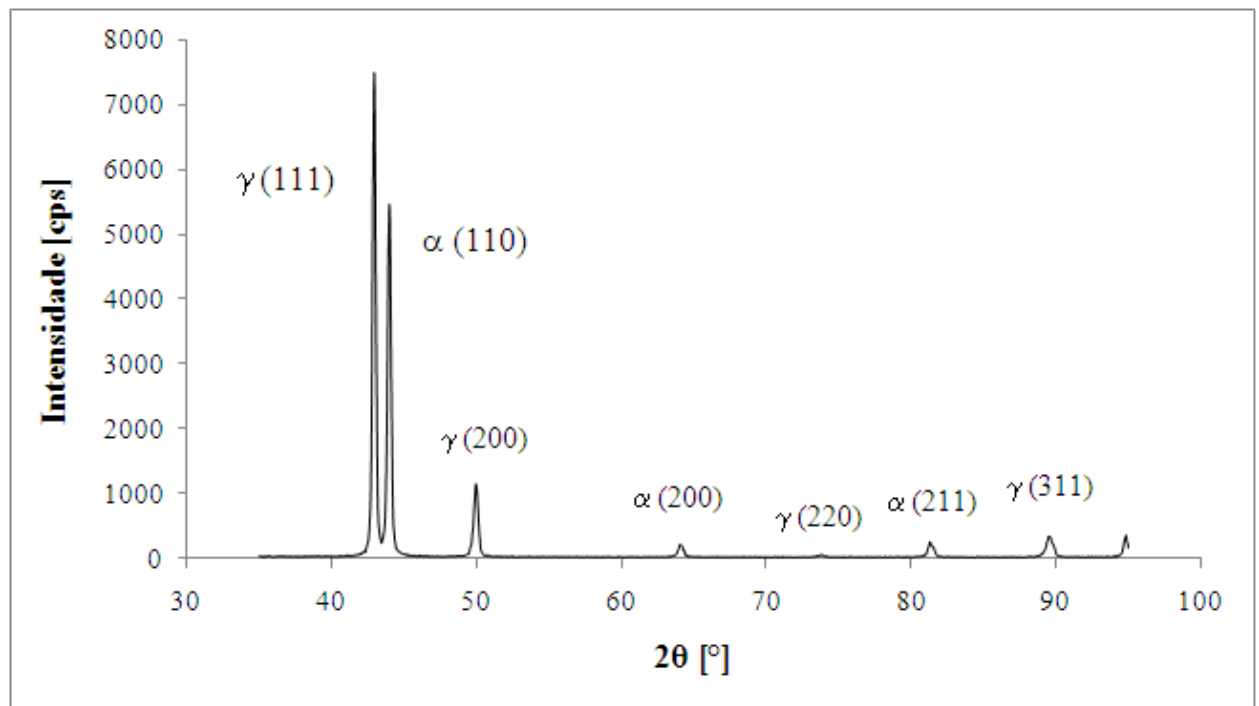


Figura 5.12. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1000°C, obtido das seções transversais das amostras.

As figuras 5.13 a 5.18 representam os espectros referentes a cada temperatura de solubilização para o aço SAF 2507, obtidos das seções transversais das amostras, e a figura 5.19 apresenta todos os espectros sobrepostos. Analisando as figuras, observa-se que este aço apresentou o mesmo comportamento que o aço SAF 2205 no que se refere ao aumento da intensidade do pico correspondente à ferrita com o aumento da temperatura de solubilização. No entanto, para o aço SAF 2507 a inversão entre os picos não foi tão definida como para o aço SAF 2205.

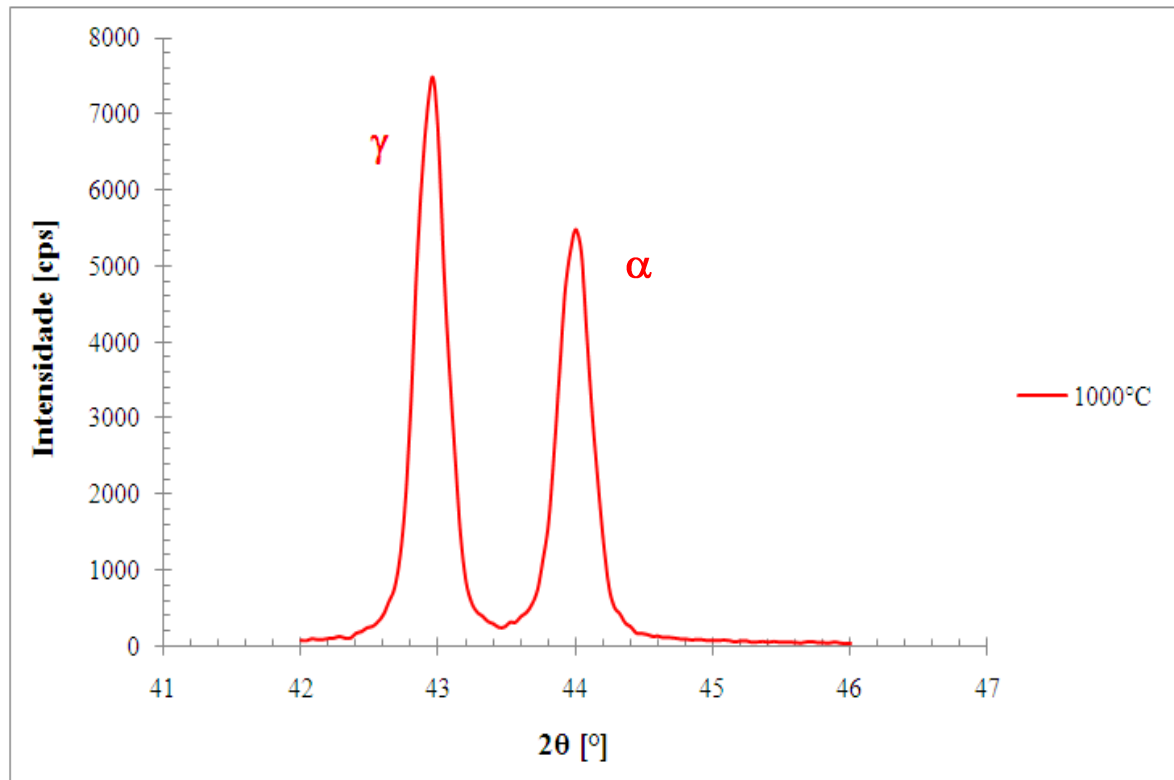


Figura 5.13. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1000°C por 1 hora, obtido da seção transversal da amostra.

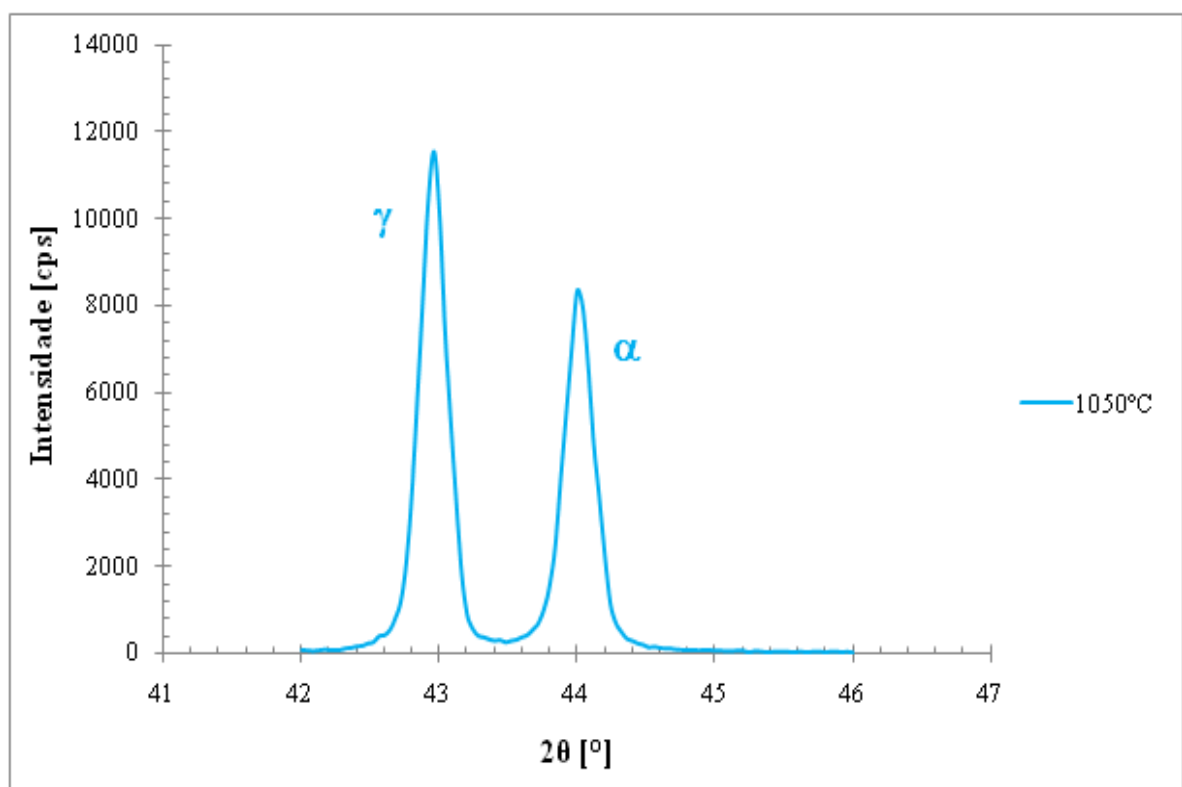


Figura 5.14. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1050°C por 1 hora, obtido da seção transversal da amostra.

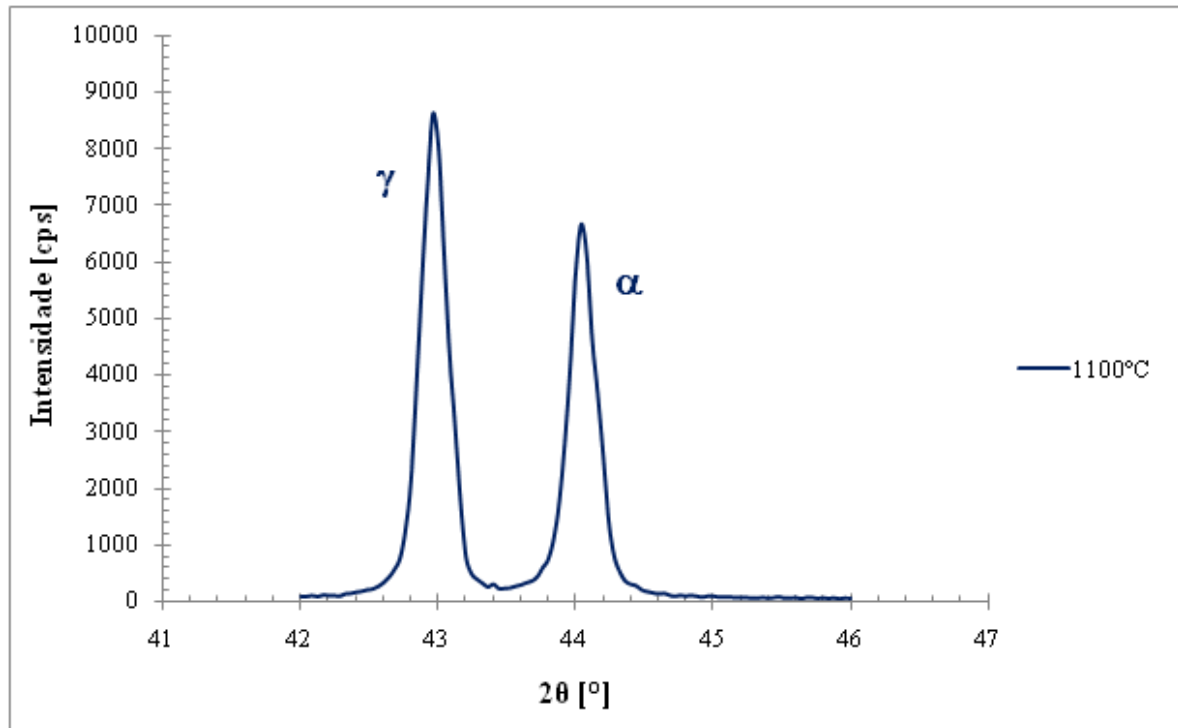


Figura 5.15. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1100°C por 1 hora, obtido da seção transversal da amostra.

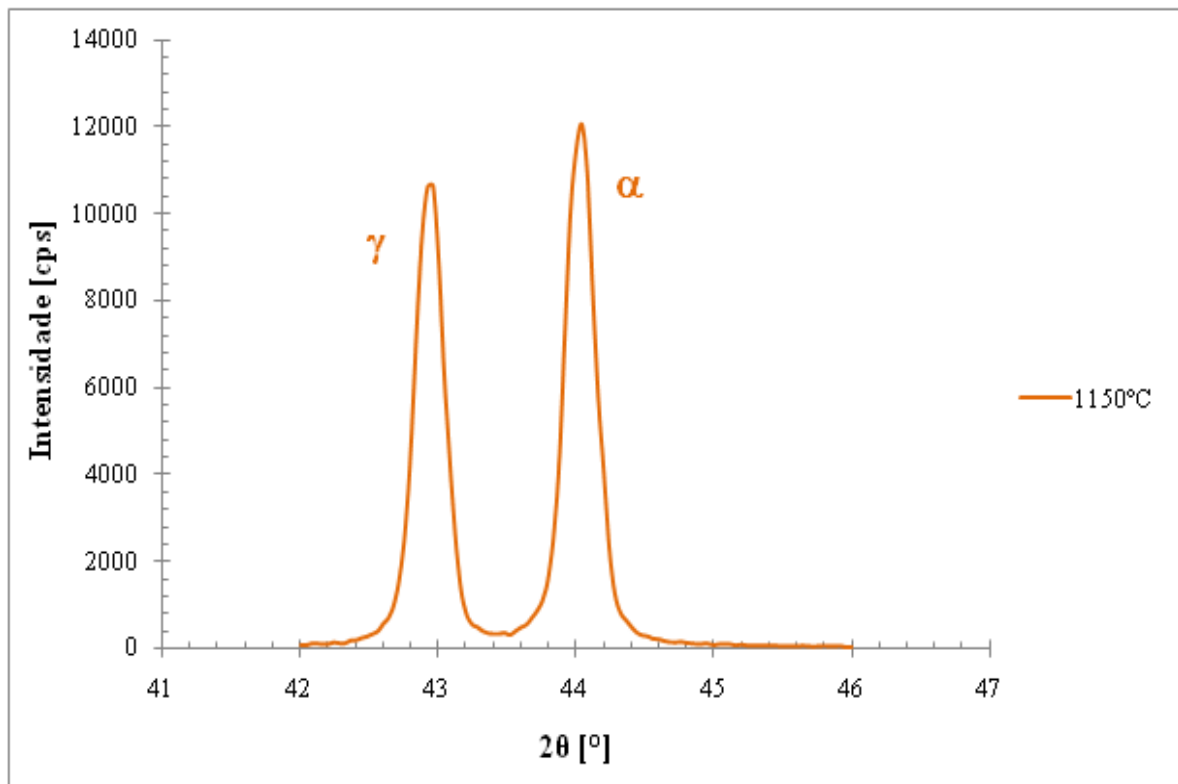


Figura 5.16. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1150°C por 1 hora, obtido da seção transversal da amostra.

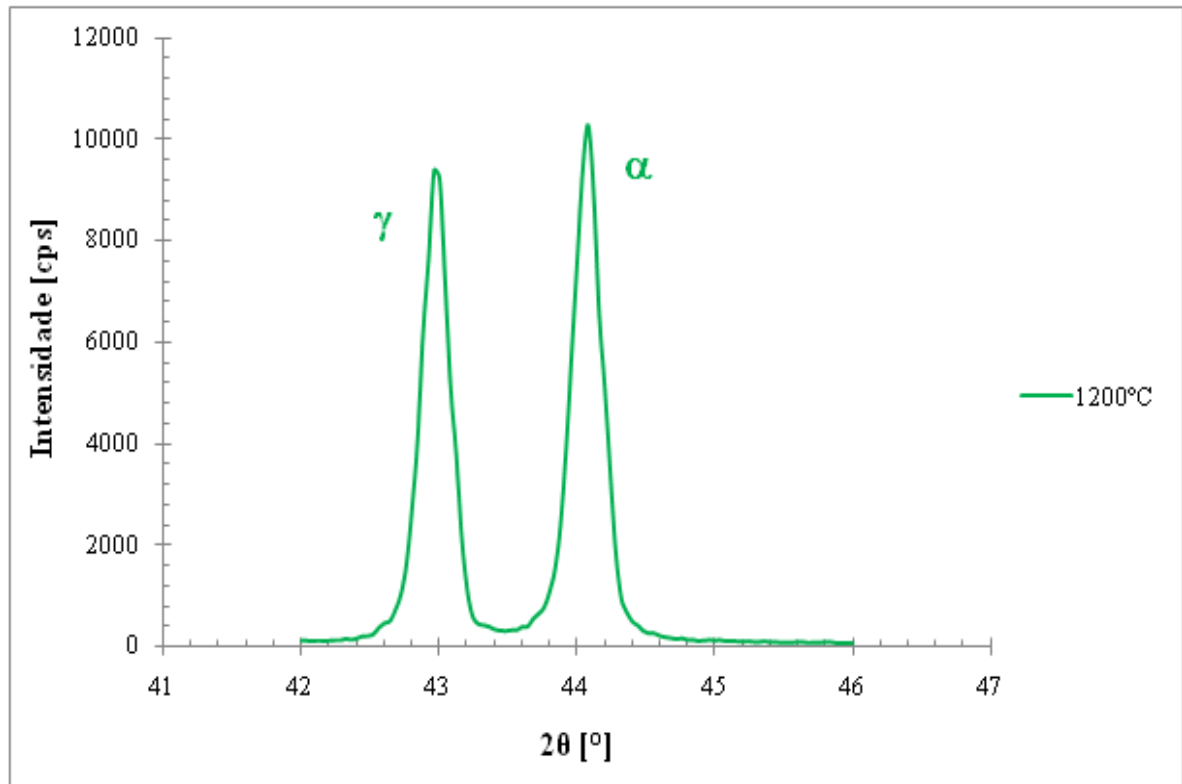


Figura 5.17. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1200°C por 1 hora, obtido da seção transversal da amostra.

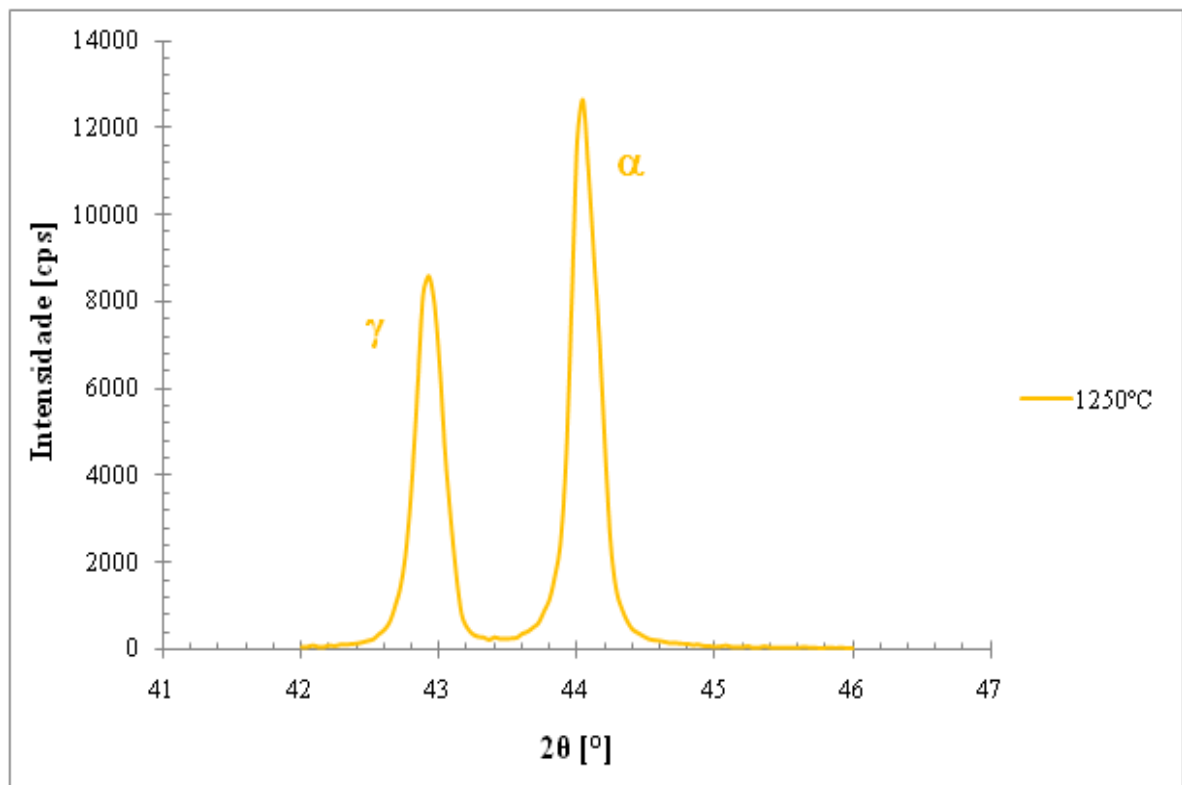


Figura 5.18. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1250°C por 1 hora, obtido da seção transversal da amostra.

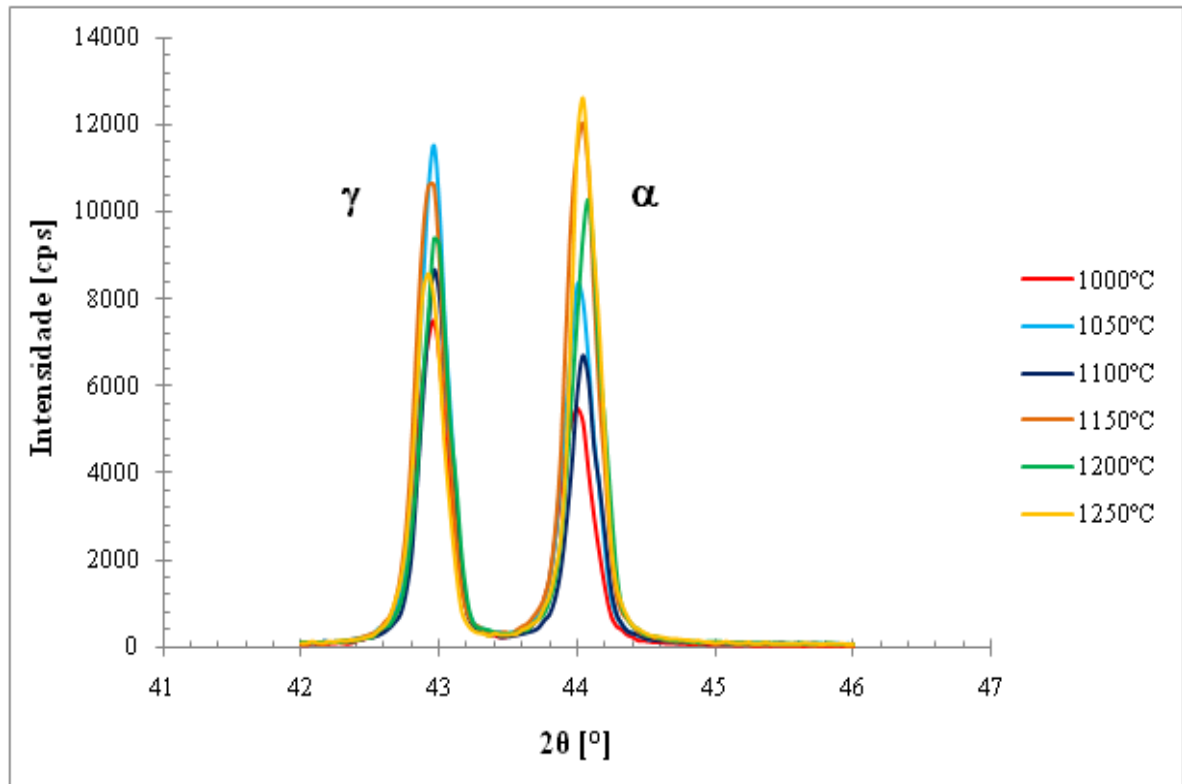


Figura 5.19. Espectros de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado em seis temperaturas diferentes, obtidos das seções transversais das amostras.

A tabela 5.3 apresenta os valores de razão entre os picos (I_{α} / I_{γ}) em função da temperatura de solubilização, e a figura 5.20 representa graficamente esta relação além de apresentar a linearidade da mesma.

A figura 5.21 mostra a razão da intensidade do pico máximo de ferrita pela soma dos picos máximos de ambas as fases em função da variação da temperatura de solubilização.

Tabela 5.3. Razão entre os picos (I_{α}/I_{γ}) em função da temperatura de solubilização para o aço SAF 2507, obtido das seções transversais das amostras.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
I_{α} / I_{γ}	0,733	0,723	0,773	1,133	1,095	1,471

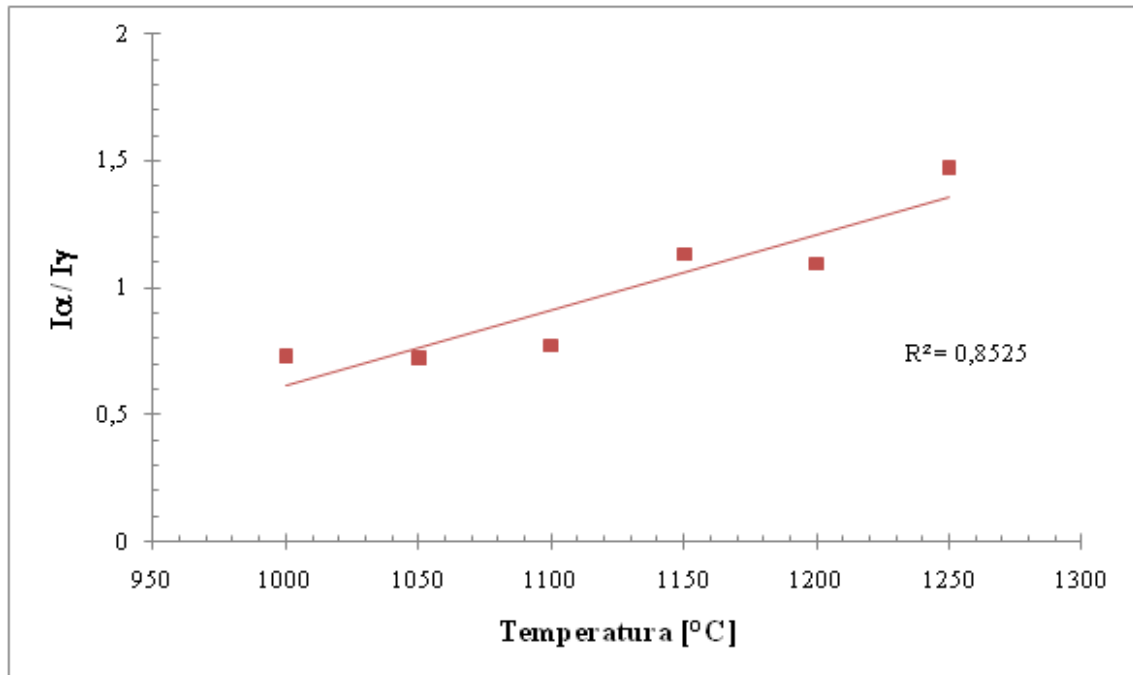


Figura 5.20. Gráfico da razão entre a intensidade das fases (I_{α}/I_{γ}) em função da temperatura de solubilização para o aço SAF 2507, obtido das seções transversais das amostras.

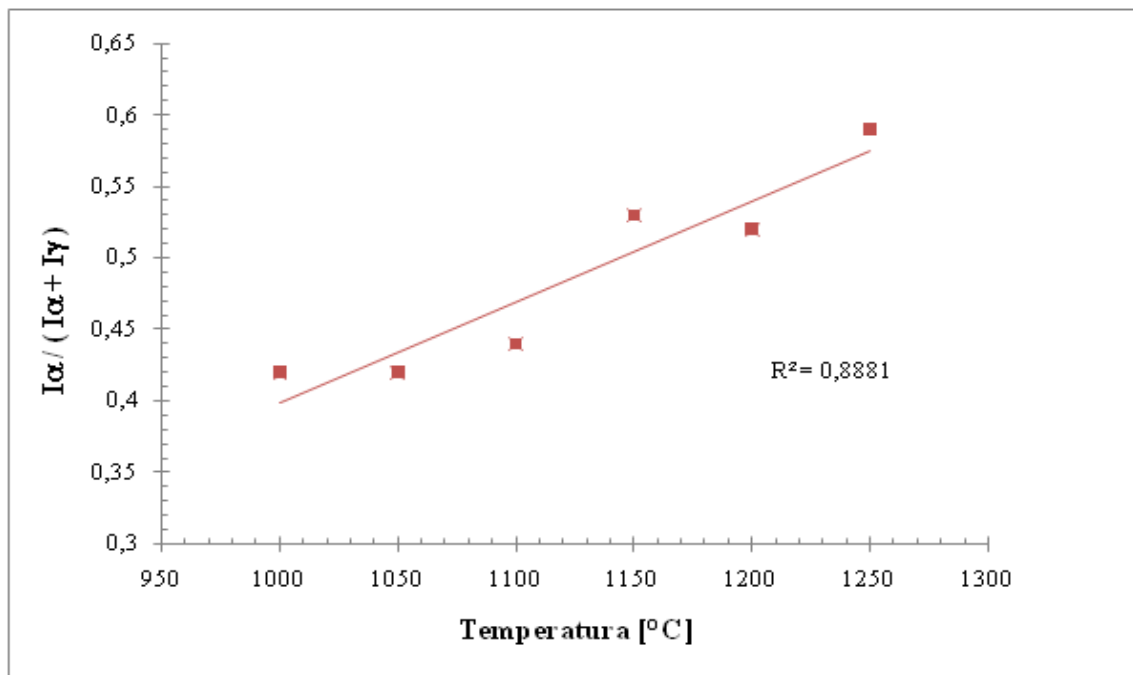


Figura 5.21. Gráfico da razão do pico de ferrita pela soma dos picos de ambas as fases para o aço SAF 2507, obtido das seções transversais das amostras.

A tabela 5.4 apresenta os valores obtidos da quantificação de ferrita para o aço SAF 2507, e a figura 5.22 apresenta a variação da fração volumétrica de ferrita em função da

temperatura solubilização, utilizando a difratometria de raios-X como técnica aplicada nas seções transversais das amostras.

