

CENTRO UNIVERSITÁRIO DA FEI

RICARDO MEIRA DE BORBA

**INVESTIGAÇÃO DAS ALTERAÇÕES MICROESTRUTURAIS
ENTRE 500°C E 650°C NO AÇO UNS S31803**

**Relatório final apresentado ao Programa de
Bolsas de Iniciação Científica do Centro
Universitário da FEI, orientado pelo Prof. Dr.
Rodrigo Magnabosco.**

São Bernardo do Campo

2008

RESUMO

Este trabalho investiga as alterações microestruturais entre 500°C e 650°C para o aço UNS S31803 (SAF 2205), que apresenta grande resistência mecânica combinada a resistência a corrosão. O material em estudo foi submetido ao tratamento térmico de envelhecimento nas temperaturas de 550°C, 600°C e 650°C nos tempos de 0,5h até 96h. A seguir, realizaram-se os ensaios de caracterização microestrutural por microscopia ótica, quantificação da fração volumétrica de ferrita por estereologia quantitativa e por ferritoscópio. Principalmente no tempo de envelhecimento de 96 h, conclui-se que ocorre precipitação da fase α' nas temperaturas de 550°C e 600°C devido a redução de ferrita magnética, se comparada àquela medida por estereologia quantitativa, e também pelo ensaio de dureza Knoop (0,05 kgf), onde nota-se um aumento de dureza da ferrita após 96h a 600°C. Estes mesmos ensaios, junto dos ensaios de análise quantitativa da fração volumétrica da fase sigma após ataque de KOH, confirmaram a precipitação desta fase nas temperaturas de 600°C e 650°C, pois a diferença da fração volumétrica de ferrita obtida pelos dois métodos anteriormente descritos é igual ao resultado da fração volumétrica da fase sigma. O grande desvio padrão encontrado na medição de microdureza Knoop (0,05 kgf) da ferrita da amostra envelhecida por 96 h a 650°C em relação ao da amostra solubilizada é outra confirmação da precipitação da fase sigma, pois esta fase possui dureza superior a da ferrita.

Palavras chaves: Aço inoxidável dúplex; UNS31803; Alfa linha; Fase sigma

SUMÁRIO

1. OBJETIVOS.....	5
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	6
2.1. Aços inoxidáveis.....	6
2.1.1. Introdução.....	6
2.1.2. Aços inoxidáveis ferríticos.....	6
2.1.3. Aços inoxidáveis austeníticos.....	6
2.2. Aços inoxidáveis dúplex.....	7
2.2.1. Metalurgia física.....	7
2.2.1.1. Introdução.....	7
2.2.1.2. Fase α'	9
2.2.1.3. Fase sigma.....	10
2.2.1.4. Outras fases.....	16
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	21
3.1. Material em estudo.....	21
3.2. Tratamentos térmicos.....	21
3.3. Preparação dos corpos de prova (metalografia).....	21
3.4. Caracterização microestrutural.....	22
3.4.1. Ataques metalográficos - Behara modificado e ataque eletrolítico em hidróxido de potássio.....	22

3.4.2.	Identificação da ferrita por ferritoscópio.....	22
3.4.3.	Caracterização quantitativa da microestrutura (estereologia quantitativa).....	22
3.5.	Ensaio de microdureza.....	23
3.5.1.	Dureza Vickers 0,5 kgf.....	23
3.5.2.	Dureza Vickers 0,01 kgf.....	23
3.5.3.	Dureza Knoop 0,01 kgf.....	23
4.	RESULTADOS EXPERIMENTAIS.....	25
4.1.	Caracterização microestrutural.....	25
4.1.1.	Microscopia óptica.....	25
4.1.2.	Caracterização quantitativa da microestrutura.....	40
4.2.	Microdureza.....	43
4.2.1.	Microdureza Vickers (0,5 kgf) por espessura da amostra.....	43
4.2.2.	Microdureza Vickers (0,5 kgf) por tempo de envelhecimento.....	53
4.2.3.	Microdureza Vickers (0,01 kgf) por tempo de envelhecimento.....	55
4.2.4.	Microdureza Knoop (0,01 kgf) por temperatura de envelhecimento.....	57
5.	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	59
6.	CONCLUSÕES.....	61
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	62

1. OBJETIVO

Durante o envelhecimento isotérmico como tratamentos térmicos, soldagem ou conformação a quente, pode ocorrer nos aços inoxidáveis dúplex a precipitação indesejada de outras fases que podem afetar a resistência à corrosão e diminuir as propriedades mecânicas desse aço. Este projeto tem como objetivo verificar as alterações e transformações microestruturais causadas nesse aço entre duas faixas de temperaturas já conhecidas, 700°C e 900°C (onde ocorre a formação da fase sigma) e 300°C e 500°C (onde ocorre a formação da fase α'). Ou seja o trabalho se realizará nas temperaturas de 550°C, 600°C e 650°C pois não há estudos na literatura das possíveis transformações de fase que podem ocorrer nesse intervalo de temperatura.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Aços inoxidáveis

2.1.1. Introdução

Aços que apresentam em sua matriz teores de cromo livre no mínimo de 11% tem a capacidade de formar uma película superficial aderente, chamada de película passiva, sendo essa película a principal responsável por proteger o aço da ação de agentes corrosivos (atmosfera, meios aquosos ou orgânicos). Os aços que apresentam essa característica são chamados de aços inoxidáveis, mas também outros elementos de liga, como níquel, molibdênio e nitrogênio aumentam ainda mais a resistência a corrosão (**SEDRIKS, 1996**).

2.1.2. Aços inoxidáveis ferríticos

Essencialmente ligas binárias ferro-cromo, contendo cerca de 12 a 30% Cr, são denominados ferríticos porque sua estrutura mantém-se essencialmente ferrítica (CCC, do tipo ferro- α).

Os aços inoxidáveis ferríticos são relativamente mais baratos em relação aos demais tipos de aços inoxidáveis, porque não contêm níquel. São usados principalmente como materiais gerais de construção, em que se requer boa resistência à corrosão e ao calor. A presença de carbono nesse aço reduz um pouco a resistência à corrosão. Recentemente, têm sido desenvolvidos novos aços ferríticos, com baixos teores de carbono, de maneira a solucionar esse problema (**SMITH, 1996**).

Os aços inoxidáveis ferríticos apresentam níveis de ductilidade e tenacidade menores do que os encontrados nos aços inoxidáveis austeníticos além de serem imunes a corrosão sob tensão (**POTGIETER e CORTIE, 1991**).

2.1.3. Aços inoxidáveis austeníticos

Os aços inoxidáveis austeníticos são essencialmente ligas ternárias ferro-cromo-níquel, contendo cerca de 16 a 25% Cr e 7 a 20% Ni.

Dá-se o nome de ligas austeníticas devido ao fato de sua estrutura permanecer austenítica (CFC, γ) numa ampla faixa de temperaturas. O níquel é o grande responsável por essa mudança

significativa em relação ao aço inoxidável ferrítico por possuir uma estrutura cristalina CFC, estabilizando esta estrutura do ferro. Isso proporciona uma capacidade de se deformar a frio maior do que a encontrada em outros aços inoxidáveis, em outras palavras, ele poderá ser mais dúctil e tenaz.

Essa liga possui normalmente melhor resistência a corrosão do que os aços inoxidáveis ferríticos, porém se for posteriormente trabalhada através de soldagem ou tratamentos térmicos com resfriamentos lentos num intervalo de temperatura entre 870 e 600°C, podem tornar-se susceptíveis de corrosão intergranular, porque há precipitação de carbono com cromo formando carbonetos de cromo nos contornos do grão austenítico (SMITH, 1996).

2.2. Aços inoxidáveis dúplex

2.2.1. Metalurgia física

2.2.1.1. Introdução

O termo ‘dúplex’ em Latim tem o significado de duplo, numa visão onde o aço inoxidável dúplex apresenta as fases ferrita (cúbico de corpo centrada) e austenita (cúbico de face centrada) quase na mesma porcentagem de frações volumétricas. Na média, sua microestrutura é composta por 40 a 45% de ferrita e 55 a 60% de austenita, porém essas frações apenas são obtidas após a solubilização que ocorre a uma temperatura entre 1000°C e 1200°C (NILSSON, 1997).

Já sua composição química é composta basicamente por ferro, cromo e níquel, e outros elementos como o nitrogênio. Os aços inoxidáveis dúplex apresentam uma boa combinação de propriedades tais como: resistência mecânica superior aos tradicionais aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos, boa tenacidade e ductilidade além da excelente resistência a corrosão intergranular, corrosão por pite e corrosão-sob-tensão. Devido essas características esse aço tem sido selecionado para diversas aplicações como nas indústrias naval marinha e de água doce, grandes aquecedores de água, indústria pesada de petróleo “off-shore” e muitas outras indústrias químicas (INOX’90, 1990).

As primeiras gerações de aços inoxidáveis dúplex não possuíam nitrogênio em sua composição. Isso permitia a formação de contínuas regiões de ferrita proporcionando uma grande redução da capacidade corrosiva desse material. Porém as propriedades podem ser restauradas com tratamentos para reformar a austenita.

A segunda geração dos aços dúplex já possuía nitrogênio em sua composição, eles são designados como por exemplo 2205 (22% de Cr e 05% de Ni), 2304 (23% de Cr e 04% de Ni) entre outros, sendo estes muito mais aceitos e produzidos em mais formas geométricas do que a primeira geração. Entretanto a produção total de aços inoxidáveis dúplex é muito inferior a produção de aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos, pois seu preço continua muito elevado (SEDRIKS, 1996).

Por outro lado, os aços inoxidáveis dúplex são suscetíveis a precipitação de fases indesejáveis quando submetidos a envelhecimento isotérmico, processo de soldagem ou mesmo diversos tratamentos térmicos. A precipitação de novas fases causa no aço inoxidável dúplex uma redução das propriedades mecânicas (fragilização) assim como a redução da resistência a corrosão. Sabe-se de duas principais fases que se precipitam nessas condições, a fase α' e a fase sigma (σ) (INOX'90, 1990).

Sedriks (1996) mostra o diagrama da figura 2.1, onde se constata esquematicamente a curva TTP (tempo-temperatura-precipitação) para o aço dúplex 2205. Pode-se notar uma lacuna entre as temperaturas de precipitação da fase sigma (700 a 900°C) e entre as temperaturas de precipitação da fase α' (475°C *embrittlement*). É nesta lacuna que o trabalho aqui apresentado irá concentrar seus esforços de pesquisa.

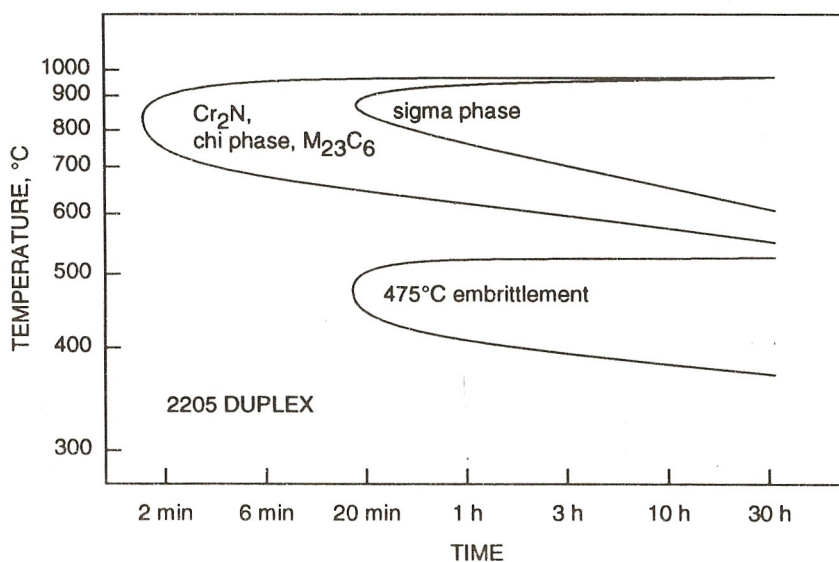


Figura 2.1 – Diagrama de tempo – temperatura – precipitação do aço inoxidável dúplex 2205 (SEDRIKS, 1996).

2.2.1.2. Fase α'

O trabalho de (MAGNABOSCO, 2007) revela indícios da decomposição espinodal da ferrita, pois o potencial de resistência a corrosão por pite é indiretamente proporcional ao tempo de envelhecimento das amostras, sendo isto decorrente do cromo que estava inicialmente presente na ferrita e posteriormente ao envelhecimento foi utilizado na formação de fase α' , não estando mais disponível para ser redistribuído pela ferrita final. Nesse artigo o material estava solubilizado no estado inicial apresentando frações semelhantes de ferrita e austenita e posteriormente sofreu um tratamento de envelhecimento a 475°C por período de até 1000 horas. Porém foi observado apenas a formação da fase α' a partir da ferrita original.

A formação de fase α' provoca o endurecimento dos aços dúplex por partículas finamente dispersas de α' na própria ferrita original. O surgimento da fase α' é observado a partir do aumento da dureza como se pode verificar na figura 2.2 onde se mostra um aumento da dureza a partir de 2 horas de envelhecimento a 475°C. Verifica-se também a diminuição da tenacidade associada. (SOLOMON e DEVINE, 1982).

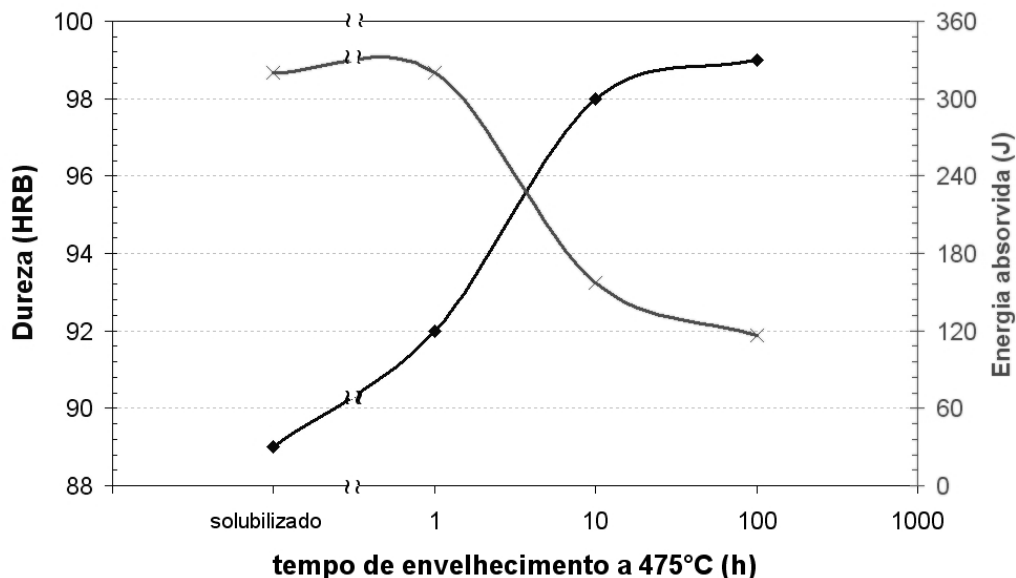


Figura 2.2 - Energia absorvida em ensaio de impacto Charpy a temperatura ambiente e dureza Rockwell B de amostras de aço inoxidável dúplex U50 solubilizado e envelhecido a 475°C nos tempos indicados (SOLOMON e DEVINE, 1982).

Pode-se constatar mais uma evidência da formação da fase α' na figura 2.3, onde foi construído um diagrama de dureza em função do tempo de envelhecimento a 475°C

(MAGNABOSCO, 2007), onde o autor mostra uma considerável diminuição da dureza a partir da máxima dureza atingida pela fase α' , isso se deve provavelmente ao fato do crescimento (coalescimento) desta fase que já havia se formado.

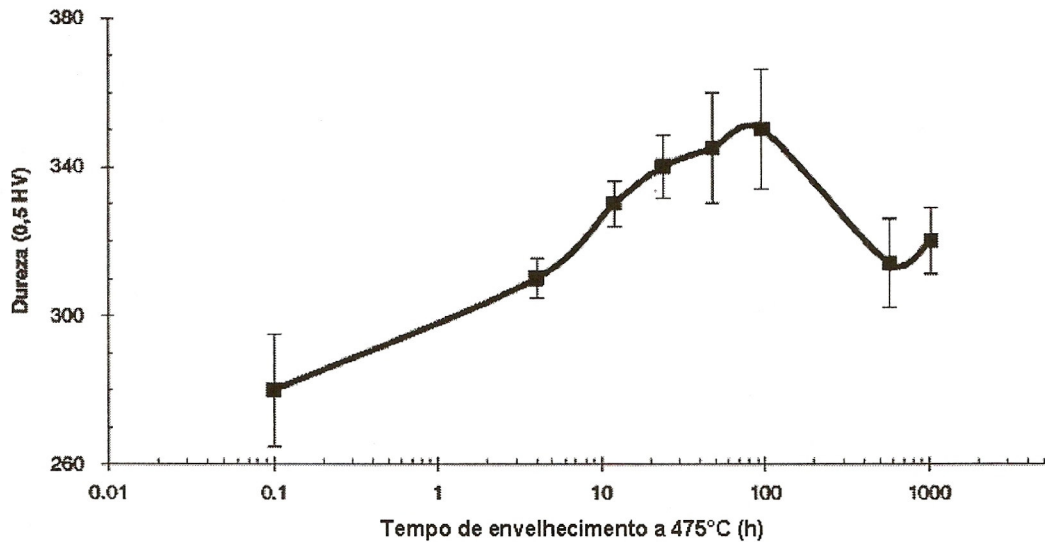


Figura 2.3 – Dureza das amostras de aço UNS S31803 em função do tempo de envelhecimento a 475°C. O tempo de 0,1 hora representa as amostras solubilizadas (MAGNABOSCO, 2007).

Outro trabalho, (Weng, 2004), mostra resultados de grande fragilização do aço inoxidável duplex 2205, quando submetido ao tratamento térmico de envelhecimento a 475°C. Isto é devido a degeneração da fase ferrita, onde a análise por microscópio eletrônico de alta resolução mostra a decomposição espinodal da ferrita em fase (α) rica em ferro e fase (α'), rica em cromo. O FEG-TEM (Field-emission gun transmission electron microscopy) foi usado para análise de detalhes nanométricos das amostras envelhecidas como na figura 2.4 onde a imagem com manchas no formato de casca de laranja é atribuída a nucleação e crescimento das partículas (α') rica em cromo ou da reação de decomposição espinodal que originaria a fase α' .

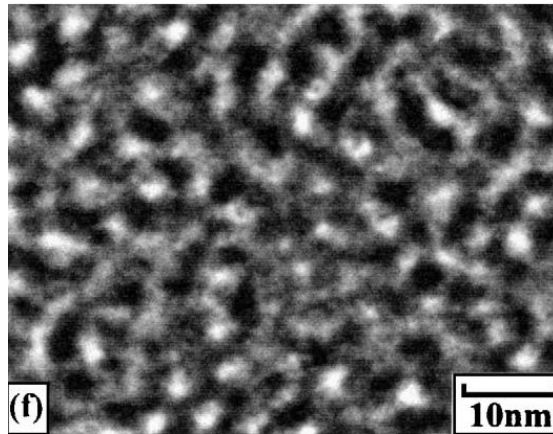


Fig. 2.4- FEG-TEM mostra microestrutura da amostra envelhecida a 475°C por 64 h. (WENG, 2004)

Ainda no mesmo trabalho (Weng, 2004), tem-se que os valores de microdureza Vickers (HV 10) por tempo de envelhecimento nas diferentes temperaturas seguem o comportamento mostrado na figura 2.5, esse resultado mostra que a fragilização causada no aço é associada ao aumento da dureza apenas na fase ferrita. Afirma-se neste trabalho que isto é devido a decomposição espinodal da ferrita original em (α) e (α').

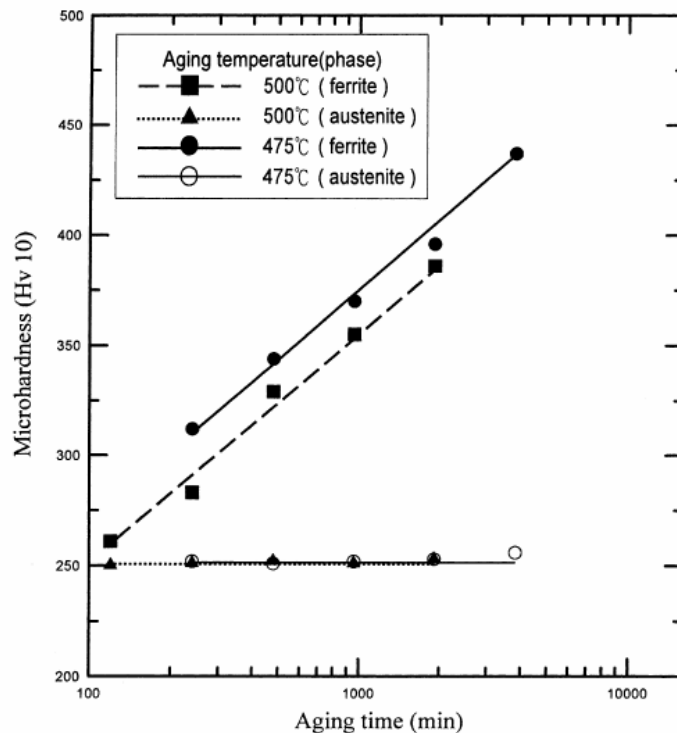


Figura 2.5 – Efeito do tratamento de envelhecimento na microdureza Vickers (HV 10) da ferrita e austenita para a temperatura de envelhecimento de 475° a 500°C (WENG, 2004).

2.2.1.3. Fase sigma

Outra fase que pode ser precipitada no aço dúplex é a fase sigma, onde é razoável supor que sua formação se dê a partir da ferrita, pois esta tem uma composição mais semelhante a da fase sigma sendo ambas ricas em Cr e Mo e pobres em Ni. Como a difusão dos elementos de liga na ferrita ocorre muito mais rápido que na austenita, a nucleação da fase sigma ocorre preferencialmente nas interfaces de ferrita e austenita, mas seu crescimento se dá do lado ferrítico. Nas pesquisas de Brandi e Padilha mostradas no Seminário Brasileiro sobre aços inoxidáveis (**INOX'90, 1990**), num aço dúplex com 0,12%C, 31%Cr e 9%Ni a morfologia maciça de sigma está muito mais presente em temperaturas mais altas (900°C) e as microestruturas lamelares estão mais presentes nas temperaturas mais baixas (700°C).

Quando comparada com a dos aços inoxidáveis austeníticos, a precipitação de fase sigma dos aços dúplex ocorre em tempos menores, em temperaturas maiores e a quantidade formada é maior (**INOX'90, 1990**).

Outro trabalho (**MAGNABOSCO, 2005**), mostra que até 0,1 hora de envelhecimento entre 700°C e 900°C a fase sigma é formada a partir das interfaces de ferrita com ferrita e austenita com ferrita, sendo a ferrita transformada por decomposição eutetóide, conseqüentemente gerando austenita secundária. Mas já a partir de 0,1 hora de envelhecimento, porcentagens volumétricas de ferrita e austenita decresceram mostrando que a fase sigma se transformou a partir dessas fases juntamente com a decomposição eutetóide da ferrita. Neste mesmo trabalho, o diagrama TTP da fase sigma foi obtido, e é mostrado na Figura 2.6.

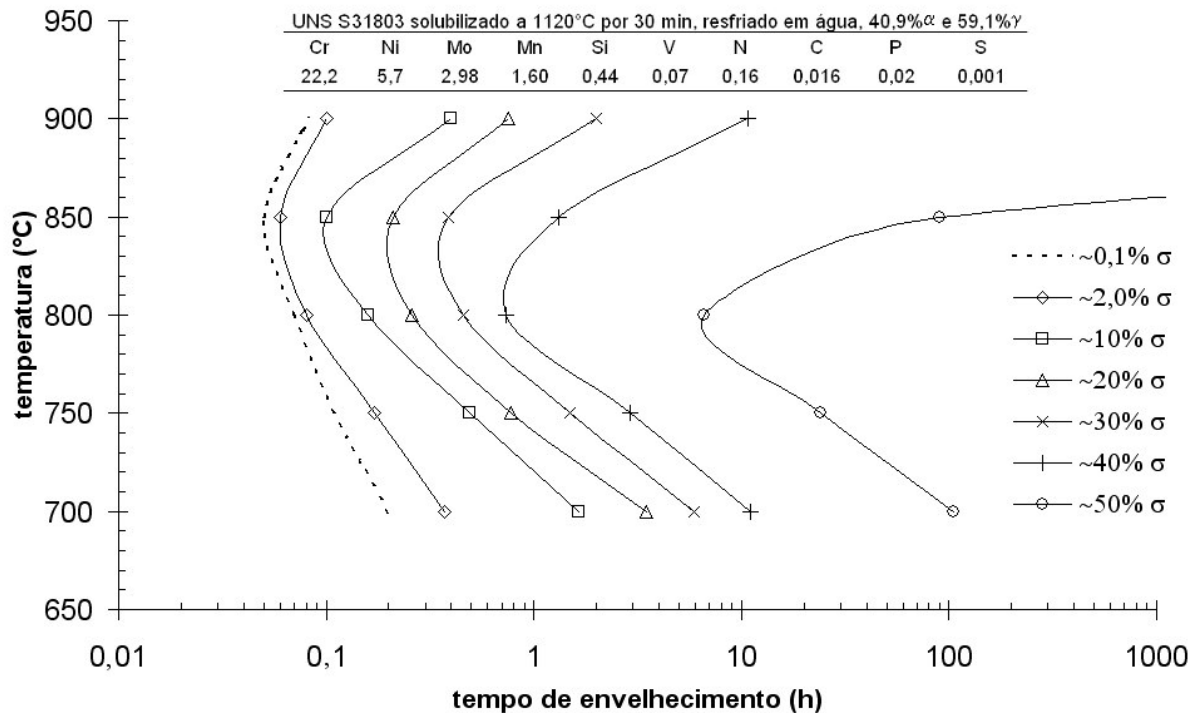


Figura 2.6 – Diagrama de precipitação isotérmica de fase sigma (tempo-temperatura-precipitação, TTP) para o aço UNS S31803 (MAGNABOSCO, 2005).

