

# USO DE DRX NA QUANTIFICAÇÃO DE FASES DE AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX

Flavia Regina Pucci, Rodrigo Magnabosco  
Centro Universitário FEI  
flaviarpucci@hotmail.com, rodrmagn@fei.edu.br

**Resumo:** O presente trabalho avalia a possibilidade de utilizar a difratometria de raios-X (DRX) utilizando fonte de cobre tanto na caracterização quanto na quantificação da fração volumétrica e parâmetro de rede das fases presentes no aço inoxidável dúplex UNS S31803, solubilizado em três diferentes temperaturas, sendo elas 1070, 1130 e 1180 °C e comparar os resultados obtidos aos resultados de simulação computacional utilizando o software Thermo-Calc, além de resultados obtidos através das técnicas de ferritoscopia e estereologia quantitativa.

## 1. Introdução

Os aços inoxidáveis dúplex (AID) são requisitados em situações que demandem a combinação de alta resistência mecânica, alta tenacidade e grande resistência à corrosão. São ligas compostas por ferro, cromo, molibdênio, nitrogênio, silício e níquel, com microestrutura típica composta principalmente por 40 – 45% ferrita ( $\alpha$ ) e 55 – 60% austenita ( $\gamma$ ), obtida após tratamento de solubilização entre 1000 e 1200 °C, seguido de resfriamento em água [1].

A estrutura obtida, dado o resfriamento brusco, é metaestável, e no intervalo de 600 a 950 °C pode sofrer transformações de fase que levam a formação de fases deletérias às propriedades do aço, como por exemplo a formação de fase sigma, chi e nitretos de cromo, que comprometem diretamente sua resistência à corrosão, além de aumentar a dureza e a fragilidade do aço, sendo consideradas as principais responsáveis pela degradação das propriedades do aço [2].

Devido a isso, é necessária a realização do estudo e quantificação das fases presentes nos AID a fim de que seja evitado o aparecimento de fases deletérias no material. Por essa razão, o objetivo do presente trabalho é a avaliação da possibilidade de utilizar a DRX utilizando radiação com fonte de cobre  $K\alpha 1$  tanto na caracterização quanto na quantificação da fração volumétrica das fases presentes no AID UNS S31803, solubilizado em três temperaturas diferentes, sendo elas 1070, 1130 e 1180 °C, comparando os resultados obtidos com resultados de ferritoscopia, estereologia quantitativa e simulação computacional utilizando o software Thermo-Calc, e como objetivos específicos, busca-se a possibilidade de caracterizar os parâmetros de rede das fases ferrita e austenita em função de suas composições químicas.

## 2. Metodologia

Três chapas de AID UNS S31803 foram tratadas termicamente em temperaturas de 1070, 1130 e 1180 °C, em forno sob vácuo, e resfriadas em água. As

amostras foram preparadas metalograficamente até polimento e foram analisadas no difratômetro de raios-X Shimadzu XRD-7000, utilizando radiação de  $Cu K\alpha 1$  ( $\lambda=0,15406$  nm), com varredura de  $40^\circ < 2\theta < 100^\circ$ , o passo usado foi de  $0,02^\circ$  e a taxa de varredura foi de  $0,5^\circ/\text{min}$ , obtendo-se 10 difratogramas para cada temperatura em estudo.

Com o ferritoscópio FISCHER modelo MP30, foram realizadas 30 medidas para cada temperatura em estudo, para a medição da fase ferrita. Para a realização da estereologia quantitativa, realizou-se ataque metalográfico com o reagente Beraha modificado, que consiste em uma solução de 100 mL de solução HCl (10%) e proporção de 1g de metabissulfito de potássio para 2g de bifluoreto de amônio. Posteriormente, realizou-se análise metalográfica com a utilização de microscópio óptico, e quantificação de fases selecionando 20 micrografias de cada amostra, utilizando o software de análise de imagens AnalySIS docu.

Para a simulação computacional, foi utilizada a base de dados TCFE8 do software Thermo-Calc, com composição química de entrada Fe – 22,07%Cr – 5,68% Ni – 3,20%Mo – 0,17%N – 1,38%Mn – 0,34%Si – 0,13%V – 0,15%Cu, para calcular a fração volumétrica da ferrita e austenita em equilíbrio em temperaturas entre 1050 e 1200 °C.

## 3. Resultados e Discussões

Foram obtidos difratogramas como os representados na figura 1, indicando a presença das fases ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ).

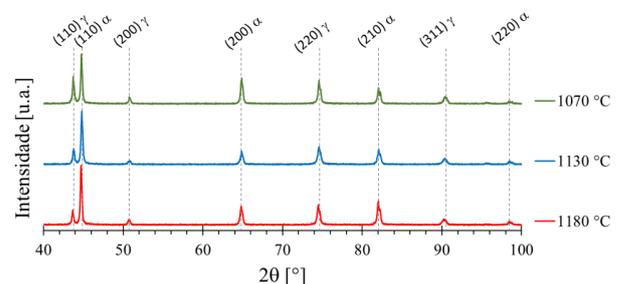


Figura 1 – Difratogramas obtidos com radiação  $Cu K\alpha 1$  para as temperaturas de solubilização em estudo.

Através dos resultados obtidos pela DRX, foi possível a realização da quantificação das frações volumétricas das fases presentes, assim como seu parâmetro de rede. Nas figuras 2 e 3 é possível observar a comparação entre os resultados de fração volumétrica entre as técnicas de DRX, ferritoscópio, estereologia quantitativa e simulação computacional, e na figura 4,

tem-se os resultados de parâmetro de rede obtido para as fases presentes.