Tabela 5.4. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida da quantificação de fases utilizando difratometria de raios-X nas seções transversais das amostras, para o aço SAF 2507.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
% α	42,3	41,96	43,6	53,12	52,27	59,53

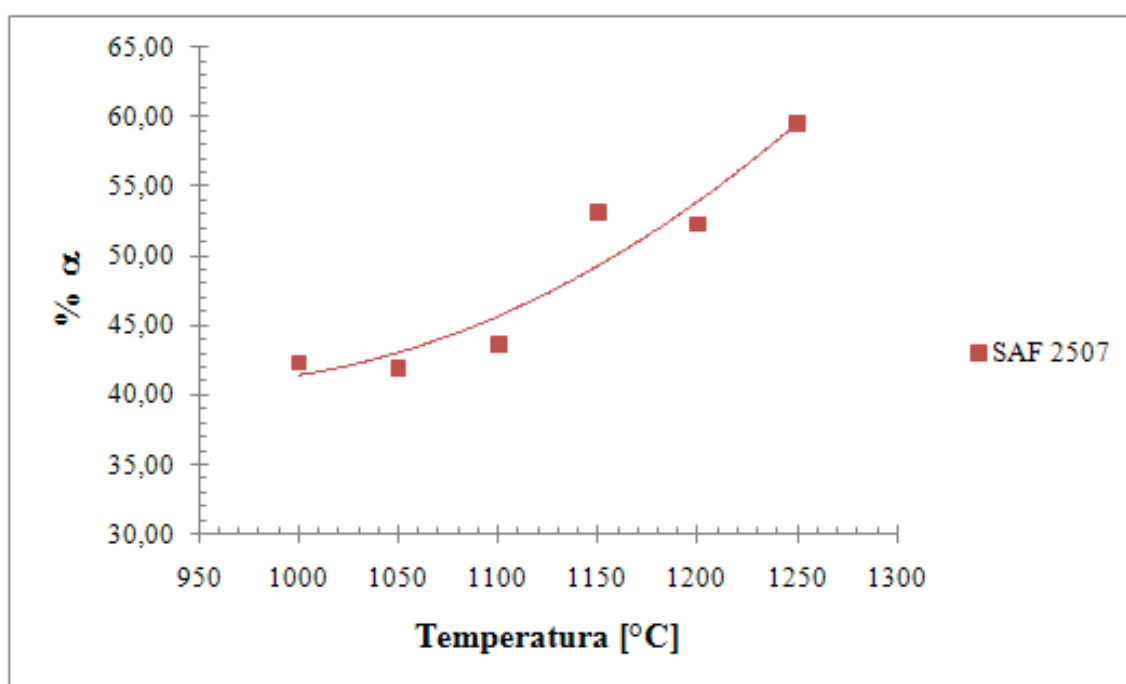


Figura 5.22. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida da quantificação de fases utilizando difratometria de raios-X nas seções transversais das amostras, para o aço SAF 2507.

A mesma sequência de procedimentos foi realizada nas seções longitudinais e oblíquas das amostras.

Visto o prévio conhecimento do intervalo angular reduzido aonde os picos de máxima intensidade aparecem, uma vez que os ensaios realizados nas seções transversais das amostras comprovaram as informações que constam nos cartões-referência do ICDD, não se fez necessária a identificação dos mesmos, fazendo-se a varredura apenas no intervalo de 42° a 46°.

As figuras 5.23 a 5.28 representam os espectros referentes a cada temperatura de solubilização para o aço SAF 2205, obtidos das seções longitudinais das amostras, e a figura 5.29 apresenta todos os espectros sobrepostos.

Os espectros e a tabela mostram que a intensidade do pico referente à ferrita, comparada a intensidade do pico referente à austenita, se apresenta maior para todas as temperaturas de solubilização.

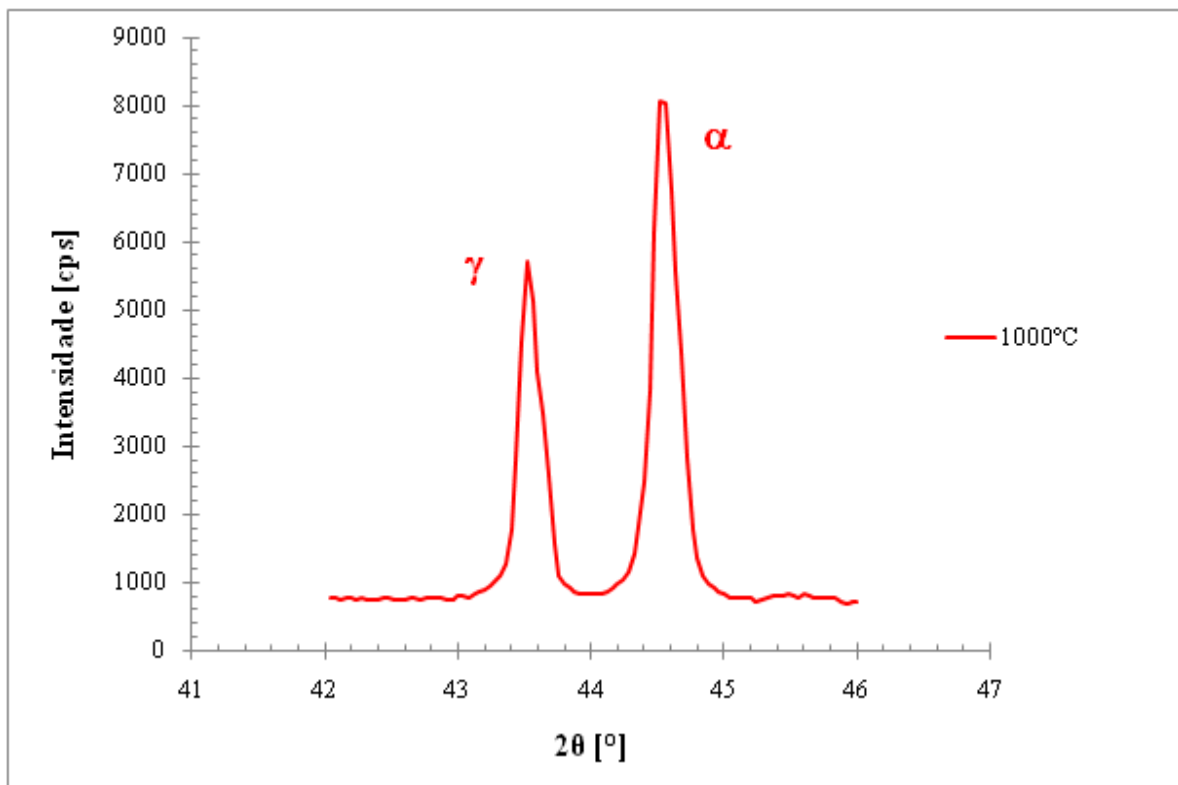


Figura 5.23. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1000°C por 1 hora, obtido da seção longitudinal da amostra.

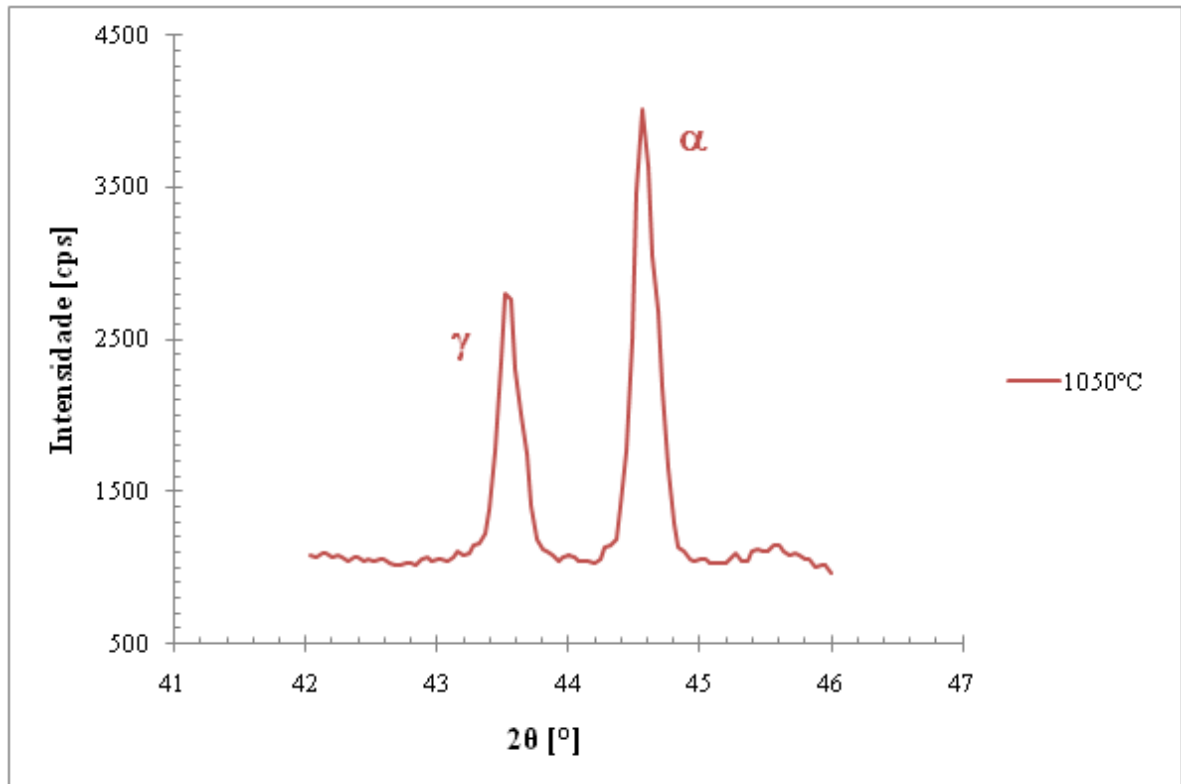


Figura 5.24. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1050°C por 1 hora, obtido da seção longitudinal da amostra.

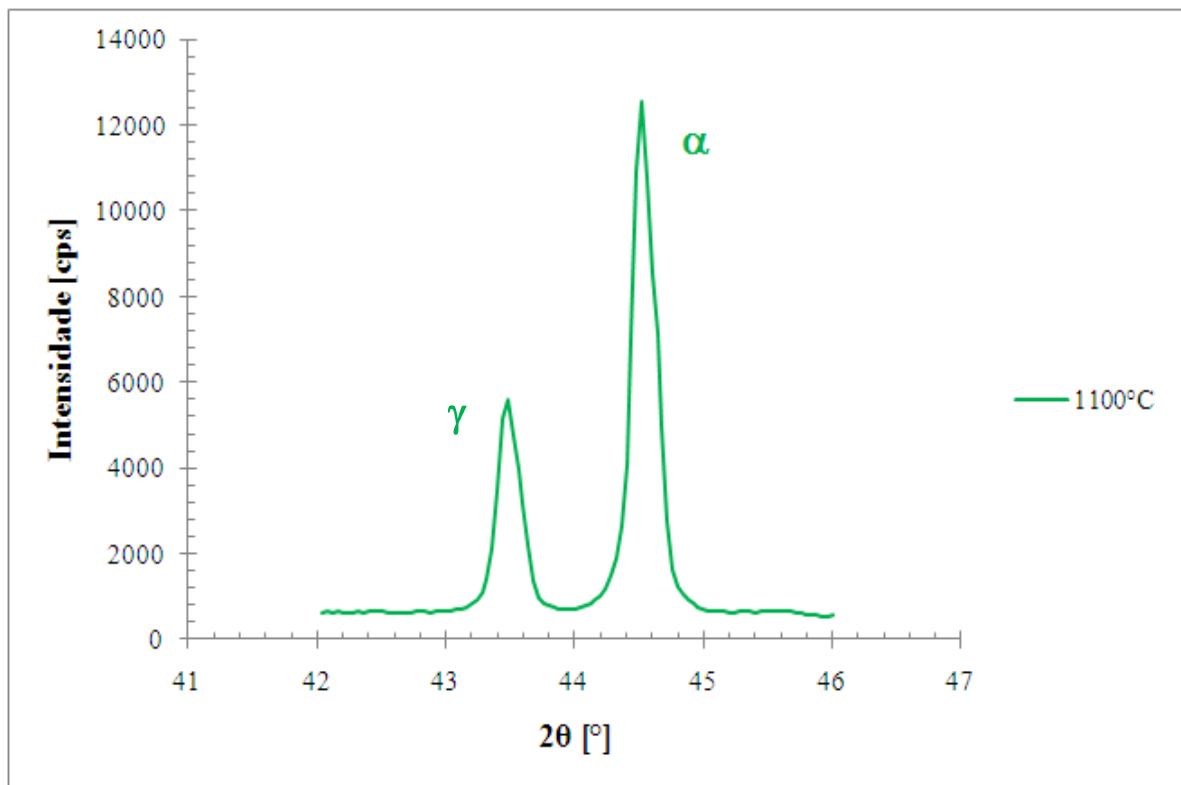


Figura 5.25. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1100°C por 1 hora, obtido da seção longitudinal da amostra.

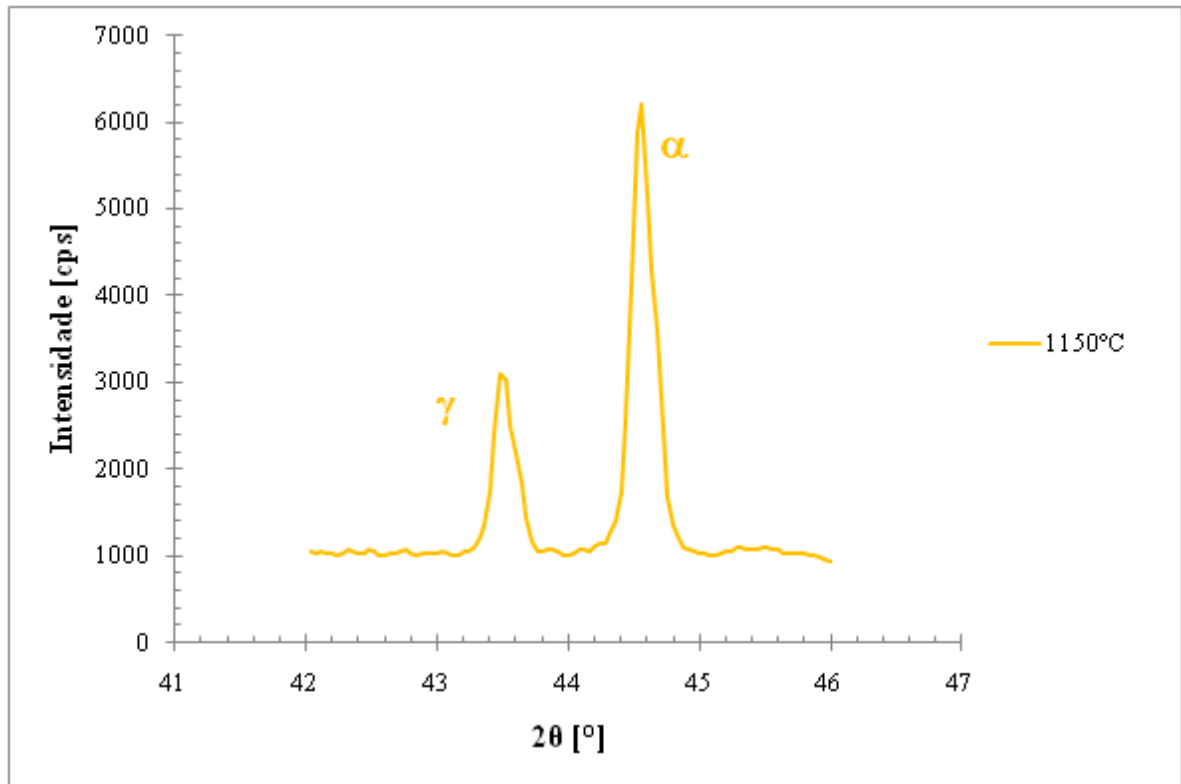


Figura 5.26. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1150°C por 1 hora, obtido da seção longitudinal da amostra.

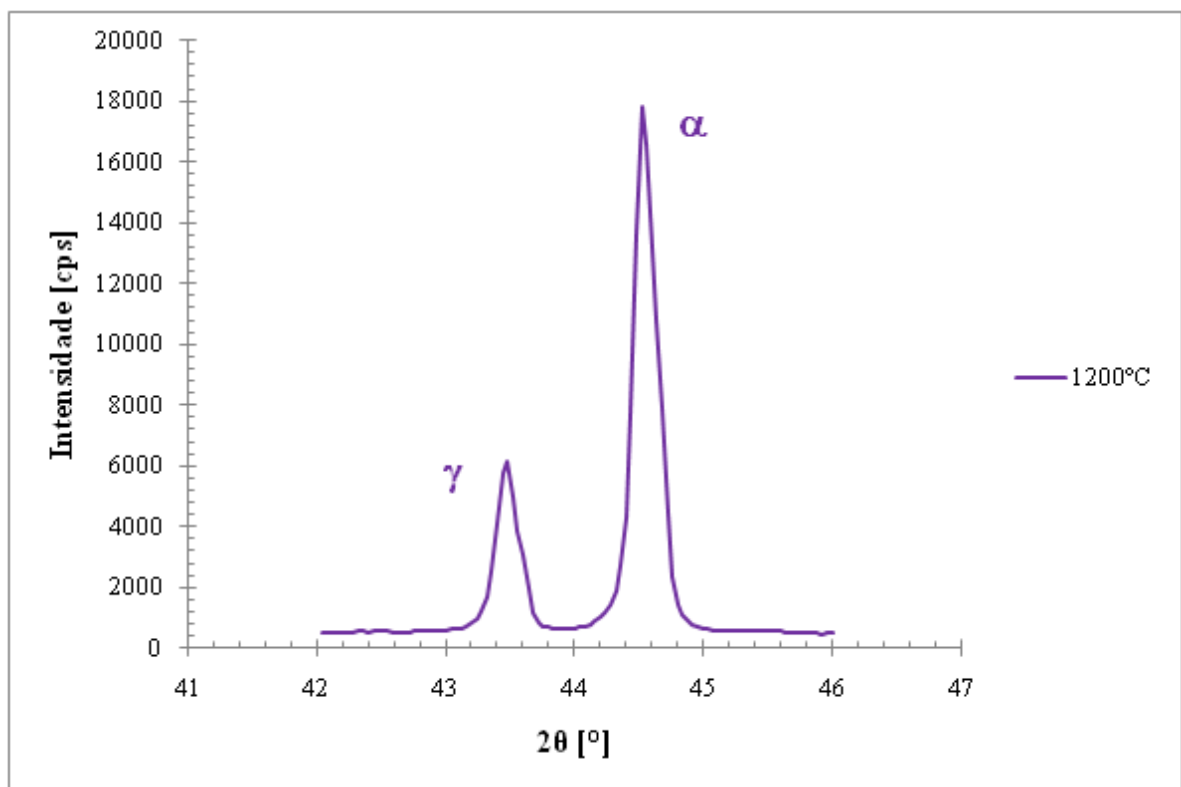


Figura 5.27. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1200°C por 1 hora, obtido da seção longitudinal da amostra.

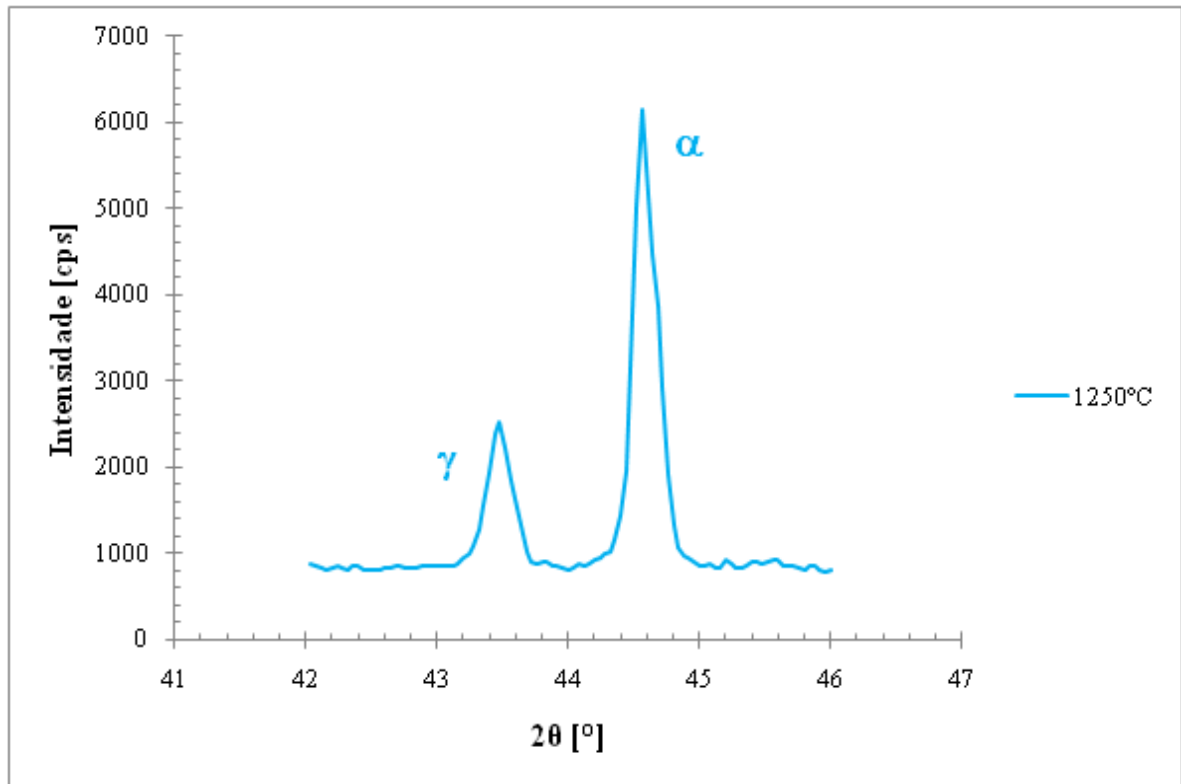


Figura 5.28. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1250°C por 1 hora, obtido da seção longitudinal da amostra.

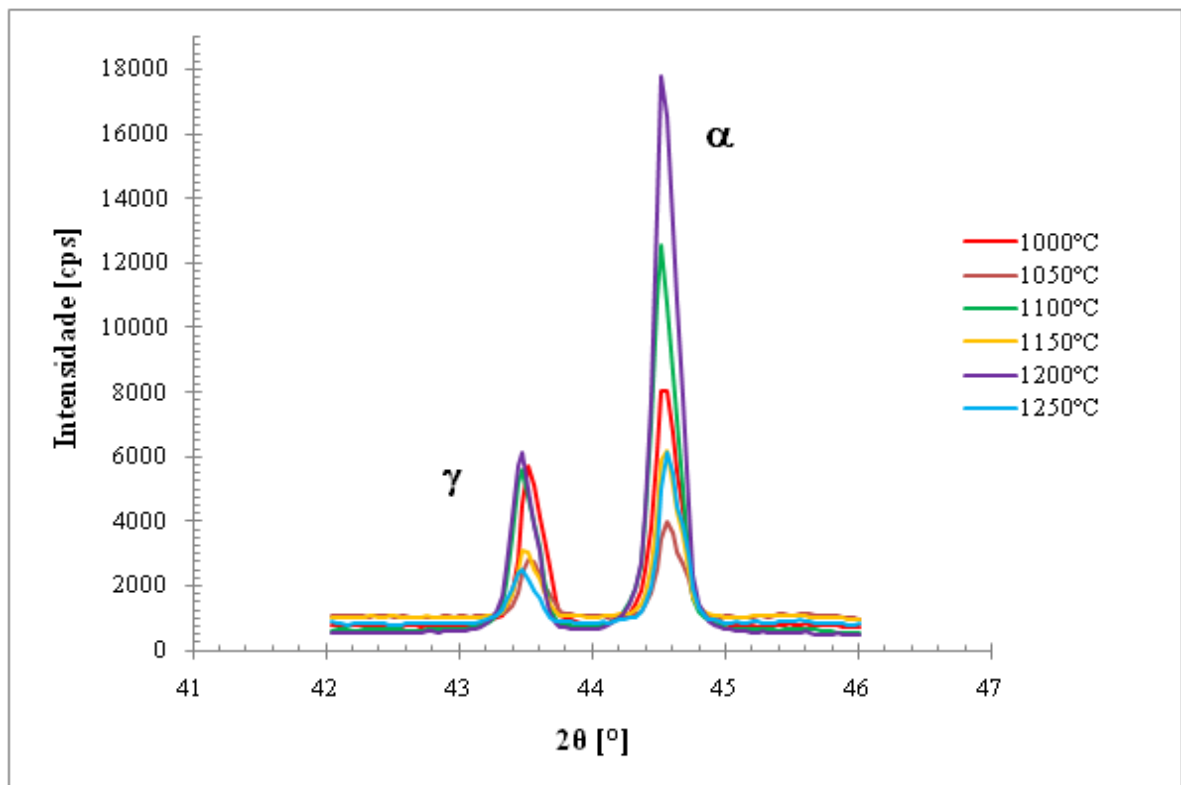


Figura 5.29. Espectros de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado em seis temperaturas diferentes, obtidos das seções longitudinais das amostras.

A figura 5.30 e a tabela 5.5 representam a variação da fração volumétrica de ferrita em função das diferentes temperaturas de solubilização a que foram submetidas as amostras, e a figura 5.31 apresenta a razão I_{α} / I_{γ} , mostrando a linearidade desta relação entre os picos, que também pode ser vista na tabela 5.6.

Observando a figura 5.30, observa-se que a tendência crescente da fração volumétrica de ferrita em consequência do aumento da temperatura de solubilização também se apresenta nesses ensaios. Porém, esta tendência não se apresenta de forma tão uniforme e contínua como nos ensaios referentes às amostras transversais, fato que pode ser constatado também através da figura 5.31 que mostra a linearidade da relação entre os picos.

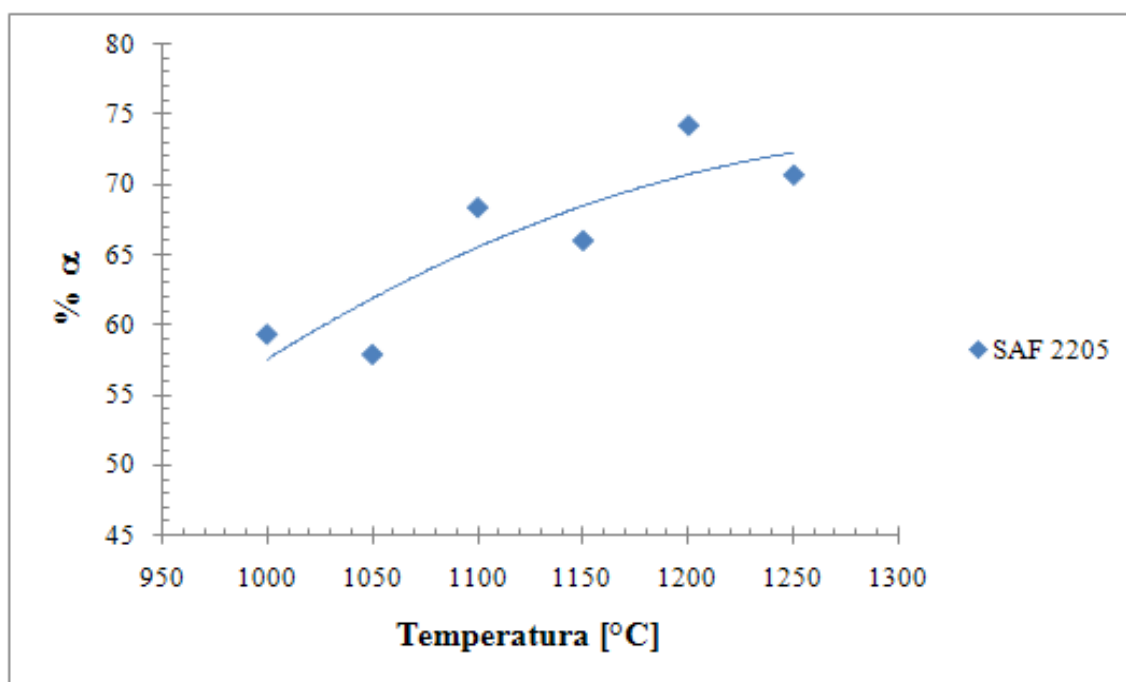


Figura 5.30. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida da quantificação de fases utilizando difratometria de raios-X nas seções longitudinais das amostras, para o aço SAF 2205.

Tabela 5.5. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida da quantificação de fases utilizando difratometria de raios-X nas seções longitudinais das amostras, para o aço SAF 2205.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
% α	59,34	57,91	68,33	65,99	74,15	70,64

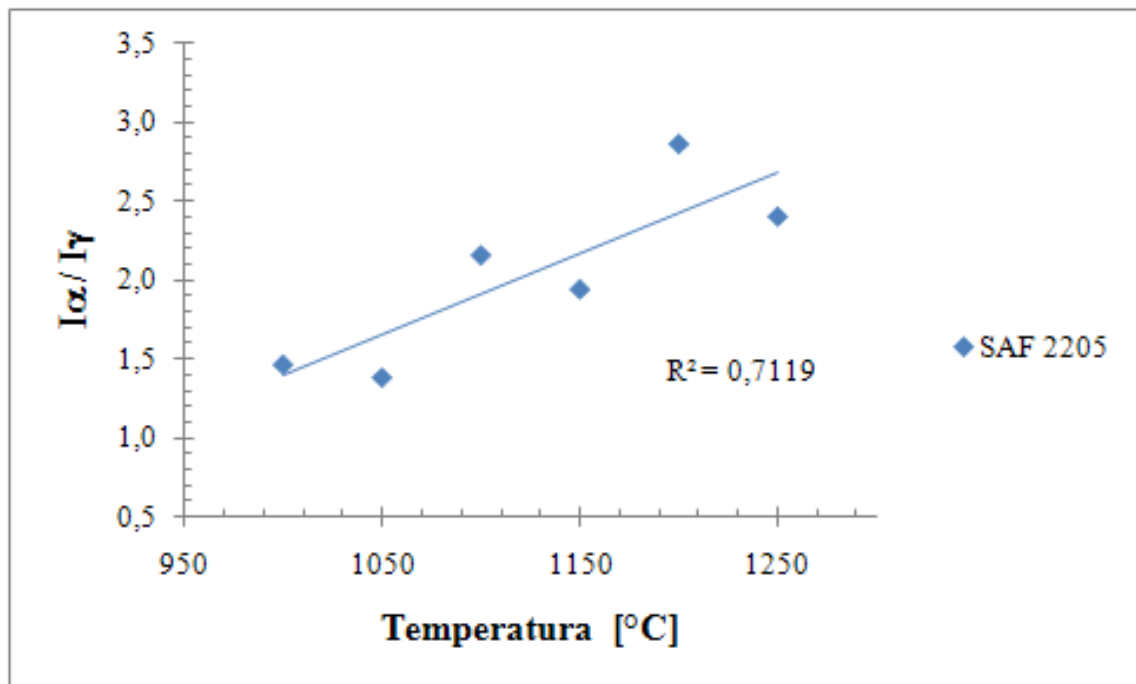


Figura 5.31. Razão entre os picos (I_{α}/I_{γ}) em função da temperatura de solubilização para o aço SAF 2205, obtido das seções longitudinais das amostras.