A aplicação de nitrogênio no aço inoxidável dúplex pode ampliar significativamente o campo de estabilidade da austenita dependendo dos teores de níquel e cromo. Essa adição em aços inoxidáveis chega a até 0,9%. É importante ressaltar que o empobrecimento de nitrogênio pode levar a desestabilização da austenita causando assim a precipitação da ferrita e essa precipitação facilita outra precipitação, a da fase sigma.

O diagrama de DeLong (figura 2.7) é construído com base nos conceitos de cromo e níquel equivalente, leva em conta a presença de nitrogênio acima de 0,1% que é o caso do aço inoxidável dúplex UNS S31803 em estudo. Com ele percebe-se que a variação da porcentagem de ferrita em relação à composição do aço. Os resultados obtidos são referentes a aplicações com soldas, porém pode se extrapolar esses resultados para o tratamento térmico de envelhecimento em aços inoxidáveis contendo elevados teores de nitrogênio.

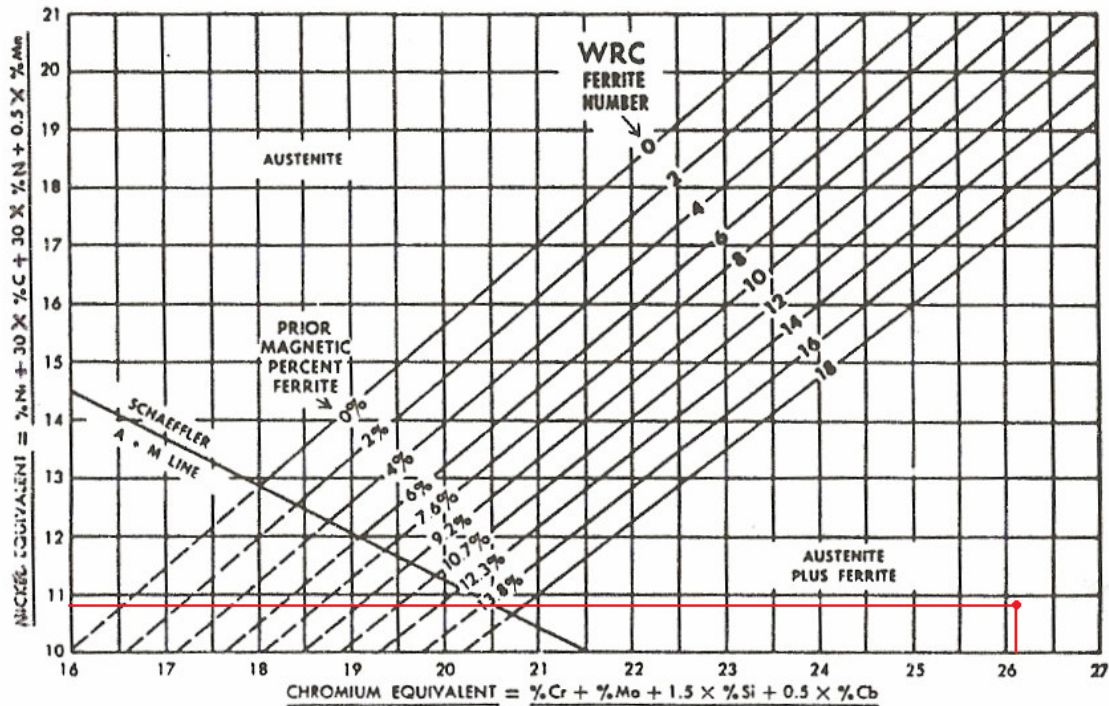


Figura 2.7 – Diagrama de DeLong, Cromo e o Níquel equivalente igual a respectivamente 26,27% e 10,05% (indicação em vermelho) (INOX’99, 1999).

Com as fórmulas e o diagrama de DeLong, tem-se uma idéia da estrutura que irá se apresentar após a solubilização do aço em estudo. As fórmulas são:

$$\text{Cromo Equivalente} = \% \text{ Cr} + \% \text{ Mo} + 1,5 \times \% \text{ Si} + 0,5 \times \text{N}.$$

$$\text{Níquel Equivalente} = \% \text{ Ni} + 30 \times \% \text{ C} + 30 \times \% \text{ N} + 0,5 \times \% \text{ Mn}.$$

Com base na composição química típica do aço UNS S31803 (Fe - 22,5%Cr - 5,74%Ni - 3,2%Mo - 1,42%Mn - 0,35%Si - 0,1%N - 0,02%C), podem-se calcular o Cromo e o Níquel equivalente sendo igual a respectivamente 26,27% e 10,05% e com esses dados e o digrama de DeLong pode-se prever que a estrutura do aço UNS31803 irá apresentar austenita e ferrita após a solubilização desse aço, como se pode constatar pela marcação em vermelho no diagrama de DeLong. (INOX’99, 1999)

Sabe-se que a fase sigma é formada nas interfaces α/α ou α/γ quando a ferrita se transforma por decomposição eutetóide gerando austenita secundária. No trabalho (MAGNABOSCO, 2005), constata-se uma diminuição da fração volumétrica de austenita, um aumento da fase sigma e diminuição da fração volumétrica de ferrita no envelhecimento a

700°C (figura 2.8). A temperatura de 700°C está próxima da temperatura de máximo envelhecimento para o aço inoxidável dúplex UNS S31803 deste trabalho que é de 650°C, sendo assim pode-se esperar a presença da fase sigma nesta temperatura. No mesmo trabalho (MAGNABOSCO, 2005), tem-se como resultado a estabilização e a maior cinética de precipitação da fase sigma entre as temperaturas de 700°C e 850°C nos tempos de 100h.

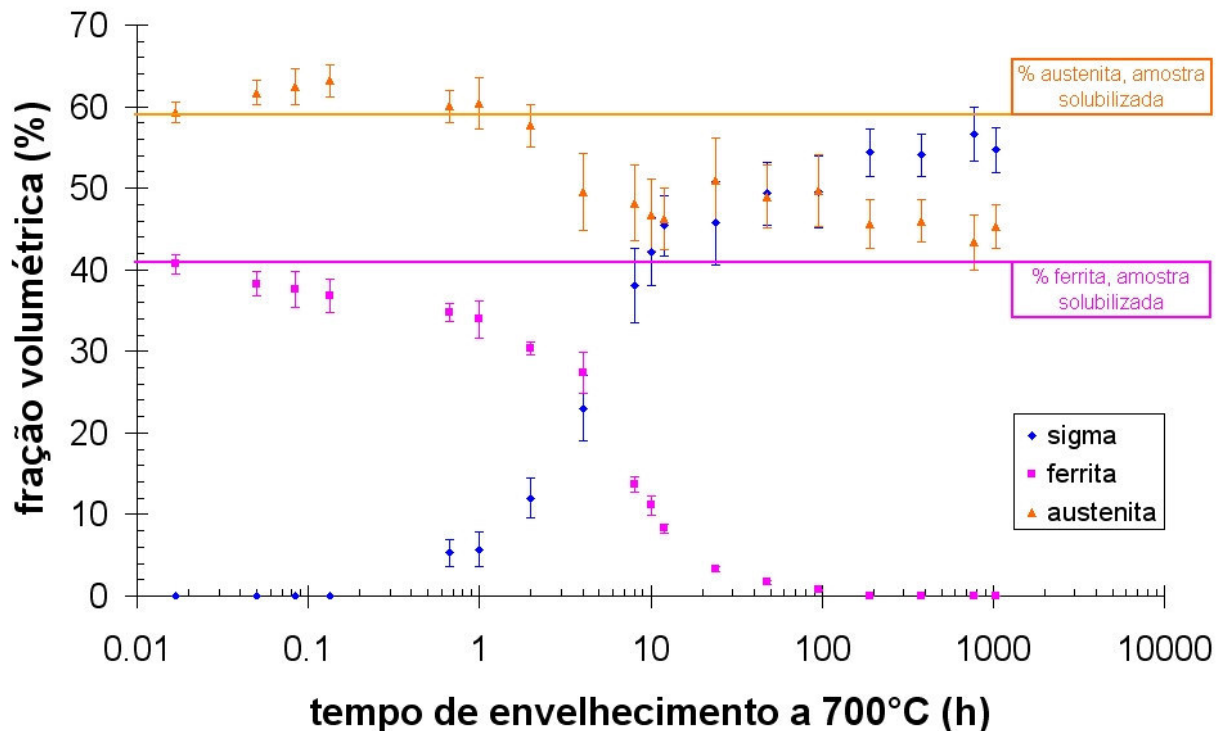


Figura 2.8 – Frações volumétricas de austenita, ferrita e sigma em função do tempo de envelhecimento a 700°C. (MAGNABOSCO, 2005)

A fase sigma é uma das fases mais indesejáveis no aço dúplex pois pode prejudicar tanto as propriedades mecânicas do material quanto a resistência a corrosão. Por exemplo, apenas 1% de fase sigma já pode ser responsável por diminuir em 50% a resistência ao impacto desse aço. Uma razoável maneira de se avaliar a reação de precipitação da fase sigma é através da medição da fração volumétrica de ferrita em função do tempo de envelhecimento do tratamento como mostrado na figura 2.9, onde o aço dúplex B (DIN W. Nr. 1.4462) de composição química: (C = 0,022% , Si = 0,41% , Mn = 1,74%, Cr = 22,20%, Ni = 5,77%, Mo = 2,92%) sofreu um tratamento de envelhecimento a 700°C (INOX'90, 1990).

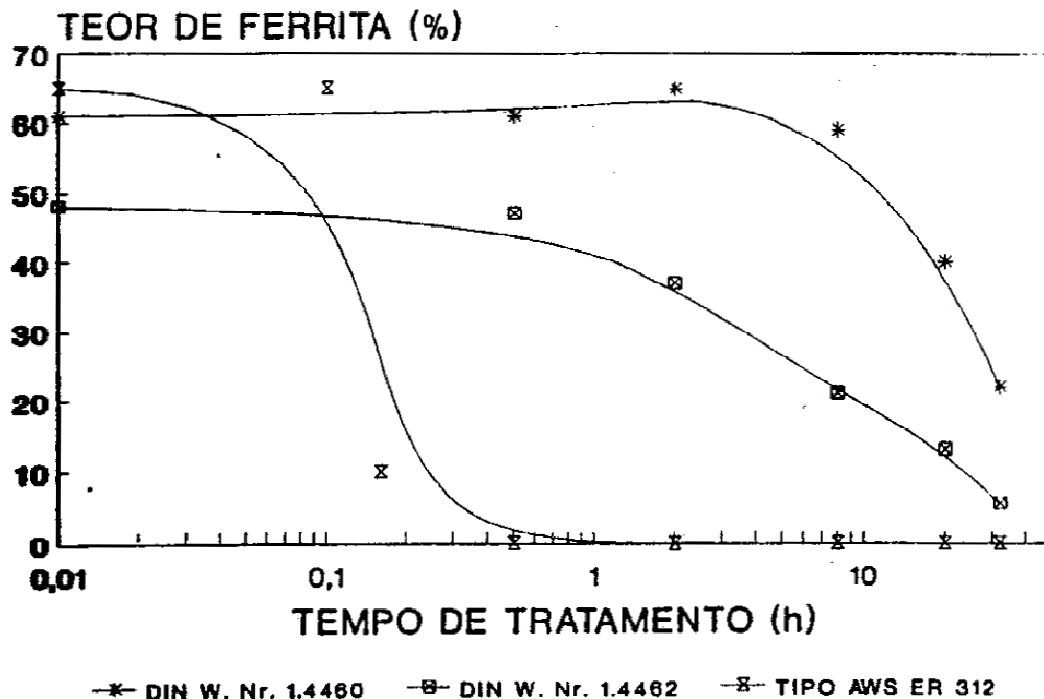


Figura 2.9 – Teor de ferrita para os aços A (DIN W. Nr. 1.4460), B (DIN W. Nr. 1.4462) e C (TIPO ASW. ER. 312) em função do tempo de tratamento térmico a 700°C (INOX'90, 1990).

As fases sigma de tamanhos não perceptíveis em microscópio óptico são mais prejudiciais a resistência a corrosão do que a de precipitados de tamanhos maiores, e deste modo tratamentos térmicos entre as temperaturas de 650° a 750°C também causam a diminuição da resistência a corrosão principalmente por pite. Entretanto os tratamentos térmicos de maiores tempos de duração também entre as temperaturas de envelhecimento de 650° a 750°C podem melhorar a resistência a corrosão intergranular pois conseguem redistribuir o cromo e o molibdênio nas regiões ao lado da fase sigma (ADHE, 1996). Ou seja, mesmo após longos tempos de envelhecimento, poderá ser encontrado mais cromo ao redor das possíveis fases sigma, encontradas no presente trabalho.

2.2.1.4. Outras fases

De acordo com (SOLOMON e DEVINE, 1982), pode-se demonstrar de maneira gráfica (figura 2.10) as diversas fases que podem precipitar no aço U50 de composição química muito semelhante ao abordado nesse trabalho. De acordo com o tempo de envelhecimento desse aço em função das várias temperaturas de envelhecimento, tem-se as curvas características (TTT) para o aço U50 onde se observam as fases possíveis de serem precipitadas.

- $M_{23}C_6$ – Para temperaturas abaixo de 950°C tem-se regiões onde é formado o carbeto $M_{23}C_6$, que é formado a apenas 1 min a 800°C , sendo formado nos contornos de grão de α/α , α/γ e γ/γ .
- Fase Chi(χ) - É formada entre as temperaturas de 600° a 700°C e entre 6 a 10 horas de envelhecimento. Como a fase sigma, a fase χ é frágil e indesejável. A fase χ é encontrada através da análise de raios-X e TEM, e normalmente é uma fase intermediária, que serve de núcleo à formação da fase sigma.

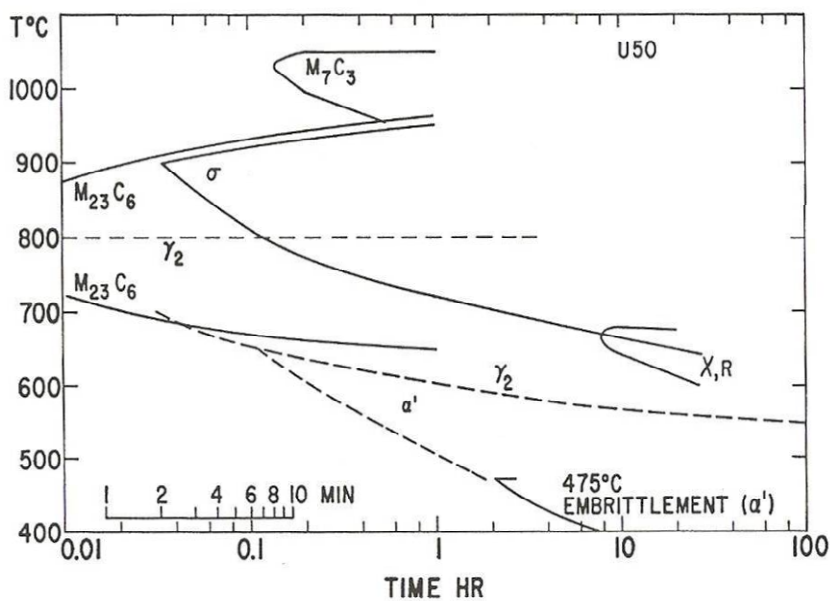


Figura 2.10 – Temperatura-tempo-precipitação, curvas para várias fases observadas no aço U50(duplex). (SOLOMON e DEVINE, 1982).

A precipitação de $Cr_{23}C_6$ (carboneto de cromo) nos contornos de grão dos aços inoxidáveis dúplex quando submetidos ao tratamento térmico de envelhecimento entre as temperaturas de 500° a 800°C , faz com que diminua a quantidade de cromo ao redor dos contornos de grão a valores aproximados de 12% gerando assim a corrosão intergranular. Entretanto, a presença de elementos de liga como o Ni (de 4 a 7%) e de pouco carbono C(<0,02%) diminui a possibilidade de precipitação da $Cr_{23}C_6$ não desejado (ADHE, 1996).

O trabalho de (POHL, 2006), fornece informações complementares a respeito da relação entre a precipitação da fase sigma(σ) e fase(χ), discutidas a seguir:

- Precipitação da fase sigma – De acordo com o digrama de fases do sistema ternário ferro-cromo-níquel (figura 2.11), a fase sigma é termodinamicamente estável e se forma sozinha na presença de boa quantidade de cromo, normalmente sendo formada a temperaturas entre 600° a 1000°C, tendo como mecanismo para sua precipitação a transformação eutetóide da ferrita dentro da austenita.

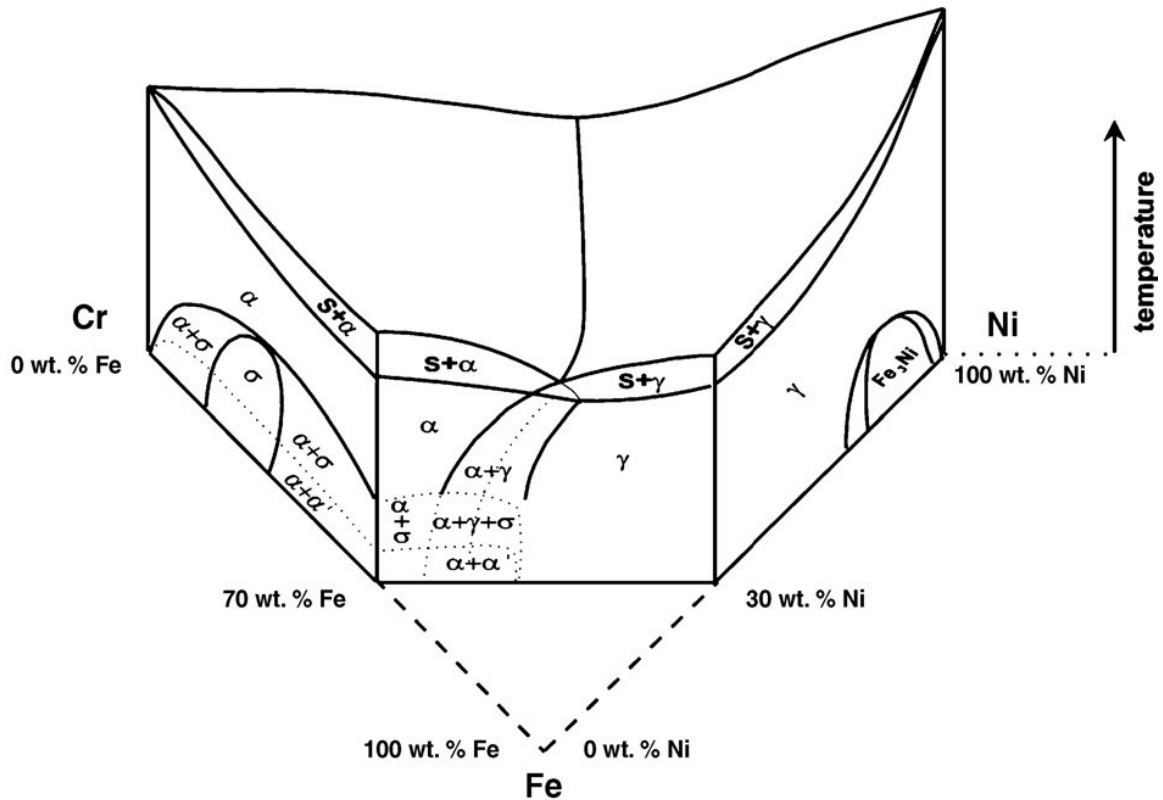


Figura 2.11 – Diagrama de fases do ternário Fe-Cr-Ni (POHL, 2006).

A mais rápida precipitação da fase sigma é encontrada entre as temperaturas de 850° a 900°C, sendo que seu formato irá variar de acordo com diferentes temperaturas de precipitação e tempos de envelhecimento para um aço inoxidável dúplex UNS S31803 (figura 2.12).

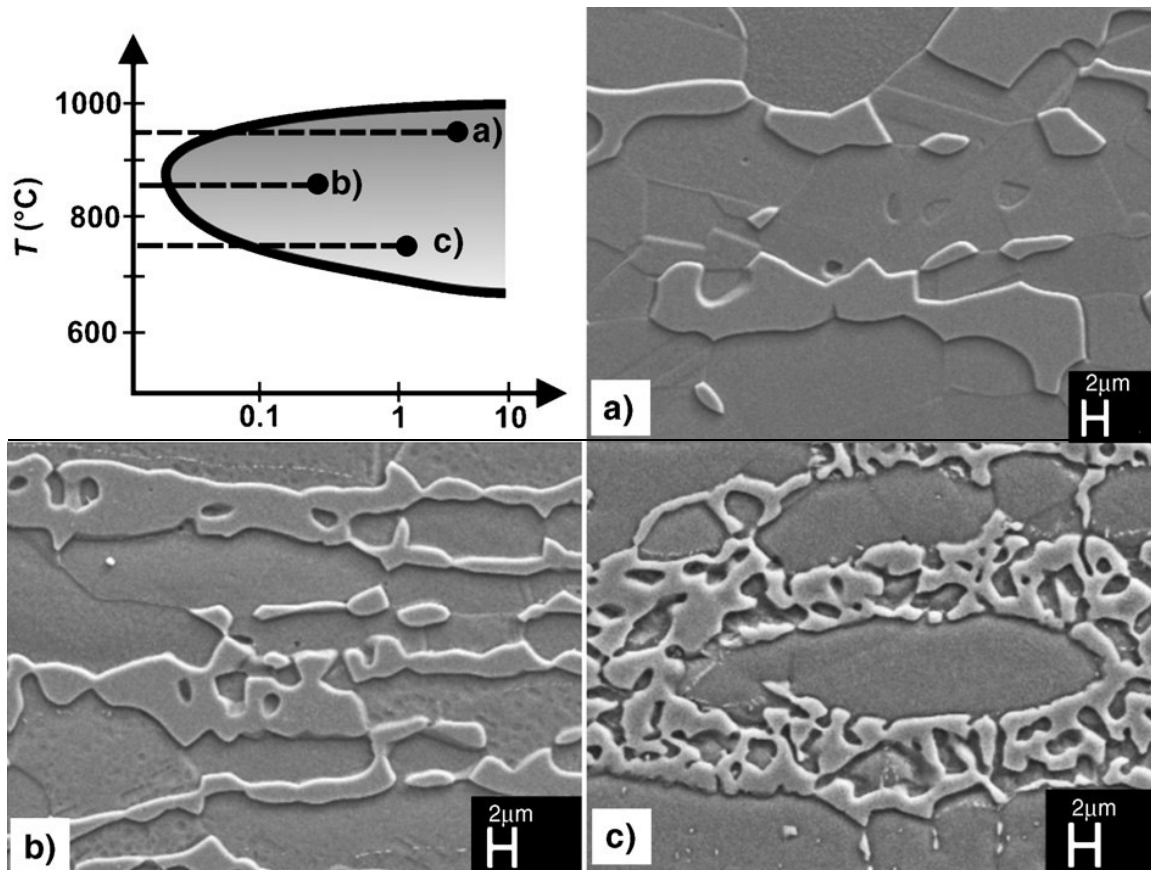


Figura 2.12– Morfologia da fase sigma de acordo com as temperaturas isotérmicas de envelhecimento; a) 950°C, b) 850°C e c) 750°C. (POHL, 2006).

- Precipitação da fase Chi(χ) – Diferentemente da fase sigma, a fase (χ) não tem uma precipitação termodinamicamente estável. A sua precipitação é sempre antecedente a da fase sigma em temperaturas entre 750° a 850°C, e posteriormente com o aumento da própria sigma, ela começa a desaparecer como na figura 2.13, onde se vê também sua formação nos contornos de grão e parcialmente dissolvida na sigma (POHL, 2006).