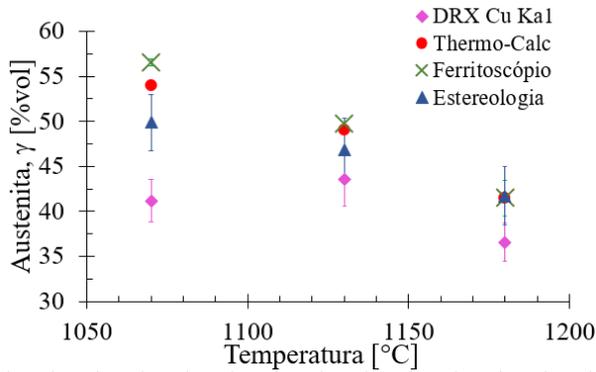


Figura 2 – Comparação de fração volumétrica da fase austenita.

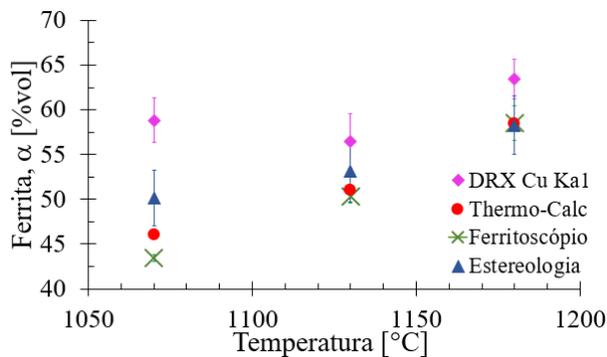


Figura 3 – Comparação da fração volumétrica da fase ferrita.

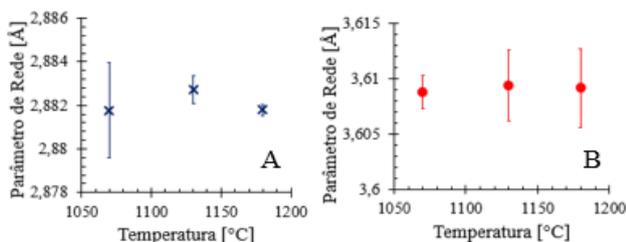


Figura 4 – Parâmetro de rede em função da temperatura para as fases ferrita (A) e austenita (B).

A partir dos resultados obtidos para as frações volumétricas das fases presentes, representados nas figuras 2 e 3, é possível observar que, para as medidas de DRX, não houve uma variação significativa na fração volumétrica das fases para as temperaturas de 1070 e 1130 °C, porém é possível notar alterações para a temperatura de 1180 °C. Os resultados de estereologia quantitativa e ferritoscópio foram bastante próximos aos resultados de simulação computacional com o software Thermo-Calc, que simula a condição de equilíbrio do material, indicando que as amostras em estudo estão próximas do equilíbrio termodinâmico.

Através dos gráficos, também é possível notar que os resultados de DRX e demais técnicas se aproximam mais em temperaturas de solubilização mais elevadas, indicando a possibilidade do efeito de textura na amostra solubilizada a 1070 °C.

Todas as técnicas em estudo mostraram o aumento da fração volumétrica da fase ferrita e consequente diminuição da fração volumétrica da fase austenita com o aumento da temperatura de solubilização.

Esperava-se que com o aumento da temperatura de solubilização, o aumento do Nitrogênio na fase  $\gamma$  e a diminuição de Molibdênio na fase  $\alpha$  alterassem o parâmetro de rede das fases devido à diferença de seus raios atômicos em relação aos raios atômicos do Níquel e Cromo, que por serem próximos ao raio atômico do Ferro, não devem afetar os parâmetros de rede. Porém essa alteração não foi observada, como pode-se notar nos gráficos da figura 4, onde as médias dos parâmetros de rede se mostraram iguais, evidenciando que a variação da composição química das fases ferrita e austenita nas temperaturas de solubilização em estudo não foi suficiente para afetar os parâmetros de rede das fases obtidas através da DRX utilizando radiação de Cu K $\alpha$ 1.

#### 4. Conclusões

Através dos resultados obtidos pela DRX utilizando radiação de Cu K $\alpha$ 1 é possível concluir que o método em estudo é uma técnica possível para a realização da quantificação da fração volumétrica de aços inoxidáveis dúplex.

As diferenças encontradas entre os resultados de DRX e a simulação computacional provavelmente ocorreram devido a fatores que prejudicam a análise de DRX, que estão ligados ao próprio método da difratometria, assim como a distribuição de fases e textura do material em estudo.

Os resultados obtidos através das técnicas de ferritoscopia e estereologia quantitativa também seguiram a tendência mostrada através da simulação computacional, e os valores obtidos também foram bastante próximos à simulação, especialmente nas temperaturas de solubilização de 1130 e 1180 °C, nas quais os resultados se apresentaram equivalentes entre as técnicas e a simulação.

#### 5. Referências

- [1] Magnabosco, R. Kinetic of sigma phase formation in a duplex stainless steel. *Materials Research*, v. 12, n.3, p. 321 – 327, 2009.
- [2] Tavares, S.S., et al. Detecção de pequenos teores de fase sigma e avaliação de seus efeitos na resistência à corrosão do aço inoxidável duplex UNS S31803. *ENGEVISTA*, v.8, n.2, p. 77 – 82, 2006.

#### Agradecimentos

Ao Centro Universitário FEI pelo uso do Laboratório de Materiais e bolsa de iniciação científica

<sup>1</sup> Aluna de IC do Centro Universitário FEI. Projeto com vigência de 08/17 a 07/18