Tabela 5.6. Razão entre os picos (I_{α}/I_{γ}) em função da temperatura de solubilização para o aço SAF 2205, obtido das seções longitudinais das amostras.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
I_{α} / I_{γ}	1,459	1,376	2,158	1,940	2,868	2,405

As figuras 5.32 a 5.37 representam os espectros referentes a cada temperatura de solubilização para o aço SAF 2507, obtidos das seções longitudinais das amostras, e a figura 5.38 apresenta todos os espectros sobrepostos.

Observando estas figuras, nota-se que, assim como os ensaios nas amostras longitudinais referentes ao aço SAF 2205, a intensidade do pico referente à ferrita se apresenta maior que a intensidade do pico referente à austenita para todas as temperaturas de solubilização.

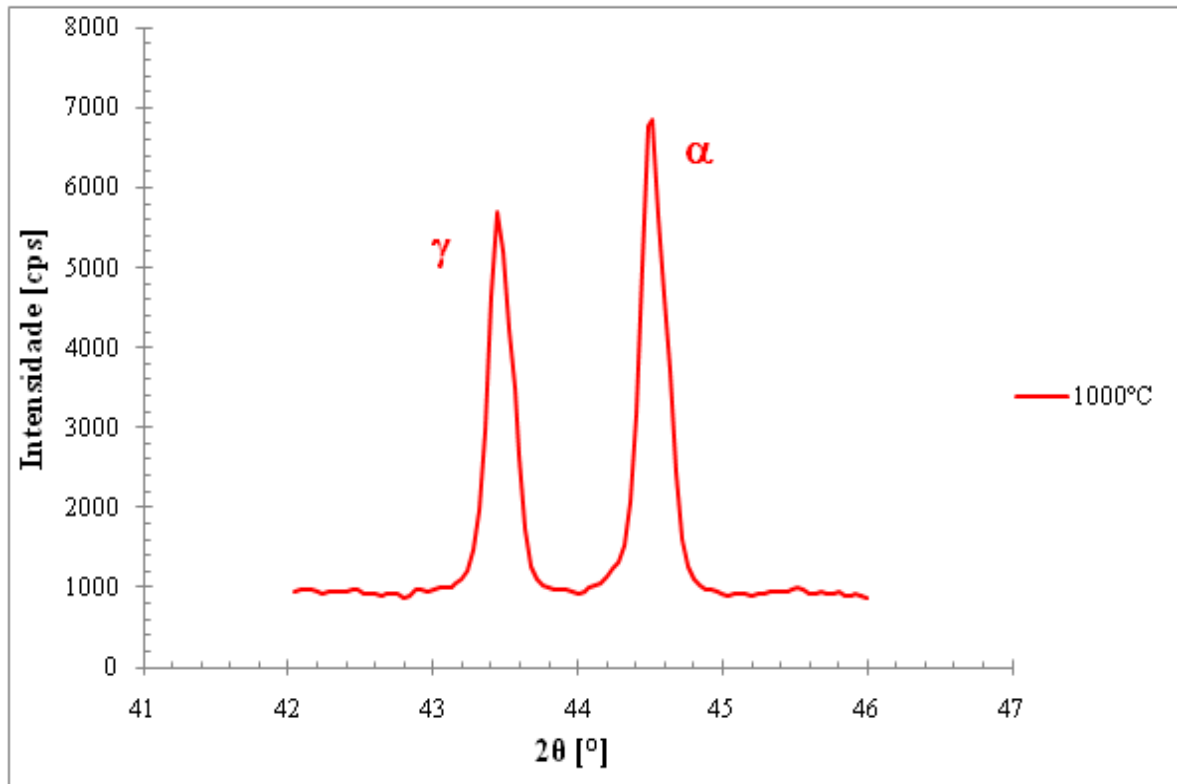


Figura 5.32. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1000°C por 1 hora, obtido da seção longitudinal da amostra.

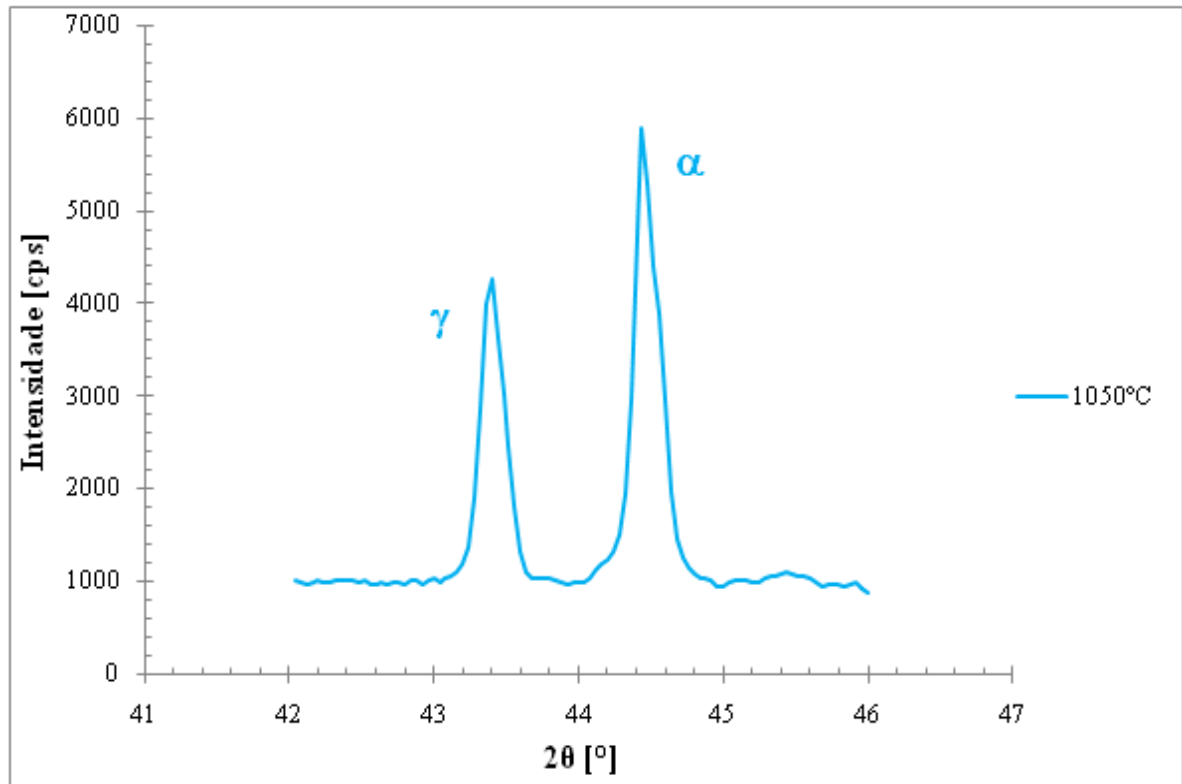


Figura 5.33. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1050°C por 1 hora, obtido da seção longitudinal da amostra.

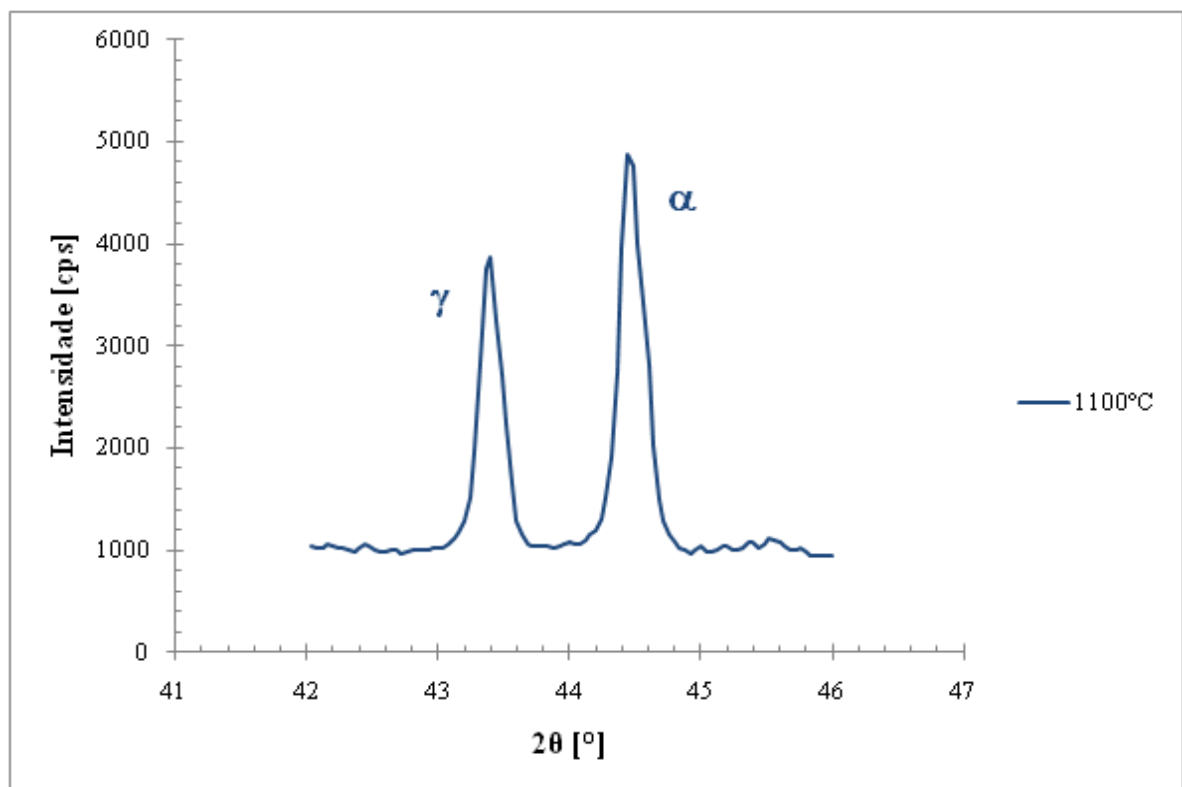


Figura 5.34. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1100°C por 1 hora, obtido da seção longitudinal da amostra.

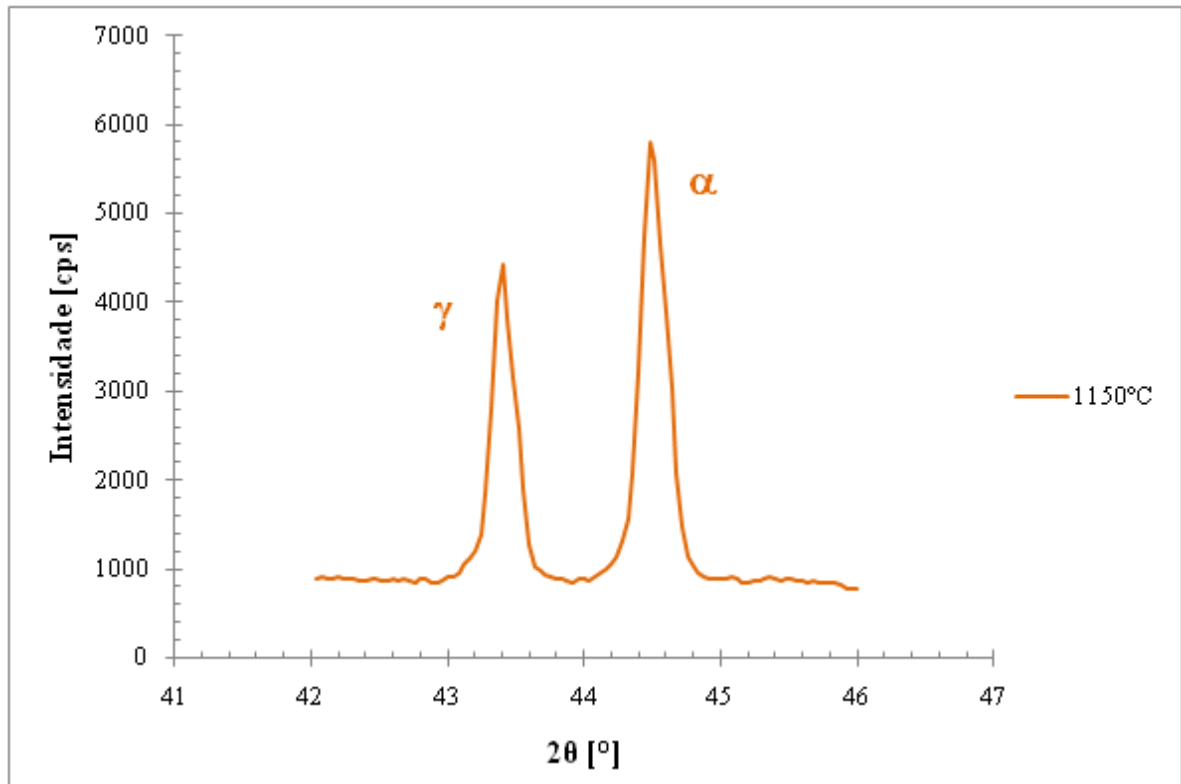


Figura 5.35. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1150°C por 1 hora, obtido da seção longitudinal da amostra.

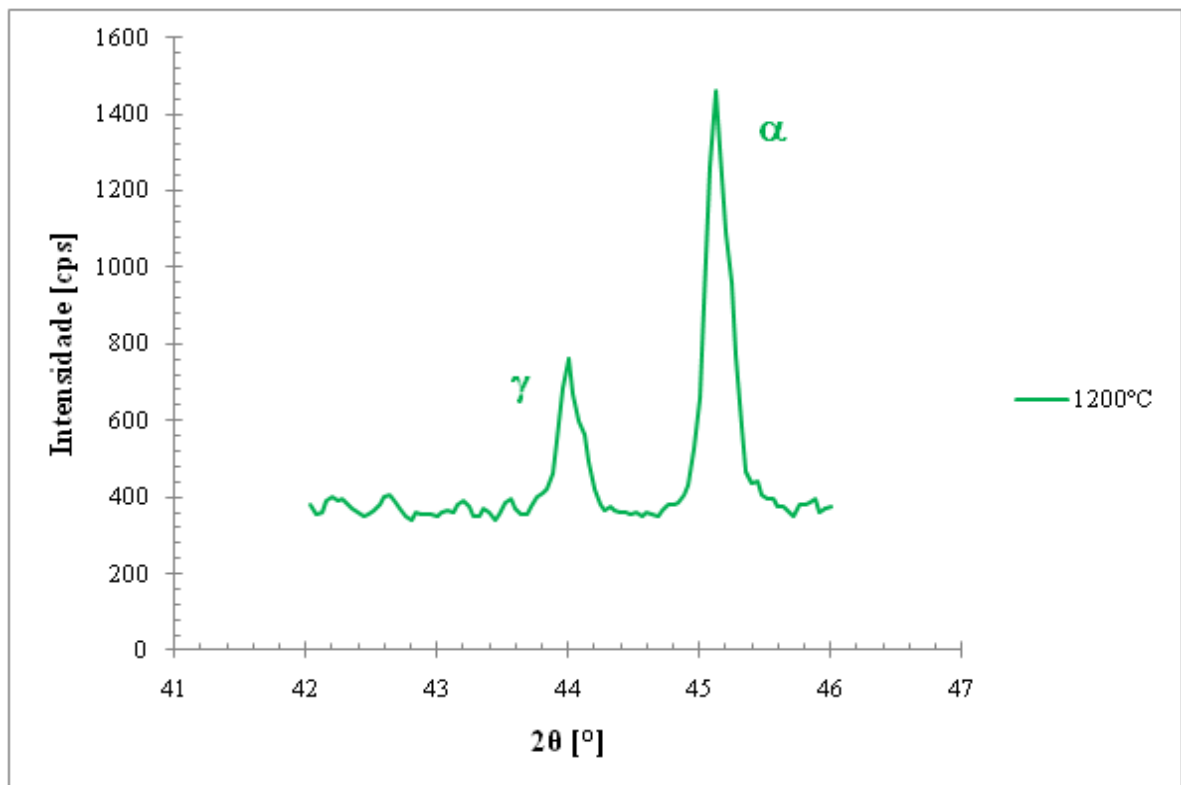


Figura 5.36. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1200°C por 1 hora, obtido da seção longitudinal da amostra.

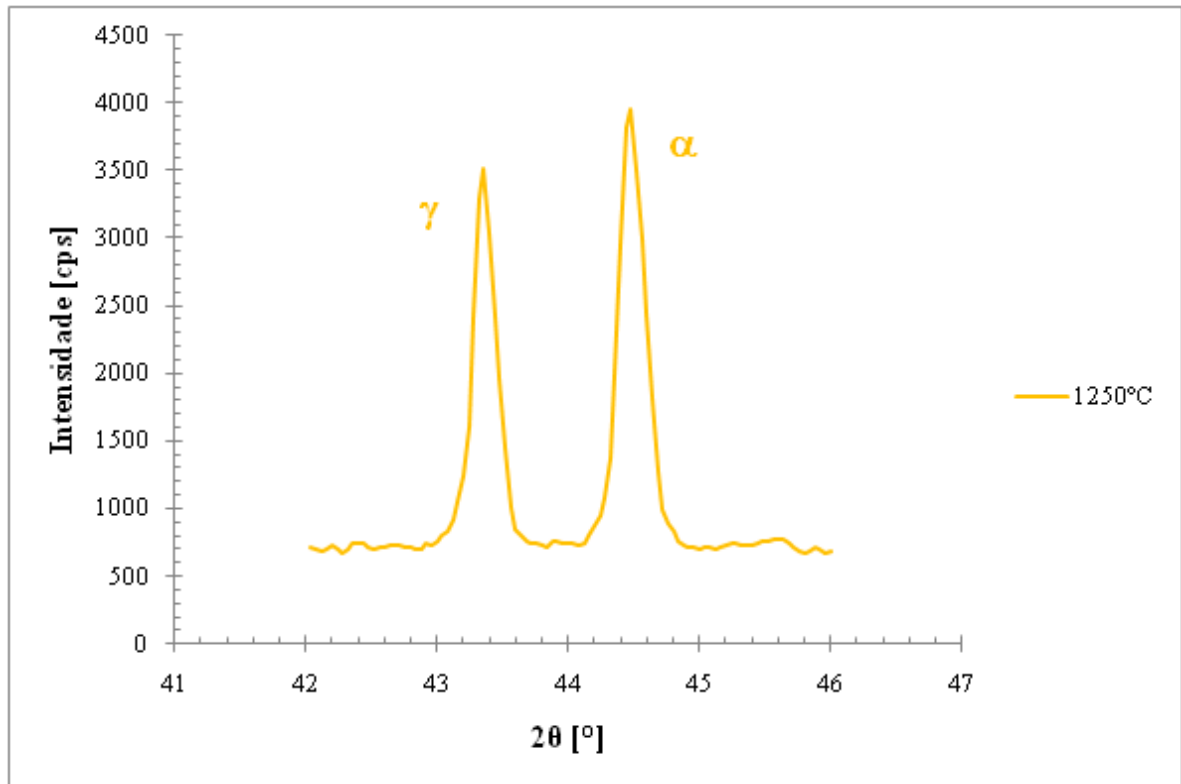


Figura 5.37. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1250°C por 1 hora, obtido da seção longitudinal da amostra.

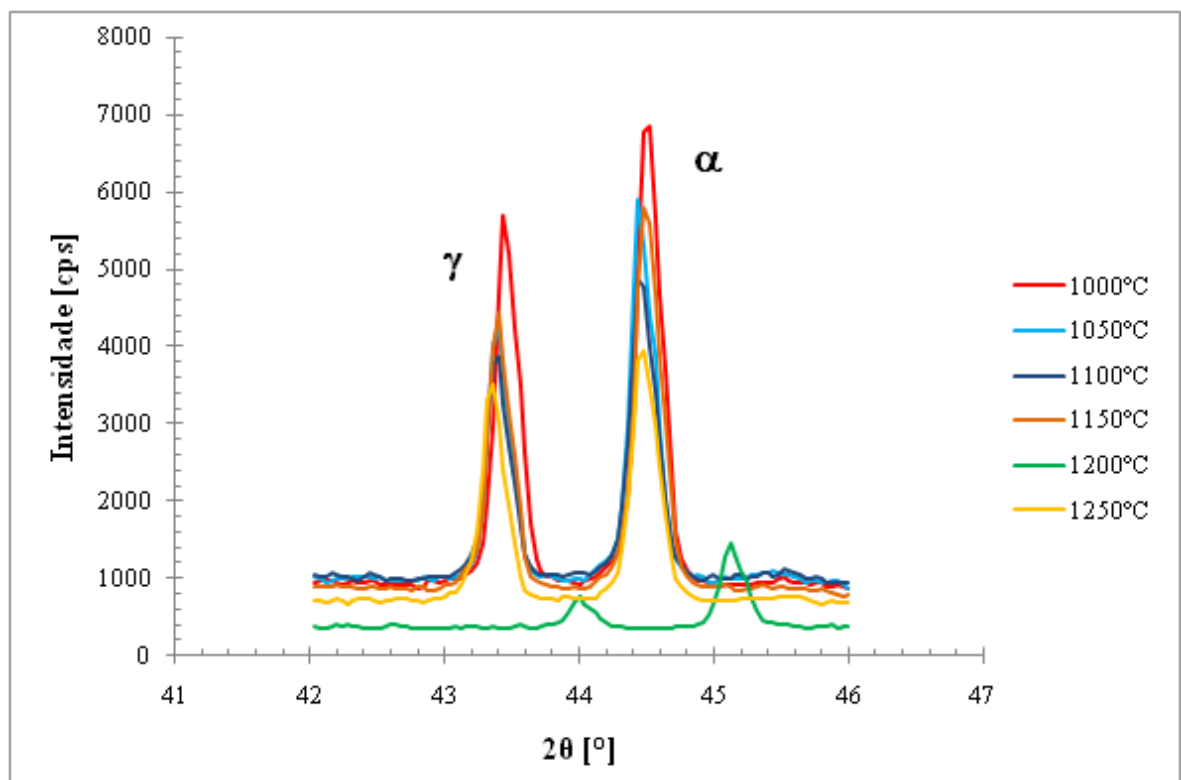


Figura 5.38. Espectros de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado em seis temperaturas diferentes, obtidos das seções longitudinais das amostras.

A figura 5.39 e a tabela 5.7 representam a variação da fração volumétrica de ferrita em função das diferentes temperaturas de solubilização a que foram submetidas as amostras, e a figura 5.40 apresenta a razão $I\alpha / I\gamma$, mostrando a linearidade desta relação entre os picos, que também pode ser vista na tabela 5.8.

Observando a figura 5.39 e a tabela 5.7 observa-se que como resultado destes ensaios não se obteve a tendência crescente esperada, uma vez que os pontos que compõem o gráfico estão dispersos. Da figura 5.40 nota-se também que não há linearidade entre os pontos.

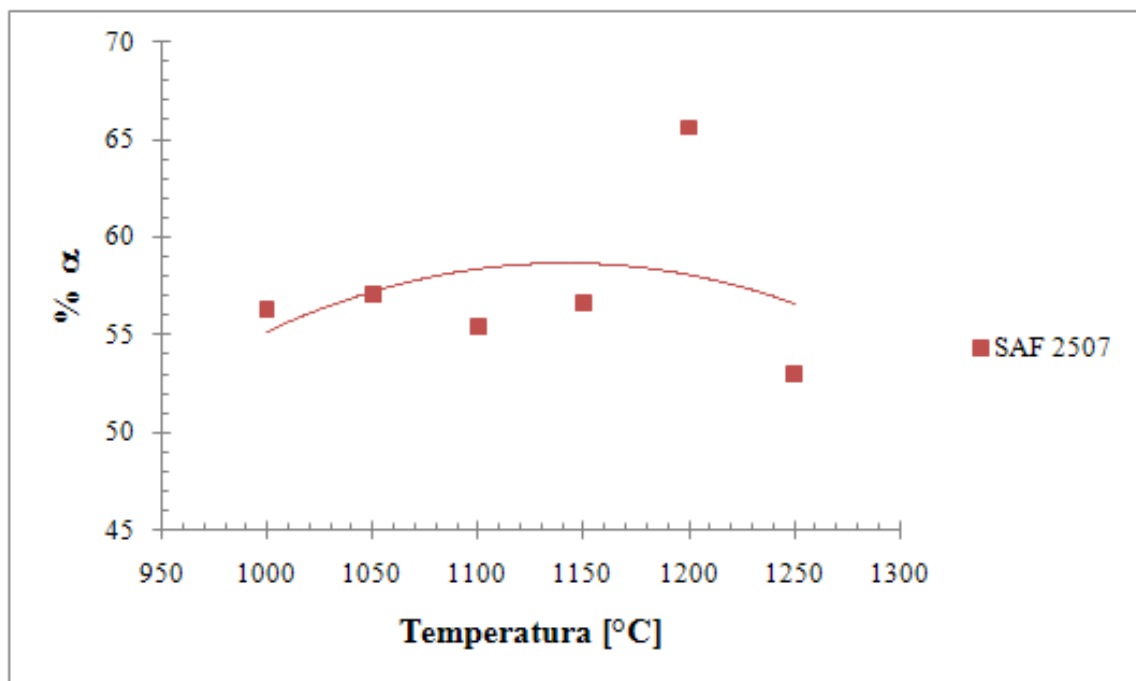


Figura 5.39. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida da quantificação de fases utilizando difratometria de raios-X nas seções longitudinais das amostras, para o aço SAF 2507.

Tabela 5.7. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida da quantificação de fases utilizando difratometria de raios-X nas seções longitudinais das amostras, para o aço SAF 2507.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
% α	56,33	57,05	55,45	56,65	65,60	52,97

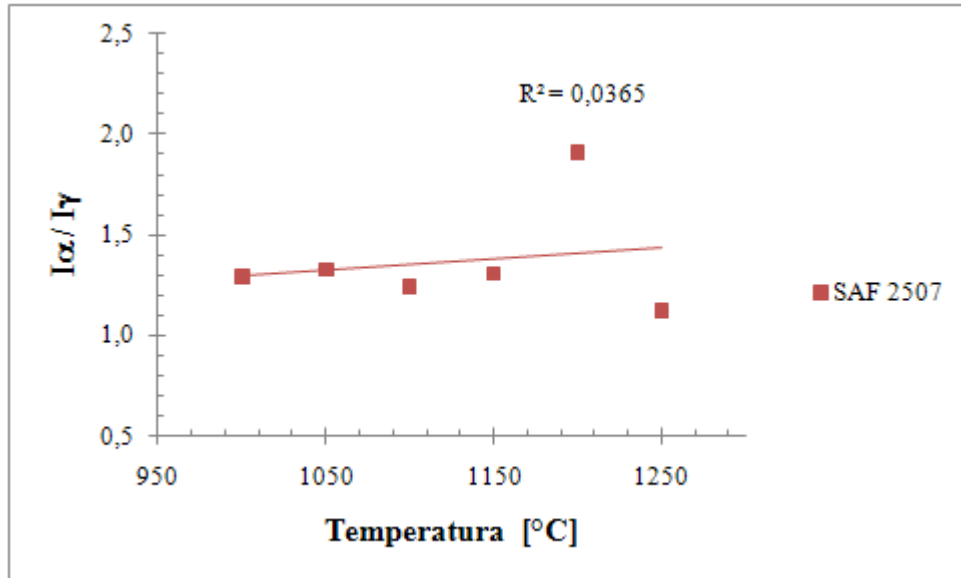


Figura 5.40. Razão entre os picos (I_{α}/I_{γ}) em função da temperatura de solubilização para o aço SAF 2507, obtido das seções longitudinais das amostras.

Tabela 5.8. Razão entre os picos (I_{α}/I_{γ}) em função da temperatura de solubilização para o aço SAF 2507, obtido das seções longitudinais das amostras.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
I_{α} / I_{γ}	1,290	1,328	1,245	1,307	1,907	1,126

As figuras 5.41 a 5.46 representam os espectros referentes a cada temperatura de solubilização para o aço SAF 2205, obtidos das seções oblíquas das amostras, e a figura 5.47 apresenta todos os espectros sobrepostos.

Observando estas figuras, nota-se que, assim como os ensaios nas amostras longitudinais, a intensidade do pico referente à ferrita se apresenta maior que a intensidade do pico referente à austenita para todas as temperaturas de solubilização.

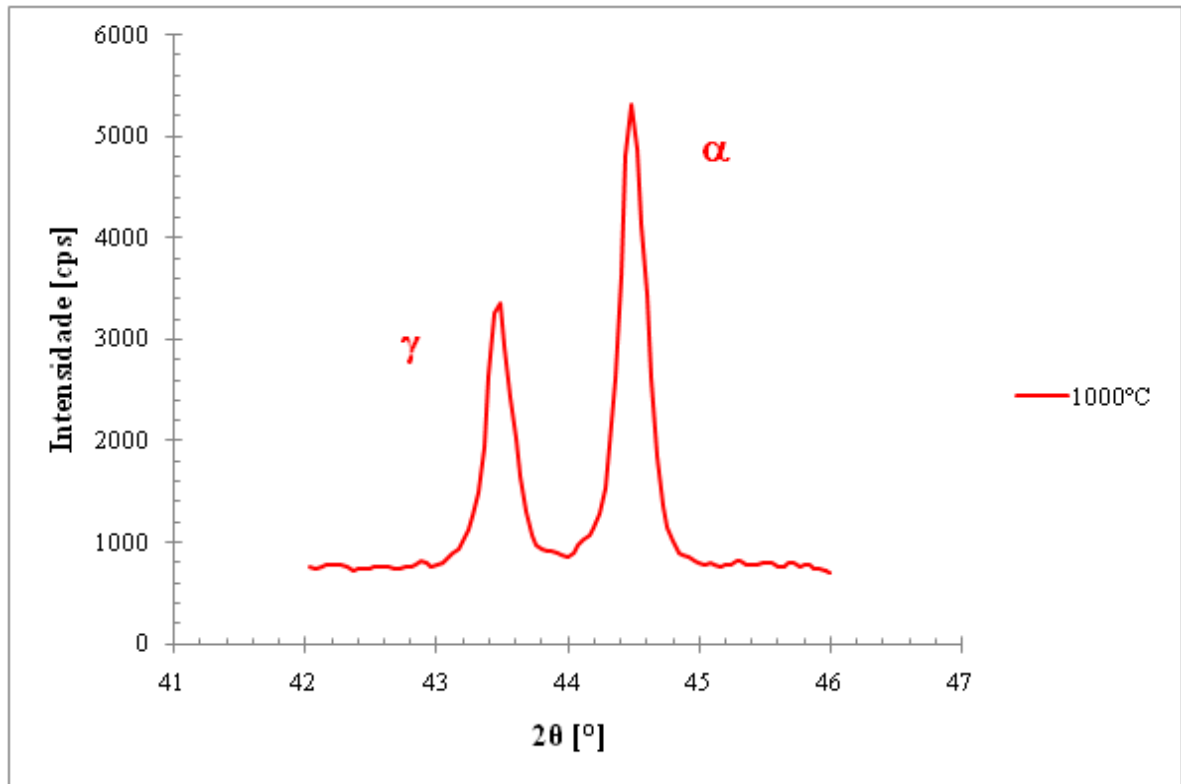


Figura 5.41. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1000°C por 1 hora, obtido da seção oblíqua da amostra.