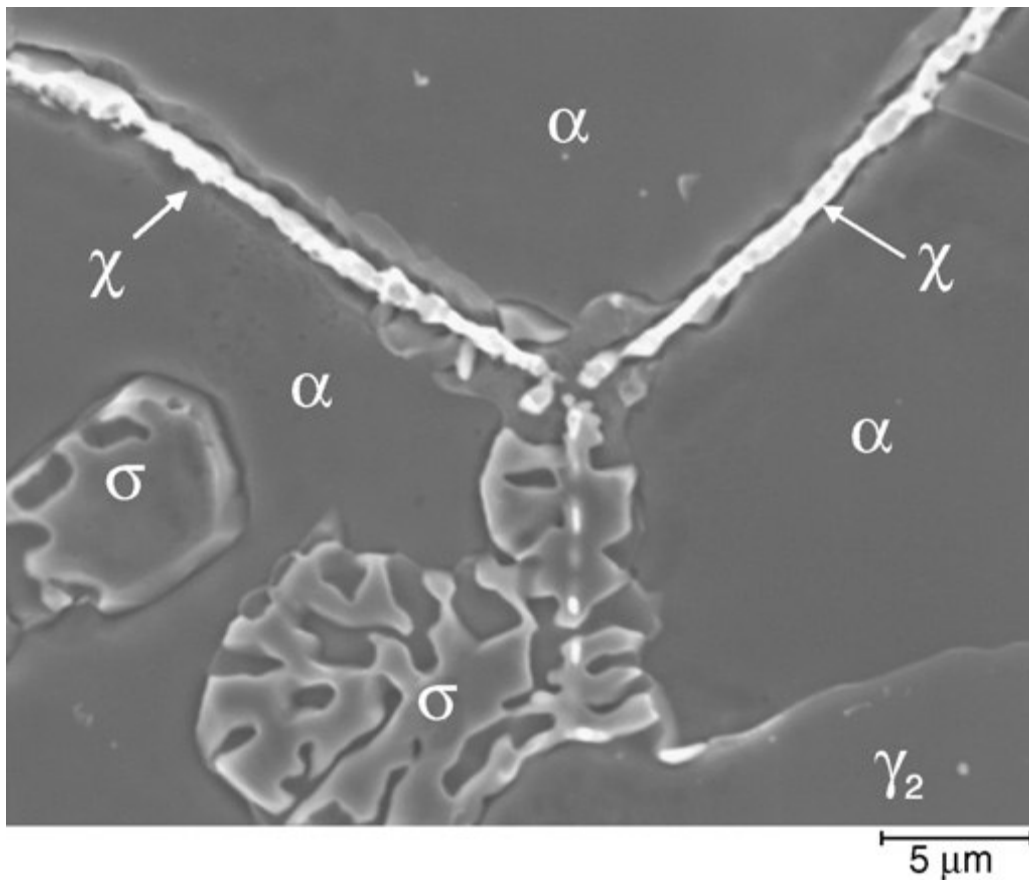


Figura 2.13 - Precipitação e crescimento da Chi no aço inoxidável dúplex. (POHL, 2006)

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Material em estudo

O material em estudo (aço inoxidável dúplex UNS S31803) foi adquirido como chapa de 3 mm de espessura já laminada a 1100°C sendo posteriormente resfriada por jato de ar e água forçado.

Sua composição química está discriminada na tabela 3.1.

Tabela 3.1. Composição química (% em massa) do material em estudo.

Elemento	Cr	Ni	Mo	Mn	N	C	Si	Cu	Fe
% em massa	22,48	5,74	3,2	1,42	0,162	0,018	0,35	0,15	Balanço

3.2. Tratamentos térmicos

Depois de selecionado o material já no formato de pequenas chapas 15x15mm, foram divididos 3 grupos de diferentes temperaturas, 550°C, 600°C e 650°C. Foram realizados pequenos furos no sentido de resgatar dessas amostras dentro do forno com um pequeno pedaço de arame.

Cada grupo possuía 6 diferentes amostras, uma para cada tempo de envelhecimento, que foram 0,5 hora, 1 hora, 4 horas, 24 horas, 48 horas, e 96 horas. O tratamento de envelhecimento foi realizado no forno tubular “Lindberg” com pequena variação de temperatura, de aproximadamente 1°C, onde era injetado de nitrogênio após a formação de vácuo no sentido de eliminar a oxigênio presente e evitar possíveis perdas de nitrogênio da amostra.

3.3. Preparação dos corpos de prova (metalografia)

Após as amostras terem sofrido o tratamento de envelhecimento, foram submetidas a cortes na “cut-off” no sentido de dividí-las em 4 partes sendo uma para análises posteriores e outras três de reserva. Seguindo a seqüência do corte, foi realizado o embutimento da face cortada no sentido longitudinal, com uma resina termofixa de cura a quente. A seguir, as amostras sofreram lixamento com granulometrias de 200, 300, 500 *mesh* e após esse passo elas seguiram para o processo de polimento com pasta de diamante de diâmetros de 6 µm, 3 µm e 1 µm sendo usado água como lubrificante para o lixamento e álcool como lubrificante para o polimento; ambos os processos foram realizados na politriz automática “STRUERS ABRAMIN”.

3.4. Caracterização microestrutural

3.4.1. Ataque metalográfico - Behara modificado e ataque eletrolítico em hidróxido de potássio

Para a visualização da microestrutura, primeiramente apenas a diferenciação das fases ferrita e austenita, foi utilizado o reativo de Behara modificado, com composição de 20 mL de ácido clorídrico, 80 mL de água destilada e deionizada e 1 g de metabissulfito de potássio, com essa solução já feita, são acrescentados mais 2 g de bifluoreto de amônio e assim a solução de Behara está pronta para ser utilizada. Cada amostra foi atacada separadamente e com tempos aleatórios, pois cada amostra reagiu de maneira diferente ao ataque sendo apenas o método visual o responsável pelo término desse com água.

Já para análise da fase sigma presente, utilizou-se ataque eletrolítico seletivo com solução 10% de hidróxido de potássio, a 2 Vcc de diferença de potencial durante um minuto. Depois de realizado o ataque com o reativo de Behara, as amostras foram encaminhadas para o microscópio LEICA DMLM do CDMatM-FEI, para a identificação das fases presentes.

3.4.2. Identificação da ferrita por ferritoscópio

Para quantificar a fração volumétrica de ferrita, foi empregado um ferritoscópio FISCHER modelo MP30 do CDMatM-FEI, sendo esse calibrado a partir de padrões com limite mínimo de leitura de ferrita de 0,1%.

Um total de 19 amostras foram analisadas sendo uma no estado solubilizado, e outras 18 divididas em três grupos de diferentes temperaturas, 550°C, 600°C e 650°C e subdivididas nos tempos de envelhecimento de 0,5 hora, 1 hora, 4 horas, 24 horas, 48 horas, e 96 horas.

Cada amostra foi analisada dez vezes e no final obteve-se média dos resultados juntamente com os desvios-padrão.

3.4.3. Caracterização quantitativa da microestrutura (estereologia quantitativa)

A fração volumétrica de fase sigma e ferrita foi determinada por estereologia quantitativa: as amostras, após o ataque eletrolítico em hidróxido de potássio e também do ataque Behara modificado já descrito, foram submetidas à análise de imagens através do *software* QMetals, parte integrante do sistema de análise de imagens LEICA Q500/W, conectado ao microscópio LEICA DMLM. Foram analisados 30 campos por amostra, colhidos de maneira aleatória.

3.5 Ensaio de microdureza

Outro método utilizado para verificar indiretamente as transformações microestruturais foi o ensaio de microdureza das amostras.

3.5.1 Dureza Vickers 0,5 kgf

Nesse ensaio, 19 amostras foram analisadas, sendo uma amostra no estado solubilizado e três grupos de 550°C, 600°C e 650°C subdivididos nos tempos de envelhecimento de 0,5 hora, 1 hora, 4 horas, 24 horas, 48 horas, e 96 horas. Foi utilizado o microdurômetro Shimadzu HMV-2 do CDMatM-FEI, para a medição da microdureza Vickers, onde cada uma das 19 amostras sofreu 30 medições com uma carga de 0,5 kgf.

As medições foram realizadas na seção longitudinal da amostra num formato diagonal perfeito possibilitando futuramente a determinação da média das 30 medições com seu respectivo desvio padrão para cada amostra, além da construção de diagramas de microdureza em função da distância da superfície da amostra, e do diagrama de microdureza em função do tempo em escala logarítmica para cada temperatura de envelhecimento.

3.5.2 Dureza Vickers 0,01 kgf

Considerando que a medição de dureza Vickers 0,5 kgf é uma média entre as durezas de todas as fases presentes na amostra, surgiu a necessidade da medição da microdureza de cada fase separadamente com uma carga de 0,01 kgf, possibilitando assim futuras comparações de durezas apenas entre fases.

Nesse ensaio, 7 amostras foram analisadas, sendo uma amostra no estado solubilizado e dois grupos de 600°C e 650°C subdivididos nos tempos de envelhecimento de 24 horas, 48 horas, e 96 horas, onde se espera a precipitação da fase sigma. Foi utilizado o microdurômetro Shimadzu HMV-2 do CDMatM-FEI, para a medição da microdureza Vickers, onde cada uma das 7 amostras sofreu medições com uma carga de 0,01 kgf.

As medições foram realizadas na seção longitudinal da amostra buscando a medição separada das duas fases presentes, ferrita e austenita, sendo 10 medições para cada fase. Isto possibilitou a construção do diagrama de microdureza em função do tempo e da temperatura de envelhecimento.

3.5.3 Dureza Knoop 0,01 kgf

Considerando as dificuldades de se medir a dureza com carga de 0,5 kgf devido ao ponto de medição ser considerado relativamente grande em comparação ao tamanho dos grãos das fases presentes, surgiu a necessidade de se medir a dureza Knoop 0,01 kgf sendo essa a medição mais correta de cada fase, como representa a figura 3.1.

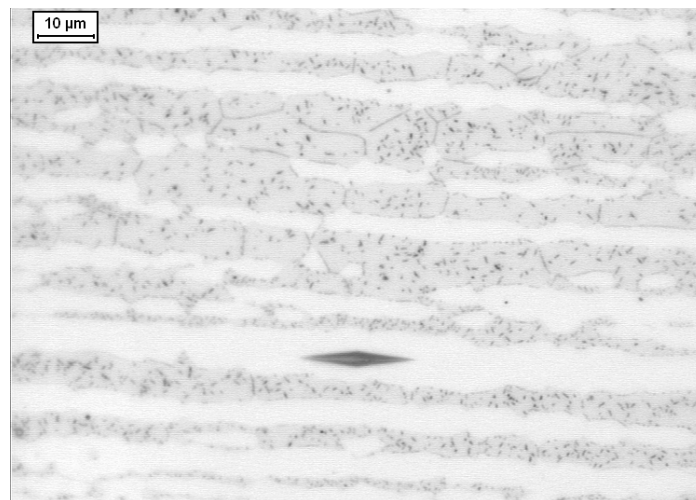


Figura 3.1 – Representação do método da medição da microdureza Knoop (0,05 kgf) realizada na austenita de uma amostra envelhecida a 600°C por 96h. Ferrita (cinza clara), austenita (branca) e sigma (cinza escuro) após KOH.

Nesse ensaio, 4 amostras foram analisadas, sendo uma amostra no estado solubilizada e três envelhecidas por 96h a 550°C, 600°C e 650°C, onde se espera a precipitação da fase α' na temperatura inferior e fase sigma nas temperaturas mais altas. Foi utilizado o microdurômetro Shimadzu HMV-2 do CDMatM-FEI, para a medição da microdureza Knoop, onde cada uma das 4 amostras sofreu 5 medições em cada fase com uma carga de 0,01 kgf.

4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS

4.1. Caracterização microestrutural

4.1.1. Microscopia óptica

Após a metalografia e o ataque na solução de Behara modificado, as amostras foram analisadas no Microscópio LEICA DMLM, com microestruturas representadas nas figuras 4.1 a 4.21. As regiões mais claras da figura são denominadas de fase austenita assim como as mais escuras são denominadas de fase ferrita. Com os resultados de microscopia óptica após o ataque de behara, vê-se que a formação de outra fase dentro da ferrita, provavelmente a sigma, partir do tempo de envelhecimento de 48 h a 600°C como nas figuras 4.12 a 4.14, vê-se também nas figuras 4.20 e 4.21 a maior formação desta fase revelando sua microestrutura mais “angulosa”. Para todos os outros tempos e temperaturas de envelhecimento, se verifica a presença de ferrita e austenita.

Já após a análise por microscopia óptica após o ataque eletrolítico em hidróxido de potássio (KOH) das amostras envelhecidas a 660°C e 650°C nos tempos de 24 a 96 horas, apresentadas nas figuras de 4.22 a 4.29, pode-se constatar a presença da fase sigma, precipitada na ferrita original nas interfaces ferrita-ferrita e ferrita-austenita como em (Magnabosco 2007). A maior precipitação de sigma é encontrada na amostra envelhecida por 96 h a 650°C como mostrado na figura 4.29.

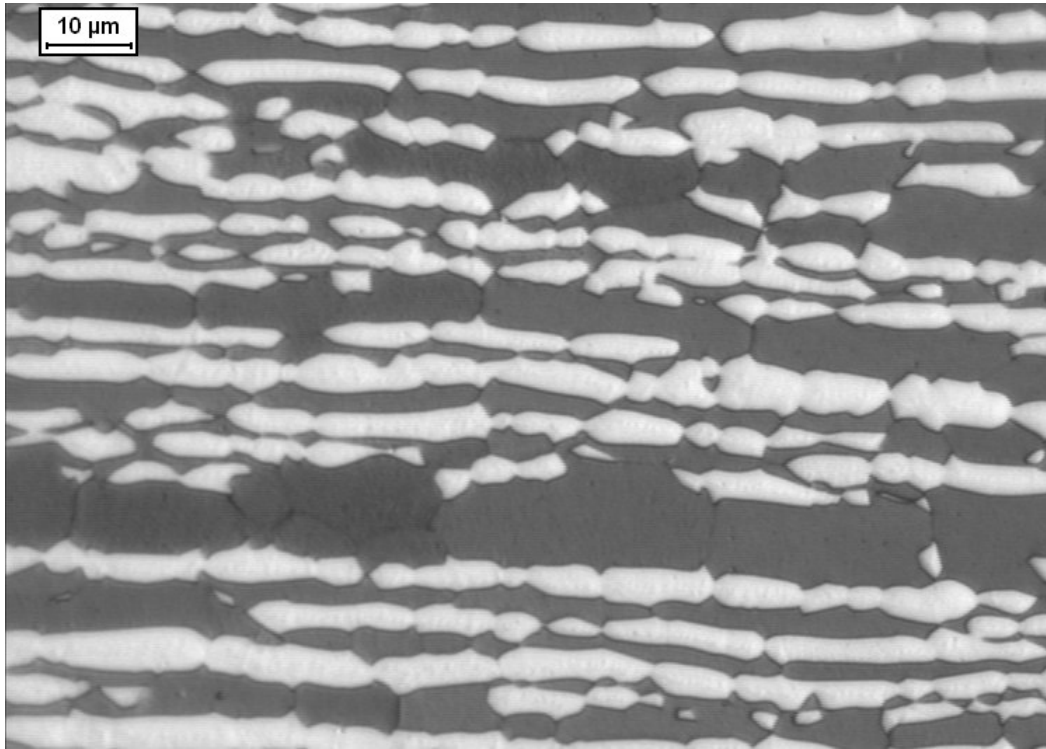


Figura 4.1. Amostra solubilizada. Ferrita (cinza escura) e austenita (cinza claro). Ataque: Behara modificado.

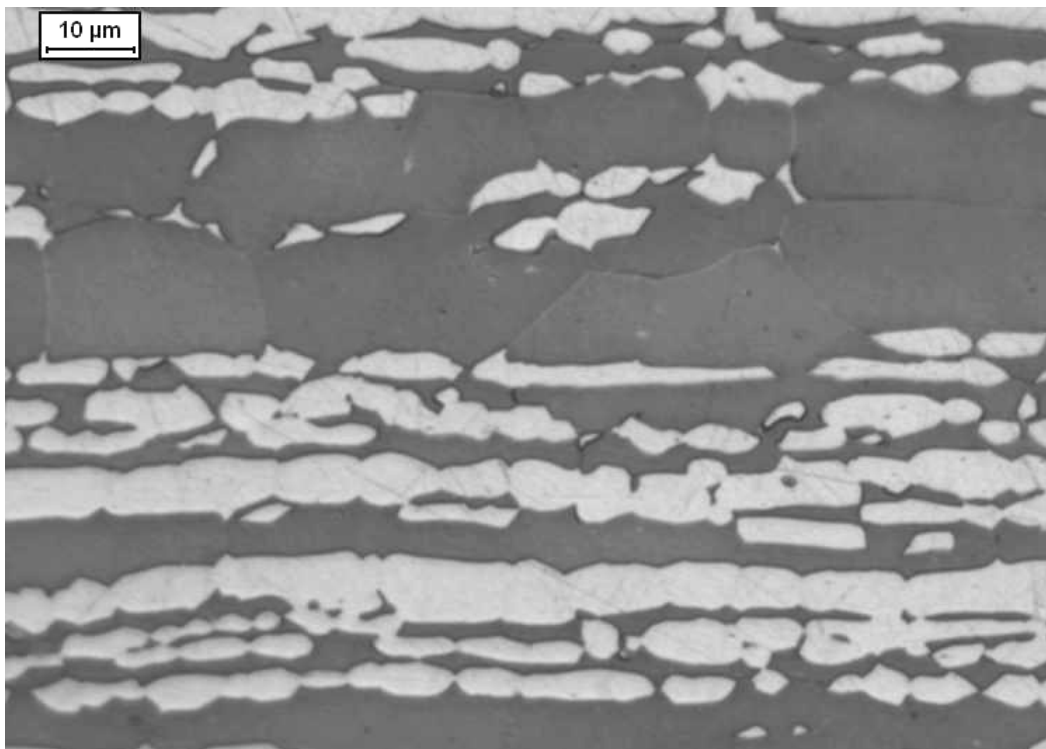


Figura 4.2. Amostra envelhecida a 550°C por 0,5 hora. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

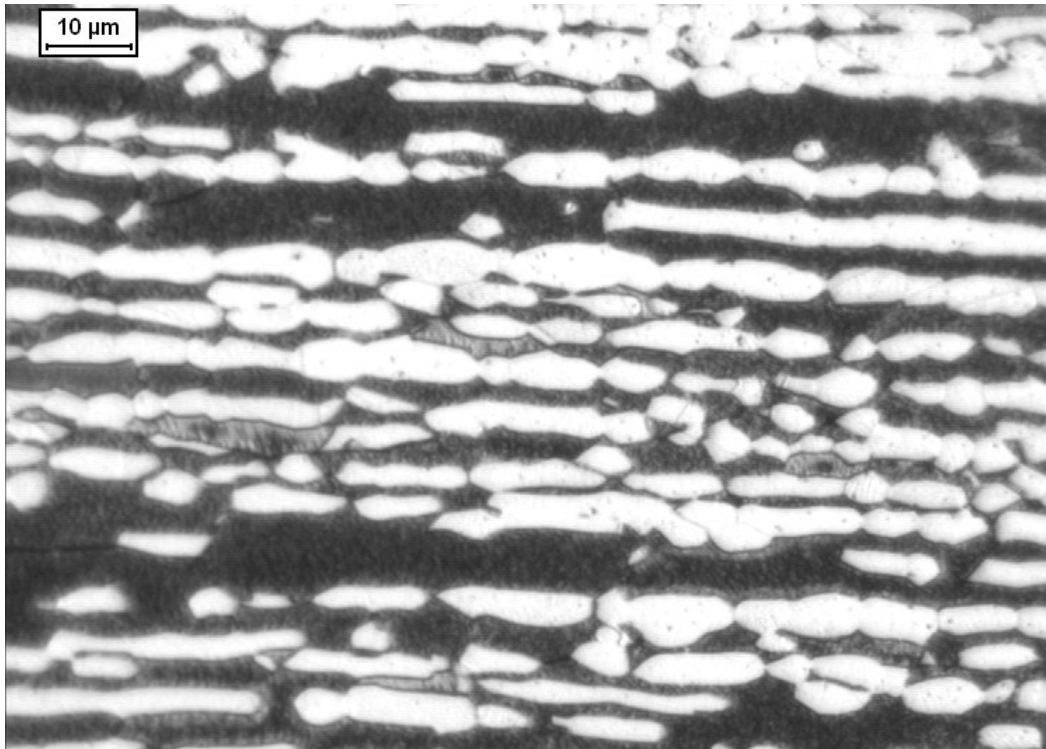


Figura 4.3. Amostra envelhecida a 550°C por 1 hora. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

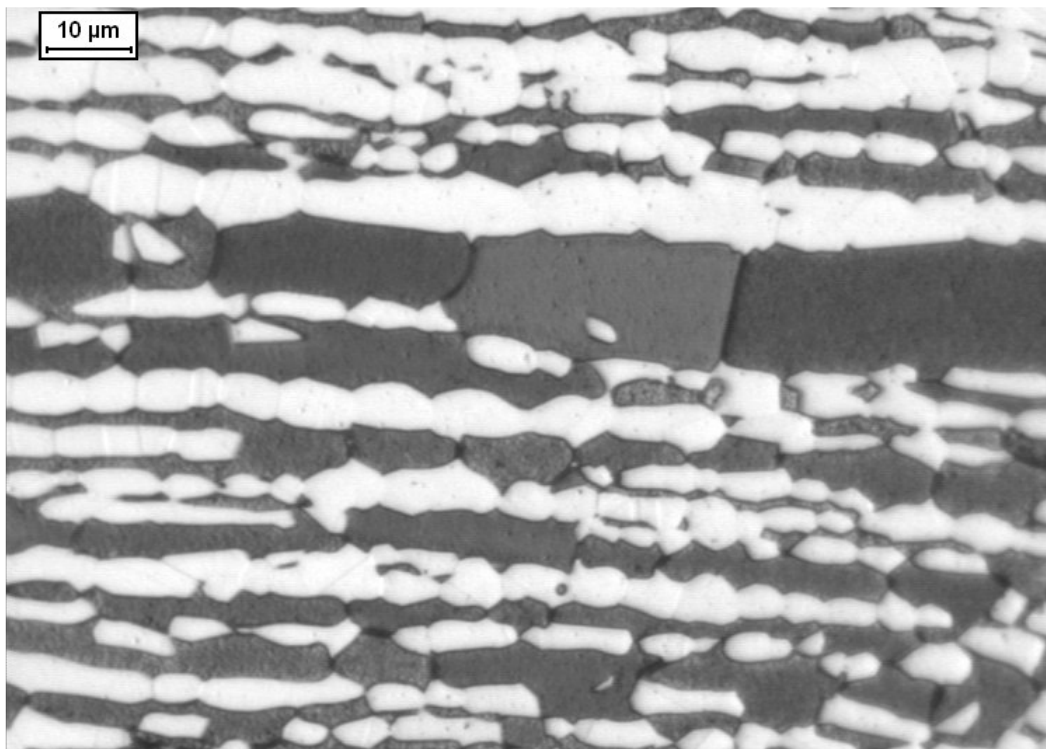


Figura 4.4. Amostra envelhecida a 550°C por 4 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

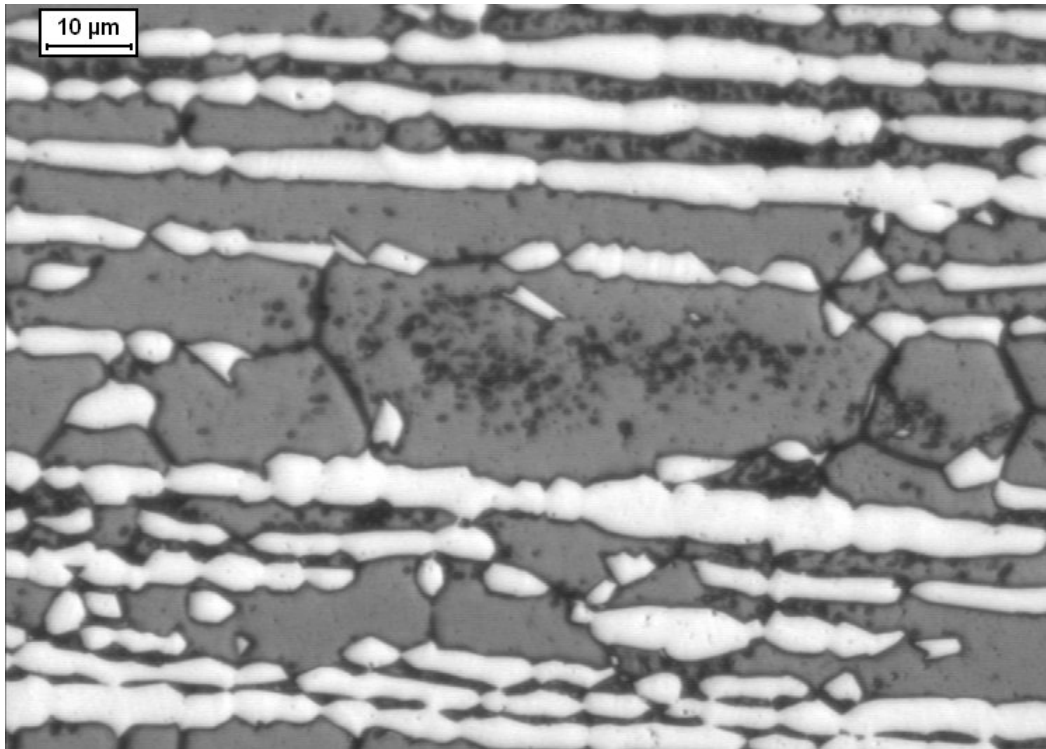


Figura 4.5. Amostra envelhecida a 550°C por 24 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