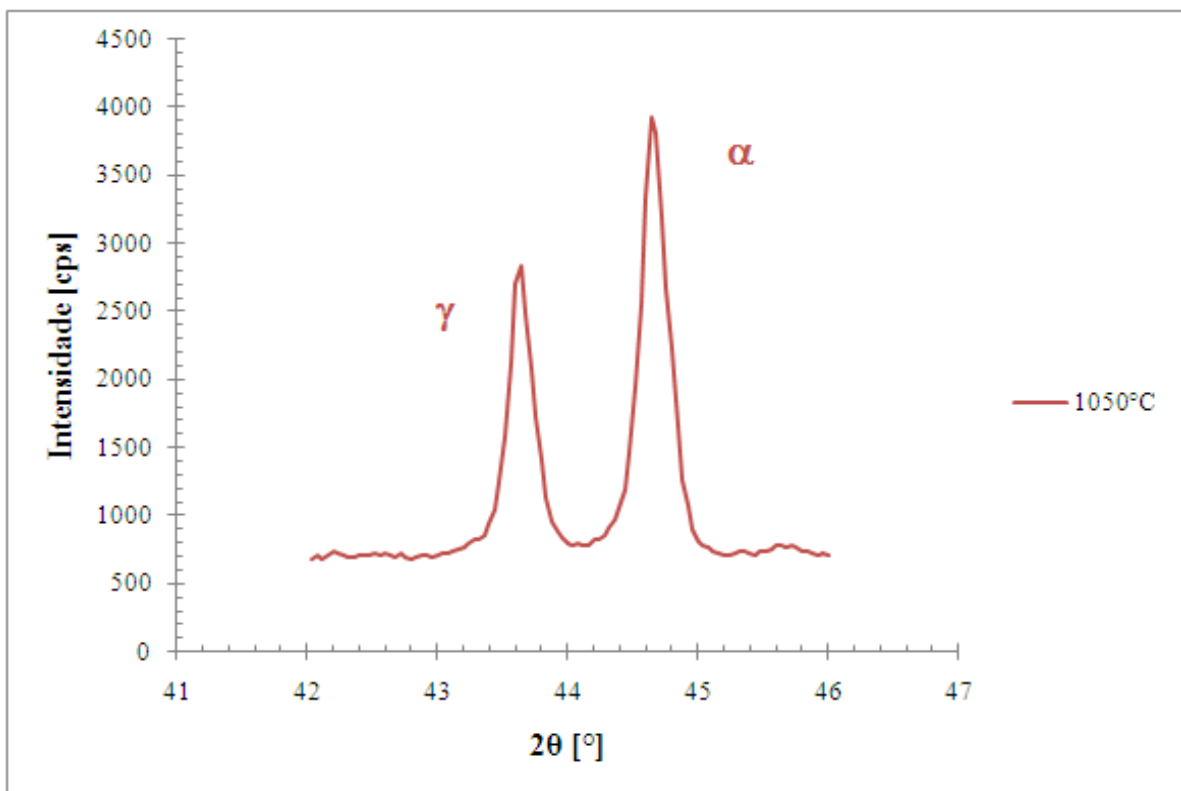


Figura 5.42. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1050°C por 1 hora, obtido da seção oblíqua da amostra.

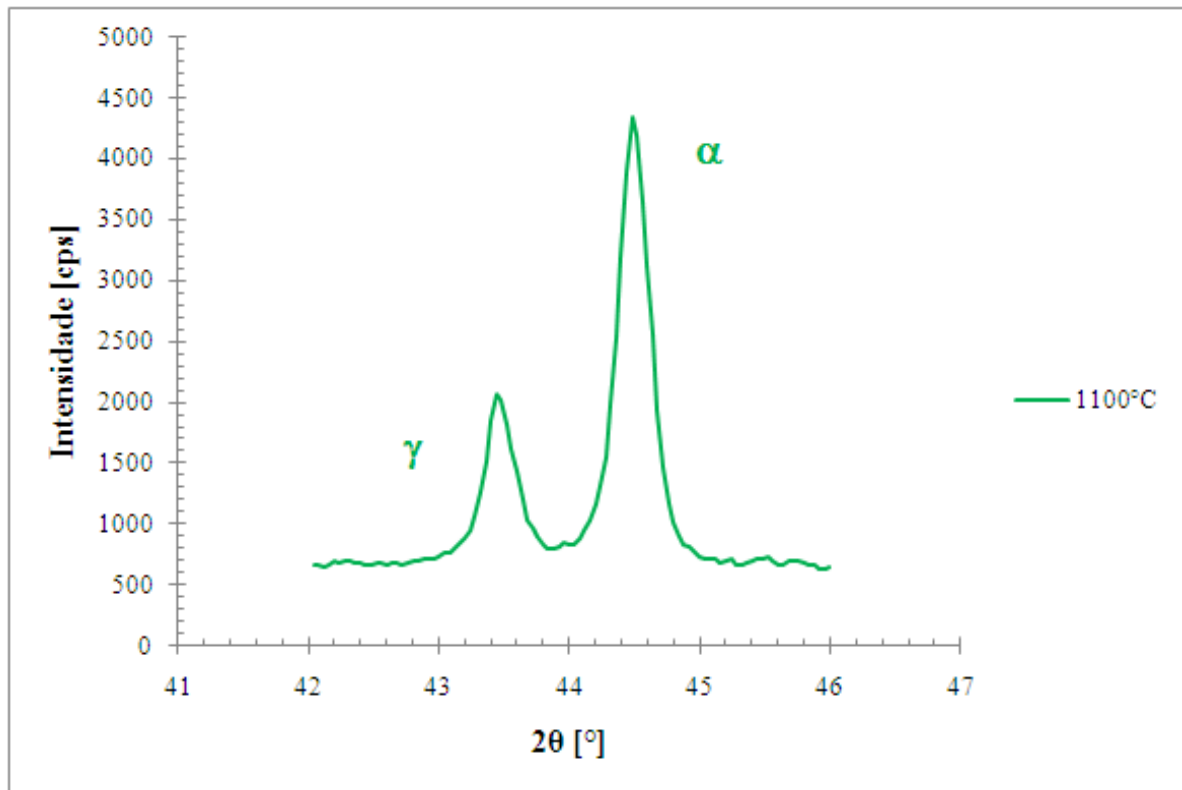


Figura 5.43. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1100°C por 1 hora, obtido da seção oblíqua da amostra.

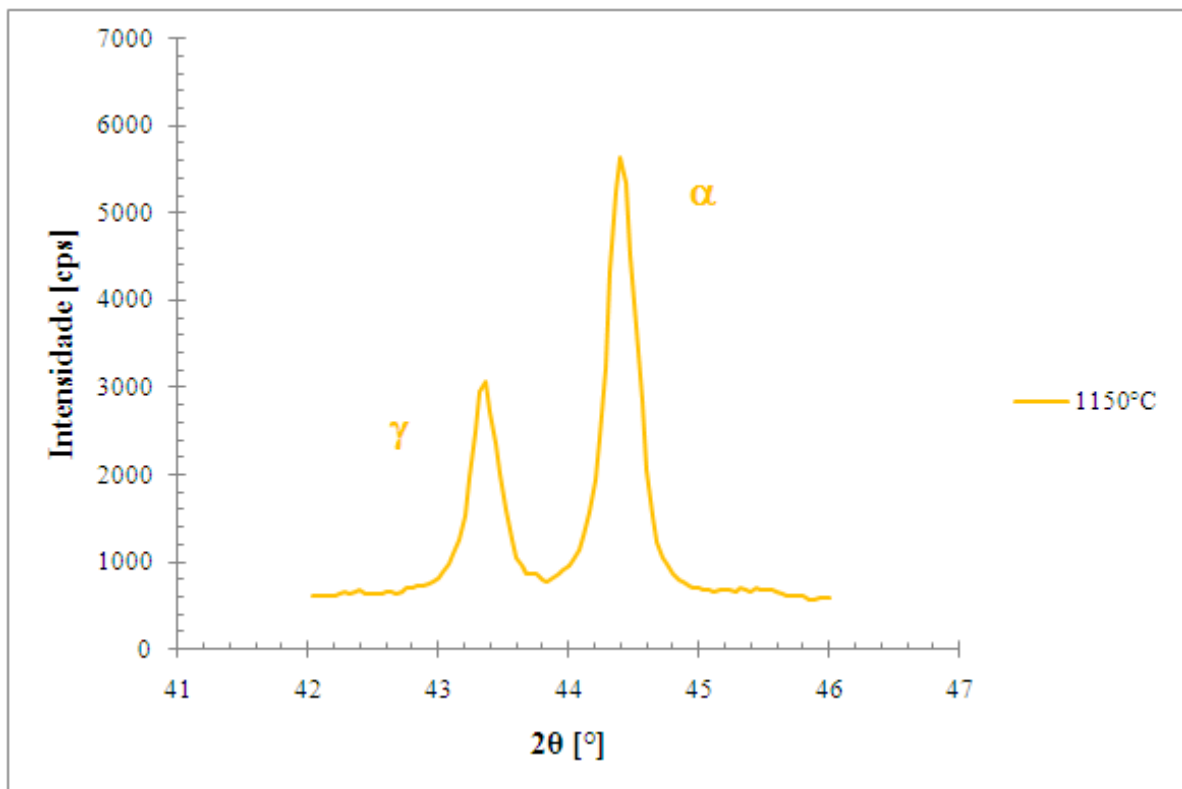


Figura 5.44. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1150°C por 1 hora, obtido da seção oblíqua da amostra.

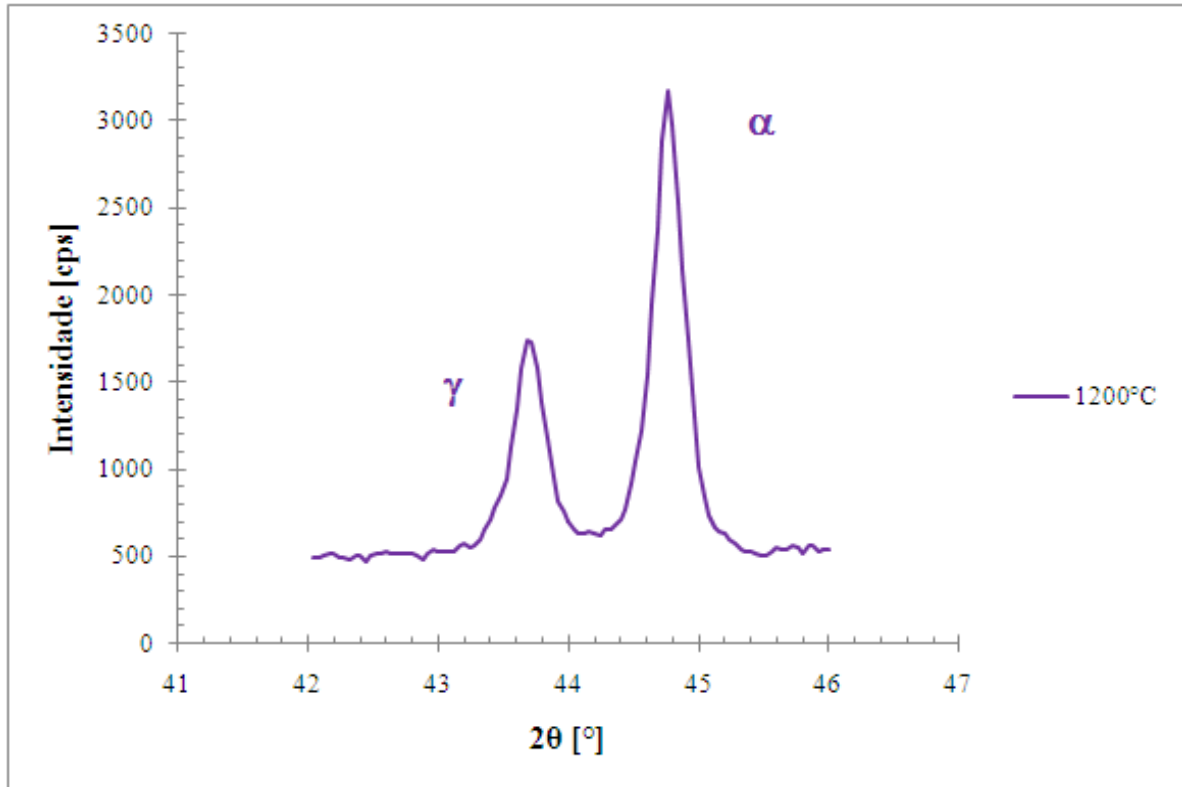


Figura 5.45. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1200°C por 1 hora, obtido da seção oblíqua da amostra.

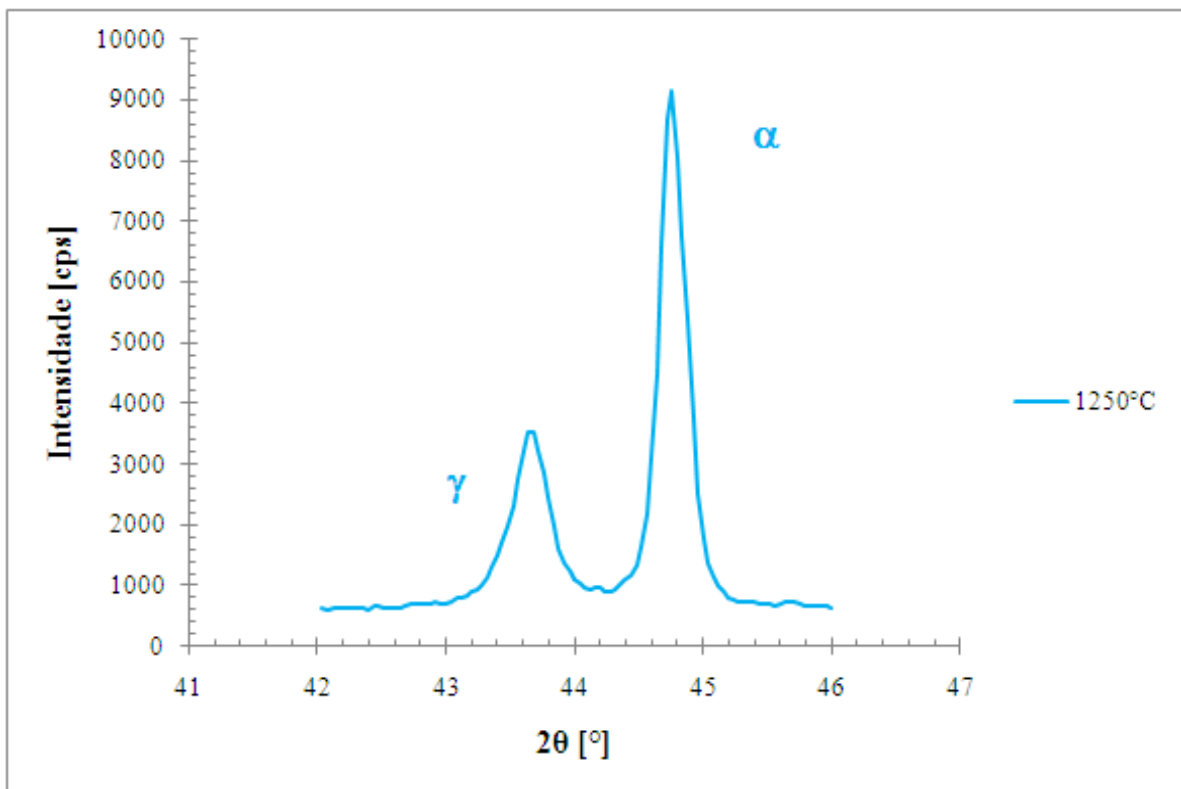


Figura 5.46. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado a 1250°C por 1 hora, obtido da seção oblíqua da amostra.

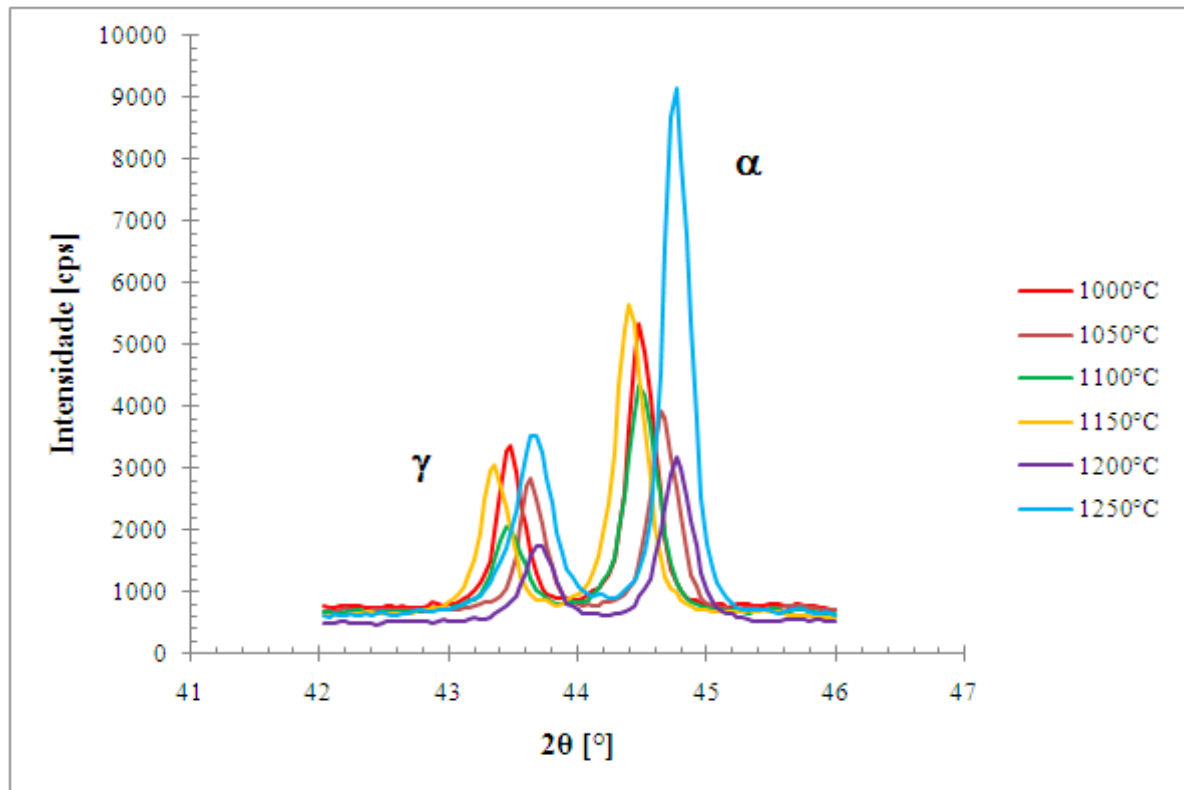


Figura 5.47. Espectros de difração de raios-X para o aço SAF 2205 solubilizado em seis temperaturas diferentes, obtidos das seções oblíquas das amostras.

A figura 5.48 e a tabela 5.9 representam a variação da fração volumétrica de ferrita em função das diferentes temperaturas de solubilização a que foram submetidas as amostras, e a figura 5.49 apresenta a razão I_{α} / I_{γ} , mostrando a linearidade desta relação entre os picos, que também pode ser vista na tabela 5.10.

Observando a figura 5.48 e a tabela 5.9 observa-se a tendência crescente esperada, no entanto não há uniformidade na tendência, uma vez que alguns pontos se destacam muito da mesma. A figura 5.49 mostra a baixa linearidade da razão entre os picos, justificando também a falta de uniformidade.

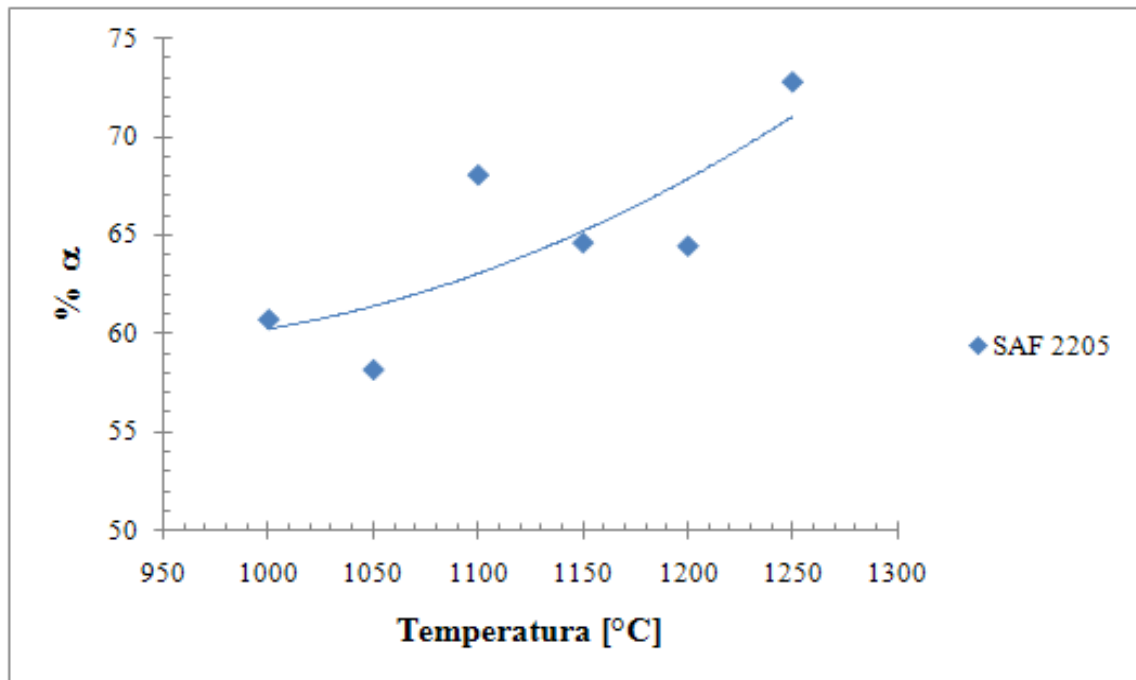


Figura 5.48. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida da quantificação de fases utilizando difratometria de raios-X nas seções oblíquas das amostras, para o aço SAF 2205.

Tabela 5.9. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida da quantificação de fases utilizando difratometria de raios-X nas seções oblíquas das amostras, para o aço SAF 2205.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
% α	60,72	58,18	68,04	64,61	64,44	72,75

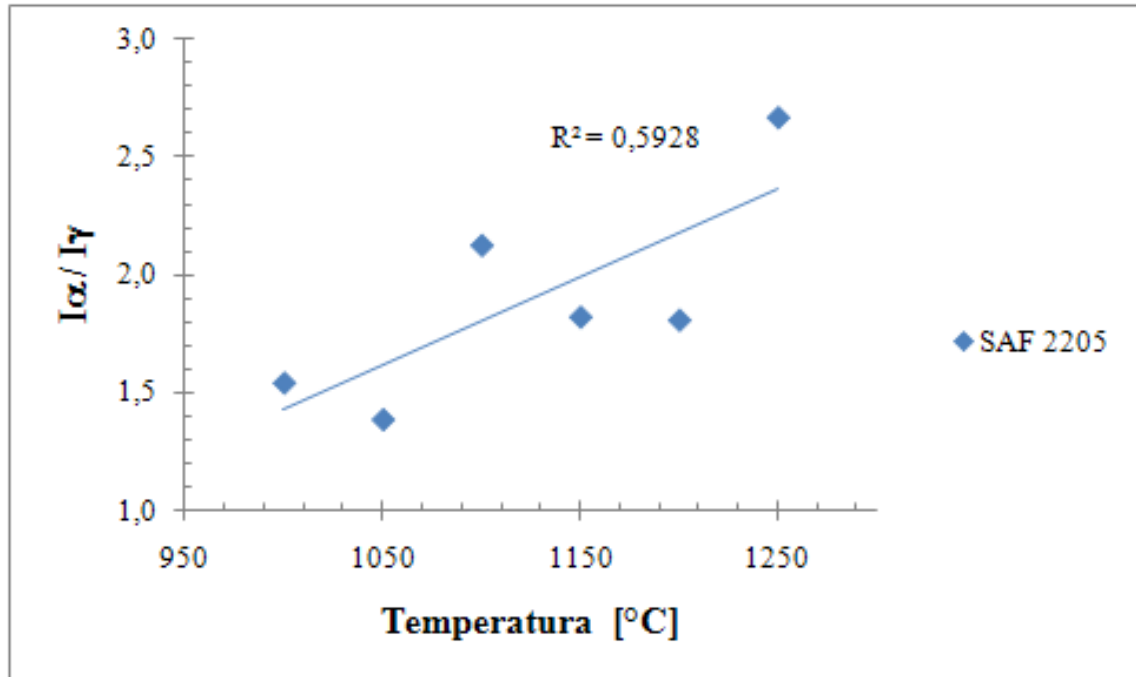


Figura 5.49. Razão entre os picos (I_{α}/I_{γ}) em função da temperatura de solubilização para o aço SAF 2205, obtido das seções oblíquas das amostras.

Tabela 5.10. Razão entre os picos (I_{α}/I_{γ}) em função da temperatura de solubilização para o aço SAF 2205, obtido das seções oblíquas das amostras.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
I_{α} / I_{γ}	1,546	1,391	2,129	1,825	1,812	2,670

As figuras 5.50 a 5.55 representam os espectros referentes a cada temperatura de solubilização para o aço SAF 2507, obtidos das seções oblíquas das amostras, e a figura 5.56 apresenta todos os espectros sobrepostos.

Observando estas figuras, nota-se que para as temperaturas de 1000°C, 1050°C e 1100°C o pico referente à austenita apresenta-se maior que o pico referente à ferrita, enquanto que nas temperaturas de 1150°C, 1200°C e 1250°C ocorre o inverso. Esta inversão dos picos é esperada, devido ao aumento da fração volumétrica de ferrita com o aumento da temperatura de solubilização. No entanto esta inversão não se apresenta de forma gradativa e uniforme, como o esperado.

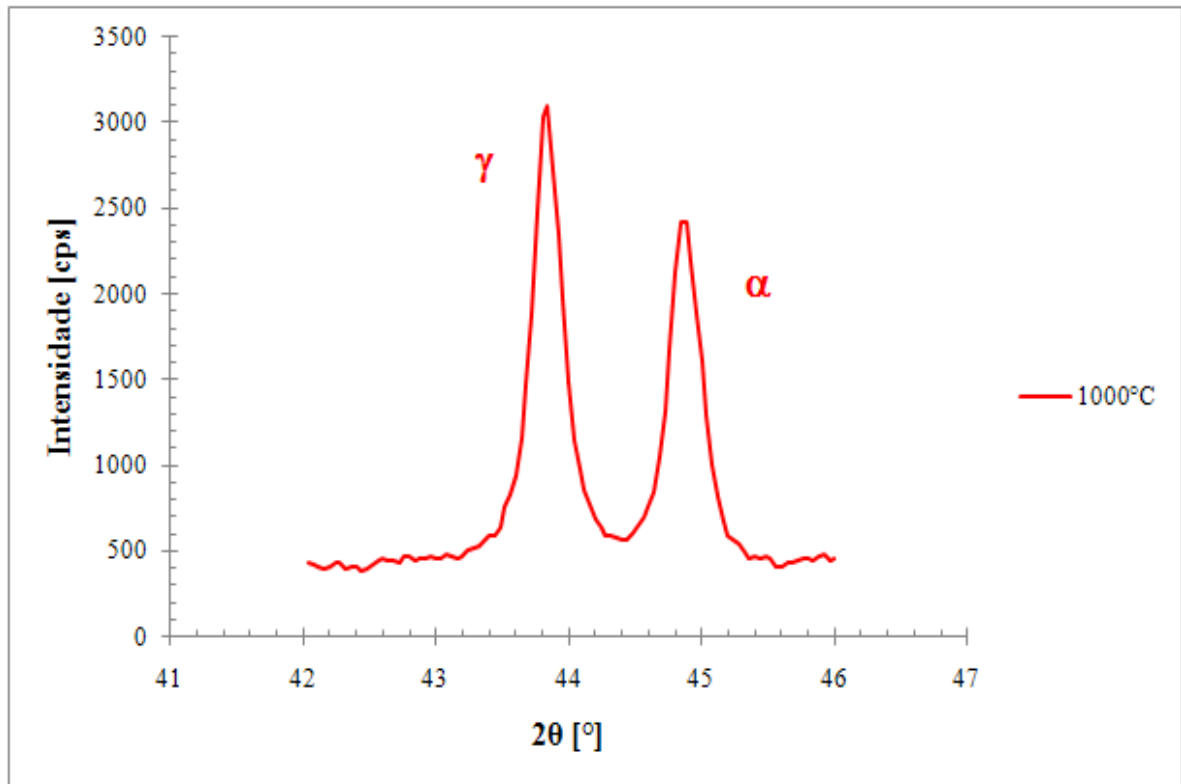


Figura 5.50. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1000°C por 1 hora, obtido da seção oblíqua da amostra.

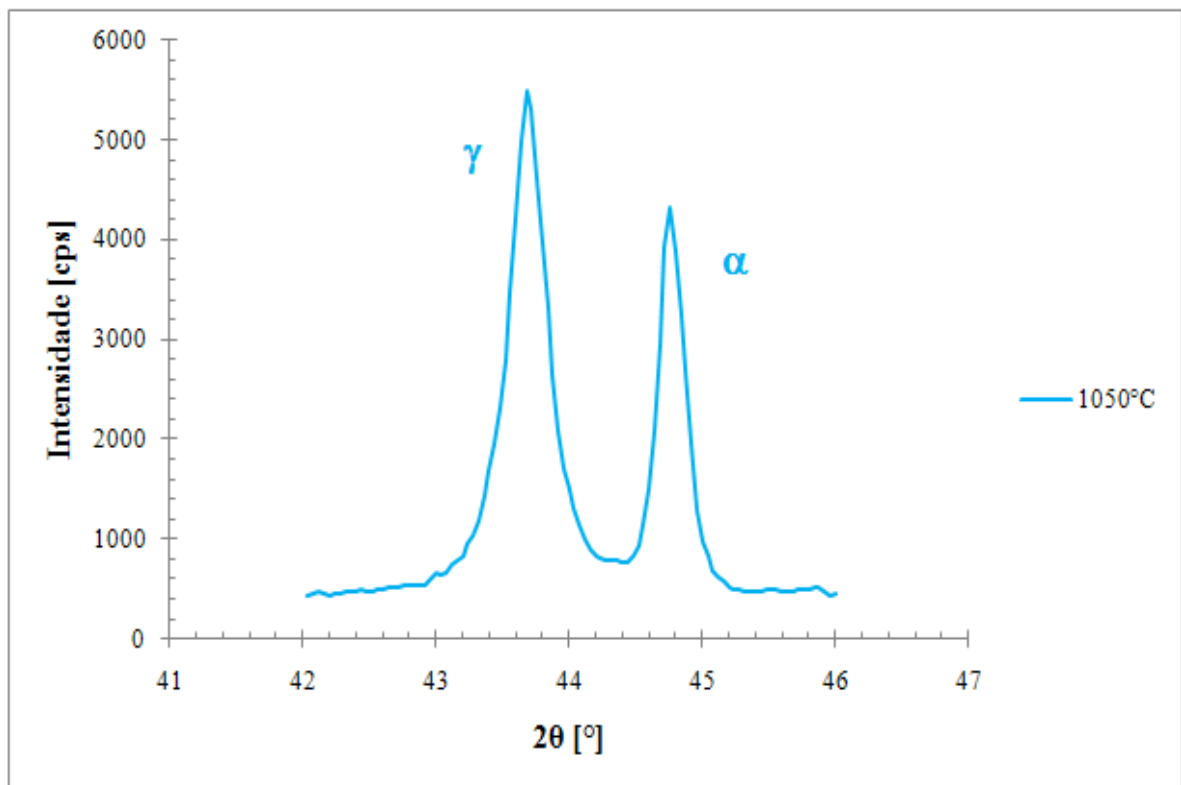


Figura 5.51. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1050°C por 1 hora, obtido da seção oblíqua da amostra.

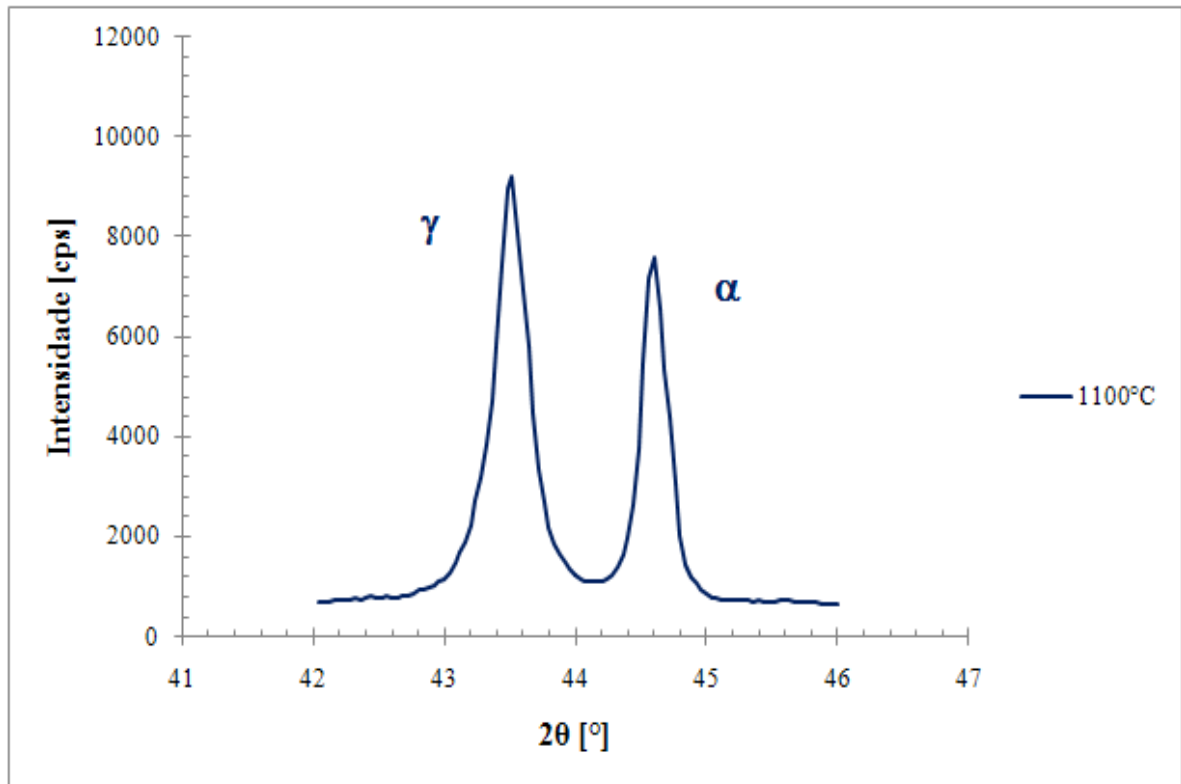


Figura 5.52. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1100°C por 1 hora, obtido da seção oblíqua da amostra.

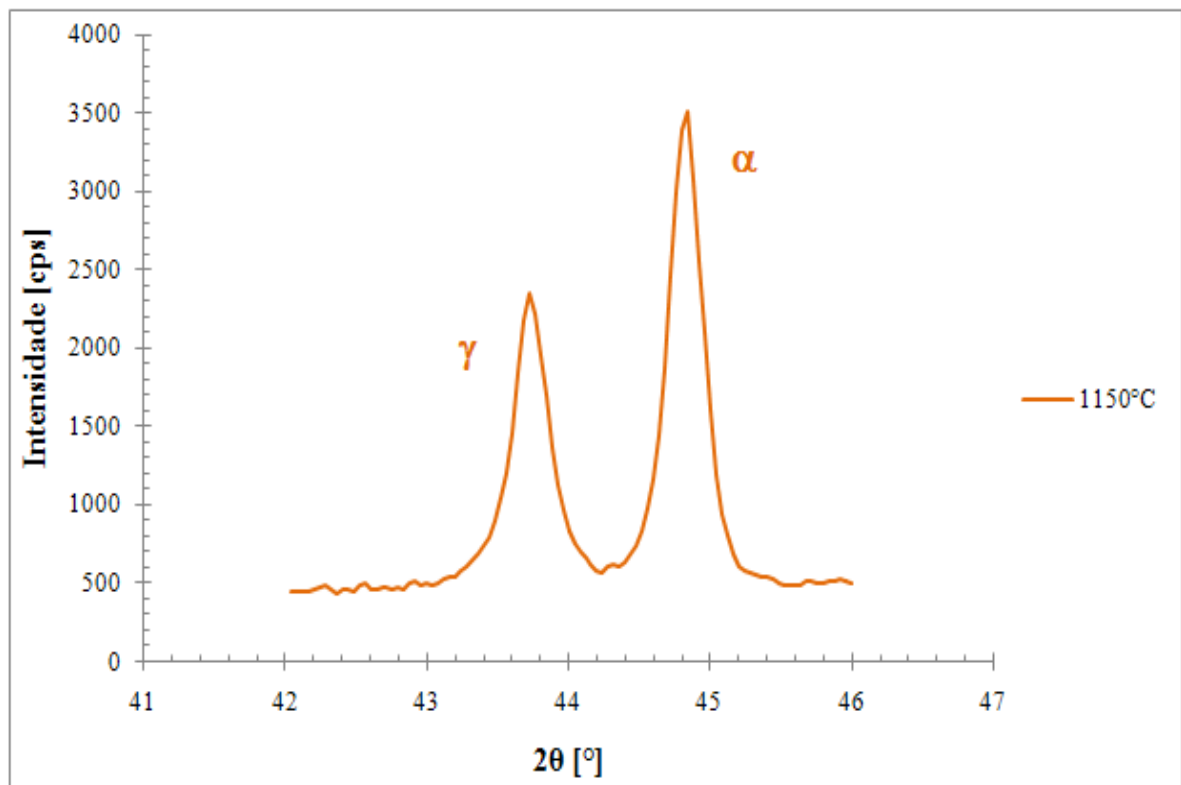


Figura 5.53. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1150°C por 1 hora, obtido da seção oblíqua da amostra.

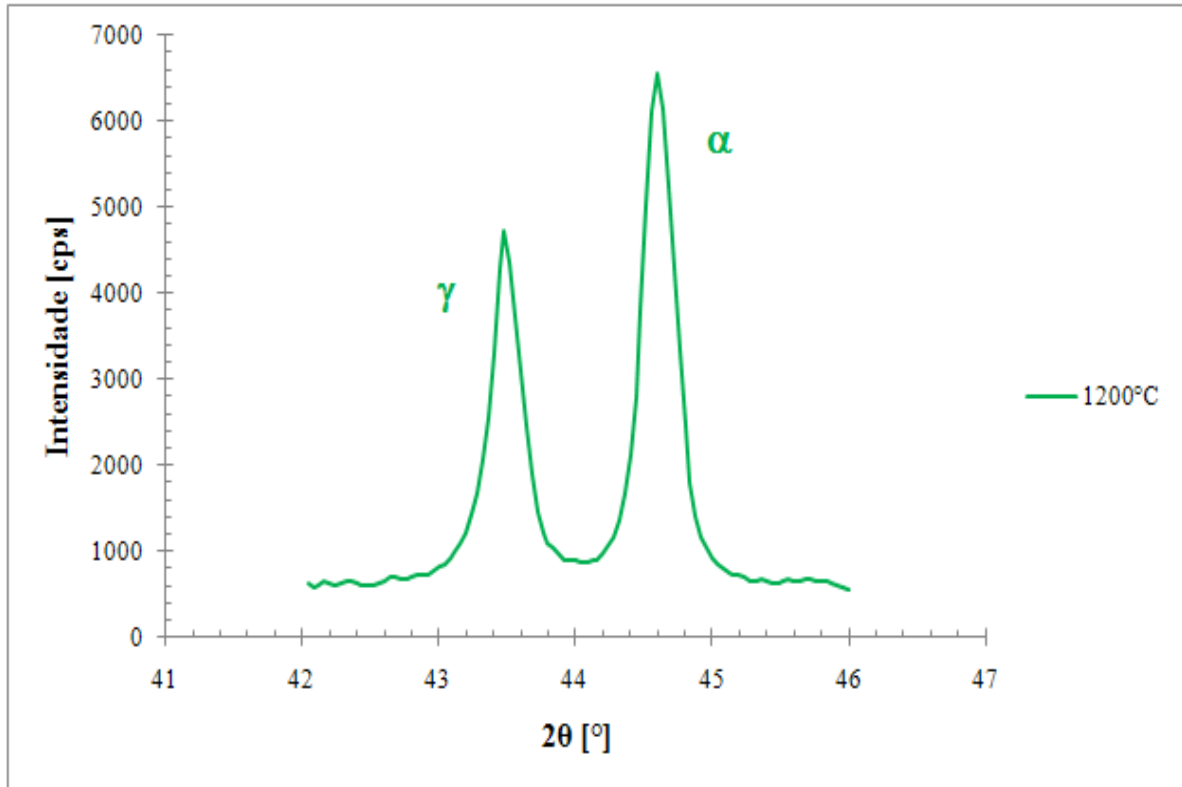


Figura 5.54. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1200°C por 1 hora, obtido da seção oblíqua da amostra.

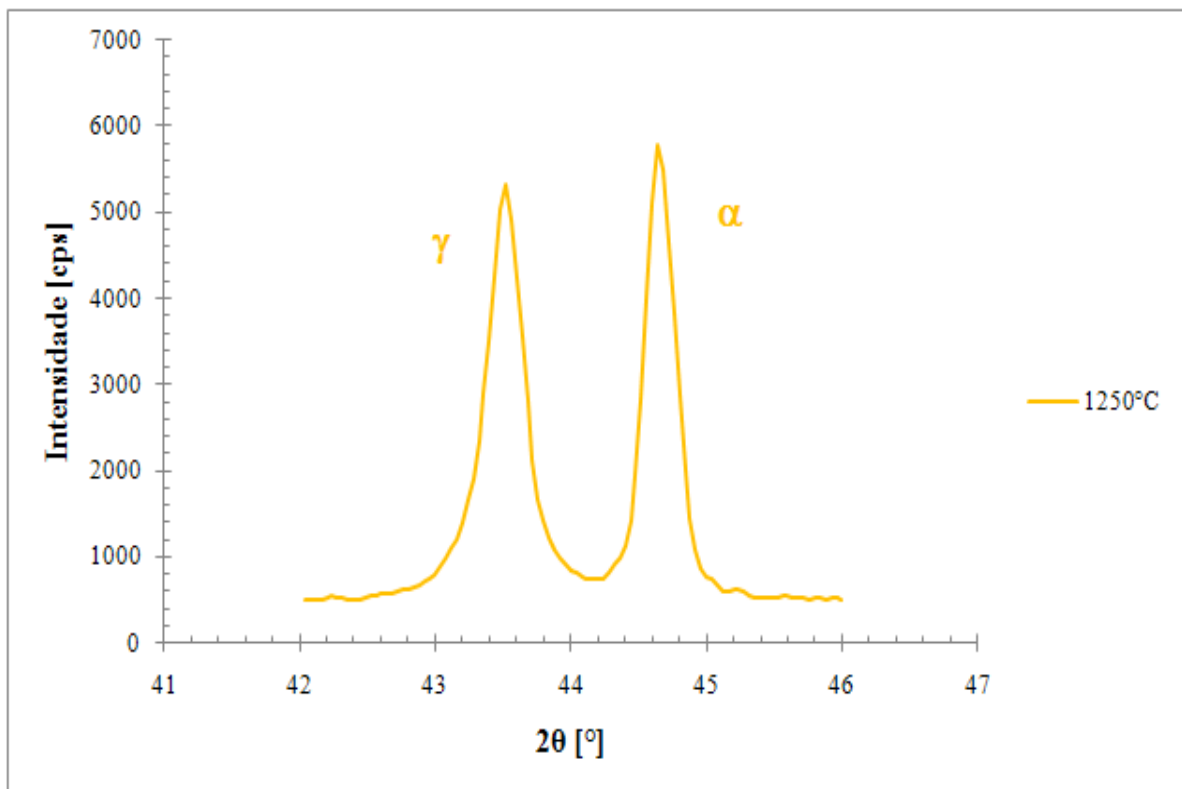


Figura 5.55. Espectro de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado a 1250°C por 1 hora, obtido da seção oblíqua da amostra.

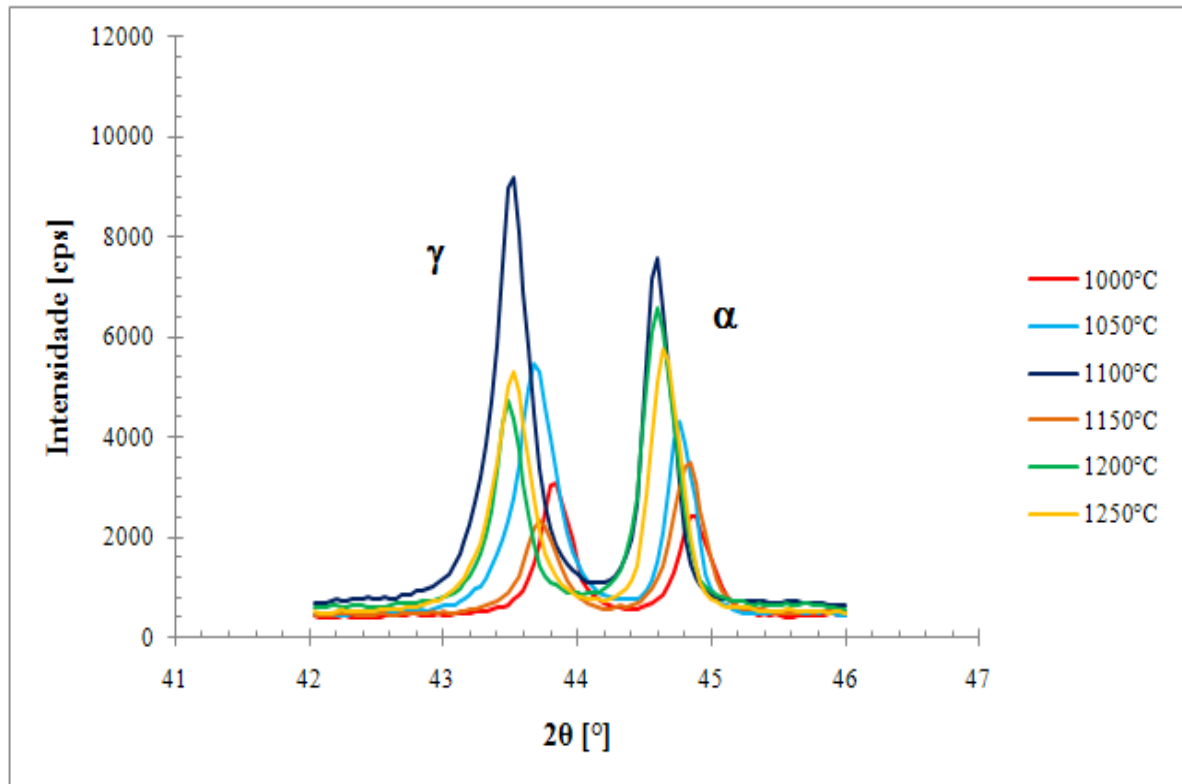


Figura 5.56. Espectros de difração de raios-X para o aço SAF 2507 solubilizado em seis temperaturas diferentes, obtidos das seções oblíquas das amostras.

A figura 5.57 e a tabela 5.11 representam a variação da fração volumétrica de ferrita em função das diferentes temperaturas de solubilização a que foram submetidas as amostras, e a figura 5.58 apresenta a razão I_{α} / I_{γ} , mostrando a linearidade desta relação entre os picos, que também pode ser vista na tabela 5.12.

Observando a figura 5.57 e a tabela 5.11 observa-se a tendência crescente esperada, no entanto não há uniformidade na tendência, uma vez que alguns pontos se destacam muito da mesma, assim como nos ensaios das seções oblíquas para o SAF 2205. A figura 5.49 mostra a baixa linearidade da razão entre os picos, justificando também a falta de uniformidade.

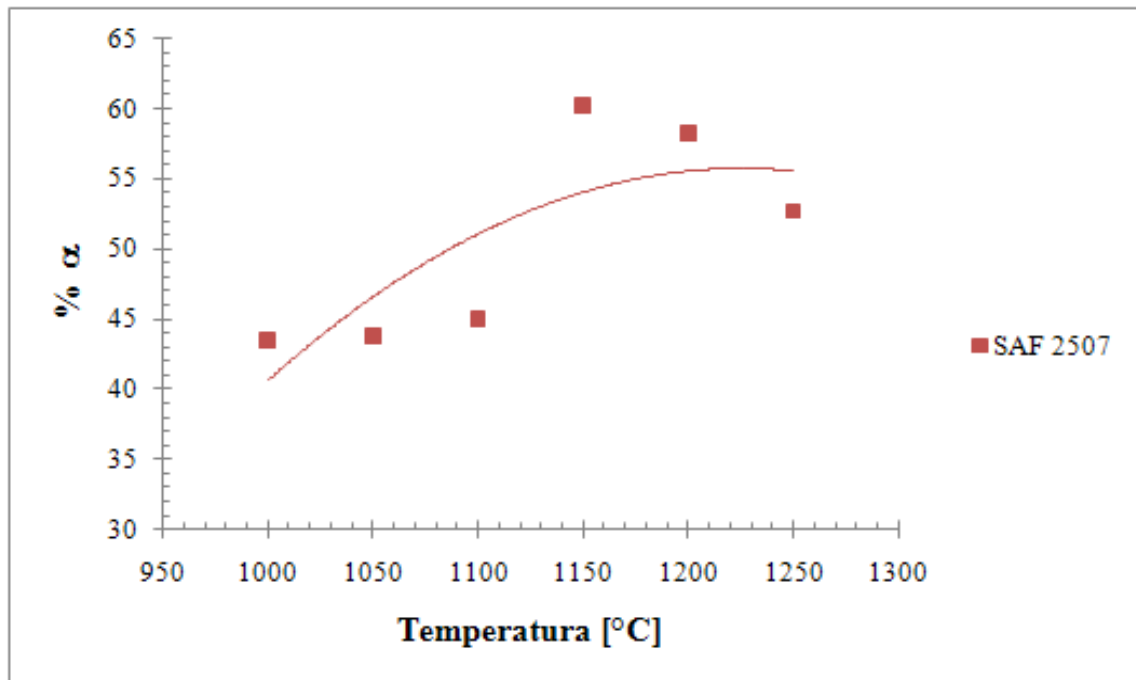


Figura 5.57. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida da quantificação de fases utilizando difratometria de raios-X nas seções oblíquas das amostras, para o aço SAF 2507.

Tabela 5.11. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida da quantificação de fases utilizando difratometria de raios-X nas seções oblíquas das amostras, para o aço SAF 2507.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
% α	43,49	43,76	44,98	60,19	58,23	52,71

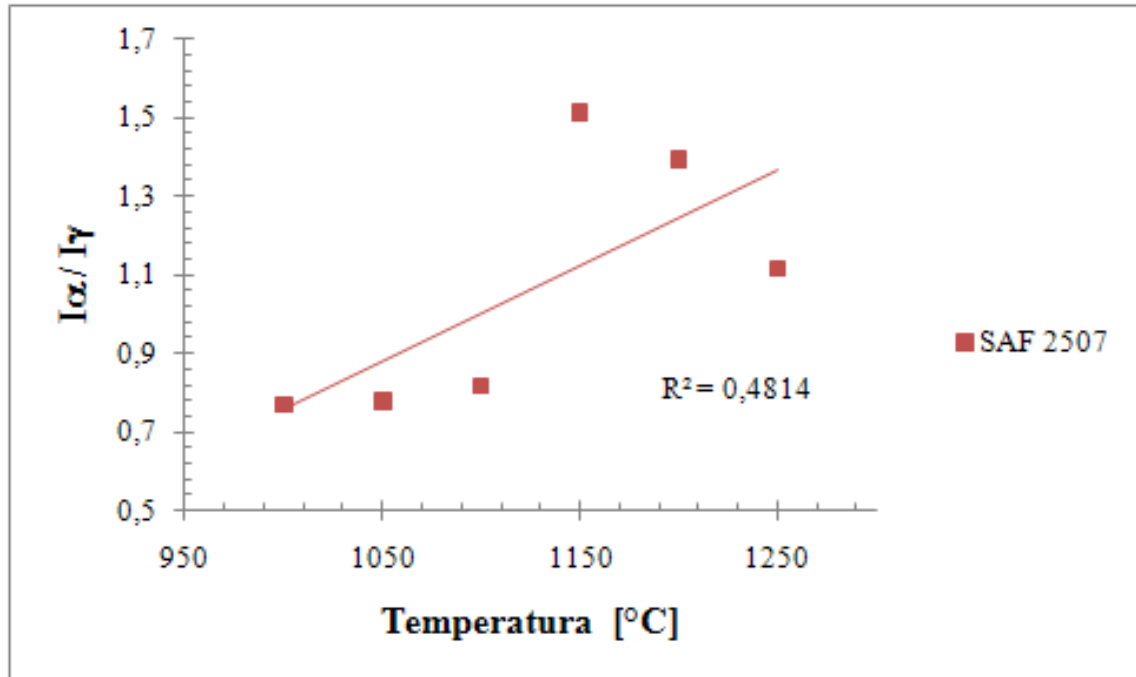


Figura 5.58. Razão entre os picos (I α /I γ) em função da temperatura de solubilização para o aço SAF 2507, obtido das seções oblíquas das amostras.

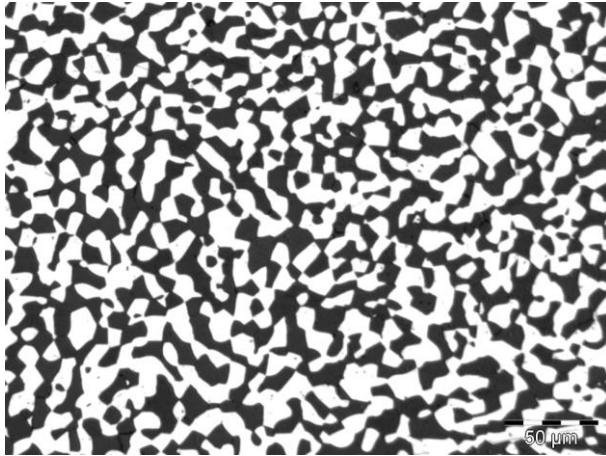
Tabela 5.12. Razão entre os picos (I α /I γ) em função da temperatura de solubilização para o aço SAF 2507, obtido das seções oblíquas das amostras.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
I α / I γ	0,769	0,778	0,818	1,512	1,394	1,115

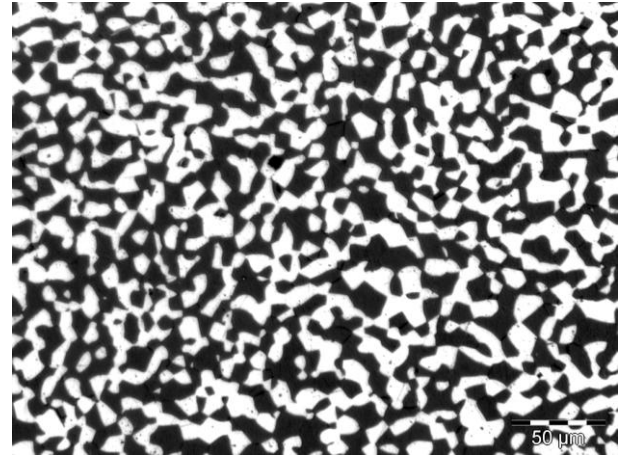
5.2 Microscopia óptica

Após preparação metalográfica e ataque na solução *Behara* modificado, conforme descrito no item 4.4.2 do presente trabalho, pôde-se observar e analisar por estereologia quantitativa as microestruturas obtidas. Nas micrografias 5.1 a 5.3 pode-se observar as microestruturas das seções transversais, longitudinais e oblíquas das amostras do aço SAF 2205, solubilizadas a 1000°C, 1050°C, 1100°C, 1150°C, 1200°C e 1250°C, por 1 hora. Nestas micrografias apresentam-se as fases ferrita (escura) e austenita (clara).

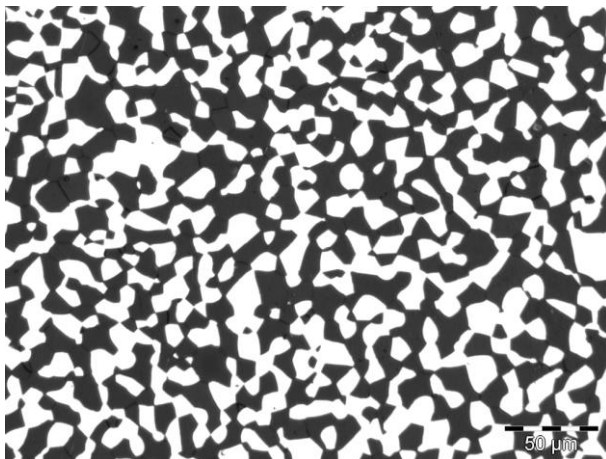
A partir destas micrografias, nota-se que com o aumento da temperatura de solubilização do material tem-se um aumento no tamanho dos grãos do mesmo, assim como na quantidade de grãos de fase ferrita.



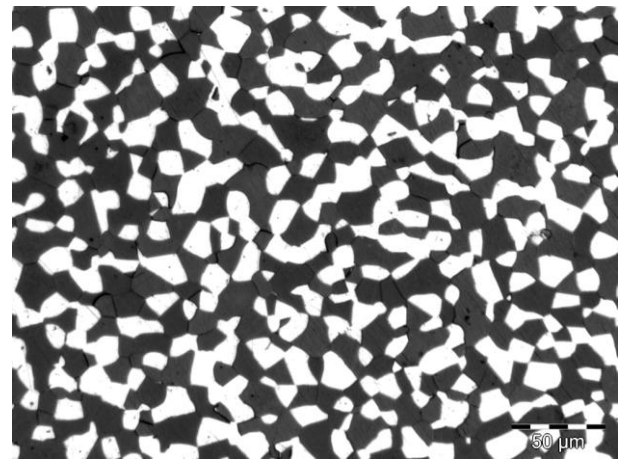
(a)



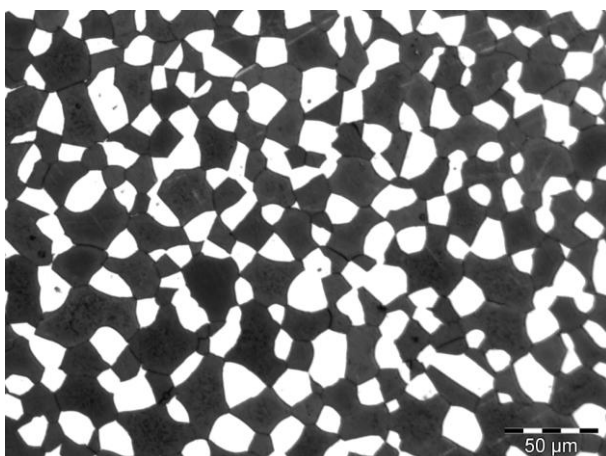
(b)



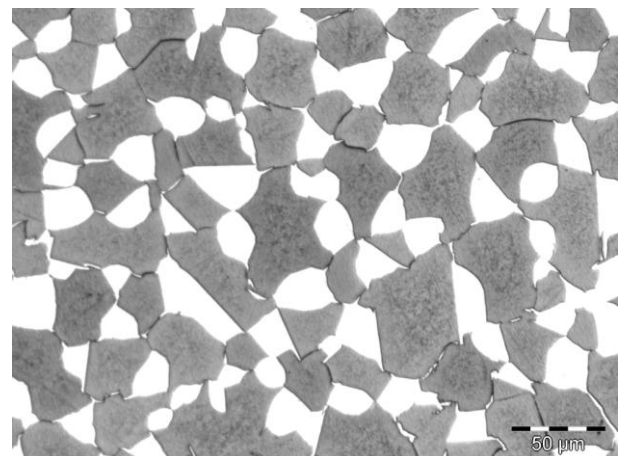
(c)



(d)

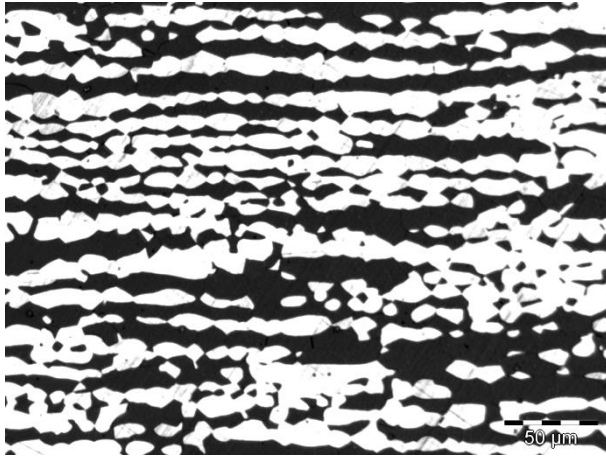


(e)



(f)

Micrografias 5.1. Amostras das seções transversais do aço SAF 2205 solubilizadas a (a) 1000°C, (b) 1050°C, (c) 1100°C, (d) 1150°C, (e) 1200°C e (f) 1250°C, por 1 hora. Ataque: Behara modificado.