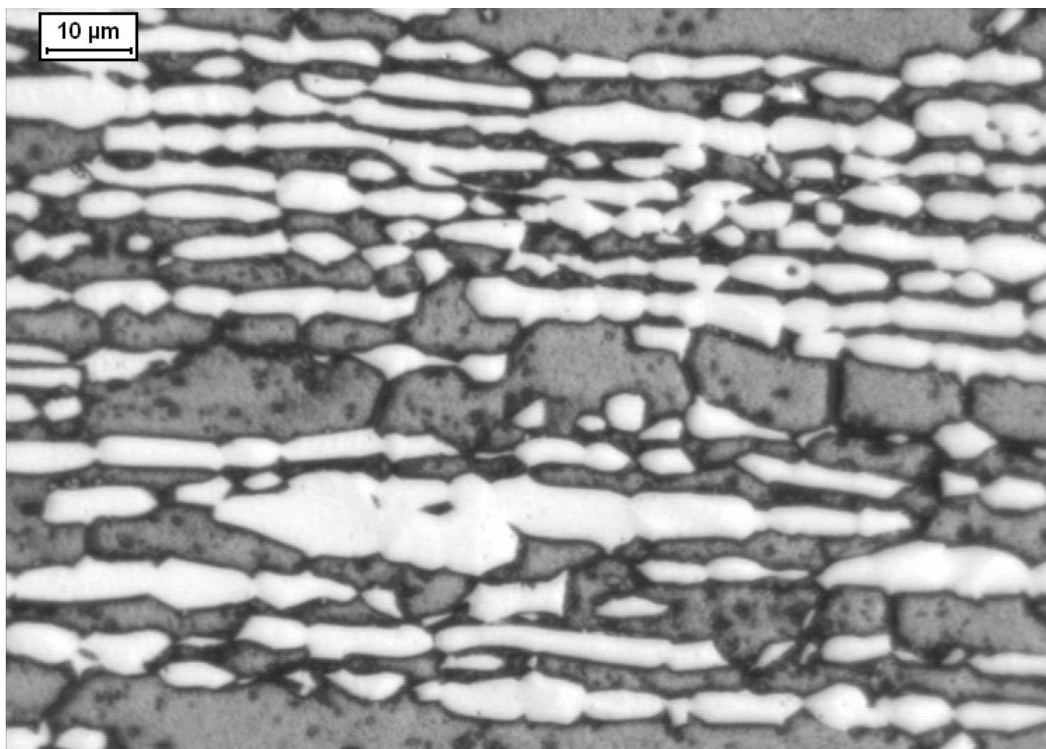


Figura 4.6. Amostra envelhecida a 550°C por 48 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

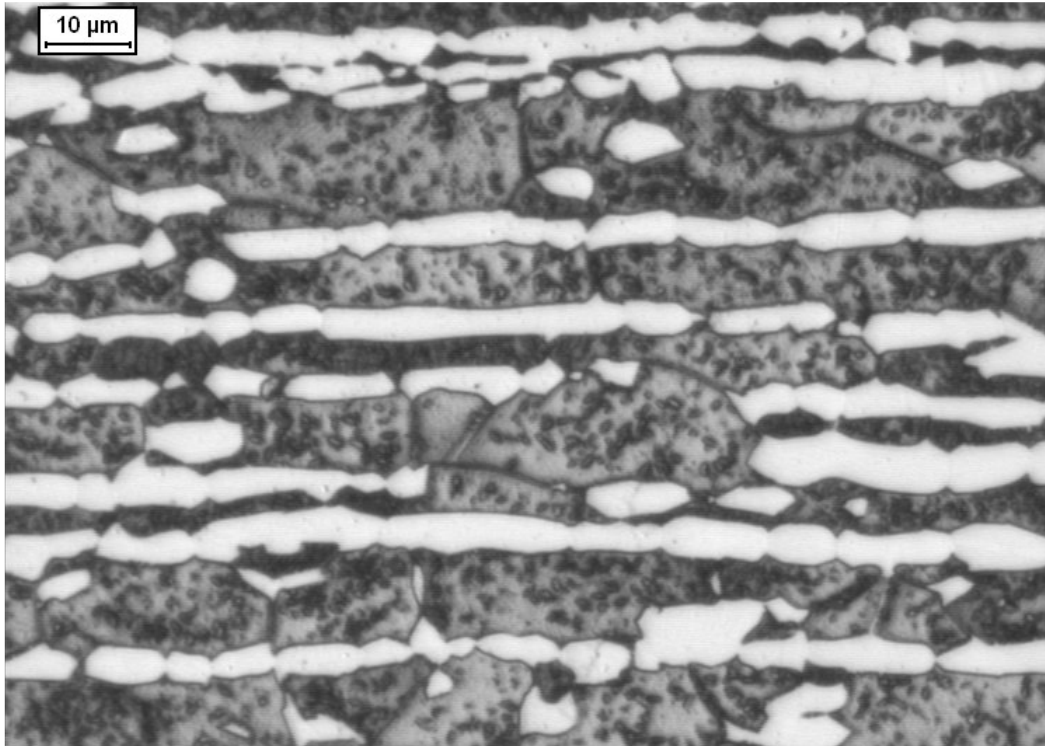


Figura 4.7. Amostra envelhecida a 550°C por 96 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

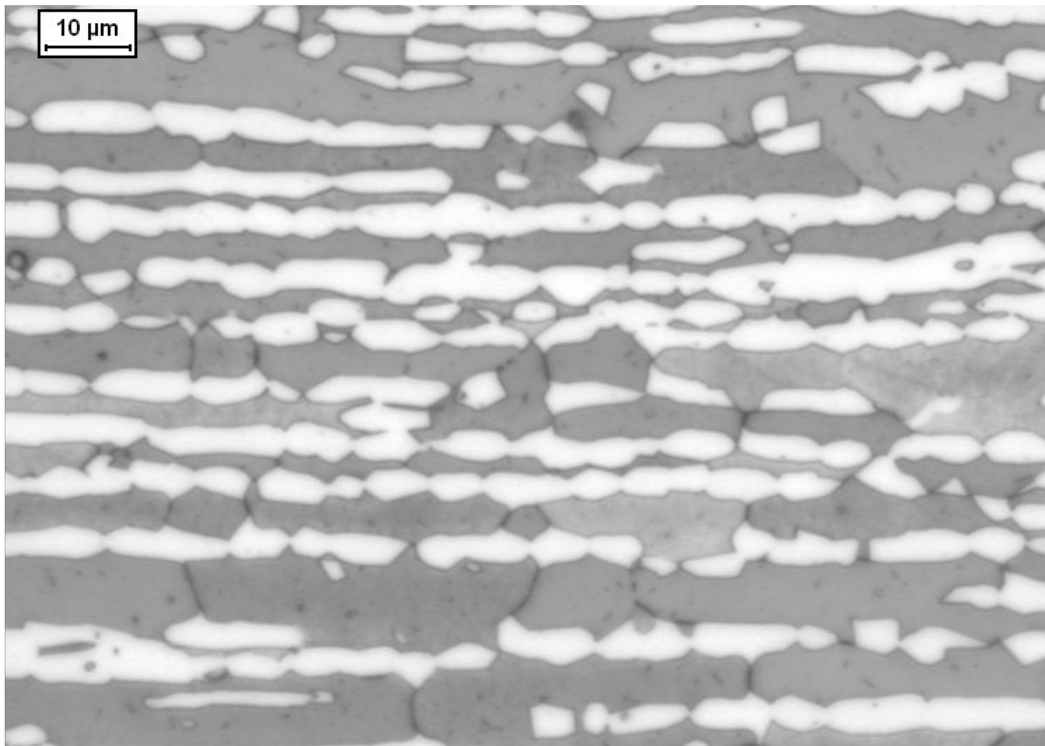


Figura 4.8. Amostra envelhecida a 600°C por 0,5 hora. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

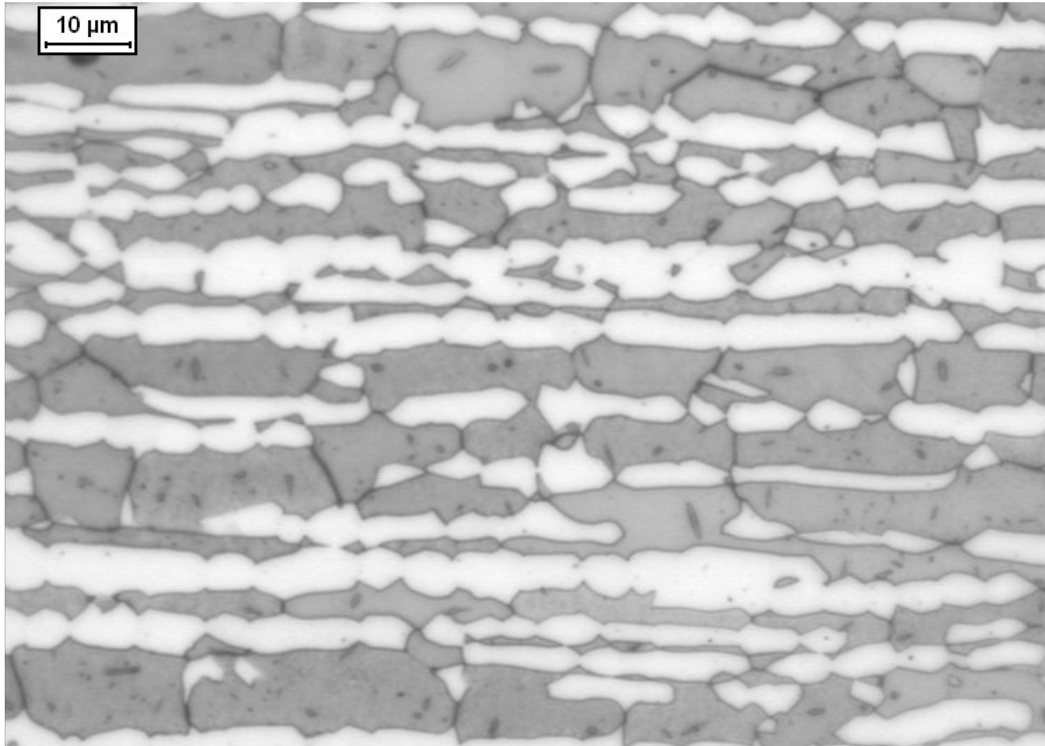


Figura 4.9. Amostra envelhecida a 600°C por 1 hora. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

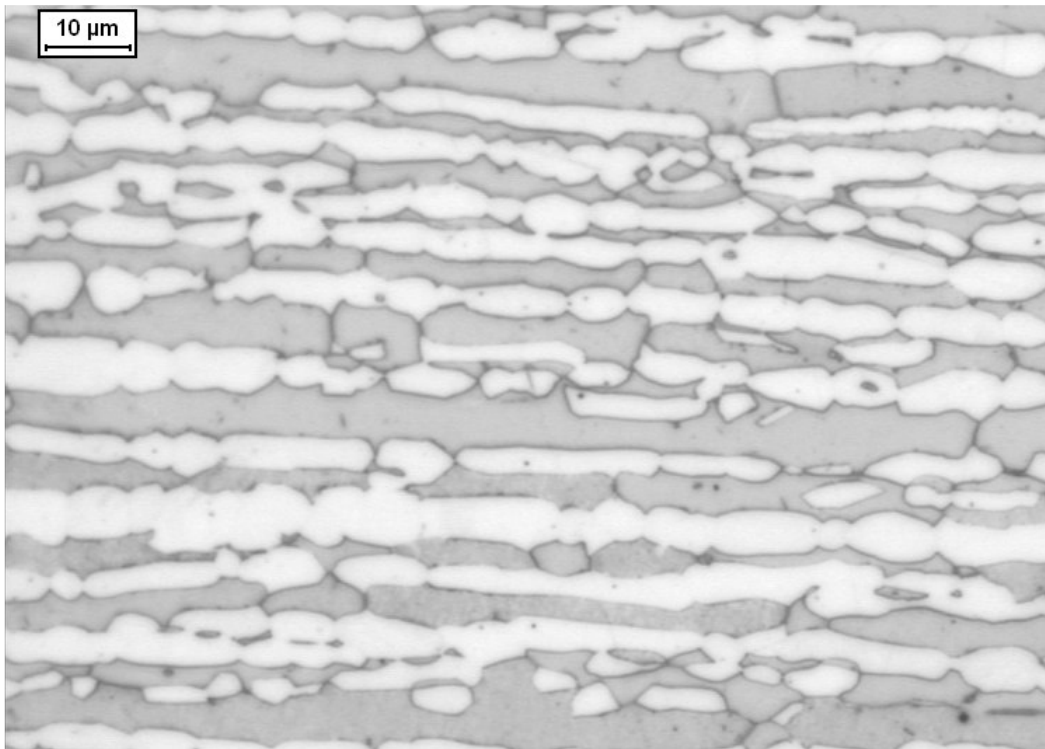


Figura 4.10. Amostra envelhecida a 600°C por 4 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

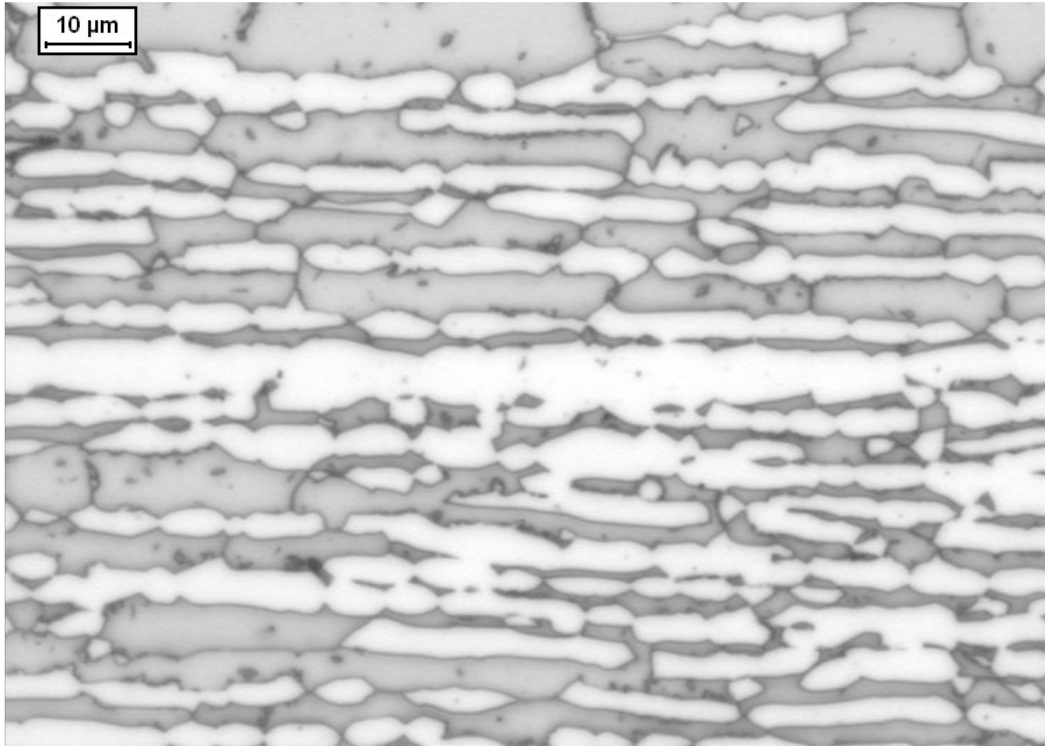


Figura 4.11. Amostra envelhecida a 600°C por 24 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

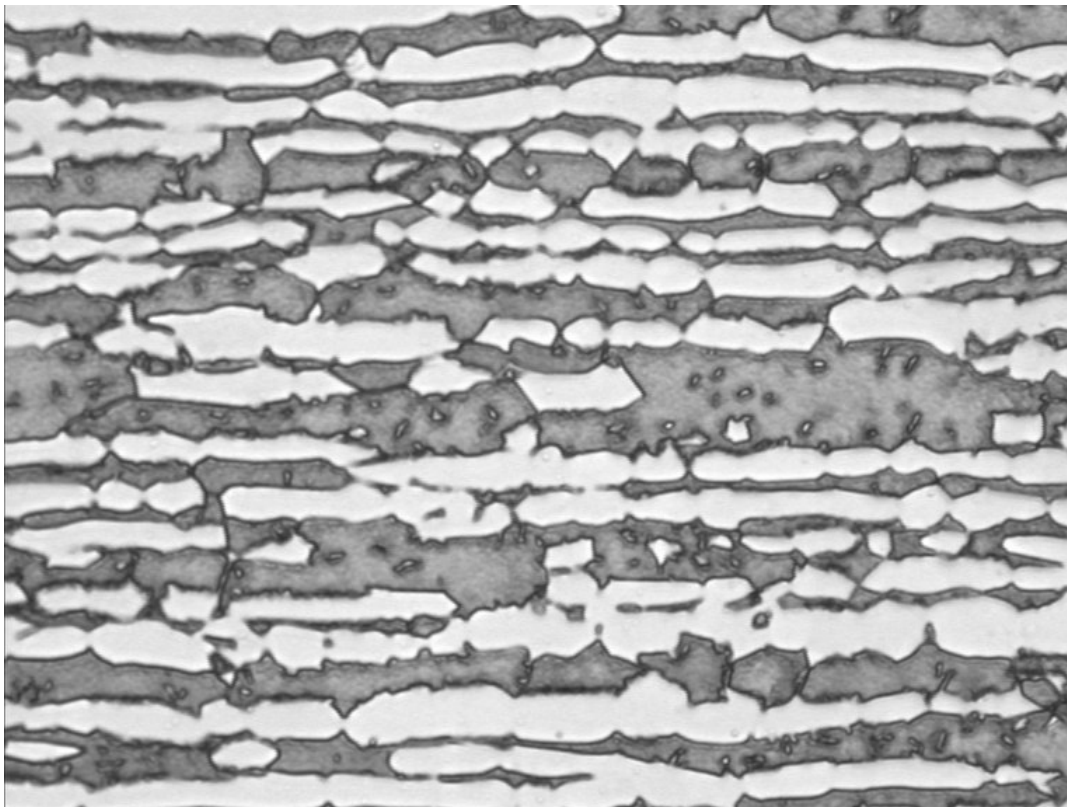


Figura 4.12. Amostra envelhecida a 600°C por 48 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

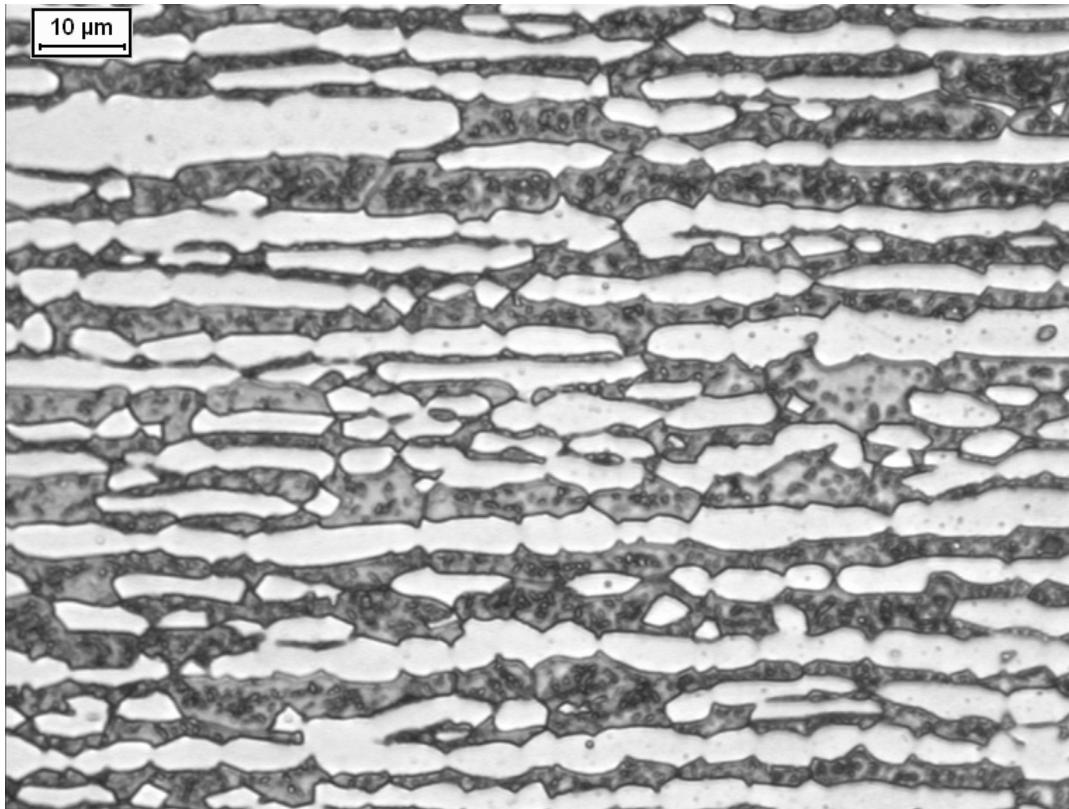


Figura 4.13. Amostra envelhecida a 600°C por 96 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

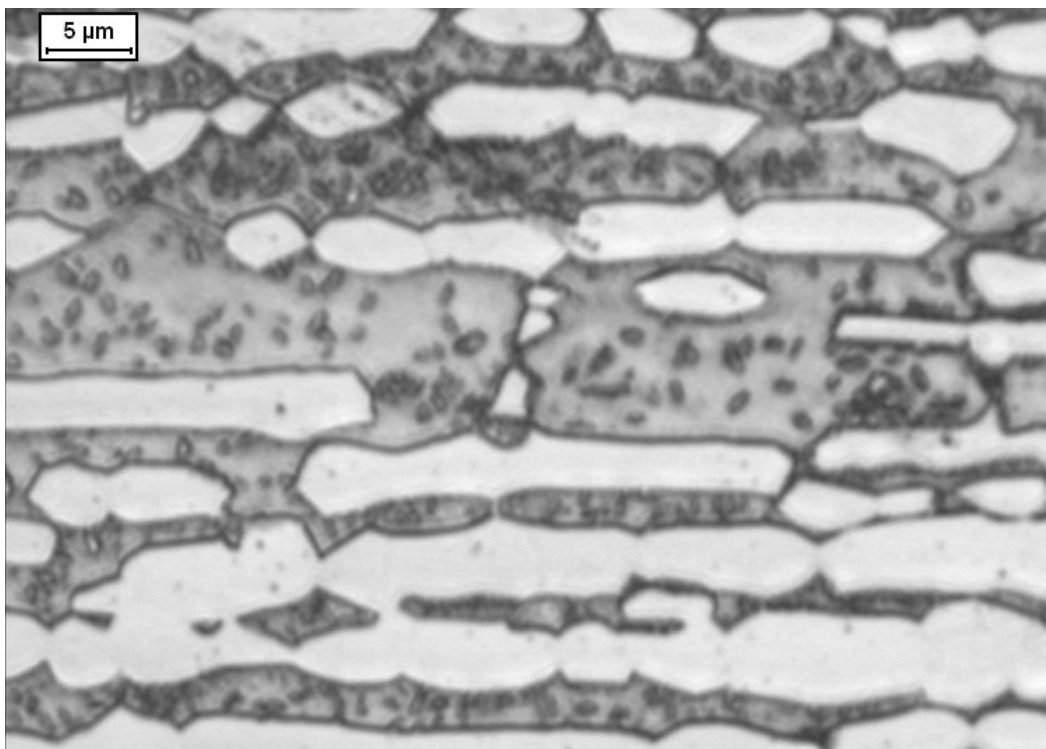


Figura 4.14. Amostra envelhecida a 600°C por 96 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Aumento de 1000x, ataque: Behara modificado.