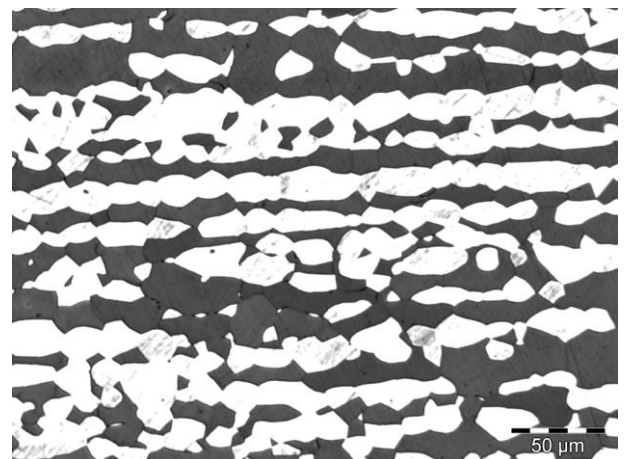
(a)



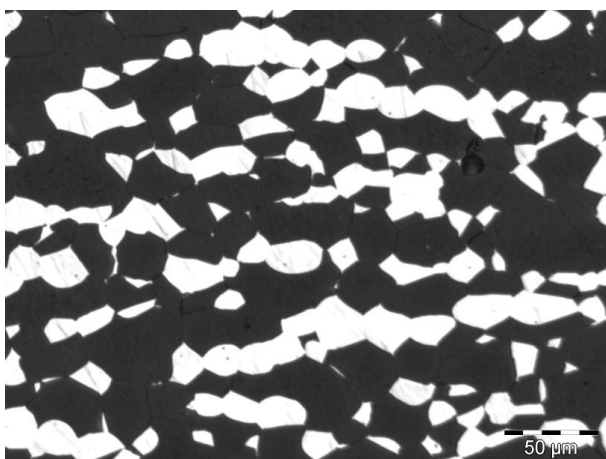
(b)



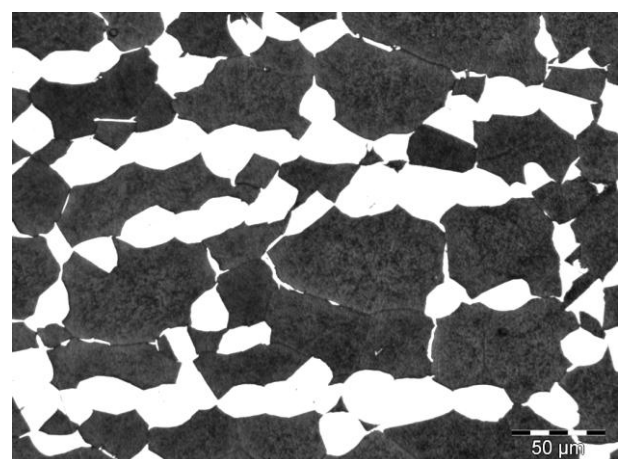
(c)



(d)

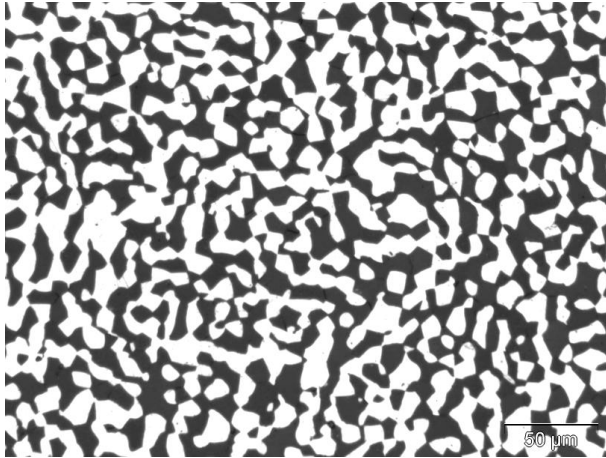


(e)

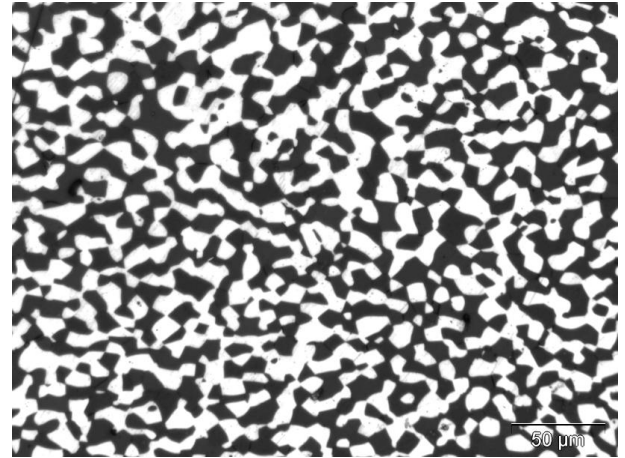


(f)

Micrografias 5.2. Amostras das seções longitudinais do aço SAF 2205 solubilizadas a (a) 1000°C, (b) 1050°C, (c) 1100°C, (d) 1150°C, (e) 1200°C e (f) 1250°C, por 1 hora. Ataque: Behara modificado.



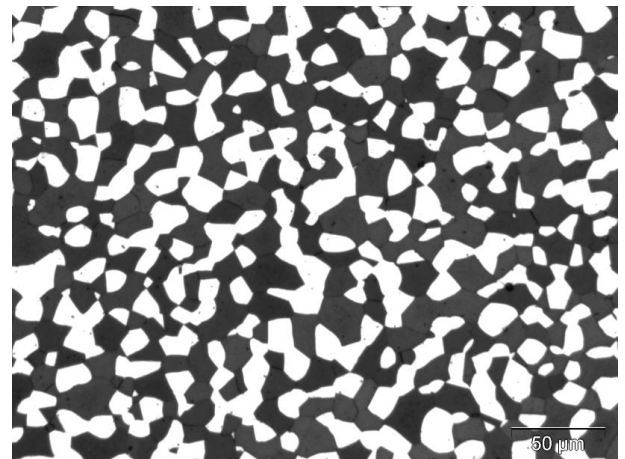
(a)



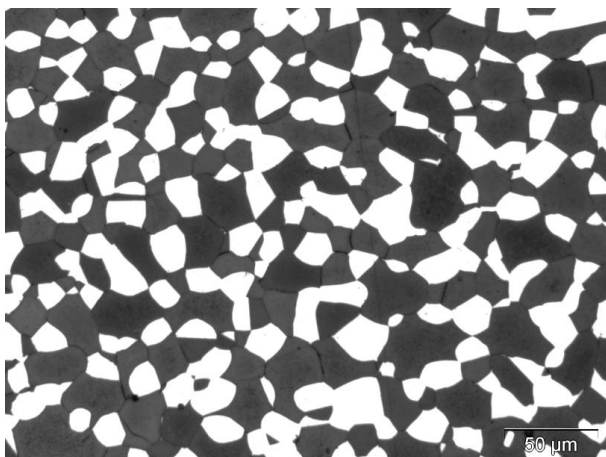
(b)



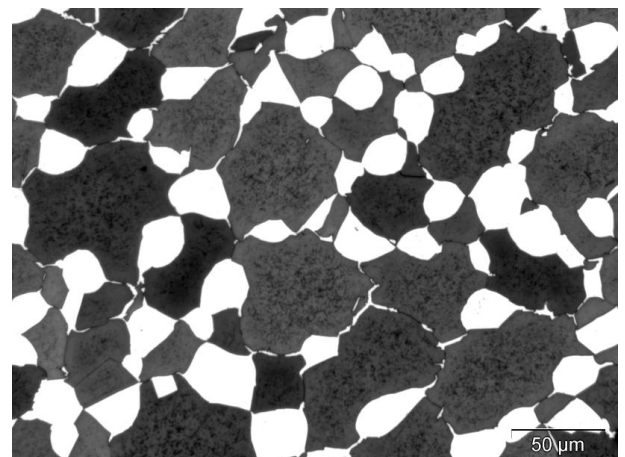
(c)



(d)



(e)

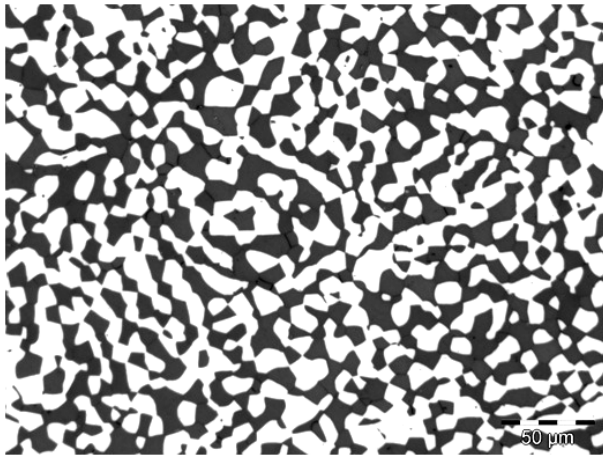


(f)

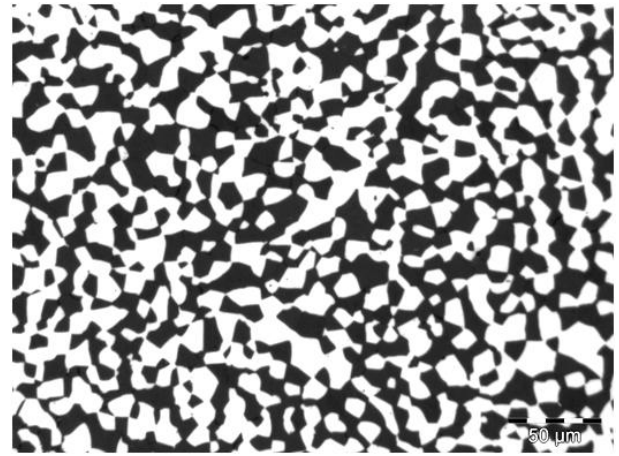
Micrografias 5.3. Amostras das seções oblíquas do aço SAF 2205 solubilizadas a (a) 1000°C, (b) 1050°C, (c) 1100°C, (d) 1150°C, (e) 1200°C e (f) 1250°C, por 1 hora. Ataque: Behara modificado.

Nas micrografias 5.4 a 5.6 pode-se observar as microestruturas das seções transversais das amostras do aço SAF 2507, solubilizadas respectivamente a 1000°C, 1050°C, 1100°C, 1150°C, 1200°C e 1250°C, por 1 hora.

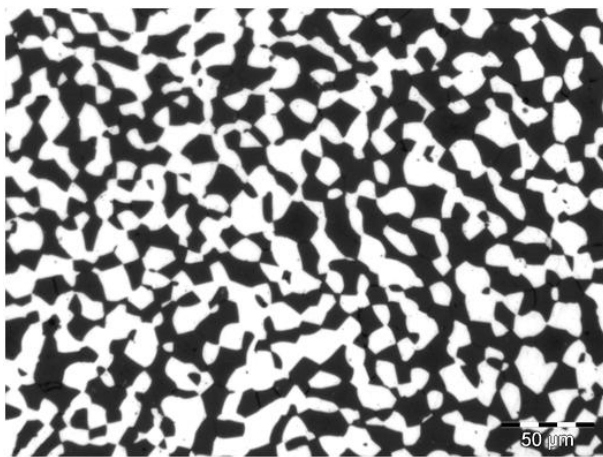
A partir destas micrografias, observa-se que o comportamento da microestrutura com o aumento da temperatura de solubilização é semelhante ao comportamento constatado no aço SAF 2205.



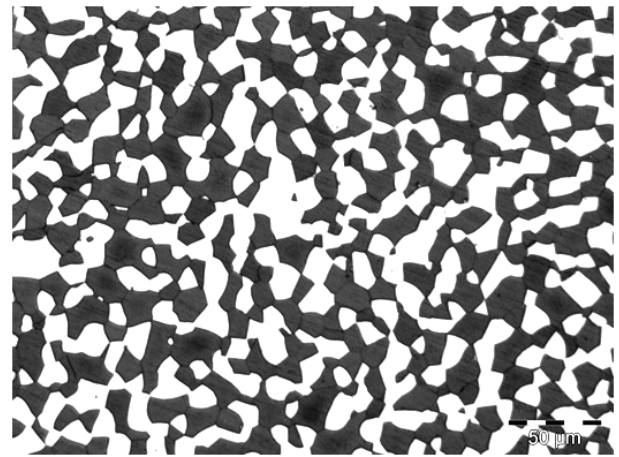
(a)



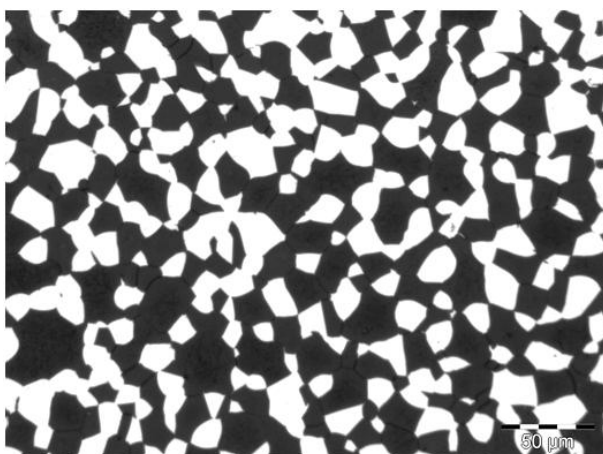
(b)



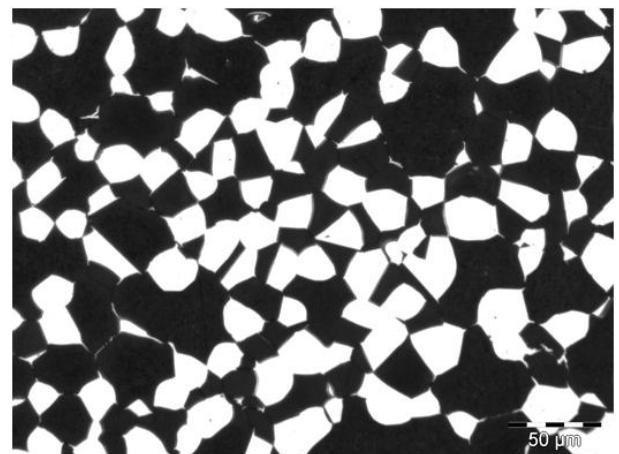
(c)



(d)

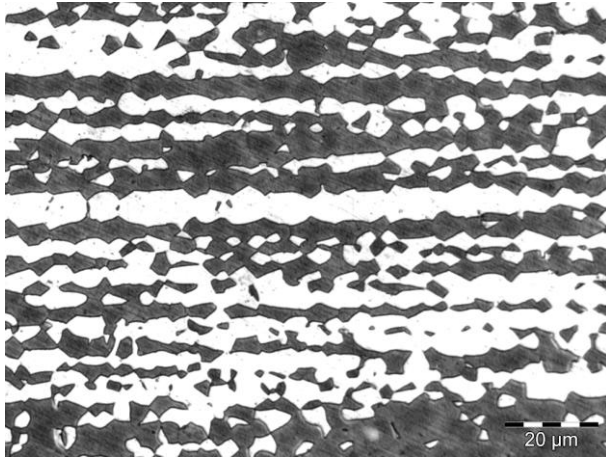


(e)

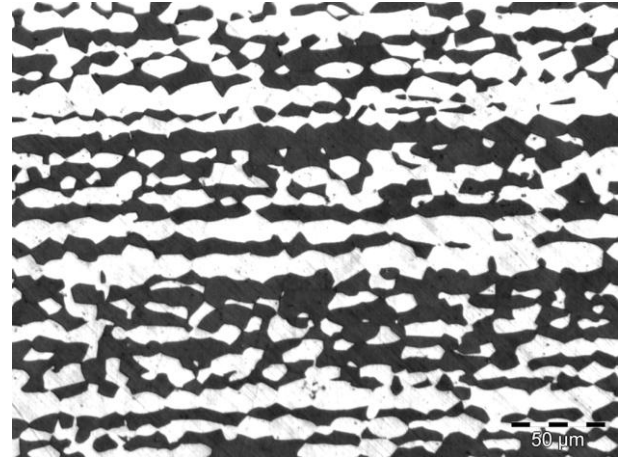


(f)

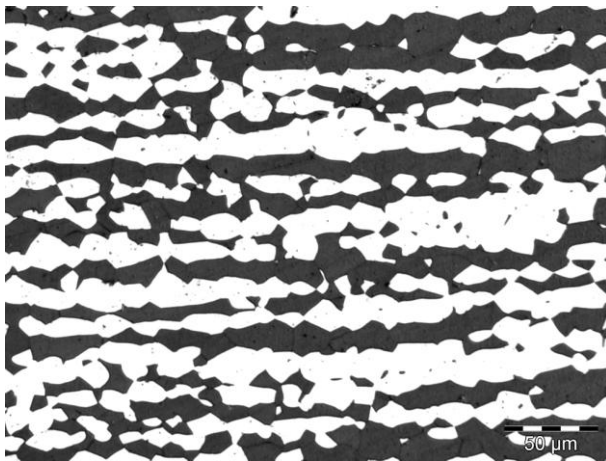
Micrografias 5.4. Amostras das seções transversais do aço SAF 2507 solubilizadas a (a) 1000°C, (b) 1050°C, (c) 1100°C, (d) 1150°C, (e) 1200°C e (f) 1250°C, por 1 hora. Ataque: Behara modificado.



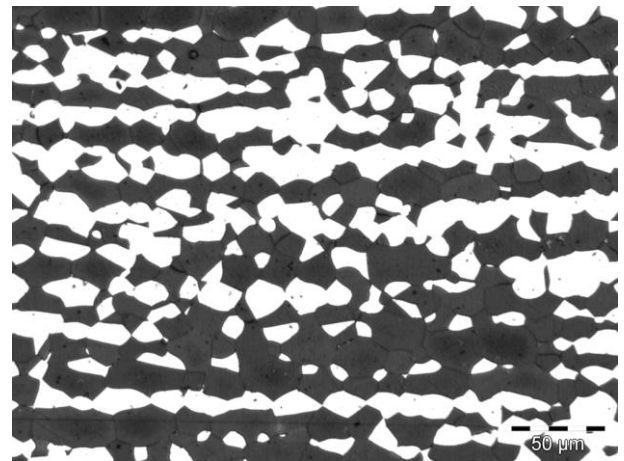
(a)



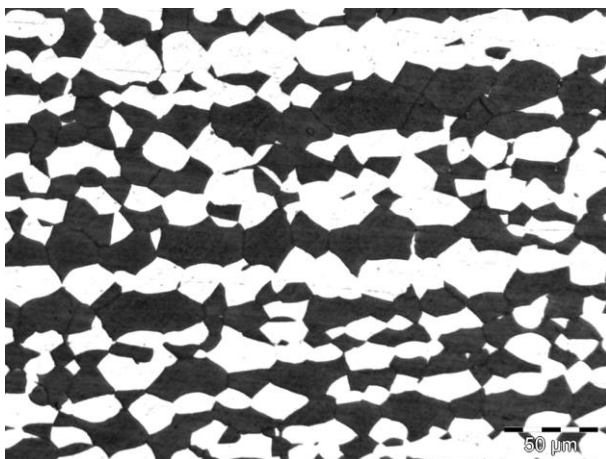
(b)



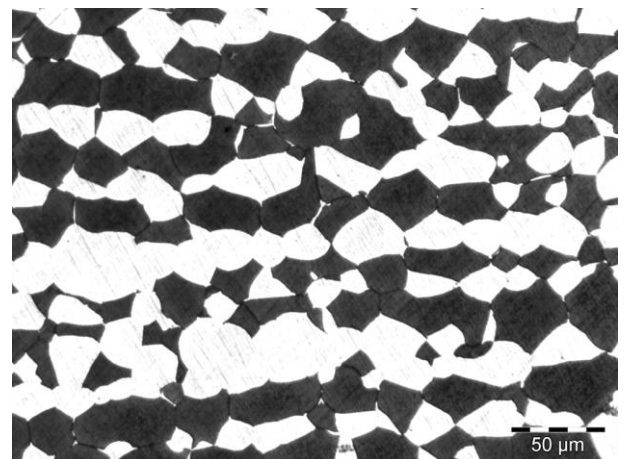
(c)



(d)

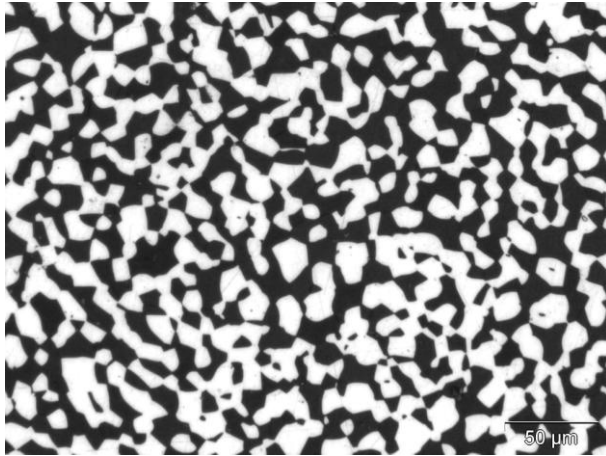


(e)

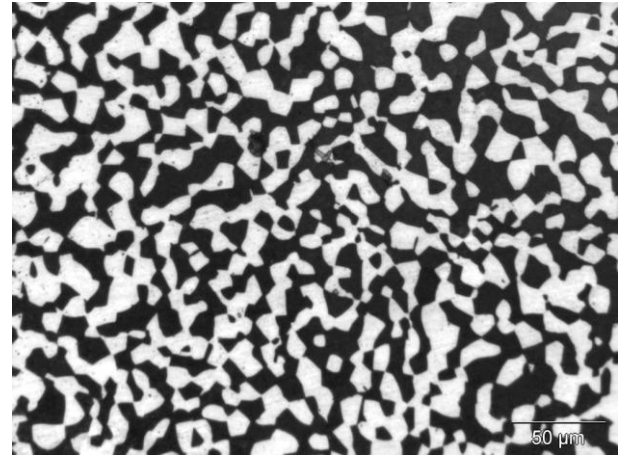


(f)

Micrografias 5.5. Amostras das seções longitudinais do aço SAF 2507 solubilizadas a (a) 1000°C, (b) 1050°C, (c) 1100°C, (d) 1150°C, (e) 1200°C e (f) 1250°C, por 1 hora. Ataque: Behara modificado.



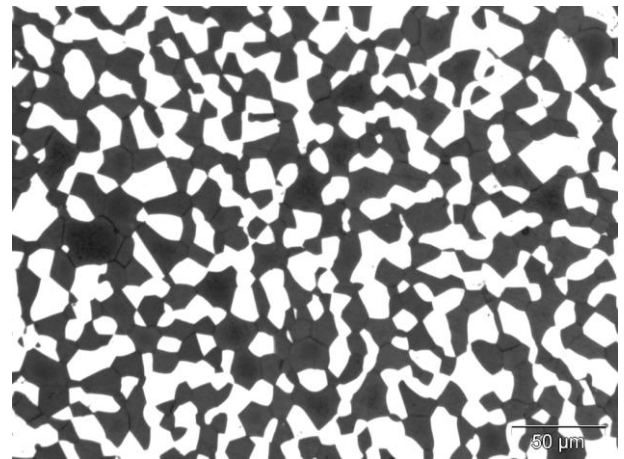
(a)



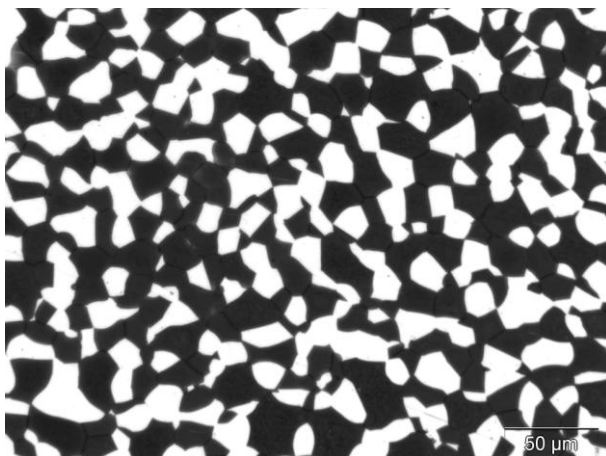
(b)



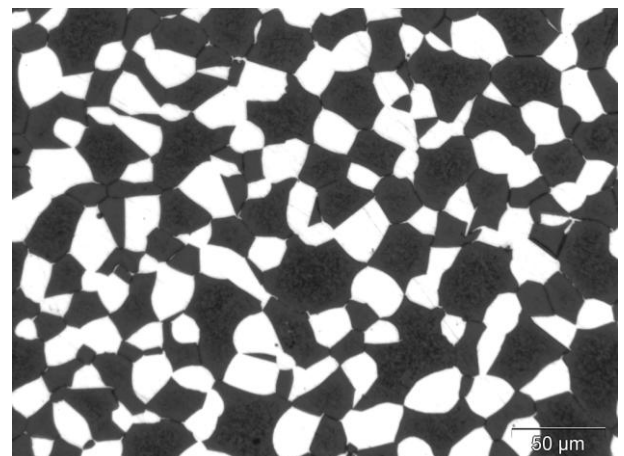
(c)



(d)



(e)



(f)

Micrografias 5.6. Amostras das seções oblíquas do aço SAF 2507 solubilizadas a (a) 1000°C, (b) 1050°C, (c) 1100°C, (d) 1150°C, (e) 1200°C e (f) 1250°C, por 1 hora. Ataque: Behara modificado.

As frações volumétricas de ferrita (% α) em função das diferentes temperaturas de solubilização (obtidas através de análise de estereologia quantitativa) nas seções transversais das amostras podem ser observadas nas tabelas 5.13 e 5.14 e a representação destas medições pode ser constatada na figura 5.59.

Tabela 5.13. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, medida através de análise de estereologia quantitativa nas seções transversais das amostras, para o aço SAF 2205.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
% α	52,96	52,11	56,89	61,15	65,74	75,70
Desvio padrão	0,56	1,27	0,91	1,53	1,20	2,26

Tabela 5.14. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, medida através de análise de estereologia quantitativa nas seções transversais das amostras, para o aço SAF 2507.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
% α	49,87	50,11	51,48	55,89	57,29	61,30
Desvio padrão	1,24	1,18	1,52	1,04	1,66	1,94

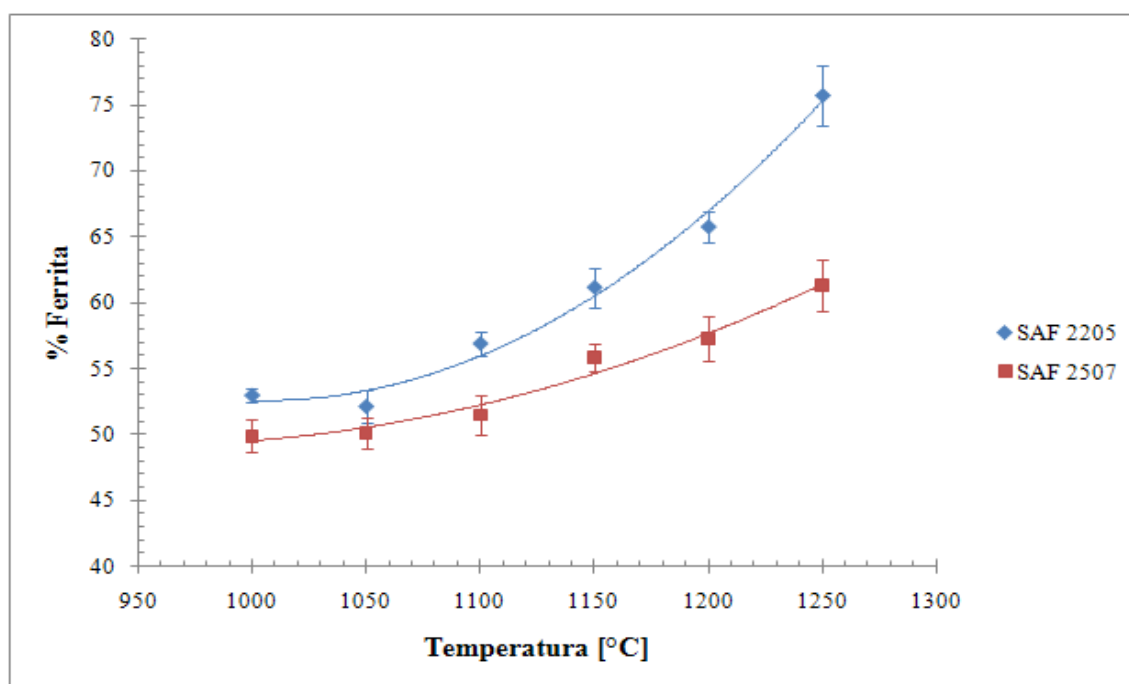


Figura 5.59. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, medida através de análise de estereologia quantitativa nas seções transversais das amostras.

As frações volumétricas de ferrita (% α) em função das diferentes temperaturas de solubilização (obtidas através de análise de estereologia quantitativa) nas seções longitudinais das amostras podem ser observadas nas tabelas 5.15 e 5.16 e a representação destas medições pode ser constatada na figura 5.60.