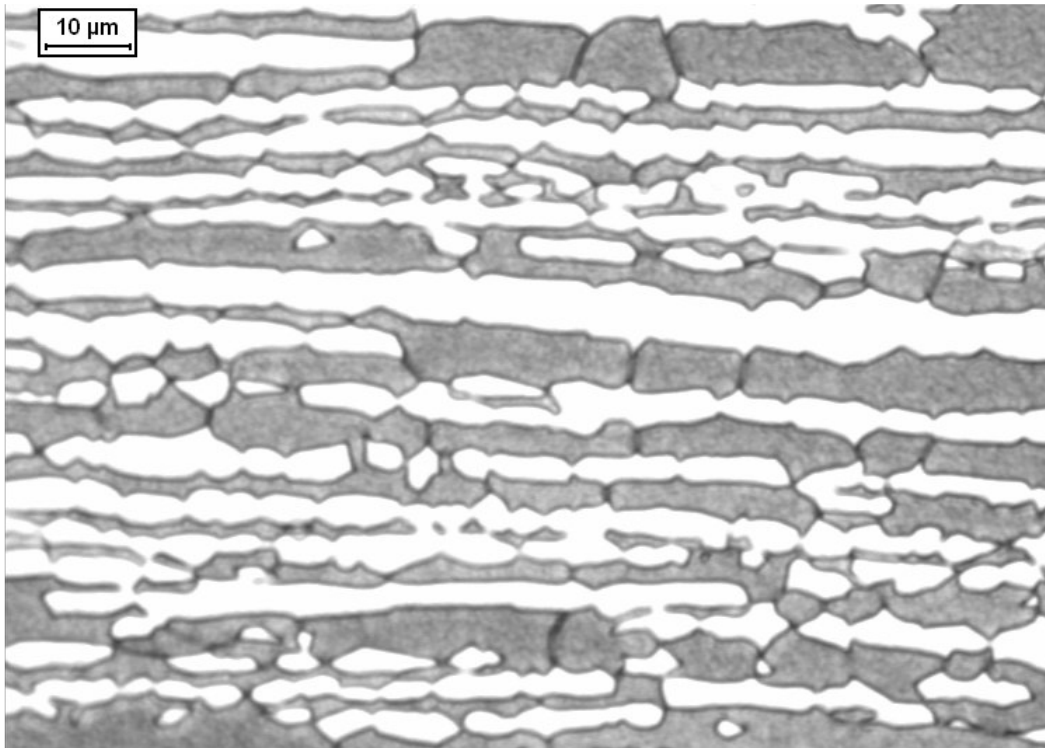


Figura 4.15. Amostra envelhecida a 650°C por 0,5 hora. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

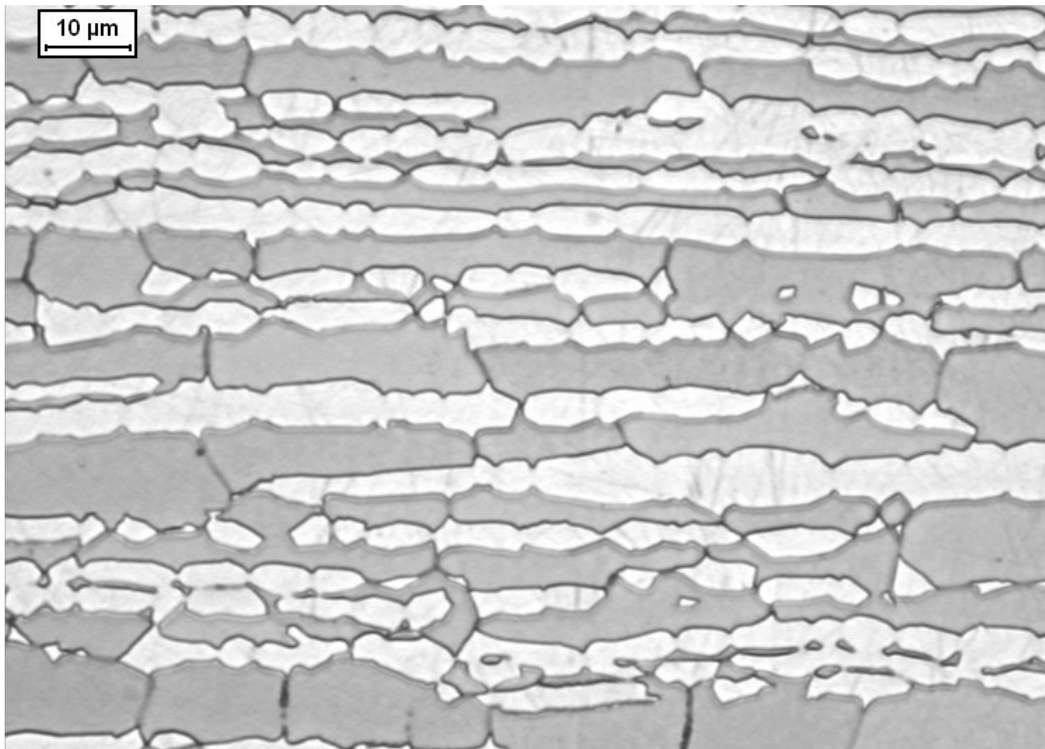


Figura 4.16. Amostra envelhecida a 650°C por 1 hora. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

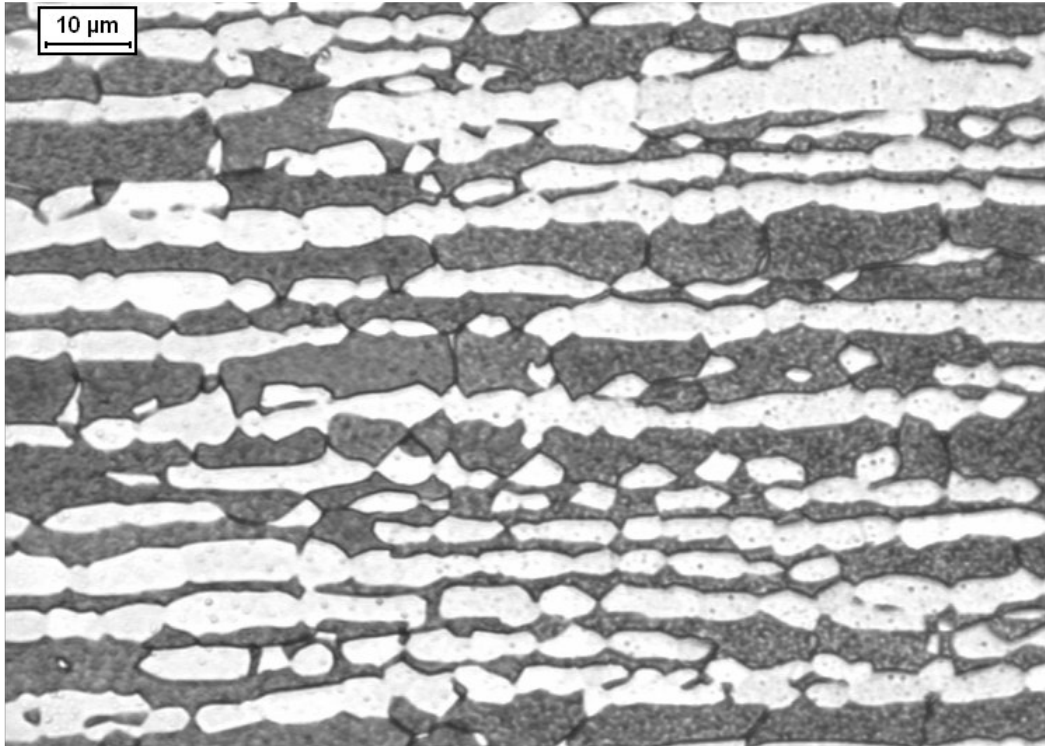


Figura 4.17. Amostra envelhecida a 650°C por 4 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

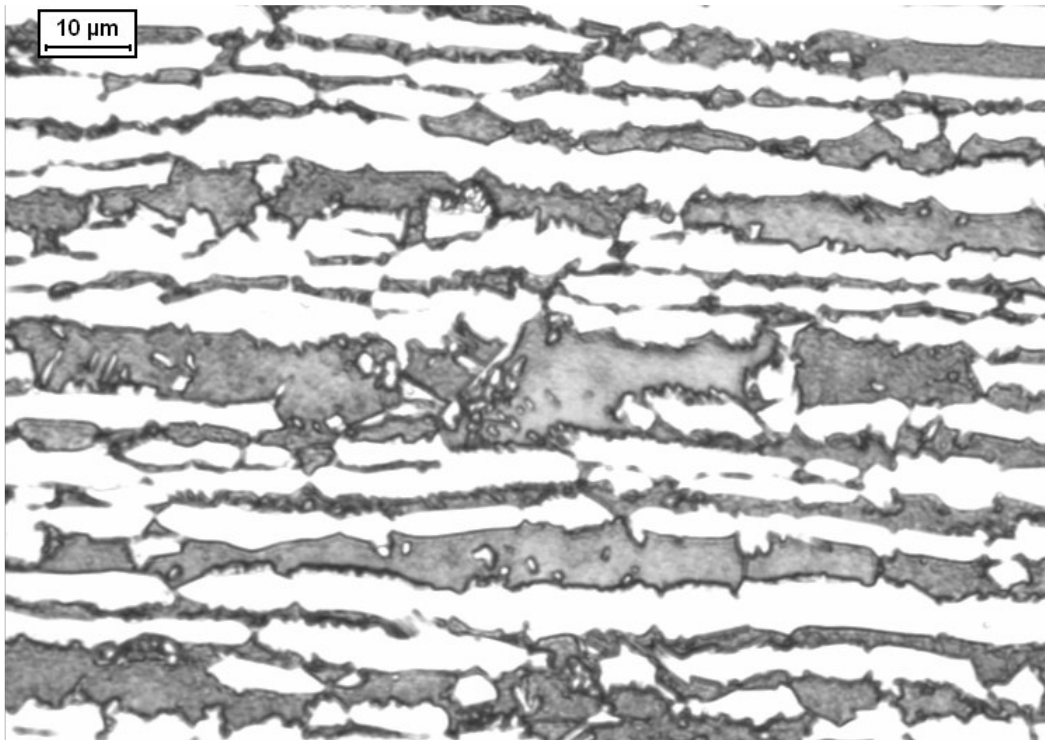


Figura 4.18. Amostra envelhecida a 650°C por 24 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

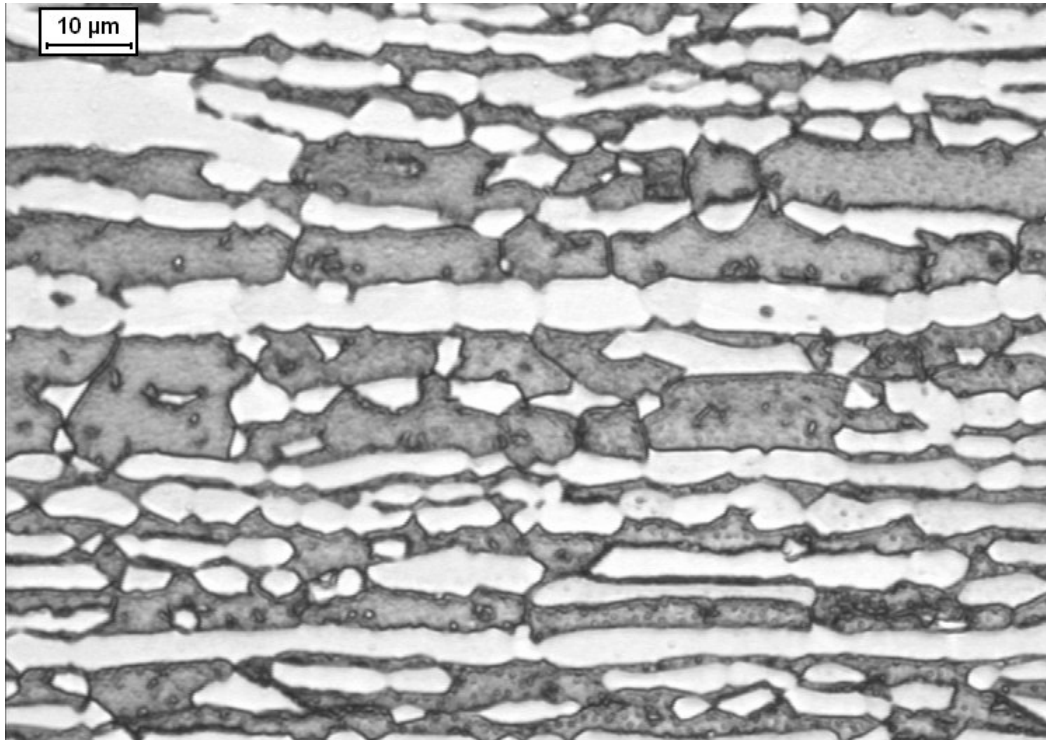


Figura 4.19. Amostra envelhecida a 650°C por 48 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

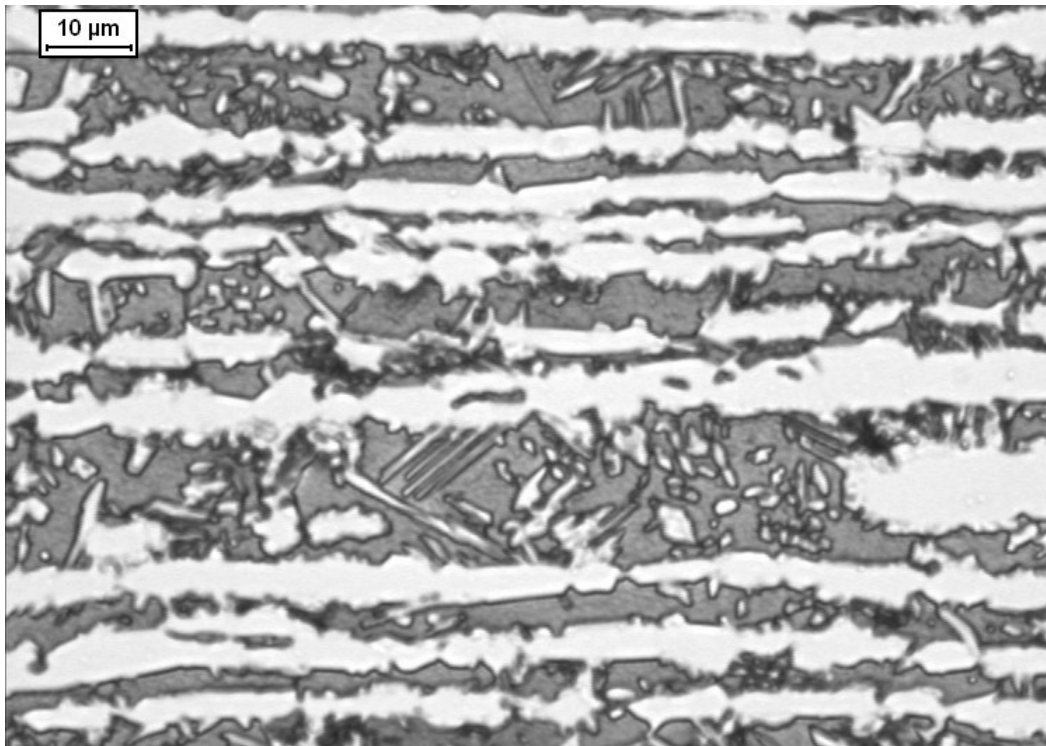


Figura 4.20. Amostra envelhecida a 650°C por 96 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

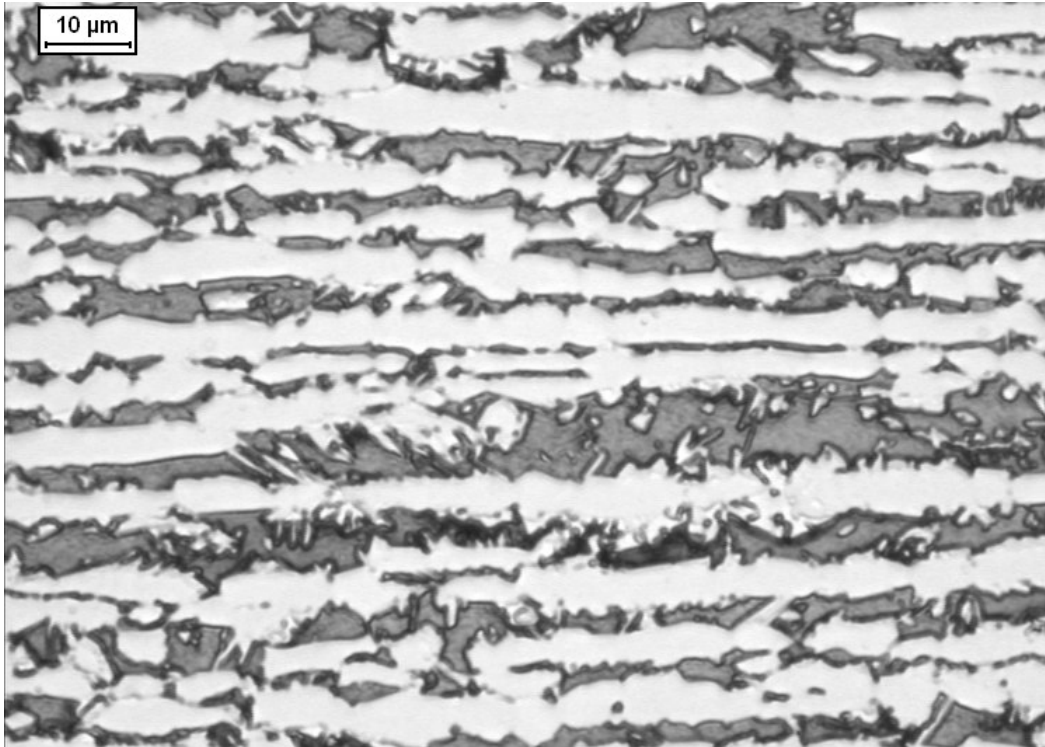


Figura 4.21. Amostra envelhecida a 650°C por 96 horas. Ferrita (cinza escura) e austenita (branco). Ataque: Behara modificado.

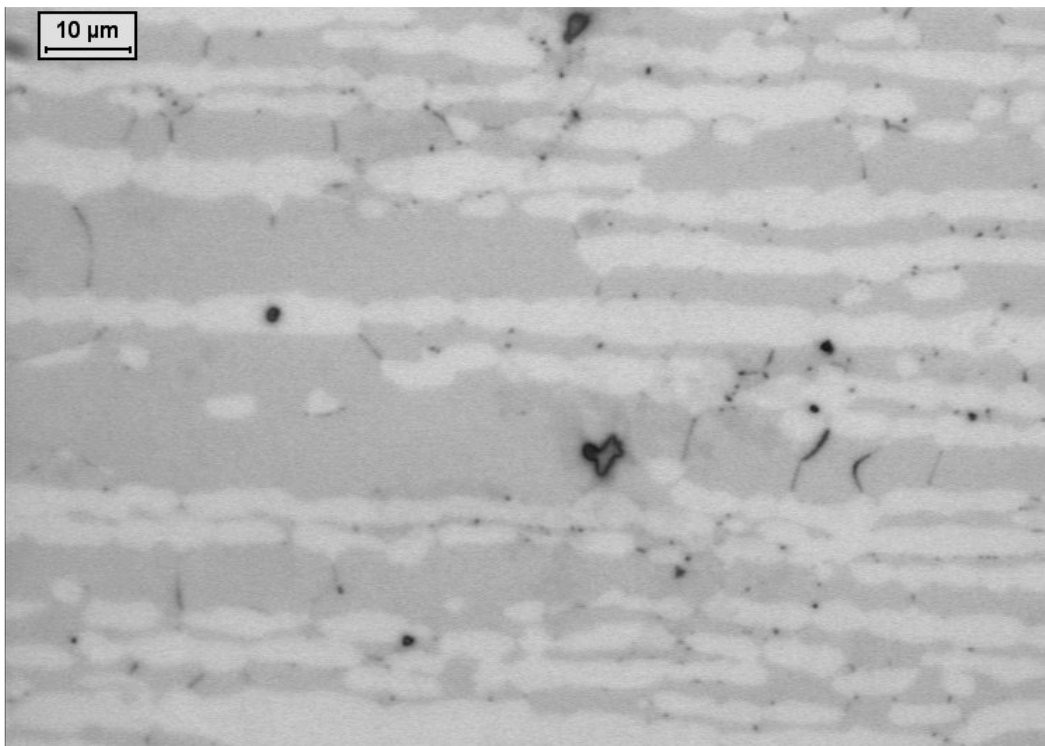


Figura 4.22. Amostra envelhecida a 600°C por 4 horas. Ferrita (cinza claro) e austenita (branco) e sigma (escura). Ataque KOH. Região escura com pequena probabilidade de ser a fase sigma.

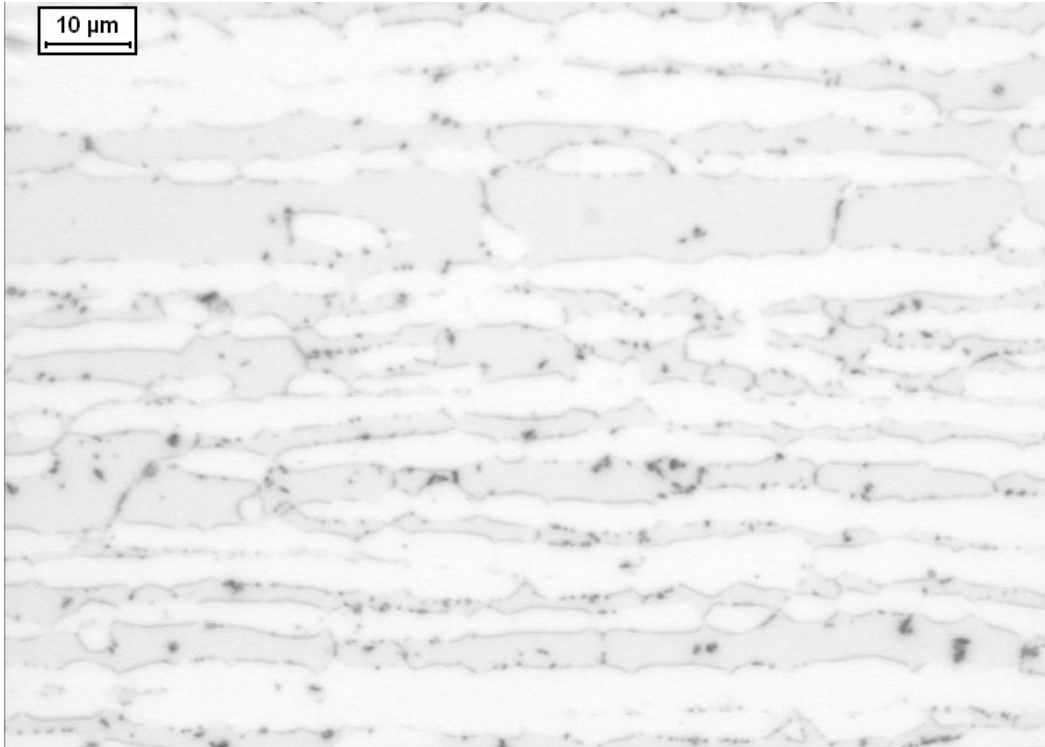


Figura 4.23. Amostra envelhecida a 600°C por 24 horas. Ferrita (cinza claro), austenita (branco) e sigma (cinza escuro). Ataque KOH. Primeiro indício claro de precipitação da fase sigma na análise por microscopia óptica.

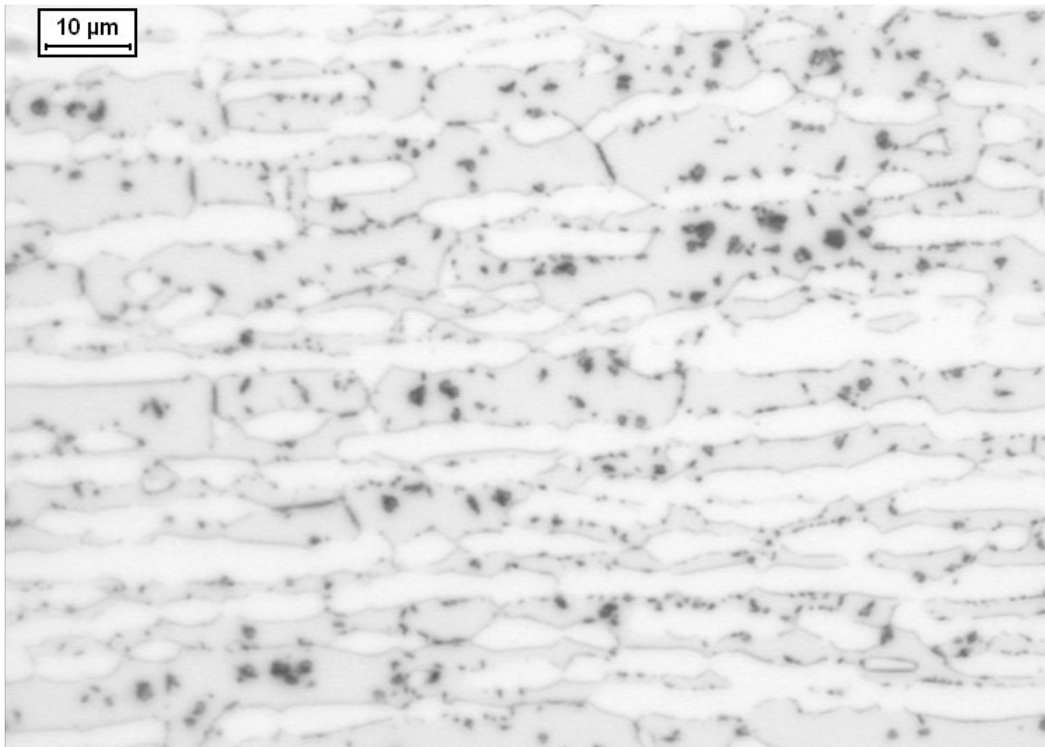


Figura 4.24. Amostra envelhecida a 600°C por 48 horas. Ferrita (cinza claro), austenita (branco) e sigma (cinza escuro). Ataque KOH.

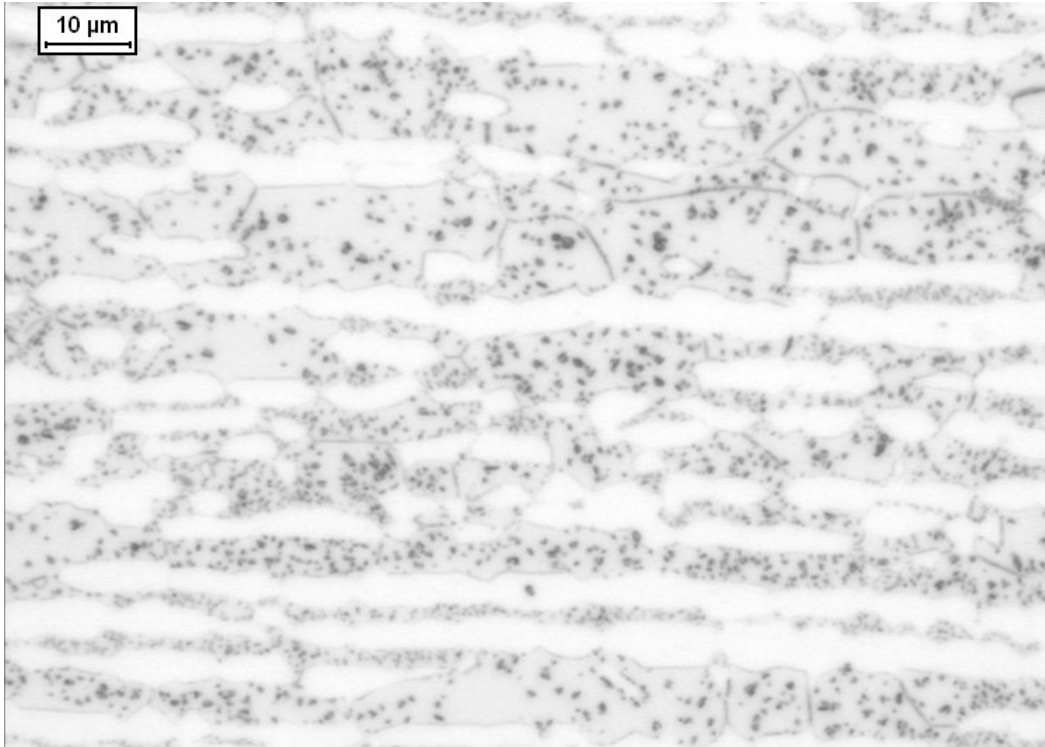


Figura 4.25. Amostra envelhecida a 600°C por 96 horas. Ferrita (cinza claro), austenita (branco) e sigma (cinza escuro). Ataque KOH.

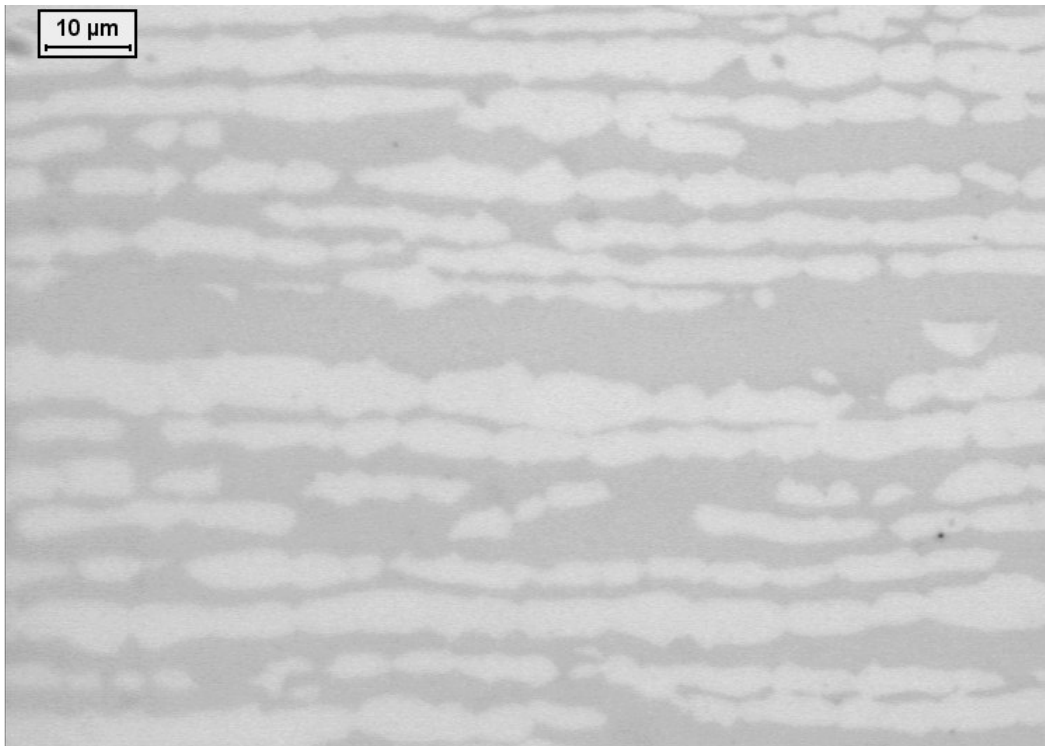


Figura 4.26. Amostra envelhecida a 650°C por 4 horas. Ferrita (cinza claro) e austenita (branco). Ataque KOH. Comprovação que neste tempo de envelhecimento não há precipitação da fase sigma.

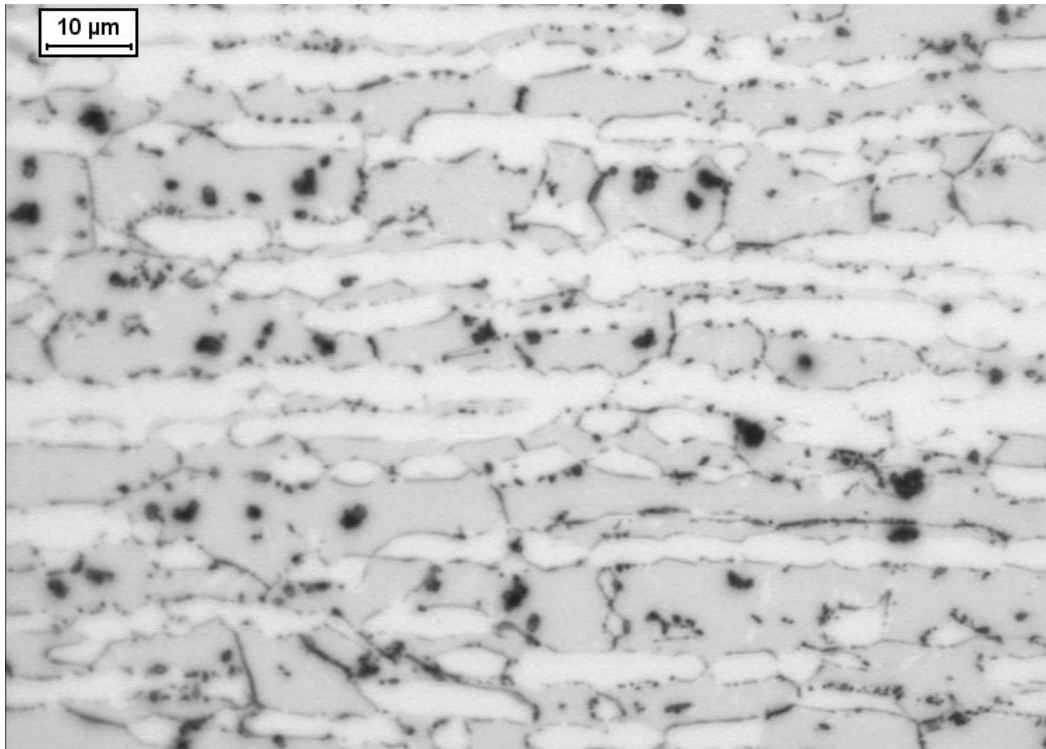


Figura 4.27. Amostra envelhecida a 650°C por 24 horas. Ferrita (cinza claro), austenita (branco) e fase sigma (cinza escuro). Ataque KOH.

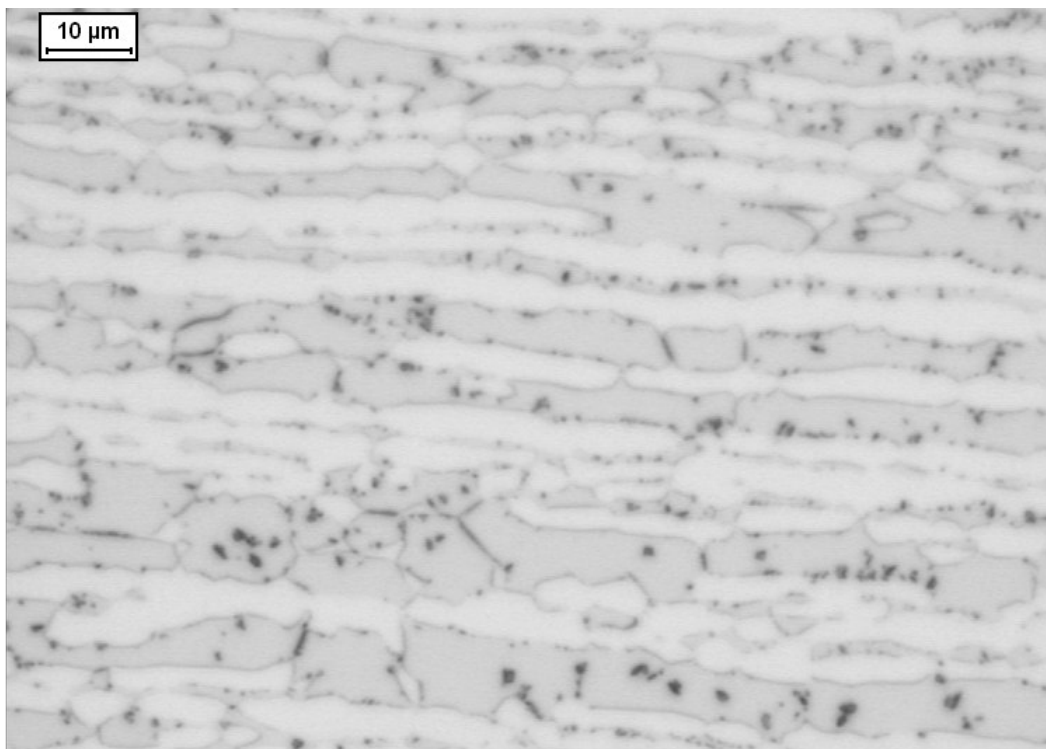


Figura 4.28. Amostra envelhecida a 650°C por 48 horas. Ferrita (cinza claro), austenita (branco) e fase sigma (cinza escuro). Ataque KOH.

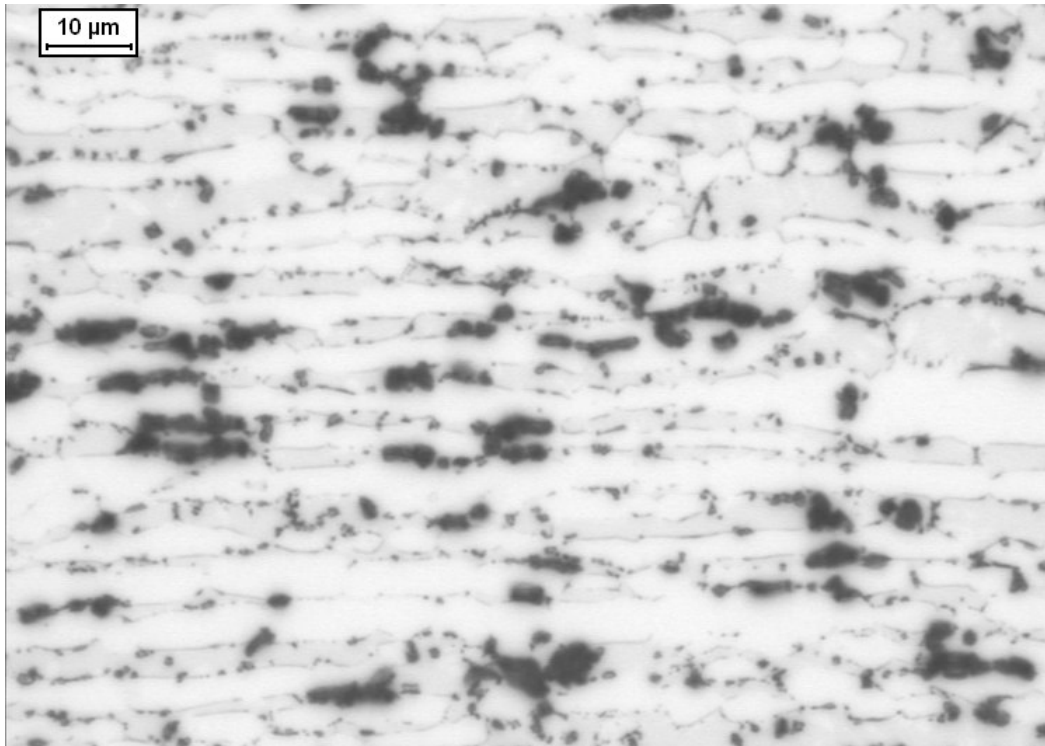


Figura 4.29. Amostra envelhecida a 650°C por 96 horas. Ferrita (cinza claro), austenita (branco) e fase sigma (cinza escuro). Ataque KOH. Amostra de maior precipitação da fase sigma.

4.1.2. Caracterização quantitativa da microestrutura

Foram determinadas as frações volumétricas de ferrita através do ensaio com ferritoscópico e por estereologia quantitativa das 18 amostras envelhecidas de 0,5 a 96 horas nas temperaturas de 550°C, 600°C e 650°C, mais a amostra solubilizada. Os resultados estão apresentados nas figuras 4.30, 4.31 e 4.32 onde se tem demonstrada a diminuição da fração de ferrita pelo tempo de envelhecimento nas 3 temperaturas. Apesar da medição da amostra solubilizada retornar os mesmos valores médios por ambas as técnicas, há diferenças entre os valores obtidos nas amostras envelhecidas, sendo o valor obtido para a fase ferromagnética, por ferritoscópico, sempre inferior ao obtido por estereologia.

As frações volumétricas de sigma foram determinadas por estereologia quantitativa após o ataque de KOH, e na figura 4.33 nota-se a precipitação dessa fase nas temperaturas de 600 e 650°C para tempos de envelhecimento superiores às 24h.

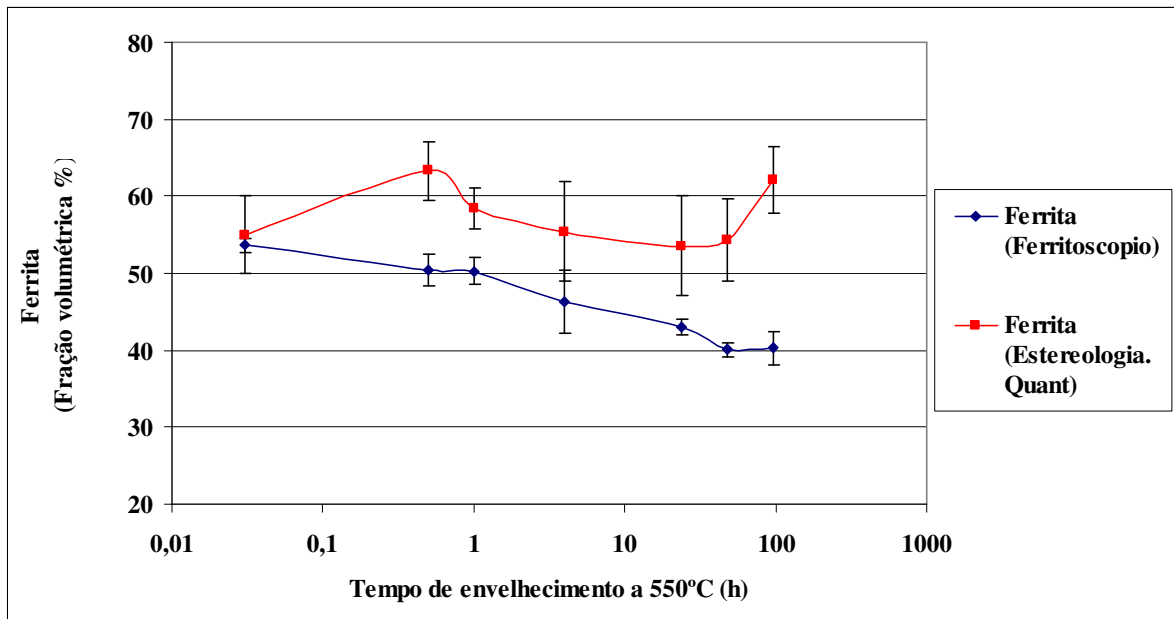


Figura 4.30. Fração volumétrica de ferrita em função do tempo de tratamento térmico para um envelhecimento a 550°C. Medida por ferritoscópico (azul) e pelo Leika (vermelho). O tempo de 0,05 h representa a amostra no estado solubilizada.

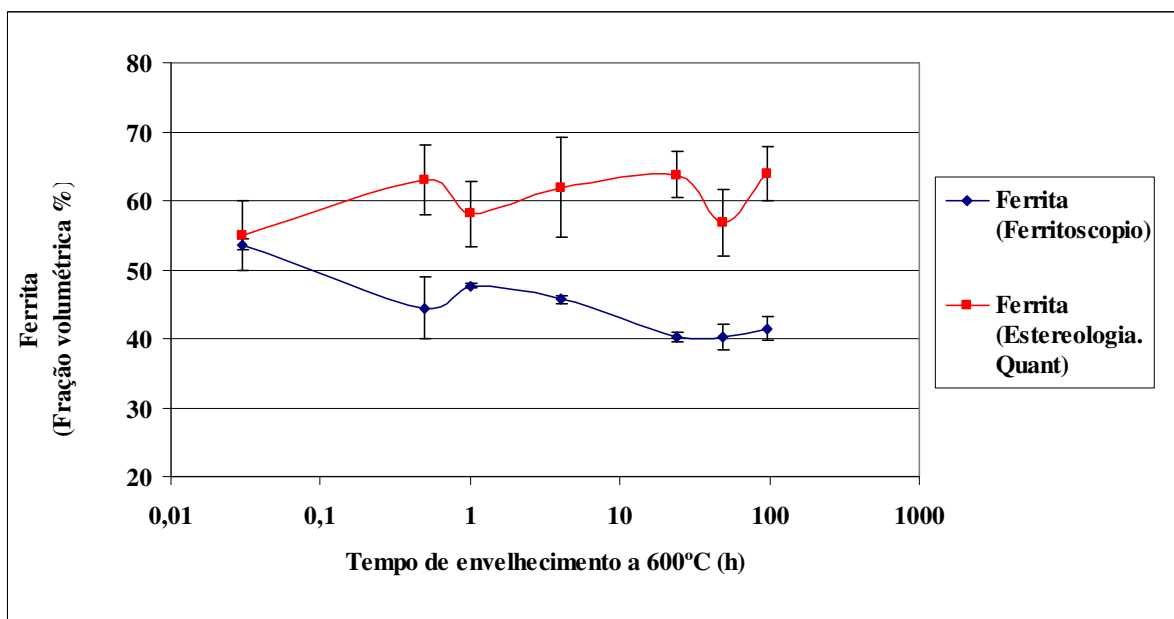


Figura 4.31. Fração volumétrica de ferrita em função do tempo de tratamento térmico para um envelhecimento a 600°C. Medida por ferritoscópico (azul) e pelo Leika (vermelho). O tempo de 0,05 h representa a amostra no estado solubilizada.

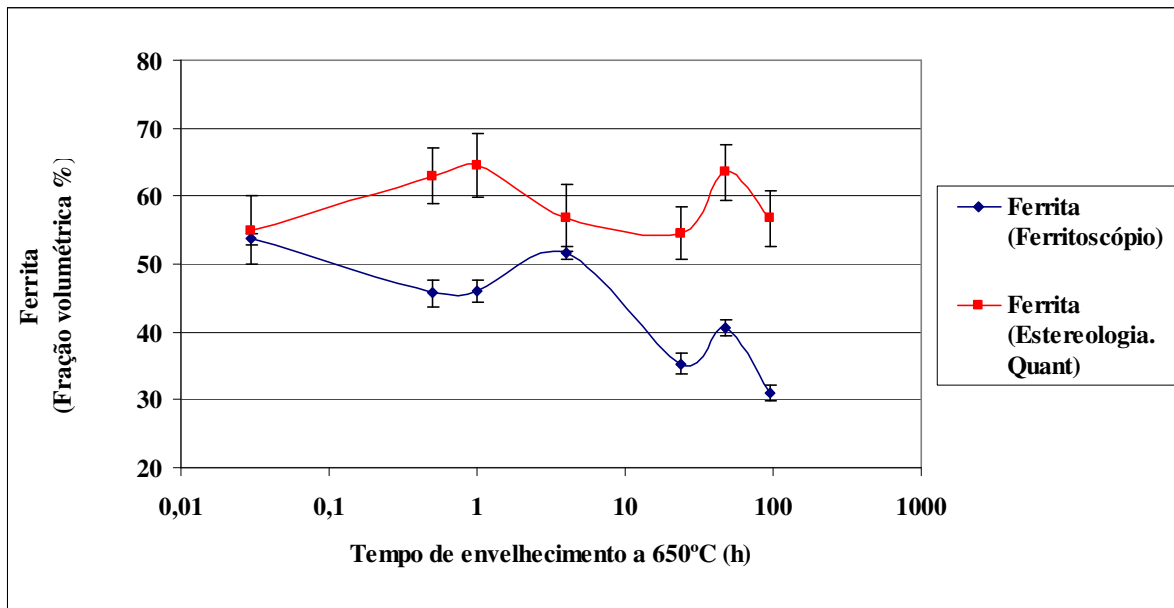


Figura 4.32. Fração volumétrica de ferrita em função do tempo de tratamento térmico para um envelhecimento a 650°C. Medida por ferritoscópio (azul) e pelo Leika (vermelho). O tempo de 0,05 h representa a amostra no estado solubilizada.

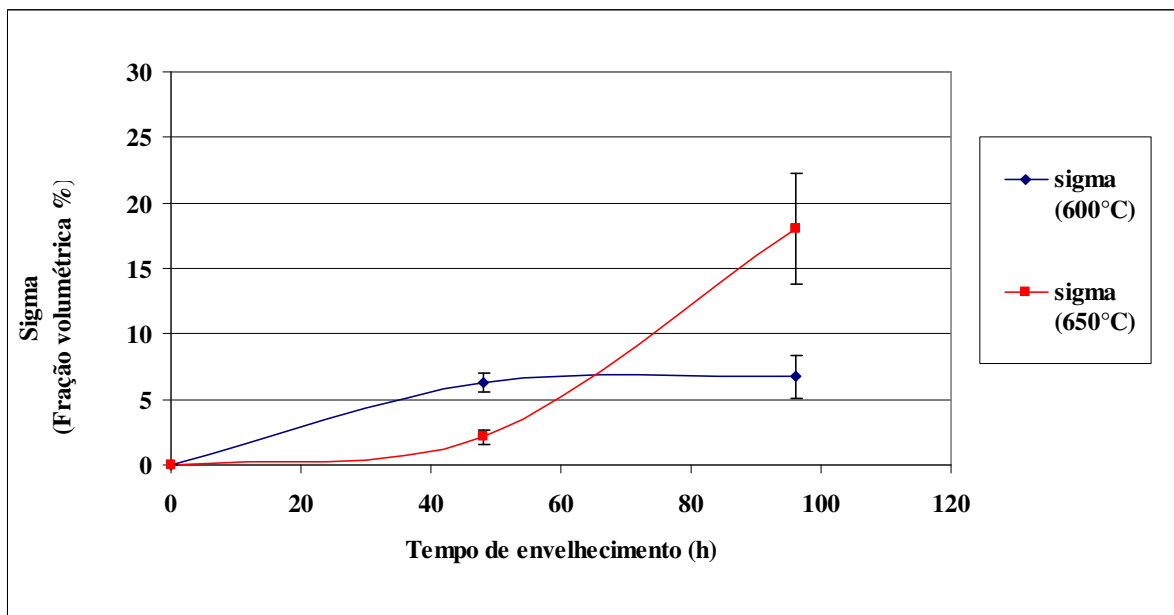


Figura 4.33. Fração volumétrica da fase sigma em função do tempo de tratamento térmico de envelhecimento. Envelhecido a 600°C (azul) e envelhecido a 650°C (vermelho). Ataque KOH

4.2. Microdureza

4.2.1. Microdureza Vickers (0,5 kgf) por espessura da amostra.

Foram determinadas as microdurezas Vickers (0,5 kgf) de 18 amostras do aço inoxidável dúplex envelhecidos em diferentes tempos para as temperaturas de 550°C, 600°C e 650°C além da microdureza da amostra no estado solubilizado, para a verificação da variação da microdureza em função da distância da superfície.

Com esses dados coletados, pode se construir diagramas de dureza (HV) em função da distância da superfície (mm) da amostra no sentido de facilitar a visualização dos resultados. Esses resultados são apresentados nas figuras 4.34 a 4.52, onde se verifica que pontos de medição muito próximos à superfície apresentam uma dureza elevada devido ao processo mecânico de laminação que esse material sofreu previamente, porém no meio da amostra em análise, as medições de microdureza praticamente se mantiveram as mesmas. Isso revela que a amostra tem uma variação muito pequena de dureza e que uma possível transformação de fase não teve efeito na variação de microdureza pela distância da superfície da peça.