Tabela 5.15. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, medida através de análise de estereologia quantitativa nas seções longitudinais das amostras, para o aço SAF 2205.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
% α	49,92	57,71	52,76	58,43	65,06	69,50
Desvio padrão	1,21	3,58	2,05	2,16	3,75	4,52

Tabela 5.16. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, medida através de análise de estereologia quantitativa nas seções longitudinais das amostras, para o aço SAF 2507.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
% α	44,68	47,89	51,03	53,15	58,50	56,87
Desvio padrão	3,81	2,98	3,54	4,41	4,53	3,92

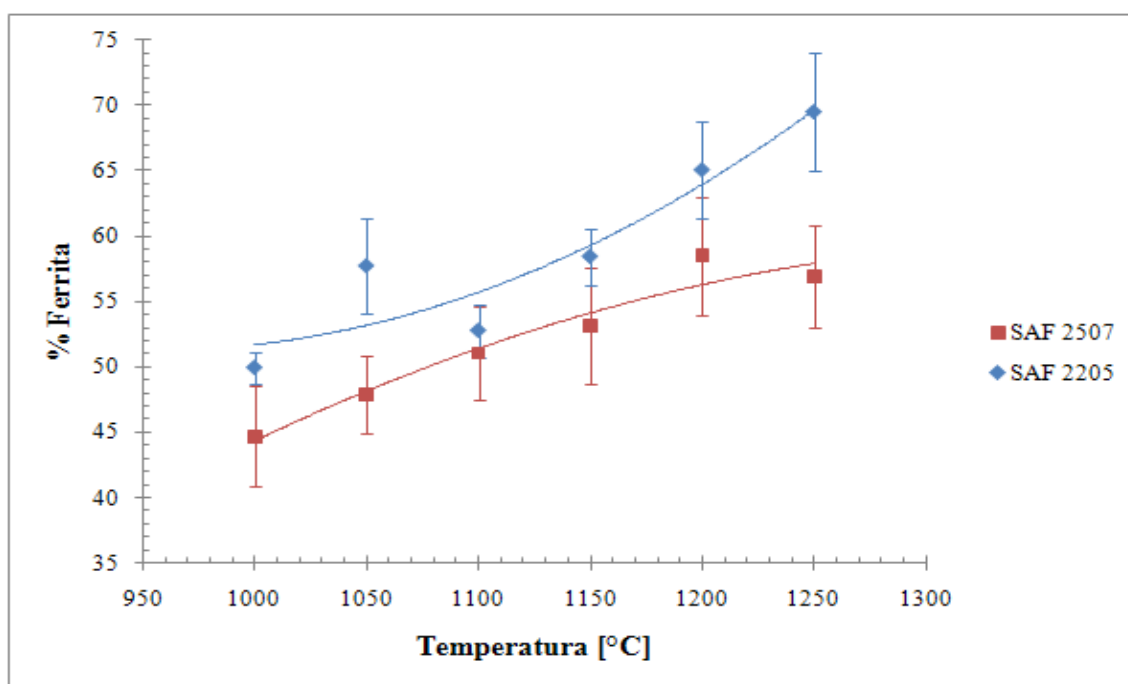


Figura 5.60. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, medida através de análise de estereologia quantitativa nas seções longitudinais das amostras.

As frações volumétricas de ferrita (% α) em função das diferentes temperaturas de solubilização (obtidas através de análise de estereologia quantitativa) nas seções oblíquas das amostras podem ser observadas nas tabelas 5.17 e 5.18 e a representação destas medições pode ser constatada na figura 5.61.

Tabela 5.17. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, medida através de análise de estereologia quantitativa nas seções oblíquas das amostras, para o aço SAF 2205.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
% α	49,81	51,74	53,68	56,69	62,52	71,06
Desvio padrão	0,61	1,28	0,75	1,03	1,74	1,97

Tabela 5.18. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, medida através de análise de estereologia quantitativa nas seções oblíquas das amostras, para o aço SAF 2507.

Temperatura (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
% α	44,68	47,89	51,03	53,15	58,50	56,87
Desvio padrão	3,81	2,98	3,54	4,41	4,53	3,92

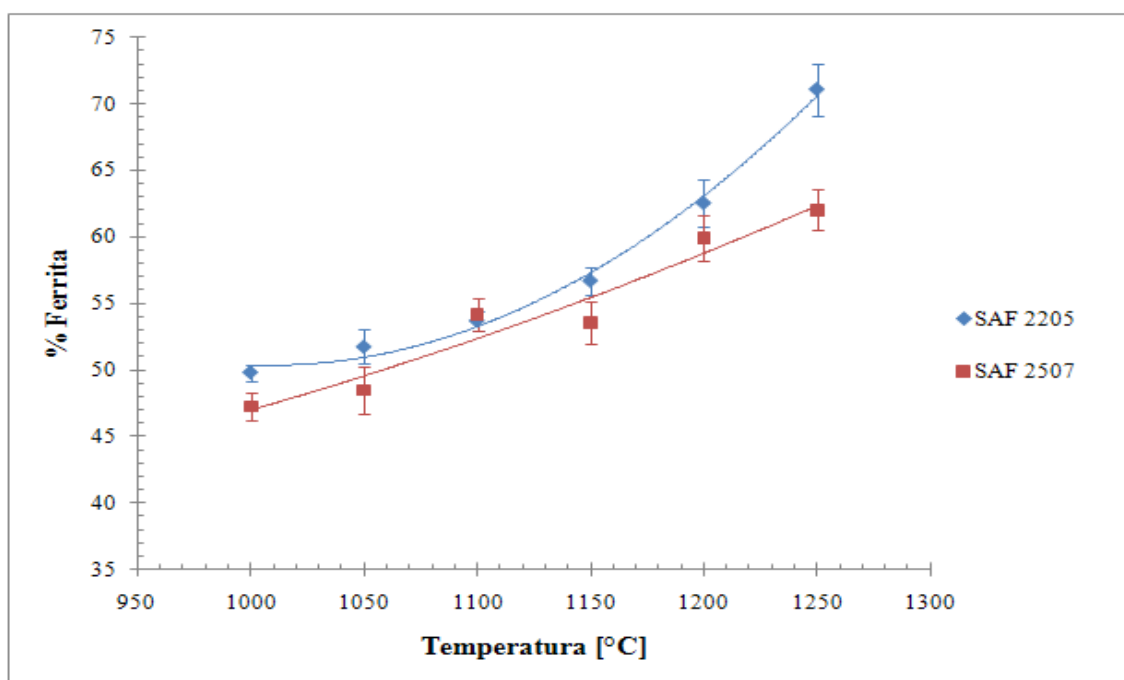


Figura 5.61. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, medida através de análise de estereologia quantitativa nas seções oblíquas das amostras.

Os dados numéricos obtidos da análise por estereologia quantitativa comprovam que a fração volumétrica de ferrita varia de forma crescente com o aumento da temperatura de solubilização, como já havia sido observado nas micrografias.

5.3 Medições Magnéticas

As medições magnéticas foram realizadas com auxílio do ferritoscópio, como descrito no item 4.4.3, e os resultados destas medições nas seções transversais das amostras podem ser observados das tabelas 5.19 e 5.20. As representações gráficas destes resultados podem ser constatadas na figura 5.62.

Nota-se que os resultados referentes ao aço SAF 2507 apresentaram a tendência crescente esperada, estando, portanto, de acordo com a teoria. No entanto os resultados referentes ao aço SAF 2205 apresentaram tendência exatamente contrária à esperada pela teoria.

Tabela 5.19. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de medições magnéticas com auxílio de ferritoscópio na seção transversal das amostras, para o aço SAF 2205.

Temp. (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
Média (% α)	54,64	49,86	49,51	49,54	49,25	48,78
Desvio Padrão (%)	7,82	8,54	8,81	8,42	8,34	8,44

Tabela 5.20. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de medições magnéticas com auxílio de ferritoscópio na seção transversal das amostras, para o aço SAF 2507.

Temp. (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
Média (% α)	46,97	47,53	48,07	48,85	49,60	50,19
Desvio Padrão (%)	8,83	8,53	8,29	8,32	8,38	8,34

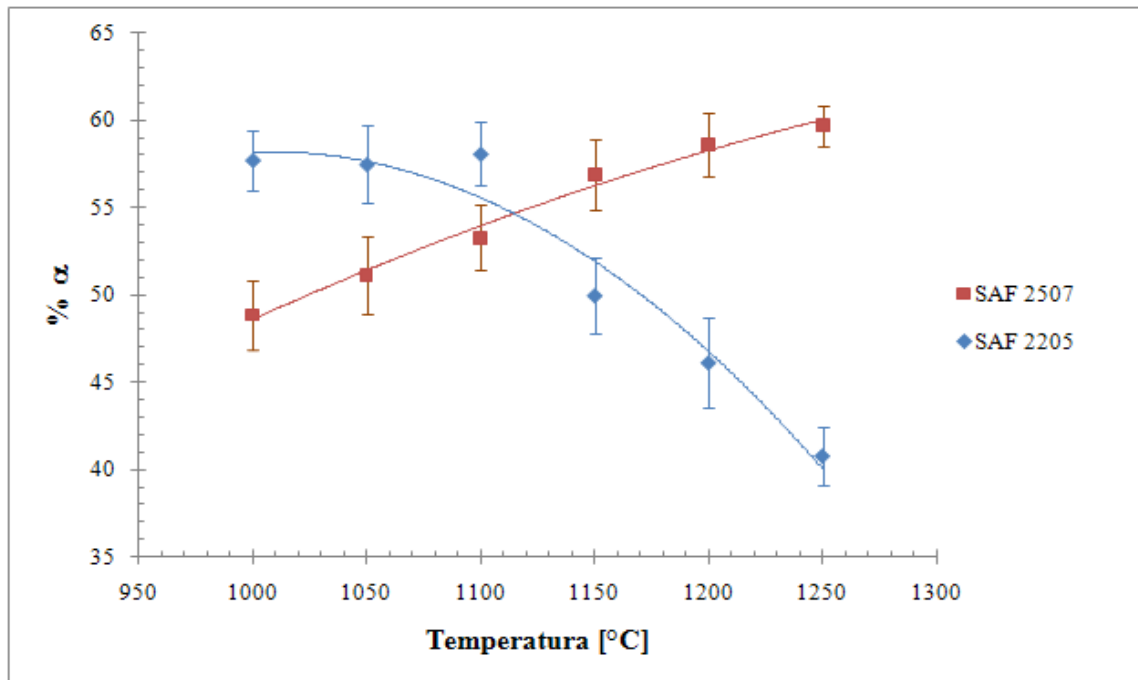


Figura 5.62. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de medições magnéticas com auxílio de ferritoscópio nas seções transversais das amostras, para os aços SAF 2205 e SAF 2507.

Os resultados das medições nas seções longitudinais das amostras podem ser observados das tabelas 5.21 e 5.22, e as representações gráficas destes resultados podem ser constatadas na figura 5.63.

Observa-se nestes resultados que os valores apresentados, tanto pelo SAF 2205 como pelo SAF 2507, apresentaram tendência crescente, de acordo, portanto, com o esperado pela base teórica. No aço SAF 2205 as frações volumétricas de ferrita mostraram-se superiores as do SAF 2507.

Tabela 5.21. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de medições magnéticas com auxílio de ferritoscópio na seção longitudinal das amostras, para o aço SAF 2205.

Temp. (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
Média (% α)	46,69	34,64	50,88	41,71	58,15	56,1
Desvio Padrão (%)	1,36	2,06	1,3	1,56	1,27	2,18

Tabela 5.22. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de medições magnéticas com auxílio de ferritoscópio na seção longitudinal das amostras, para o aço SAF 2507.

Temp. (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
Média (% α)	35,53	36,91	35,66	37,81	50,94	50,32
Desvio Padrão (%)	1,56	1,35	1,74	1,93	1,26	1,91

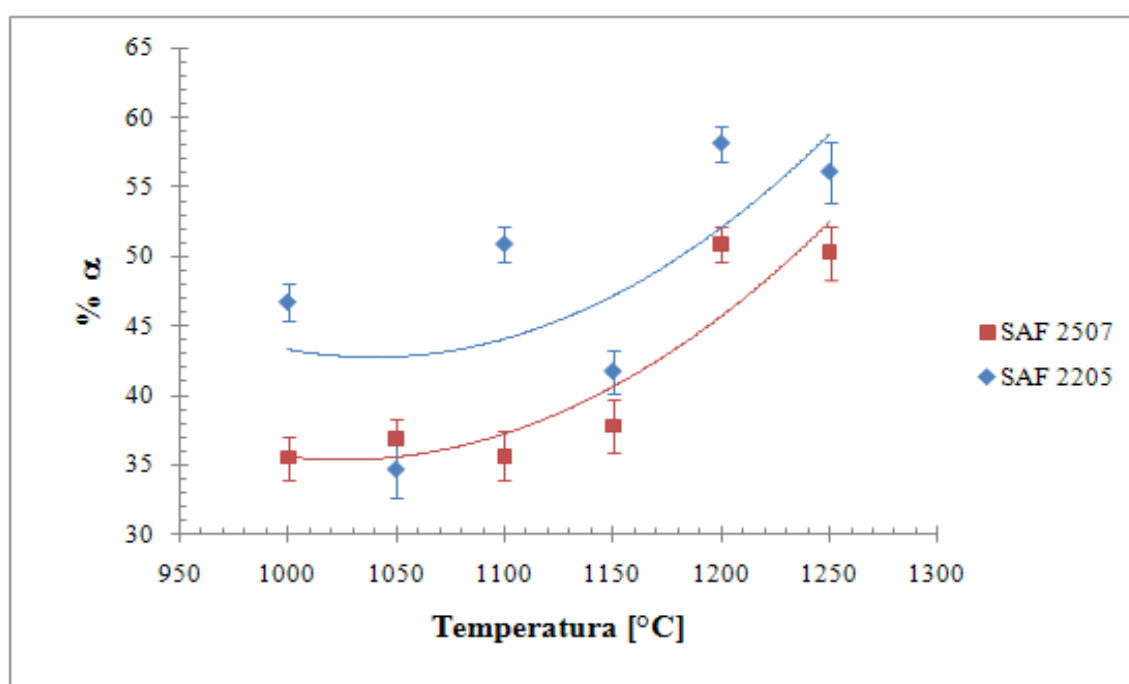


Figura 5.63. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de medições magnéticas com auxílio de ferritoscópio nas seções longitudinais das amostras, para os aços SAF 2205 e SAF 2507.

Os resultados das medições nas seções oblíquas das amostras podem ser observados das tabelas 5.23 e 5.24, e as representações gráficas destes resultados podem ser constatadas na figura 5.64.

Nota-se que, assim como nos ensaios das amostras transversais, os resultados referentes ao aço SAF 2507 apresentaram tendência crescente, coerente com a teoria, enquanto os resultados referentes ao aço SAF 2205 apresentaram tendência contrária.

Tabela 5.23. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de medições magnéticas com auxílio de ferritoscópio na seção oblíqua das amostras, para o aço SAF 2205.

Temp. (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
Média (% α)	56,7	54,86	58,98	41,74	44,38	43,05
Desvio Padrão (%)	1,39	1,35	0,959	5,77	2,56	2,1

Tabela 5.24. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de medições magnéticas com auxílio de ferritoscópio na seção oblíqua das amostras, para o aço SAF 2507.

Temp. (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
Média (% α)	47,47	49,64	52,13	54,19	57,16	57,17
Desvio Padrão (%)	1,07	1,35	1,76	1,51	1,66	1,07

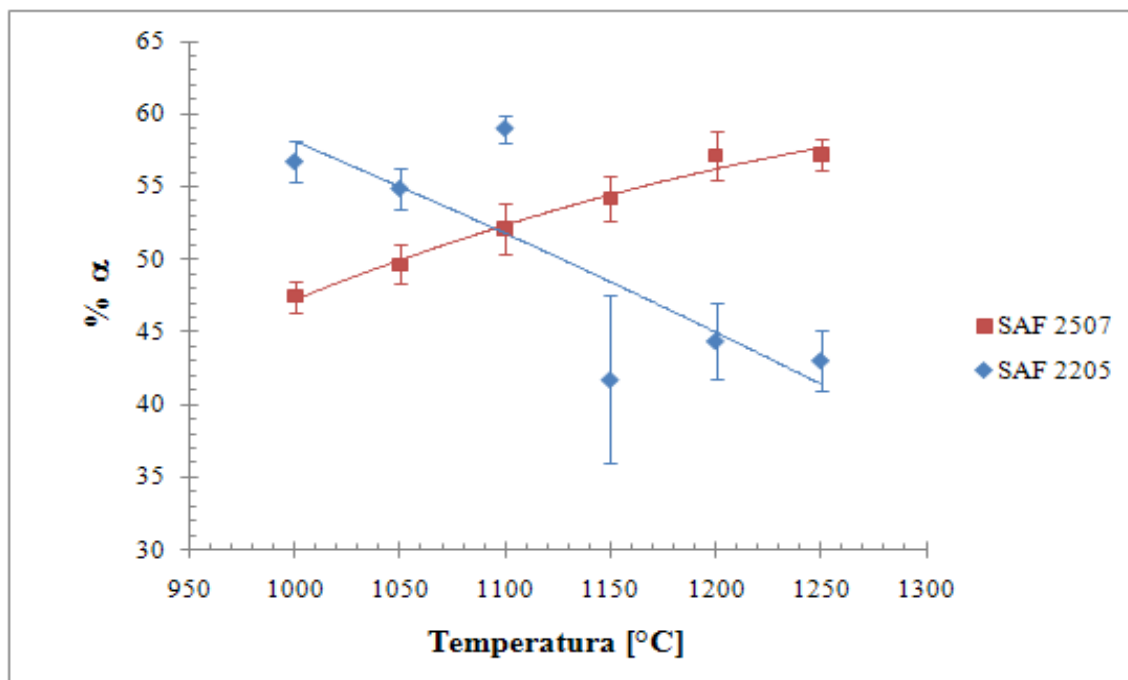


Figura 5.64. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de medições magnéticas com auxílio de ferritoscópio nas seções oblíquas das amostras, para os aços SAF 2205 e SAF 2507.

6 DISCUSSÕES

6.1 Caracterização microestrutural e metalurgia física

Através das composições químicas dos materiais, dadas pela tabela 4.1, e utilizando os conceitos de cromo e níquel equivalentes propostos por *DeLong* (**SOLOMON e DEVINE, 1982**), pode-se afirmar que para o aço SAF 2205 o cromo equivalente vale 26,035% e o níquel equivalente 11,57%, enquanto que para o aço SAF 2507 o cromo equivalente vale 29,13% e o níquel equivalente 15,465%. Utilizando-se dos ternários apresentados nas figuras 3.1 a 3.4 e traçando sobre estes as linhas que definem o equilíbrio entre α e γ (“*tie-lines*”), a partir dos dados experimentais fornecidos por **RAYNOR e RIVLIN (1988)**, além das composições “equivalentes” de cromo e níquel para o SAF 2205 e para o SAF 2507, obtém-se as figuras 6.1 a 6.4, onde as “*tie-lines*” que passam pelo ponto A e pelo ponto B foram traçadas admitindo-se que cada uma seja paralela a “*tie-line*” mais próxima dentre as fornecidas.

Analisando estas figuras e admitindo os conceitos de cromo e níquel equivalentes como dados de entrada para a previsão das fases de equilíbrio no ternário Fe-Cr-Ni, nota-se que as composições equivalentes dos aços supracitados encontram-se dentro do campo de equilíbrio entre as fases (ferrita e austenita), concluindo-se, portanto, que para as amostras utilizadas neste trabalho as fases presentes no equilíbrio são somente ferrita e austenita.

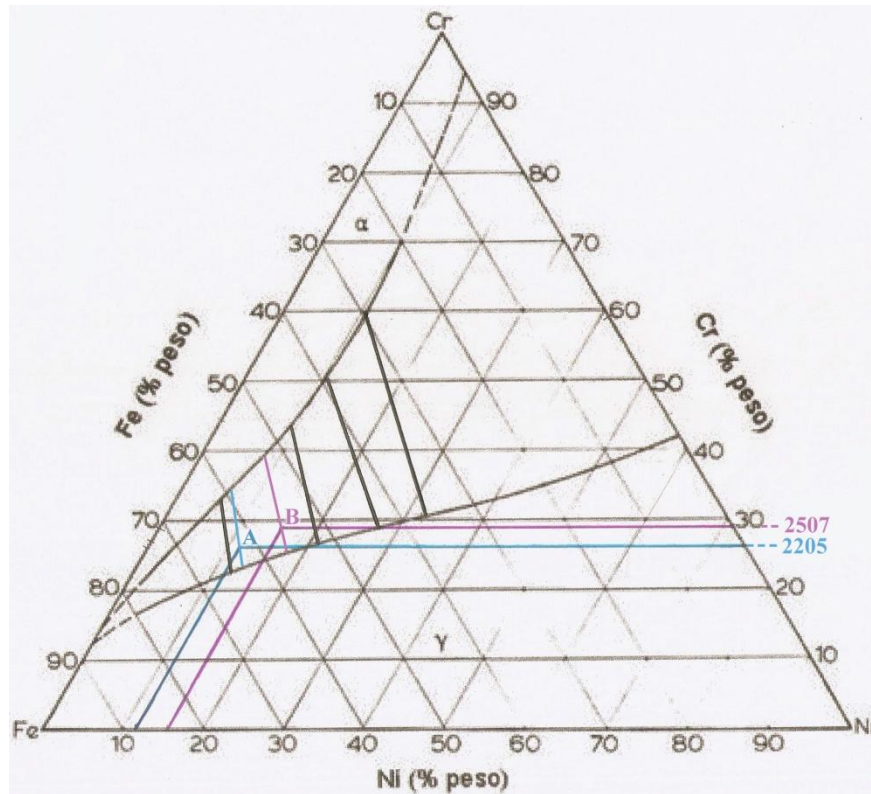


Figura 6.1. Seção isotérmica a 1000°C, mostrando as “tie-lines” no campo α / γ . Os pontos A e B representam as composições “equivalentes” dos aços SAF 2205 e SAF 2507, respectivamente (RAYNOR e RIVLIN, 1988).

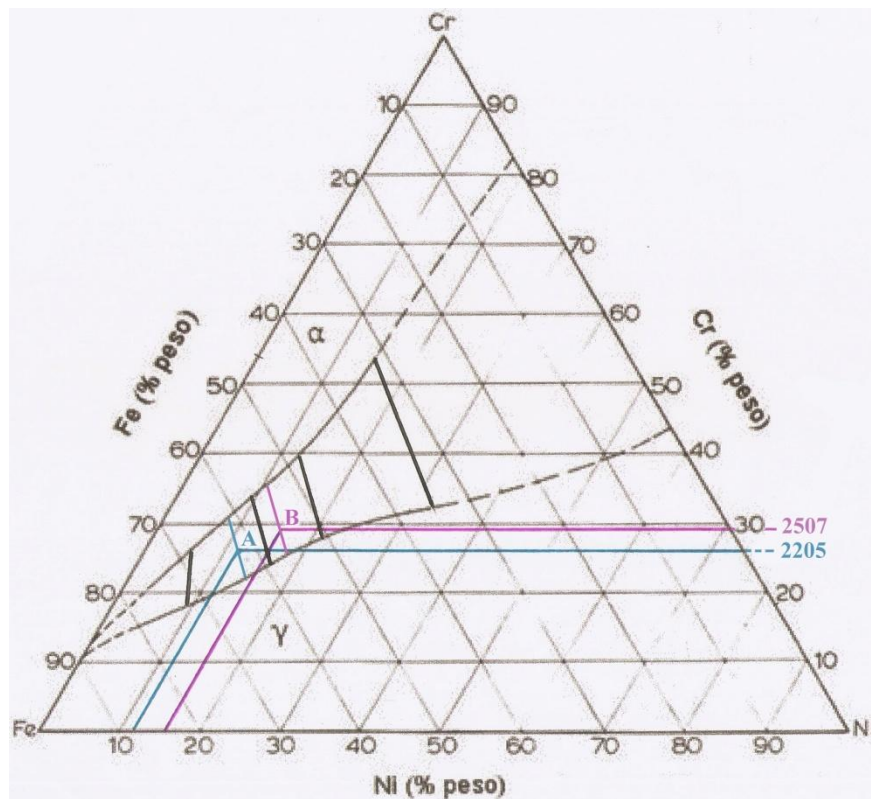


Figura 6.2. Seção isotérmica a 1100°C, mostrando as “tie-lines” no campo α / γ . Os pontos A e B representam as composições “equivalentes” dos aços SAF 2205 e SAF 2507, respectivamente (RAYNOR e RIVLIN, 1988).

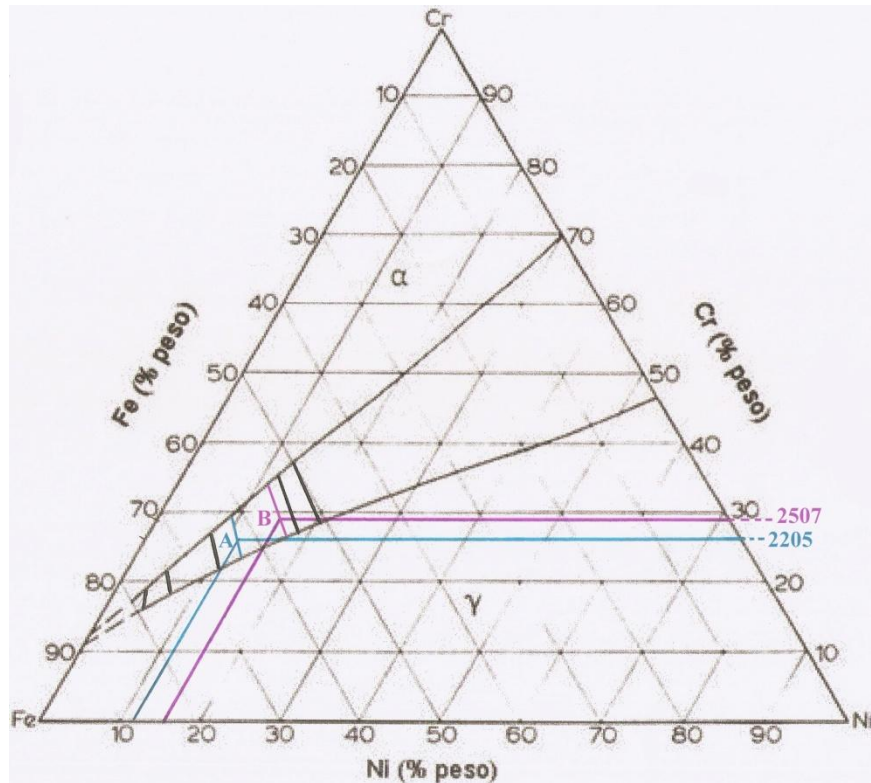


Figura 6.3. Seção isotérmica a 1200°C, mostrando as “tie-lines” no campo α / γ . Os pontos A e B representam as composições “equivalentes” dos aços SAF 2205 e SAF 2507, respectivamente (RAYNOR e RIVLIN, 1988).

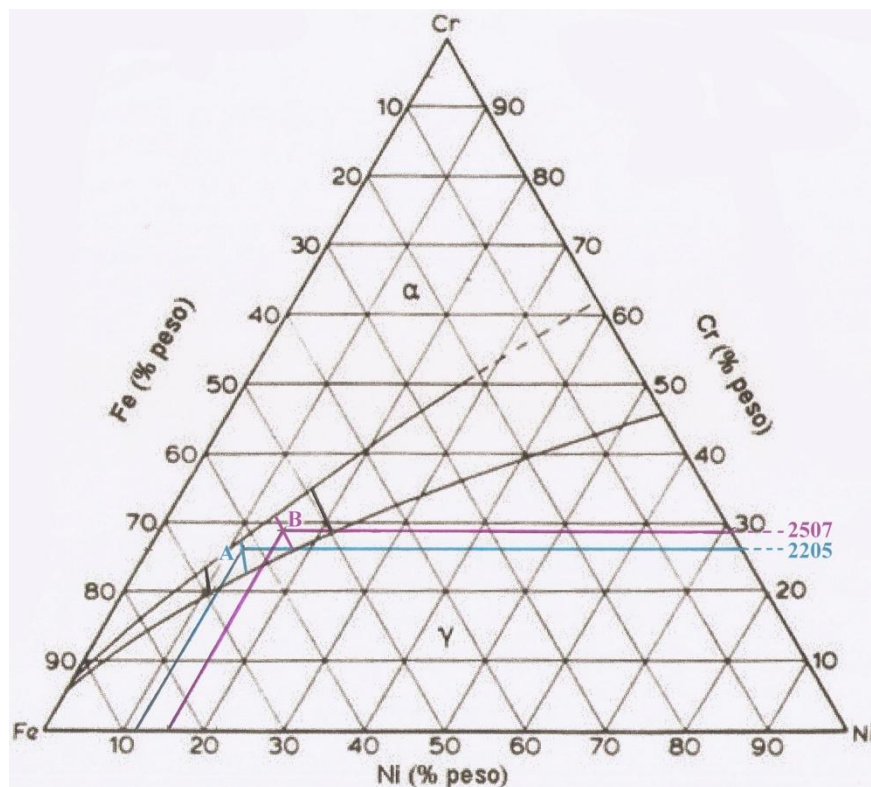


Figura 6.4. Seção isotérmica a 1300°C, mostrando as “tie-lines” no campo α / γ . Os pontos A e B representam as composições “equivalentes” dos aços SAF 2205 e SAF 2507, respectivamente (RAYNOR e RIVLIN, 1988).

Analisando as micrografias obtidas das seções transversais das amostras (micrografias 5.1 a 5.6), nota-se que as mesmas validam as constatações anteriormente apresentadas, uma vez que apresentam microestrutura homogênea, sem a presença de fases indesejáveis fora austenita e ferrita.

A análise simultânea das linhas características dos espectros de raios-X, mostrados nas figuras 5.1 e 5.12, e dos “cartões-referência” do ICDD, apresentados nos anexos I e II, também confirma a presença de apenas ferrita e austenita.

6.2 Quantificação de fases

Utilizando-se as figuras 6.1 a 6.4 e aplicando a regra da alavanca às “*tie-lines*” que passam pelas composições “equivalentes” dos aços SAF 2205 e SAF 2507, obtêm-se os valores aproximados das frações volumétricas de ferrita e austenita, que podem ser visualizados nas tabelas 6.1 e 6.2. A análise destas tabelas mostra que com o aumento da temperatura de solubilização tem-se um aumento da fração volumétrica de ferrita na microestrutura do material.

Tabela 6.1. Composição volumétrica das fases, obtida da regra da alavanca aplicada aos ternários para o aço SAF 2205.

Temperatura [°C]	1000	1100	1200	1300
% Ferrita	26,32	43,75	45,46	72,22
% Austenita	73,68	56,25	54,54	27,78

Tabela 6.2. Composição volumétrica das fases, obtida da regra da alavanca aplicada aos ternários para o aço SAF 2507.

Temperatura [°C]	1000	1100	1200	1300
% Ferrita	28	33,33	35,72	55
% Austenita	72	66,67	64,28	45

Através das micrografias 5.1 a 5.6 também se nota que, como esperado, com o aumento da temperatura de solubilização tem-se um aumento da fração volumétrica de ferrita

e do tamanho dos grãos, afirmando a teoria. Quanto à orientação preferencial dos grãos, é mais evidente nas amostras longitudinais.

As figuras 6.5 a 6.7 representam a variação da fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização para o aço (a) SAF 2205 e para o aço (b) SAF 2507, respectivamente nas seções transversal, longitudinal e oblíqua.

A figura 6.5 representa as amostras em que foram analisadas as seções transversais das amostras. Analisando esta figura, nota-se que os ensaios referentes ao aço (a) SAF 2205 apresentaram resultados com tendência coerente nas medições por difratometria e estereologia quantitativa, uma vez que com o aumento da temperatura, ambas apresentaram aumento da fração volumétrica de ferrita. Nota-se também que os resultados apresentados pelas medições magnéticas apresentaram tendência contrária a esperada. No entanto, os ensaios referentes ao aço (b) SAF 2507 apresentaram resultados com tendência coerente para as três técnicas aplicadas. Nota-se também que, em ambos os aços, para as temperaturas mais elevadas, os resultados obtidos por difratometria e estereologia quantitativa se aproximam.

A figura 6.6 representa as análises nas seções longitudinais das amostras. Analisando a mesma, observa-se que tanto para o aço (a) SAF 2205 como para o aço (b) SAF 2507 pode-se considerar que a tendência crescente só aparece nos ensaios de estereologia quantitativa, uma vez que para os resultados referentes às outras duas técnicas não há uniformidade, além de haver pontos muito discrepantes da tendência. Para o aço (b) SAF 2507, os resultados referentes a difratometria de raios-X nem sequer apresentaram a tendência crescente.

A figura 6.7 representa as análises nas seções oblíquas das amostras. Analisando a mesma, nota-se que para o aço (a) SAF 2205 somente os resultados referentes aos ensaios por estereologia quantitativa apresentam tendência coerente e uniforme. Para o aço (b) SAF 2507 tanto os resultados de estereologia quantitativa como os resultados apresentados pelo ferritoscópio apresentaram tendência coerente e entre si resultados muito próximos, enquanto as análises realizadas por difratometria de raios-X apresentaram resultados discrepantes e não uniformes.

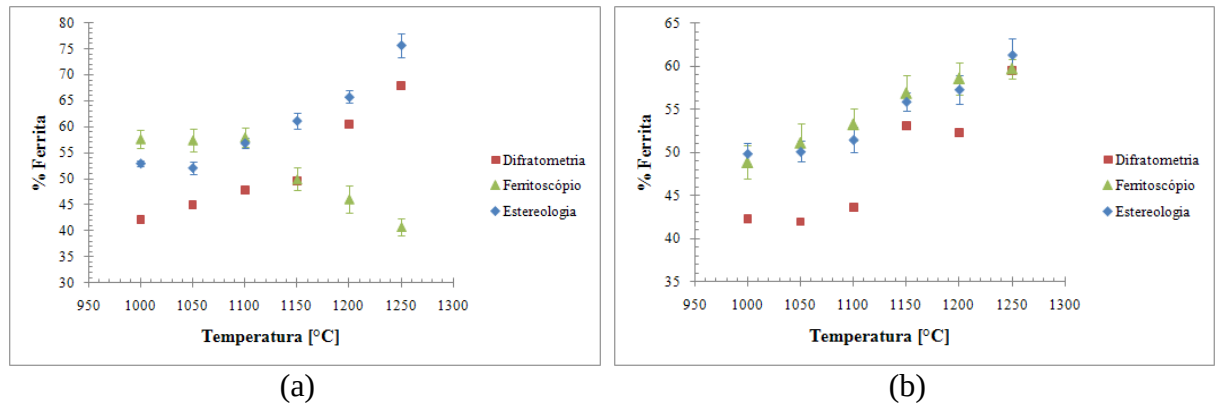


Figura 6.5. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de três técnicas experimentais diferentes de medição nas seções transversais das amostras, para o aço (a) SAF 2205 e (b) SAF 2507.

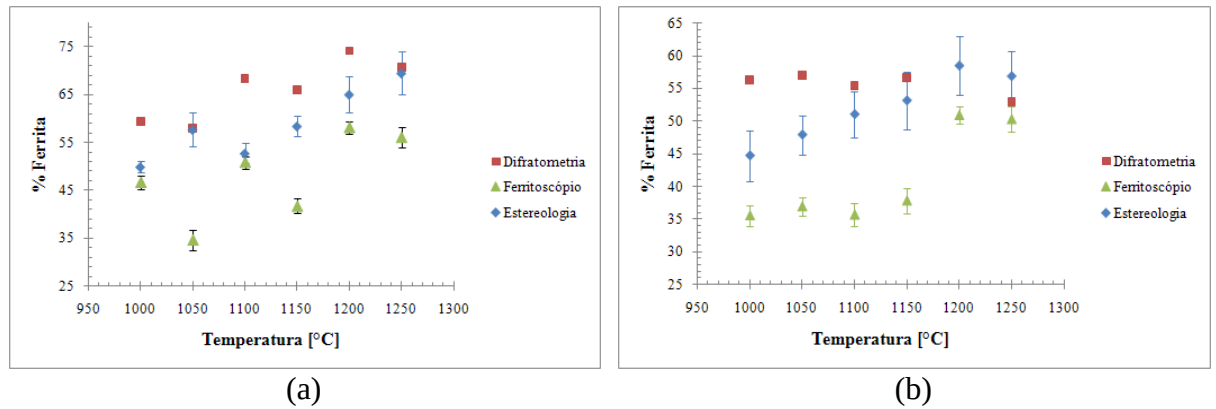


Figura 6.6. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de três técnicas experimentais diferentes de medição nas seções longitudinais das amostras, para o aço (a) SAF 2205 e (b) SAF 2507.

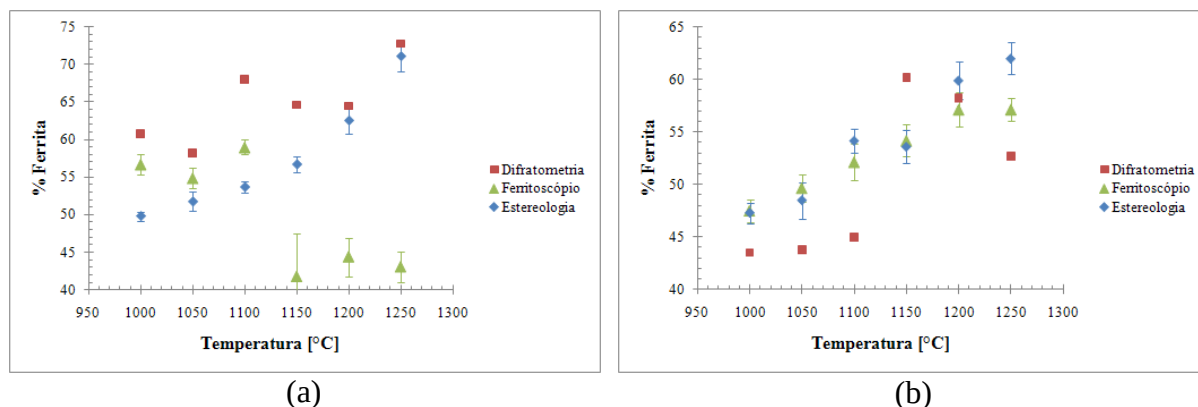


Figura 6.7. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de três técnicas experimentais diferentes de medição nas seções oblíquas das amostras, para o aço (a) SAF 2205 e (b) SAF 2507.

As figuras 6.8 e 6.9 representam os resultados das medições por difratometria, estereologia quantitativa e regra da alavanca para os aços SAF 2507 e SAF 2205, respectivamente. Nota-se que apesar da tendência coerente entre as técnicas, os resultados apresentados pela regra da alavanca são discrepantes em relação às outras duas técnicas. Sendo assim, comprova-se que a regra da alavanca através dos ternários, usando as formulações de Cr e Ni equivalentes, não é uma técnica precisa na determinação da composição volumétrica da liga.

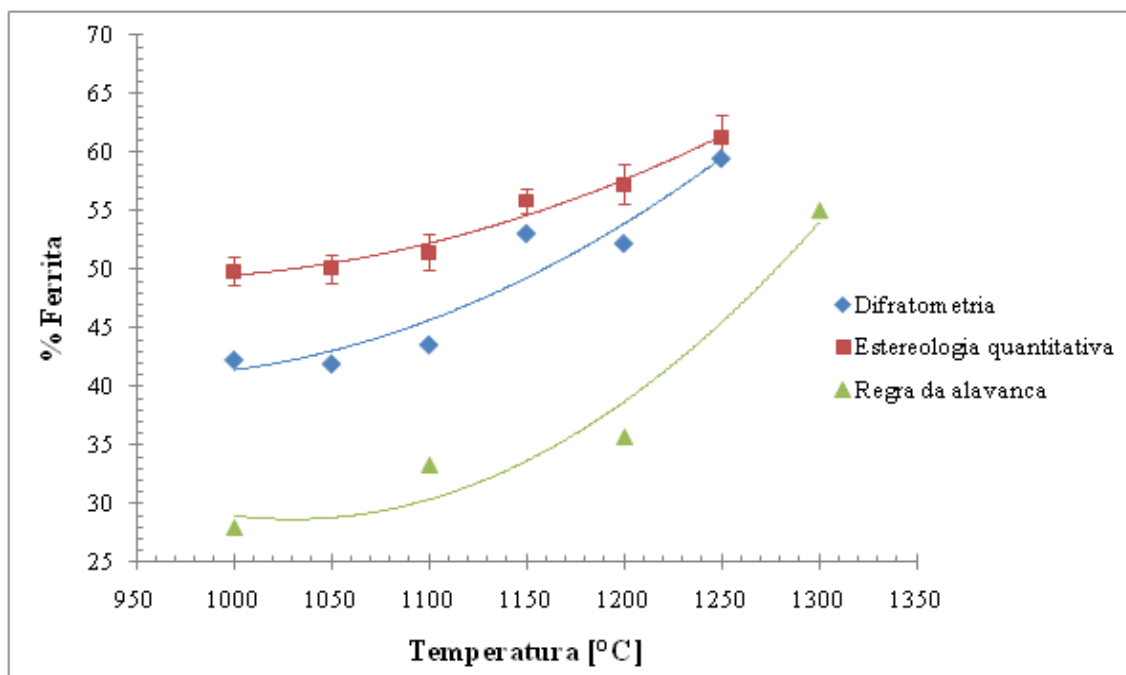


Figura 6.8. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de três técnicas diferentes para o aço SAF 2507, nas seções transversais das amostras.

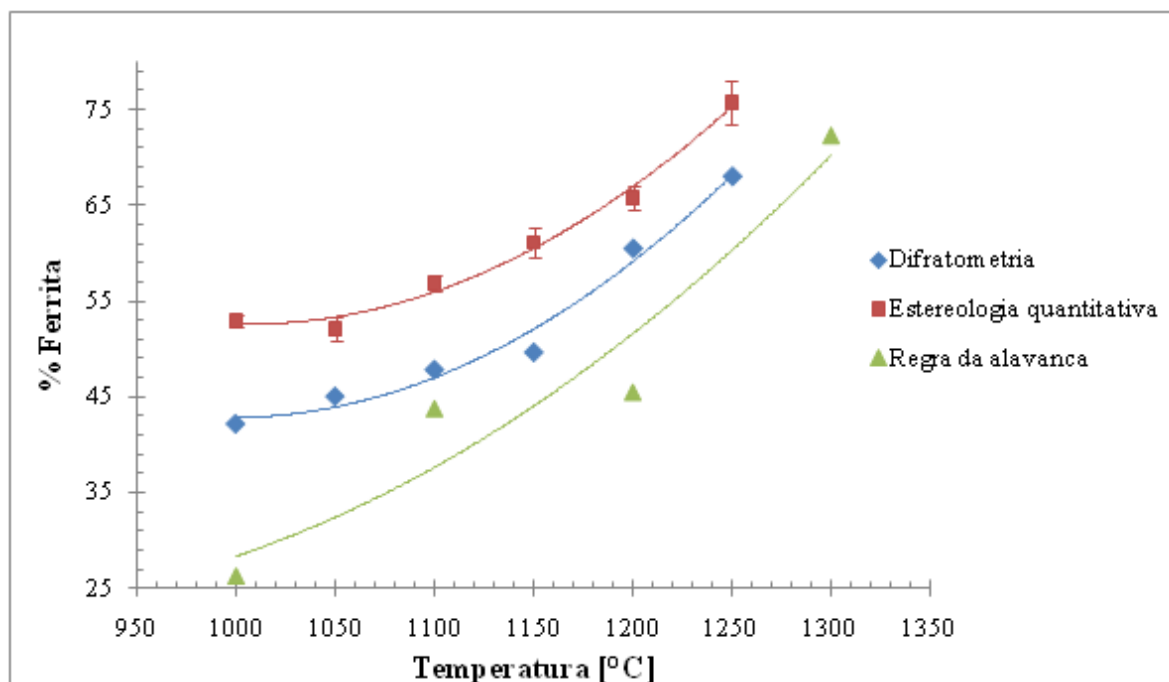


Figura 6.9. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização, obtida através de três técnicas diferentes para o aço SAF 2205, nas seções transversais das amostras.

Com o intuito de comparar as técnicas experimentais aplicadas no presente trabalho com uma técnica alternativa, realizaram-se simulações de equilíbrio pelo software Thermo-Calc[®], utilizando a base de dados TCFE6 e considerando as composições descritas na tabela 4.1.

A figura 6.10 apresenta graficamente os resultados das análises realizadas por estereologia quantitativa (mostrando os valores médios e desvios padrões) e os resultados obtidos das simulações de equilíbrio através do software Thermo-Calc[®]. Da figura, nota-se que para os dois tipos de aço analisados, obteve-se resultados próximos entre as técnicas aplicadas.

No entanto, observa-se que nos resultados referentes às amostras solubilizadas à temperaturas inferiores a 1100°C, as frações volumétricas de ferrita calculadas através da simulação são menores, quando comparadas às obtidas através de medições experimentais (estereologia quantitativa).

Pode-se assumir como possível causa deste resultado, que o tratamento de solubilização à temperaturas inferiores à 1100°C por uma hora não é suficiente para deixar as amostras em condição de equilíbrio.

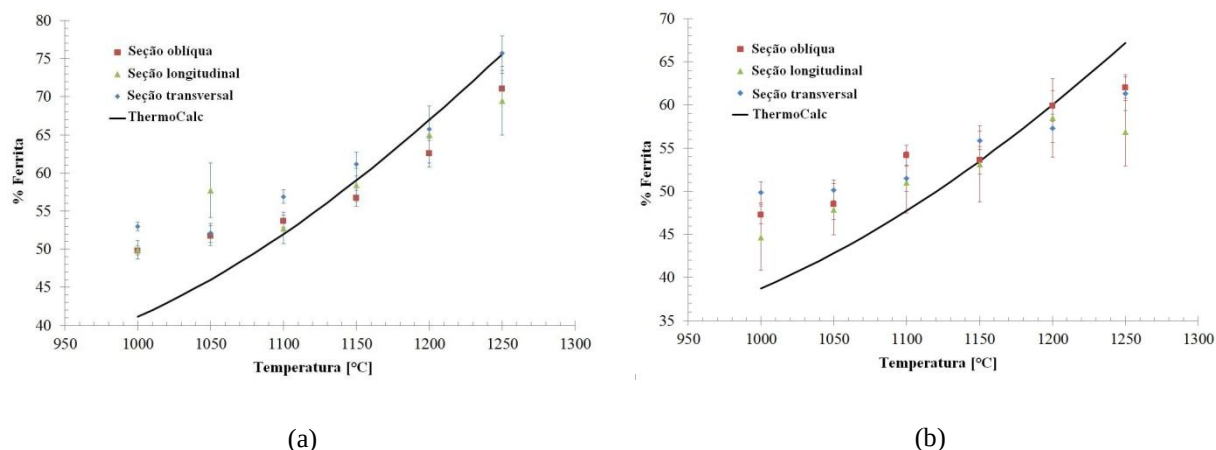


Figura 6.10. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização obtida de análises por estereologia quantitativa para o (a) SAF 2205 e para o (b) SAF 2507.

A figura 6.11 apresenta graficamente os resultados das análises realizadas por medições magnéticas juntamente com os resultados das simulações de equilíbrio.

Nota-se que no aço SAF 2205, para as amostras longitudinais e oblíquas não há tendência uniforme como se observa para as transversais e na simulação do software ThermoCalc®.

Para o ao SAF 2507, as maiores discrepâncias são observadas nos resultados referentes às seções longitudinais. Uma das possíveis razões para este comportamento diferenciado pode estar relacionada ao comportamento magnético da ferrita que pode ser influenciado pela orientação e distribuição cristalográfica desta fase na microestrutura das amostras. Considerando o fato de que o material destas amostras foi preparado por laminação a quente, é esperado que exista uma orientação cristalográfica preferencial de acordo com o sentido de laminação e este pode ser o motivo do comportamento magnético diferenciado observado.

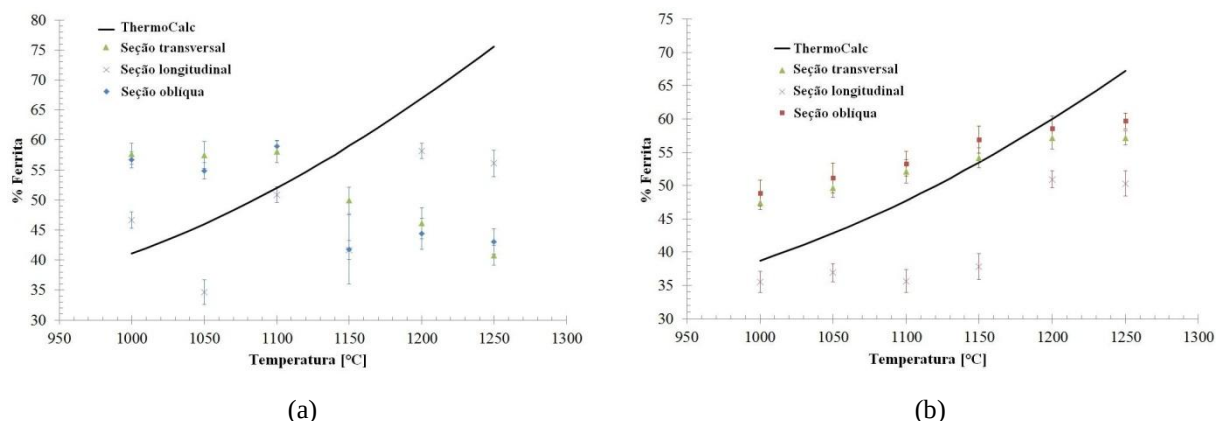


Figura 6.11. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização obtida de análises por medições magnéticas para o (a) SAF 2205 e para o (b) SAF 2507.

A figura 6.12 apresenta graficamente os resultados das análises realizadas por difratometria de raios-X juntamente com os resultados das simulações de equilíbrio.

Nota-se que os resultados não apresentam uniformidade na tendência em nenhuma das seções e para nenhum dos dois aços.

Sabe-se que é esperado que exista uma orientação cristalográfica preferencial de acordo com o sentido de laminação, afetando assim o comportamento magnético da ferrita, este fato deve interferir nas intensidades dos picos de raios-X e sendo assim falhariam as análises realizadas com o auxílio desta técnica, fato ocorrido no presente trabalho e ilustrado na figura 6.12.

Observa-se também que para ambos a fração volumétrica de ferrita nas seções longitudinais apresentaram valores maiores do que as seções transversais e oblíquas. As seções longitudinais provavelmente apresentam um alinhamento preferencial dos planos de escorregamento, causando esta reação devido à influência da orientação cristalográfica na microestrutura. No entanto, a influência da orientação preferencial na determinação de ferrita nas seções transversal e oblíqua não ficou definida, mas vale ressaltar que o equilíbrio esperado para as frações volumétricas de ferrita (conforme calculado pelo Thermo-Calc) não foi observado nos resultados apresentados.

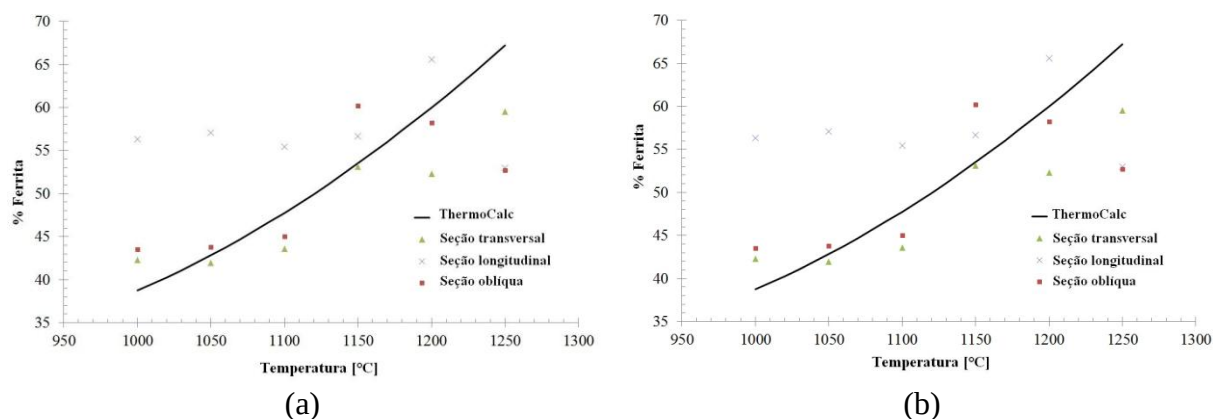


Figura 6.12. Fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de solubilização obtida de análises por difratometria de raios-X para o (a) SAF 2205 e para o (b) SAF 2507.

Comparando as três técnicas utilizadas no presente trabalho, nota-se que as medições magnéticas e a difratometria de raios-X são claramente influenciáveis pela orientação cristalográfica na microestrutura das amostras, como pode ser visto nas figuras 6.11 e 6.12. Por outro lado, os resultados referentes à estereologia quantitativa apresentaram aproximadamente a mesma quantidade de ferrita para uma temperatura específica, nas três diferentes seções analisadas (como pode ser visto na figura 6.10), e por isto é considerada a técnica menos sensível às formas de organização da microestrutura para a determinação da fração volumétrica de ferrita em aços inoxidáveis dúplex solubilizados.

7 CONCLUSÕES

Através dos resultados finais, pode-se concluir que as microestruturas dos aços SAF 2205 e SAF 2507 são homogêneas e não apresentam outras fases além de ferrita e austenita. Além disto, com o aumento da temperatura de solubilização nota-se um aumento da fração volumétrica de ferrita e do tamanho dos grãos que compõem a microestrutura.

A aplicação da regra da alavanca nos ternários validou a teoria no que diz respeito ao aumento da fração volumétrica de ferrita com o aumento da temperatura de solubilização. No entanto, comprovou-se que esta não é uma técnica precisa para quantificação de fases.

Observou-se que a orientação cristalográfica preferencial gera alterações no comportamento magnético da ferrita. Estas alterações por sua vez, provocam resultados inesperados nas análises realizadas por difratometria de raios-X e por medições magnéticas. O tipo de influência ficou claro para as seções longitudinais, aonde se observa que devido ao alinhamento preferencial se obtém valores para a fração volumétrica de ferrita maiores que os obtidos pelas outras técnicas e que o estimado pela simulação de equilíbrio. No entanto o tipo de influência sobre as seções transversal e oblíqua não ficou evidente.

Comparando as três técnicas aplicadas no presente trabalho, conclui-se que a técnica que se apresenta menos volúvel às influências da orientação cristalográfica preferencial é a estereologia quantitativa.

REFERÊNCIAS

B. D. CULLITY, B. D. ; STOCK, S. R. Elements of X-ray diffraction. Prentice-Hall:NJ, 3. ed, 2001.

ECKENROD, J. J. PINNOW, K. E. Effects of chemical composition and thermal history on the properties of alloy 2205 duplex stainless steel. In: New developments in stainless steel technology. Detroit 1984 p.77-87.

FAZANO, C.A, Determinando-se o Tamanho de Grãos em Ligas de Cobre-Zinco através da Análise de Imagem. Revista Analytica, Fevereiro/Março 2007, N°27

MAGNABOSCO, R. ; D. C. dos Santos ; BARBOSA, E. . Relation between microstruture and selective corrosion of duplex stainless steel submmited to heated clhoridric acid. In: EUROCORR 2009, Nice. EUROCORR 2009. Paris : CEFRACOR, 2009. (mídia eletrônica).

NILSSON, J. O. Super duplex stainless steels. Materials science and technology Ago. 1992 v. 8 p. 685-700.

SANTIN, O. F. Breve histórico dos cem anos da descoberta dos raios-X: 1985 – 1995. Química Nova. 1995 p. 578-580.

PORTAL DE ESTUDOS EM QUÍMICA – <http://www.profpc.com.br> – consultado em 20/12/10.

POTGIETER, J. H. CORTIE, M. B. Determination of the microstructure and alloy element distribution in experimental duplex stainless steels. *Materials Characterization*. v. 26 1991 p. 155-65.

POTGIETER, J. H. et alli Duplex: complex or simplex. *FWP journal* v. 31 jan. 1991 p. 17-29.

PUGH, J. W. NISBET, J. D. A study of the iron-chromium-nickel ternary system. *JOM* v. 188 fev. 1950 p. 268-76.

RAYNOR, G. V. RIVLIN, V. G. Phase equilibria in iron ternary alloys The Institute of Metals, London, 1985 p. 316-32.

SEDRIKS, A. J. New stainless steels for seawater service. *Corrosion* v. 45 n. 6 jun. 1989 p. 510-18.

SEDRIKS, A. J. Corrosion of stainless steels. John Wiley : NY 1996 2. ed. p. 1-4.

SOLOMON, H. D. DEVINE Jr., T. M. Duplex stainless steels – a tale of two phases. In: Duplex stainless steels – conference proceedings. ASM Metals Park Ohio 1982 p. 693-756.

TAVARES, S.S.M, et al., Detecção de Pequenos Teores de Fase Sigma e Avaliação dos seus Efeitos na Resistência à Corrosão do Aço Inoxidável Duplex UNS S31803, *ENGEVISTA*, v. 8, n. 2, p. 77-82, dezembro 2006.

ANEXOS

ANEXO I – Cartão-referência do ICDD para austenita.

00-033-0397

Apr 9, 2010 4:02 PM (XRD-7000)

Status Primary QM: Star (S) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: Fe Cr0.29 Ni0.16 C0.06
 Weight %: C0.89 Cr18.61 Fe68.92 Ni11.59 Atomic %: C3.97 Cr19.21 Fe66.23 Ni10.60
 Compound Name: Chromium Iron Nickel Carbon Common Name: 304-stainless steel, austenite

Radiation: CuK α : 1.5419Å d-Spacing: Diff. Intensity: Diffractometer
 Reference: Pfoertsch, Ruud, Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA. ICDD Grant-in-Aid (1982).

SYS: Cubic SPGR: Fm-3m (225) AuthCellVol: 46.31 Z: 4.00
 Author's Cell [AuthCell-a: 3.5911(1)Å AuthCellVol: 46.31Å³] Dcalc: 11.623g/cm³
 SS/FOM: F(6) = 56.1(0.0178, 6) Reference: Ibid.

Space Group: Fm-3m (225) Z: 4.00 Molecular Weight: 81.04
 Crystal Data [XtiCell-a: 3.591Å XtiCell-b: 3.591Å XtiCell-c: 3.591Å XtiCell.: 90.00° XtiCell.: 90.00°
 XtiCell.: 90.00° XtiCellVol: 46.31Å³]
 Reduced Cell [RedCell-a: 2.539Å RedCell-b: 2.539Å RedCell-c: 2.539Å RedCell.: 60.00°
 RedCell.: 60.00° RedCell.: 60.00° RedCellVol: 11.58Å³]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

Pearson: cF6.04 Prototype Structure: Cu Prototype Structure (Alpha Order): Cu
 Subfile(s): Inorganic, Metals & Alloys, Primary Pattern Entry Date: 12/08/1982
 Last Modification Date: 01/29/2008

Database Comments: Analysis: Quantitative analysis by Atomic Absorption Spectroscopy: chromium 17.9%, nickel 11.4%, molybdenum <0.01%, silicon 0.88%, analysis incomplete. Color: Black. General Comments: Austenitic steel. Synthetic taenite is "Ni"- "Fe" rich analog.

00-033-0397 (Fixed Slit Intensity) - Cu K1 1.54056Å

2	d(Å)	I	h	k	l	*	2	d(Å)	I	h	k	l	*	2	d(Å)	I	h	k	l	*
43.5817	2.075000	100	1	1	1		74.6971	1.269700	26	2	2	0		95.9647	1.036800	12	2	2	2	
50.7908	1.796100	45	2	0	0		90.6941	1.082800	30	3	1	1		118.1560	0.897900	3	4	0	0	

ANEXO II – Cartão-referência do ICDD para ferrita.

00-054-0331

Apr 9, 2010 4:05 PM (XRD-7000)

Status Primary QM: Low-Precision (O) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: Fe - Cr
 Weight %: Cr10.23 Fe89.77 Atomic %: Cr10.90 Fe89.10 Compound Name: Iron Chromium
 Common Name: 410-L Stainless Steel, ferrite

Radiation: CuK α : 1.5418Å d-Spacing: Diff. Intensity: Diffractometer I/Ic: 0.71
 Reference: Pfoertsch et al., Penn State Univ., University Park, PA, USA. ICDD Grant-in-Aid (1983).

SYS: Cubic SPGR: Im-3m (229) AuthCellVol: 23.65 Z: 2.00
 Author's Cell [AuthCell-a: 2.8705(1)Å AuthCellVol: 23.65Å³] Dcalc: 7.783g/cm³
 SS/FOM: F(6) = 62.5(0.0160, 6) Reference: Ibid.

Space Group: Im-3m (229) Z: 2.00 Molecular Weight: 55.43
 Crystal Data [XtlCell-a: 2.870Å XtlCell-b: 2.870Å XtlCell-c: 2.870Å XtlCell.: 90.00° XtlCell.: 90.00°
 XtlCell.: 90.00° XtlCellVol: 23.65Å³]
 Reduced Cell [RedCell-a: 2.486Å RedCell-b: 2.486Å RedCell-c: 2.486Å RedCell.: 109.47°
 RedCell.: 109.47° RedCell.: 109.47° RedCellVol: 11.83Å³]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

Pearson: cI2.00 Prototype Structure: W Prototype Structure (Alpha Order): W
 Subfile(s): Inorganic, Metals & Alloys, Primary Pattern Entry Date: 09/28/1983
 Last Modification Date: 01/29/2008

Database Comments: Analysis: Spectroscopic Analysis (wt.%): Fe 80.80, Cr 9.22, Si 0.84, Mn 0.40, Ag <0.01, Mo <0.01, Ni 0.21, P <0.01, plus other trace elements. Color: Black.

00-054-0331 (Fixed Slit Intensity) - Cu K1 1.54056Å

2	d(Å)	I	h	k	l	*	2	d(Å)	I	h	k	l	*	2	d(Å)	I	h	k	l	*
44.6222	2.029000	100	1	1	0		82.1788	1.172000	50	2	1	1		116.0800	0.907900	35	3	1	0	
64.9196	1.435200	20	2	0	0		98.7338	1.015000	20	2	2	0		136.7500	0.828600	14	2	2	2	