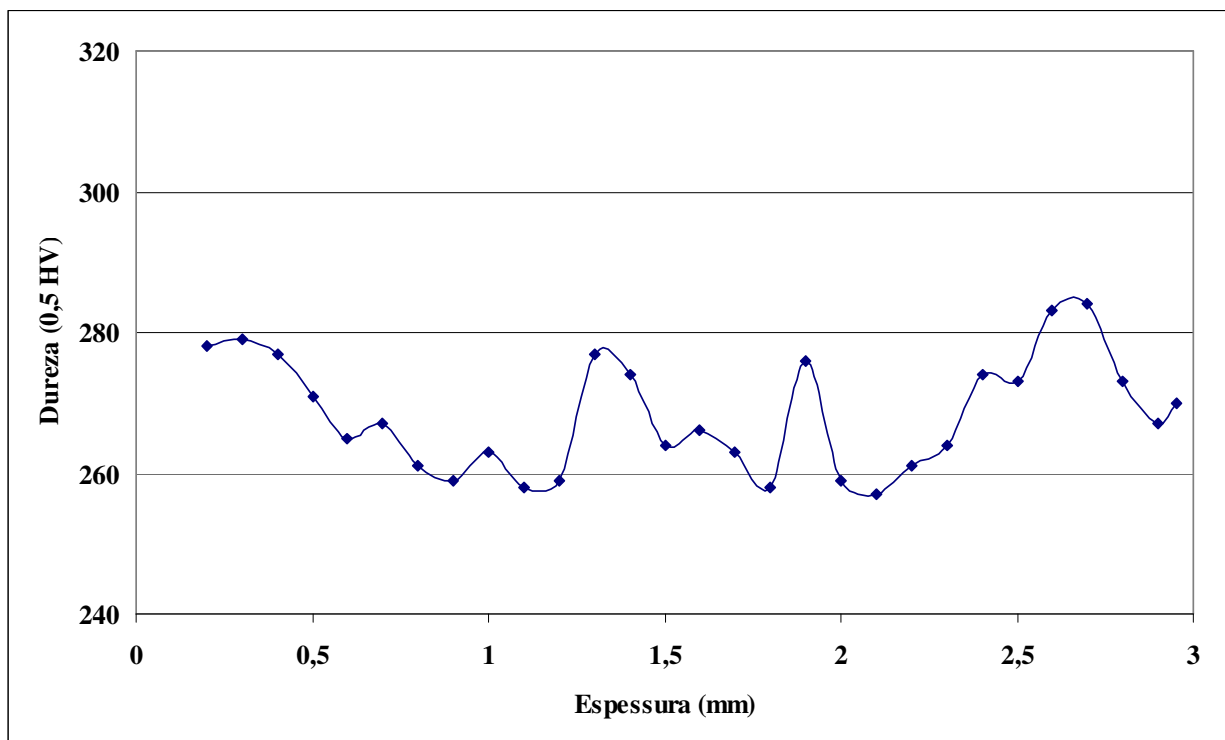


Figura 4.34. Microdureza da amostra solubilizada pela distância da superfície da amostra.

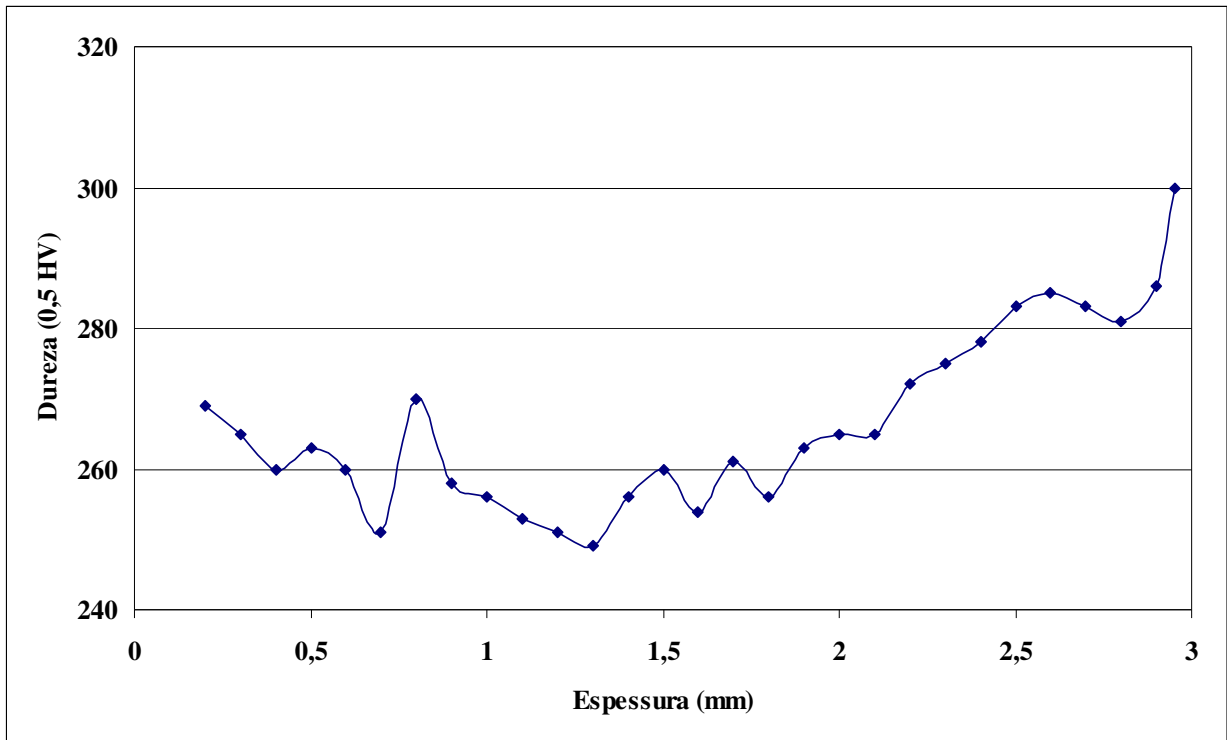


Figura 4.35. Microdureza da amostra envelhecida a 550°C por 0,5 hora pela distância da superfície da amostra.

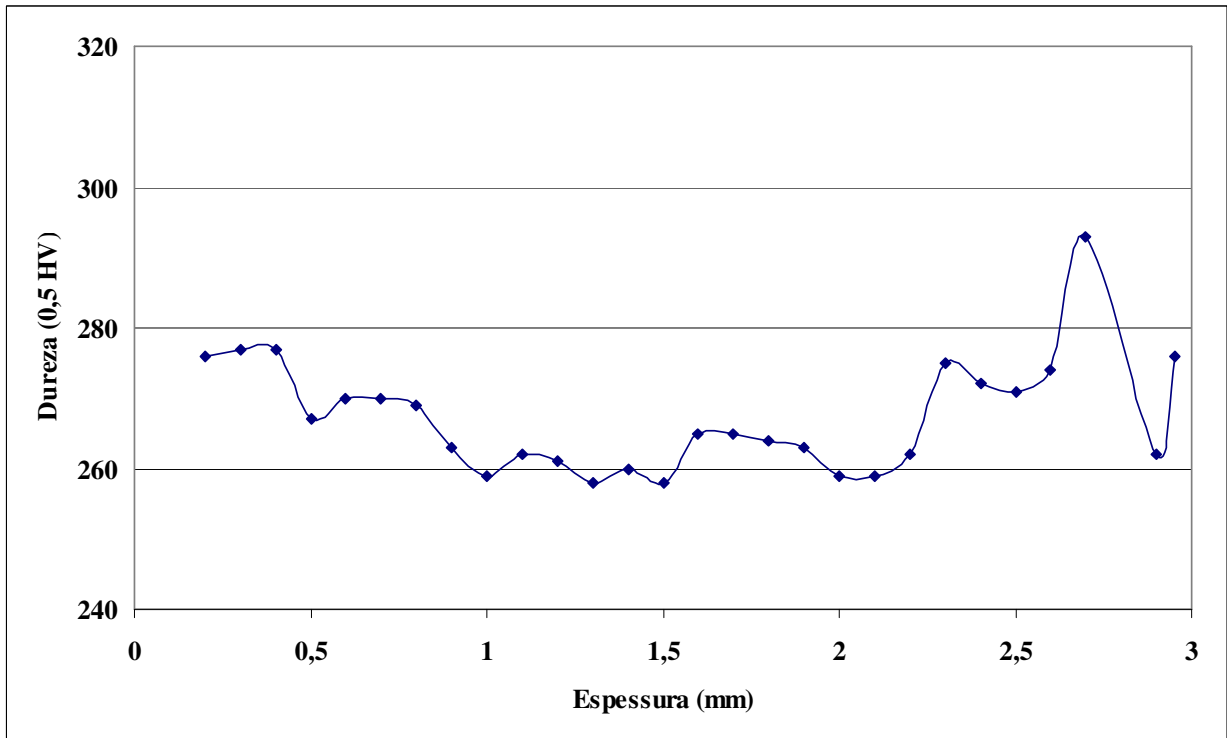


Figura 4.36. Microdureza da amostra envelhecida a 550°C por 1 hora pela distância da superfície da amostra.

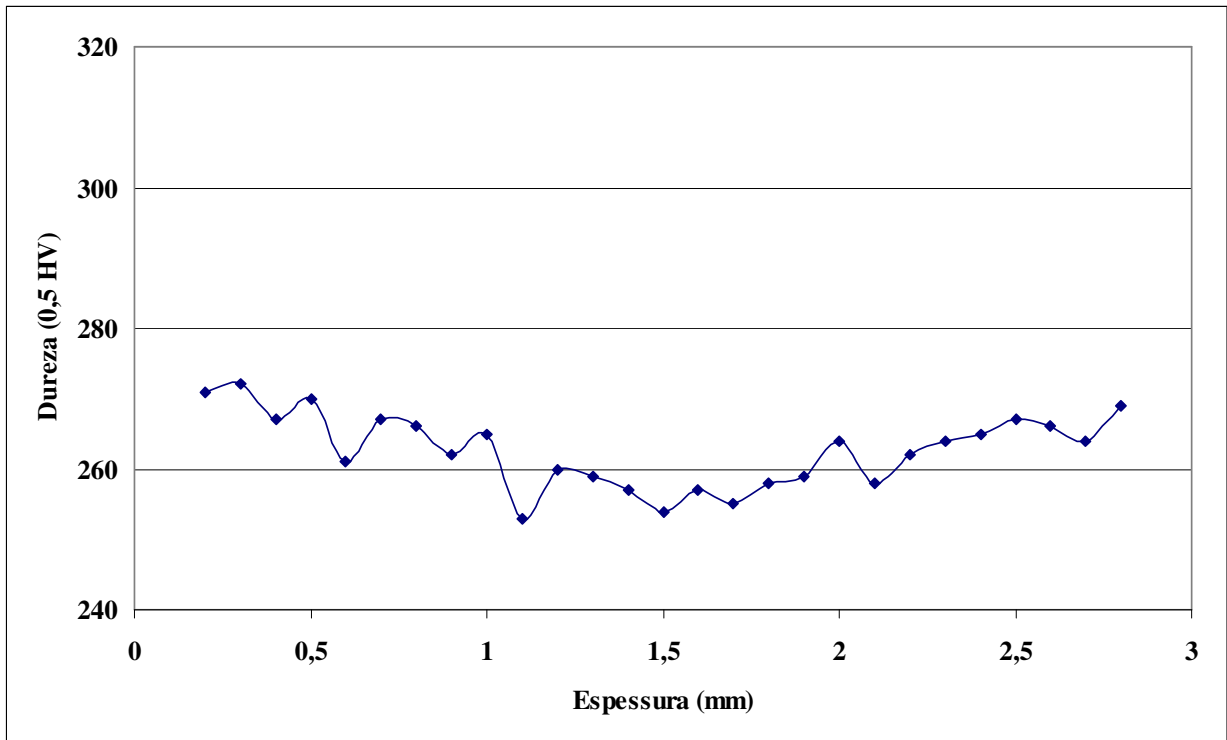


Figura 4.37. Microdureza da amostra envelhecida a 550°C por 4 horas pela distância da superfície da amostra.

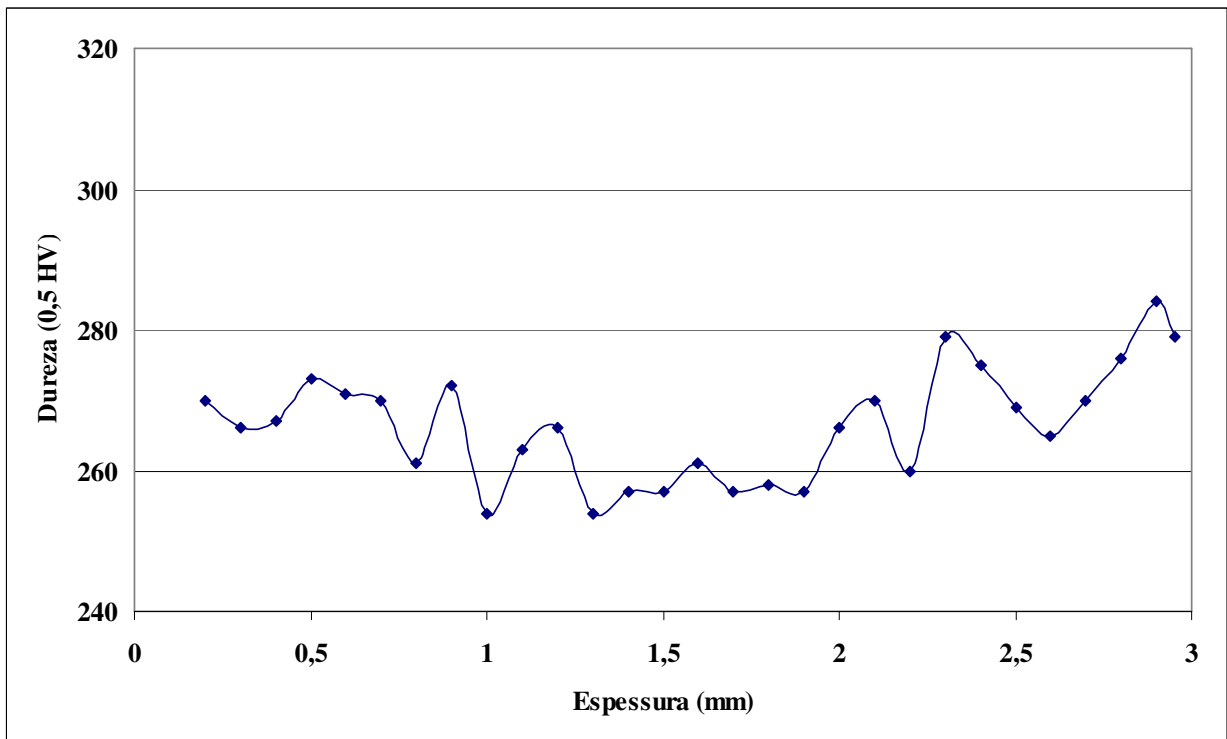


Figura 4.38. Microdureza da amostra envelhecida a 550°C por 24 horas pela distância da superfície da amostra.

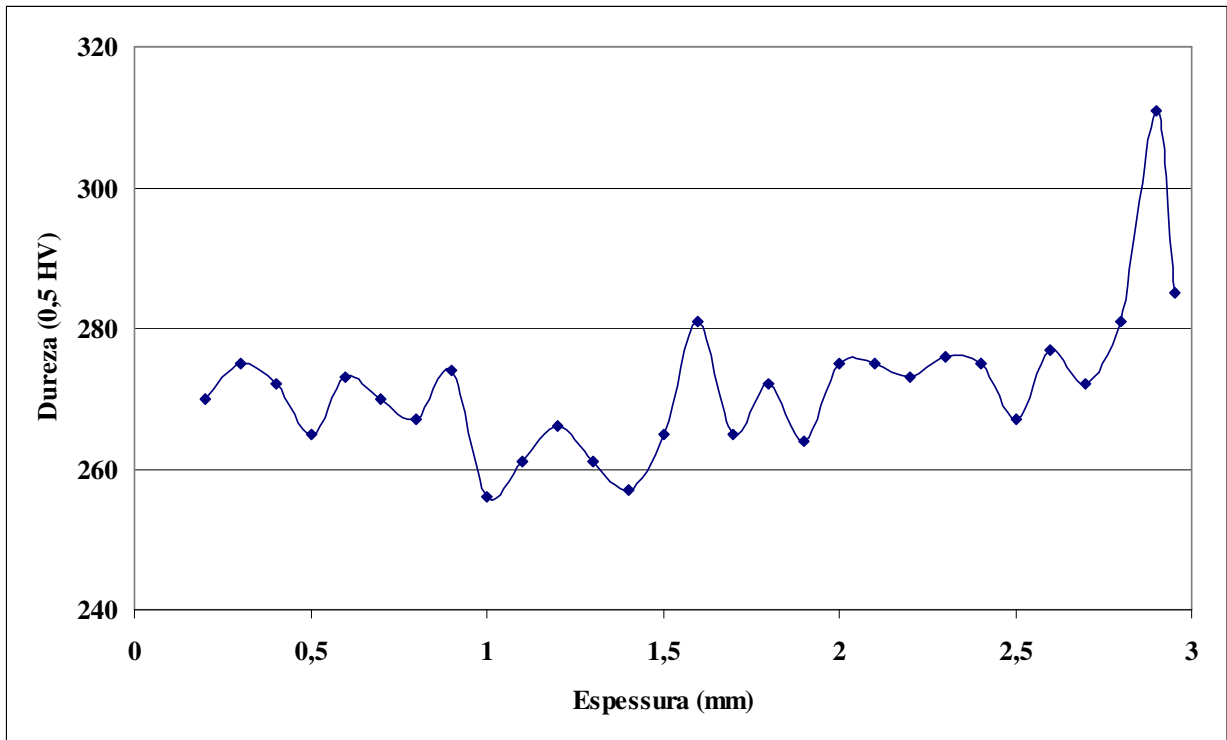


Figura 4.39. Microdureza da amostra envelhecida a 550°C por 48 horas pela distância da superfície da amostra.

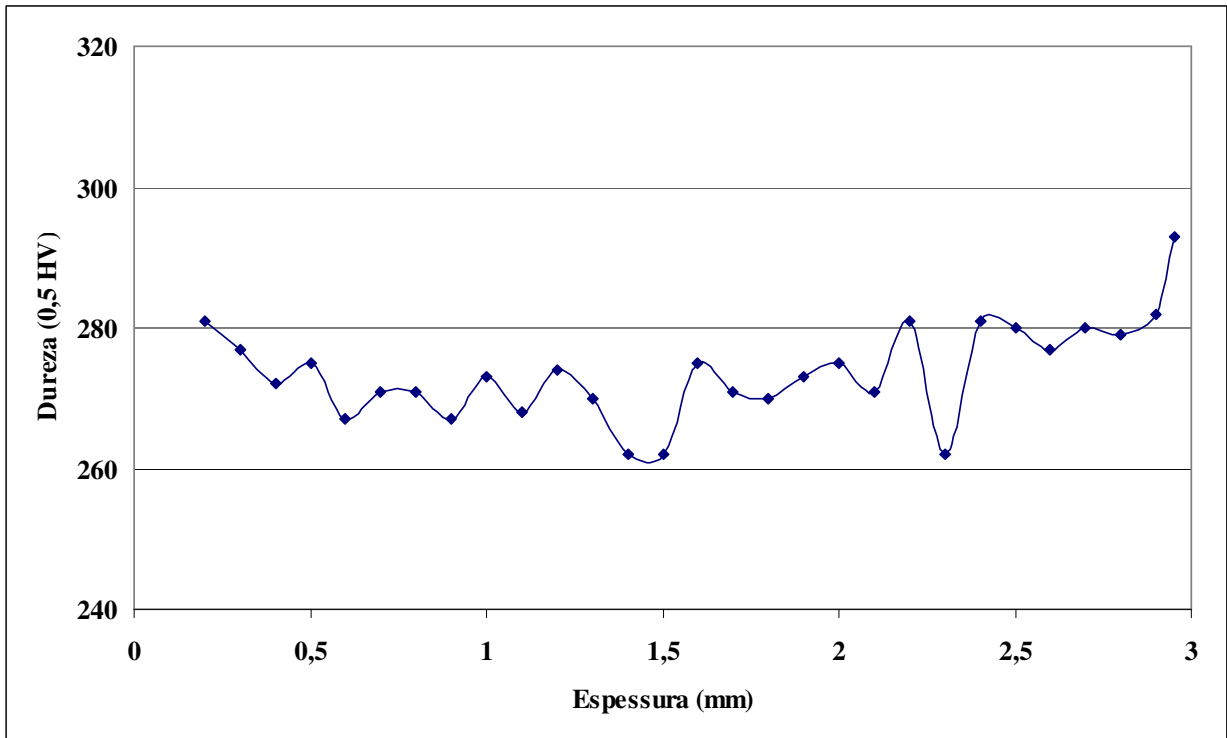


Figura 4.40. Microdureza da amostra envelhecida a 550°C por 96 horas pela distância da superfície da amostra.

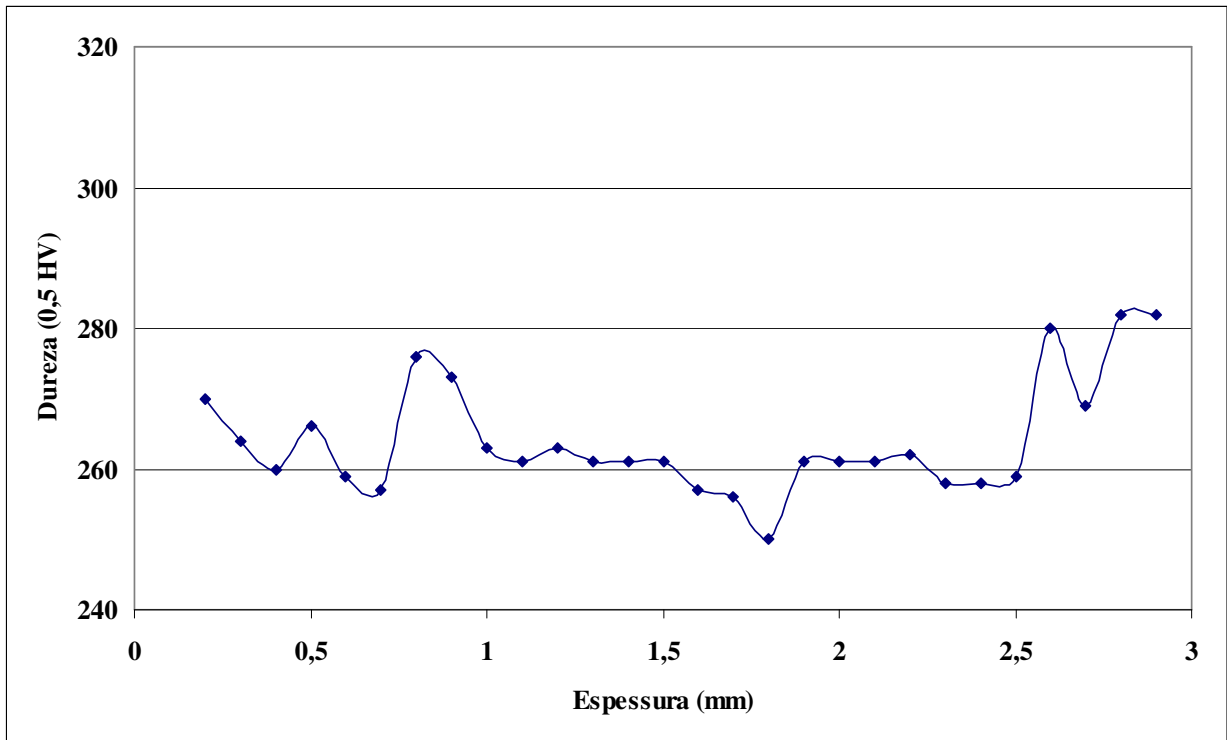


Figura 4.41. Microdureza da amostra envelhecida a 600°C por 0,5 hora pela distância da superfície da amostra.

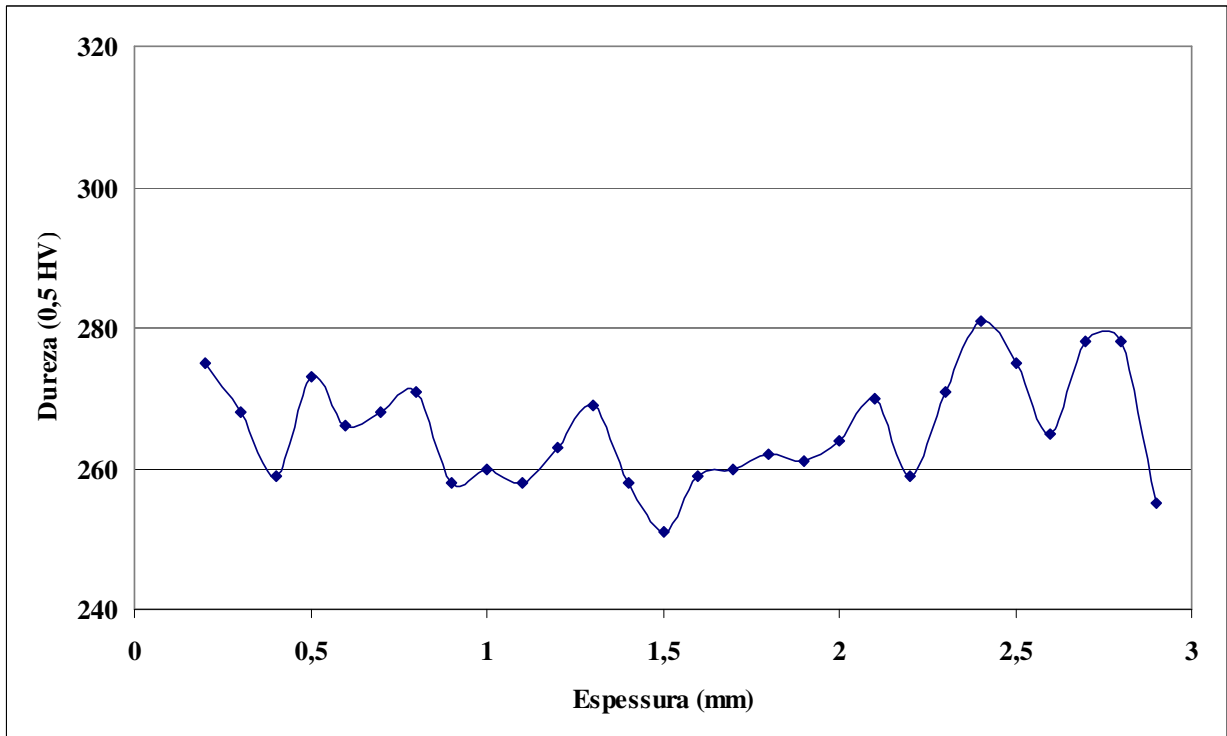


Figura 4.42. Microdureza da amostra envelhecida a 600°C por 1 hora pela distância da superfície da amostra.

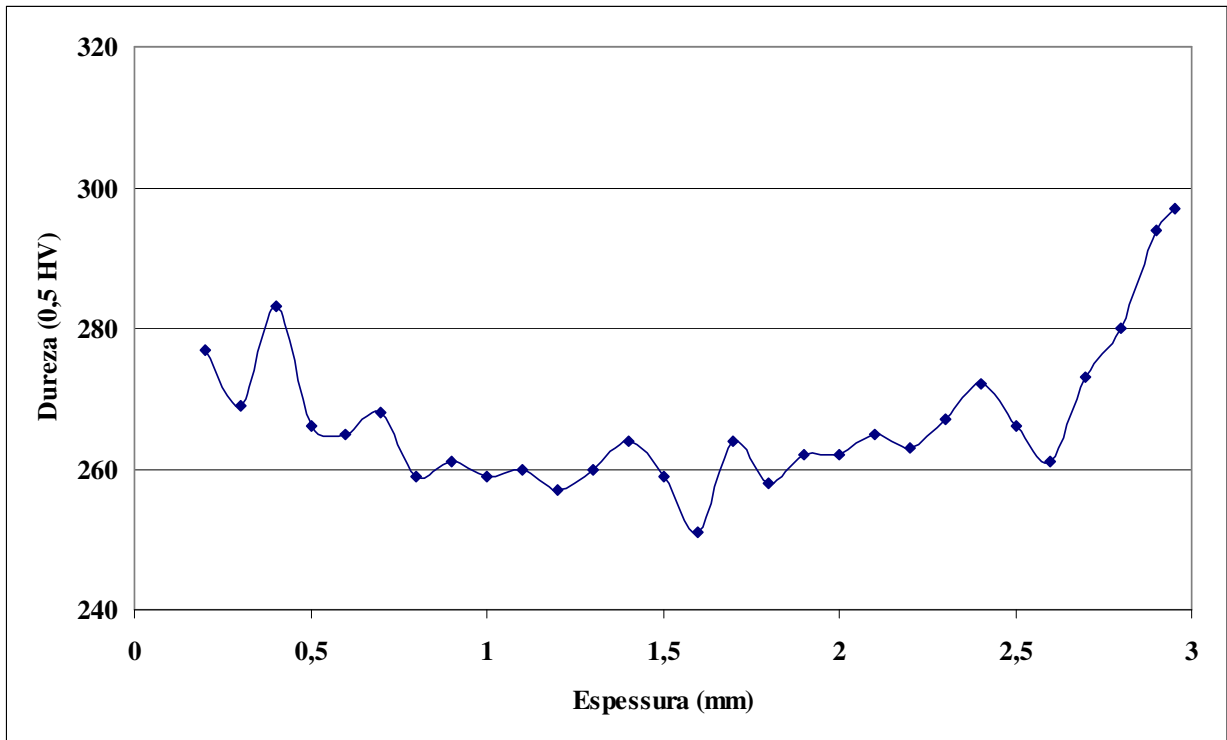


Figura 4.43. Microdureza da amostra envelhecida a 600°C por 4 horas pela distância da superfície da amostra.

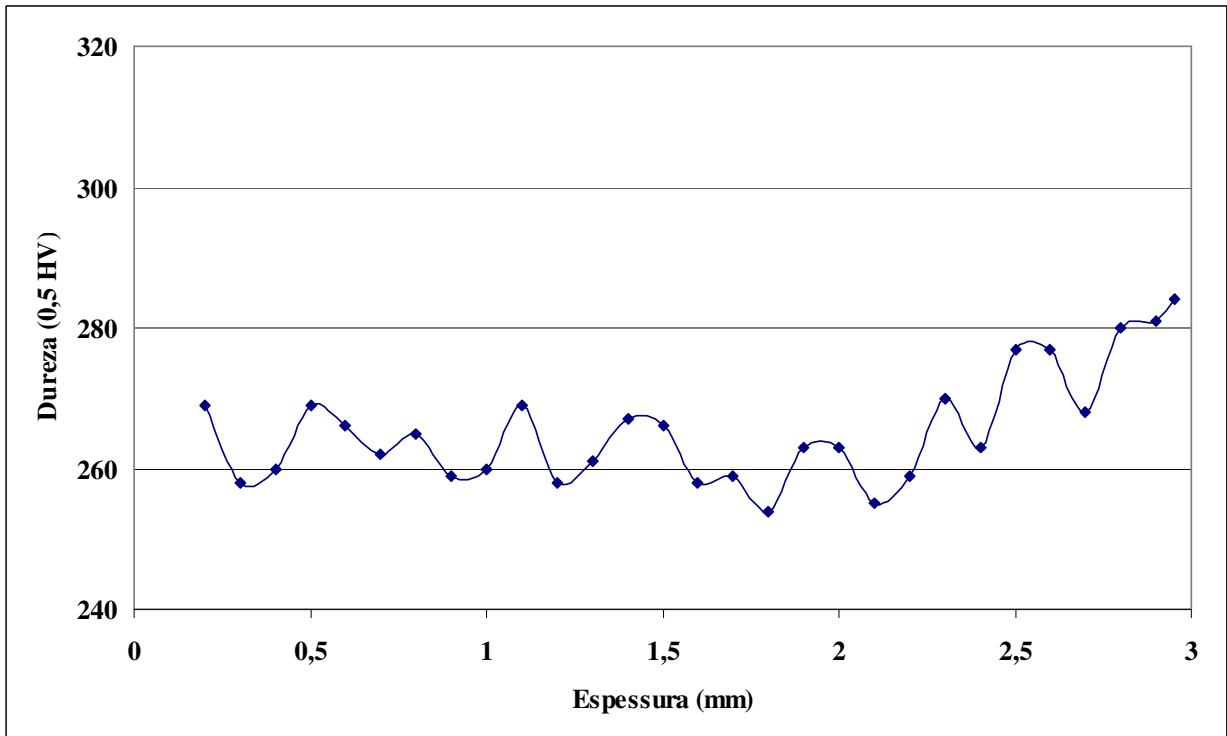


Figura 4.44. Microdureza da amostra envelhecida a 600°C por 24 horas pela distância da superfície da amostra.

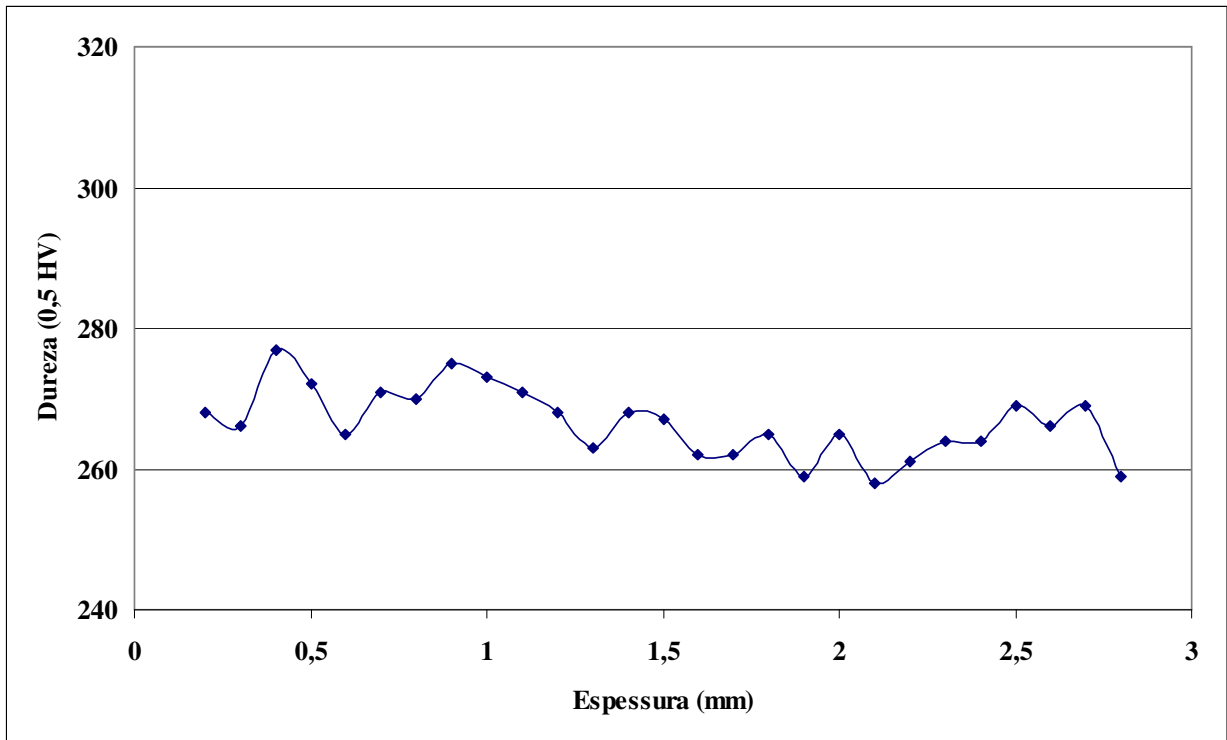


Figura 4.45. Microdureza da amostra envelhecida a 600°C por 48 horas pela distância da superfície da amostra.

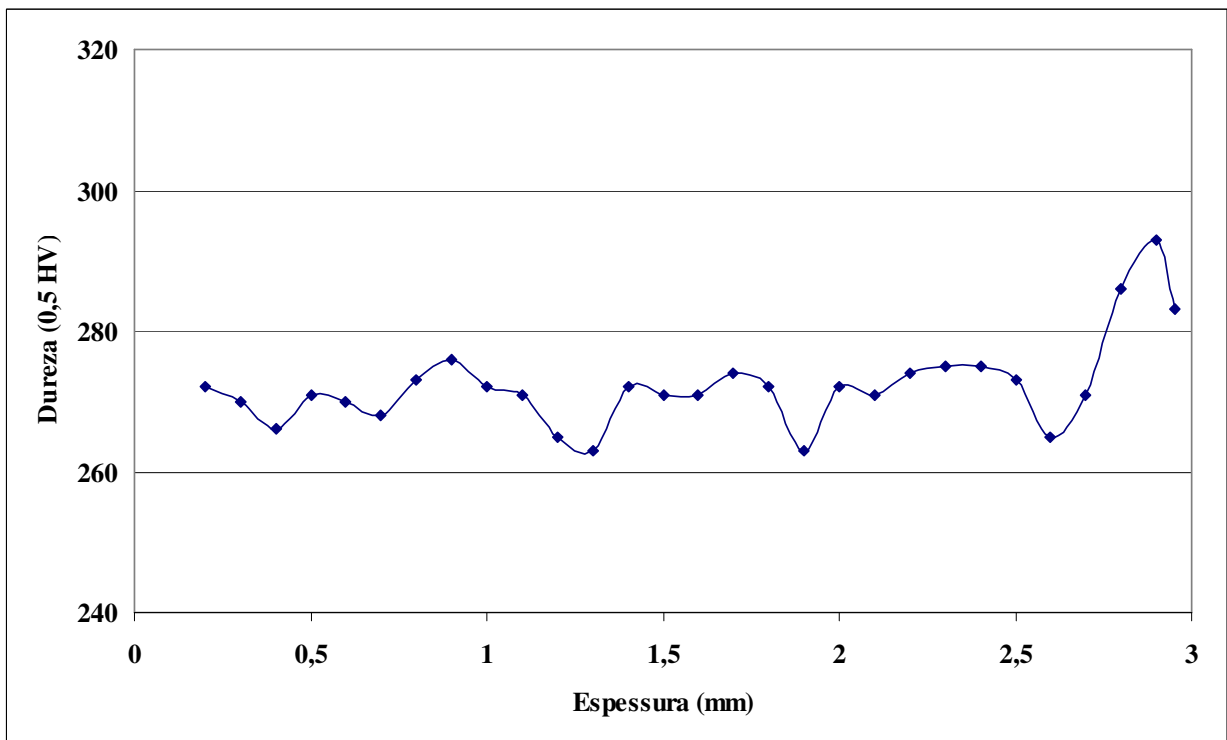


Figura 4.46. Microdureza da amostra envelhecida a 600°C por 96 horas pela distância da superfície da amostra.

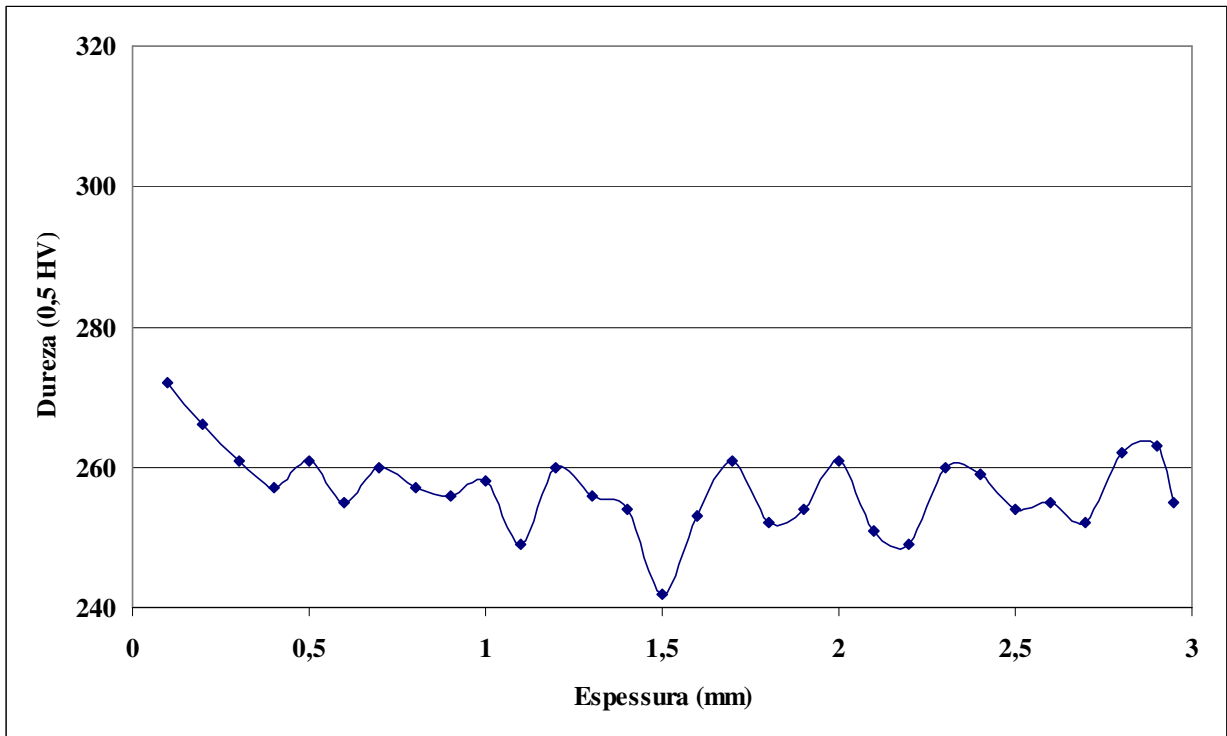


Figura 4.47. Microdureza da amostra envelhecida a 650°C por 0,5 hora pela distância da superfície da amostra.

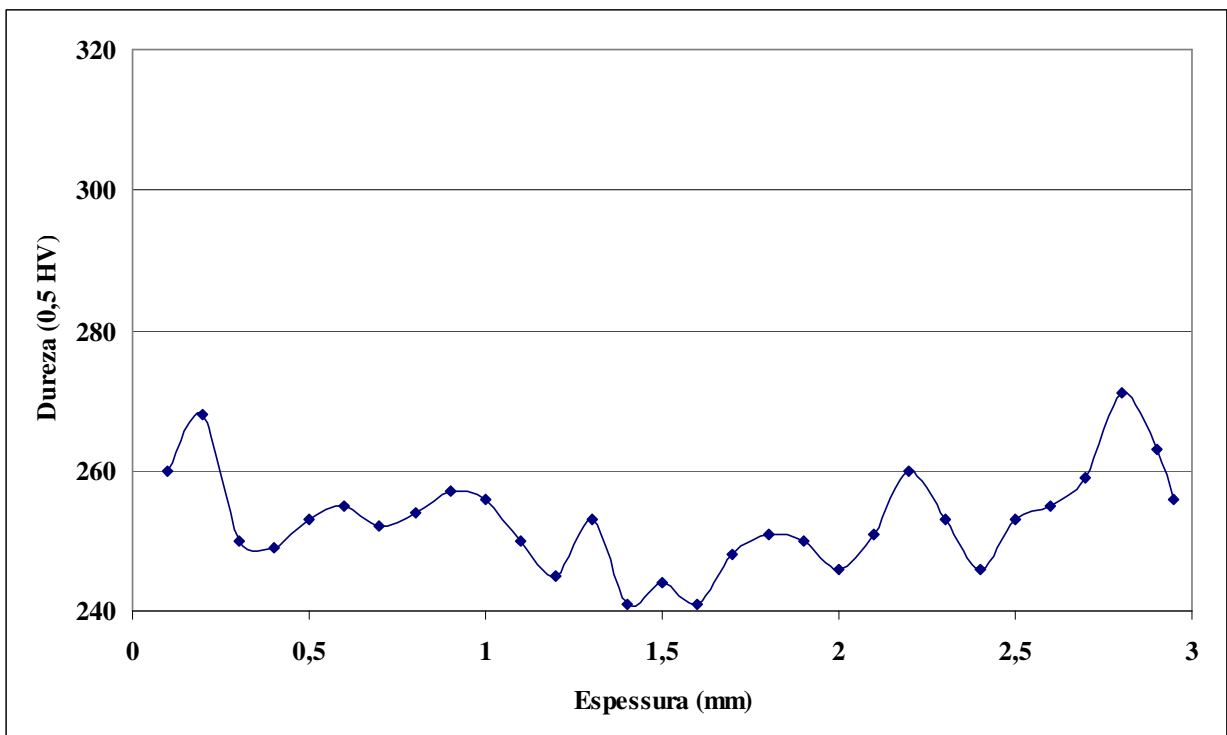


Figura 4.48. Microdureza da amostra envelhecida a 650°C por 1 hora pela distância da superfície da amostra.

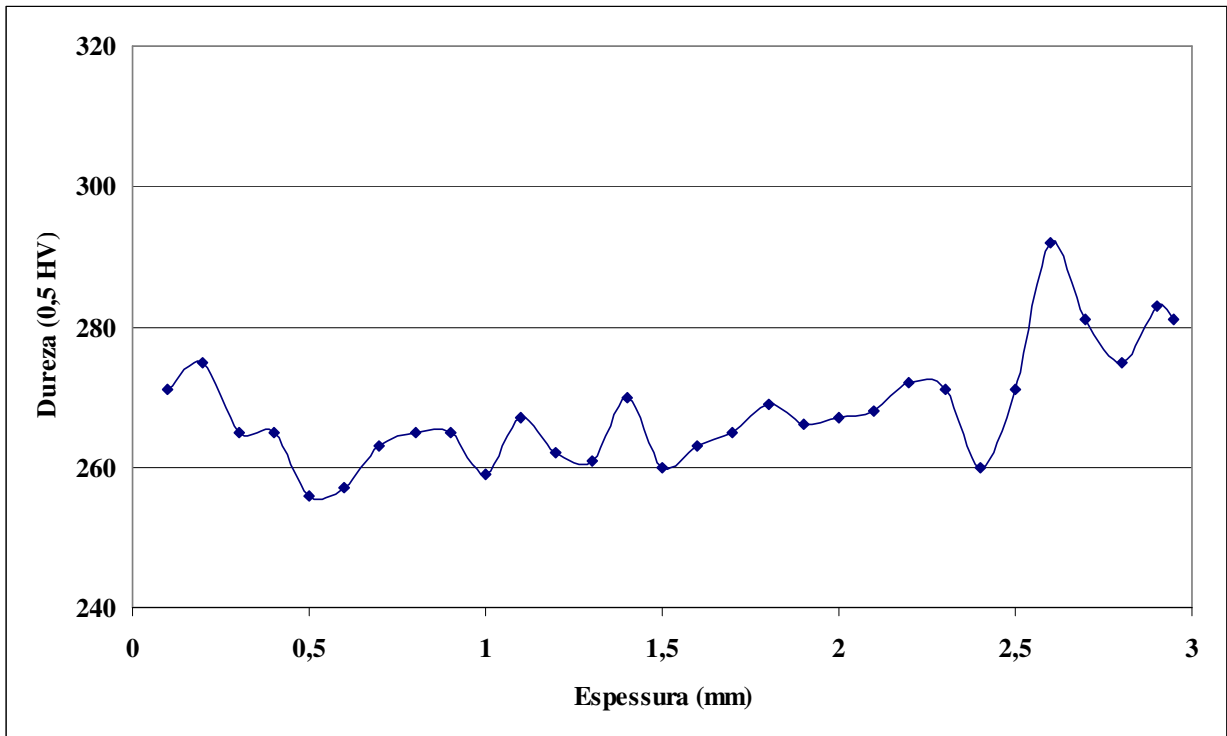


Figura 4.49. Microdureza da amostra envelhecida a 650°C por 4 horas pela distância da superfície da amostra.

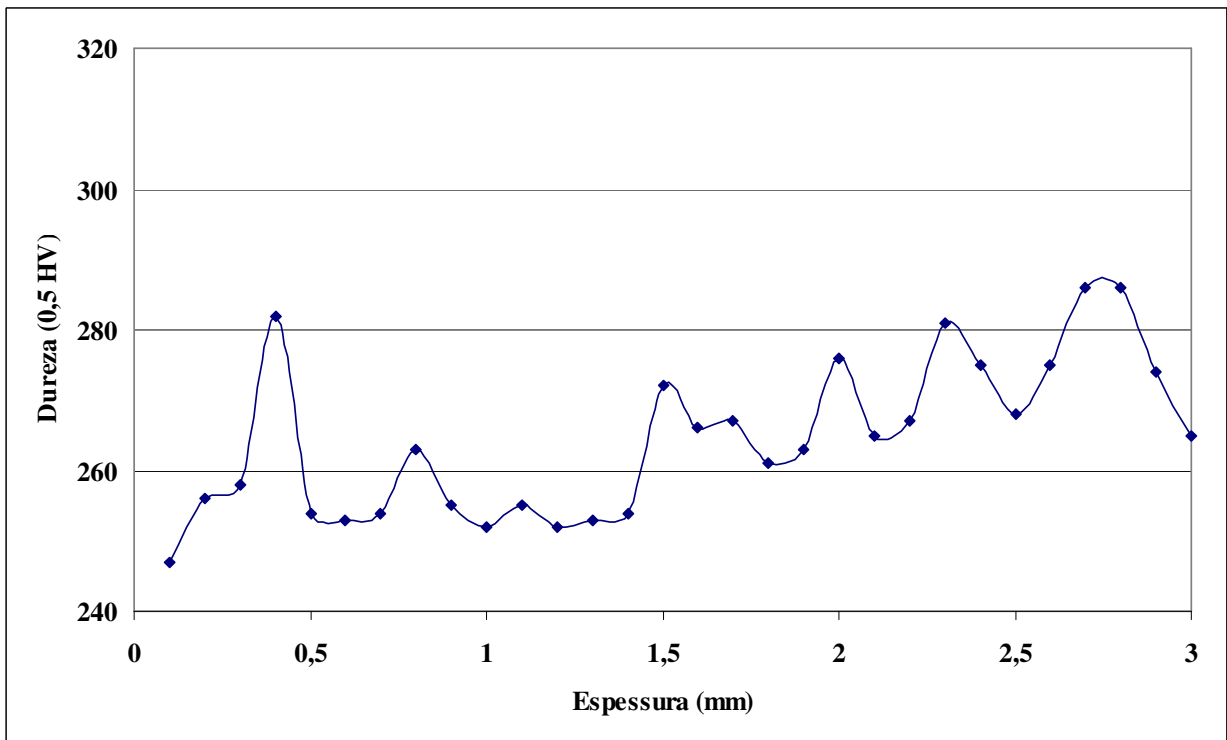


Figura 4.50. Microdureza da amostra envelhecida a 650°C por 24 horas pela distância da superfície da amostra.

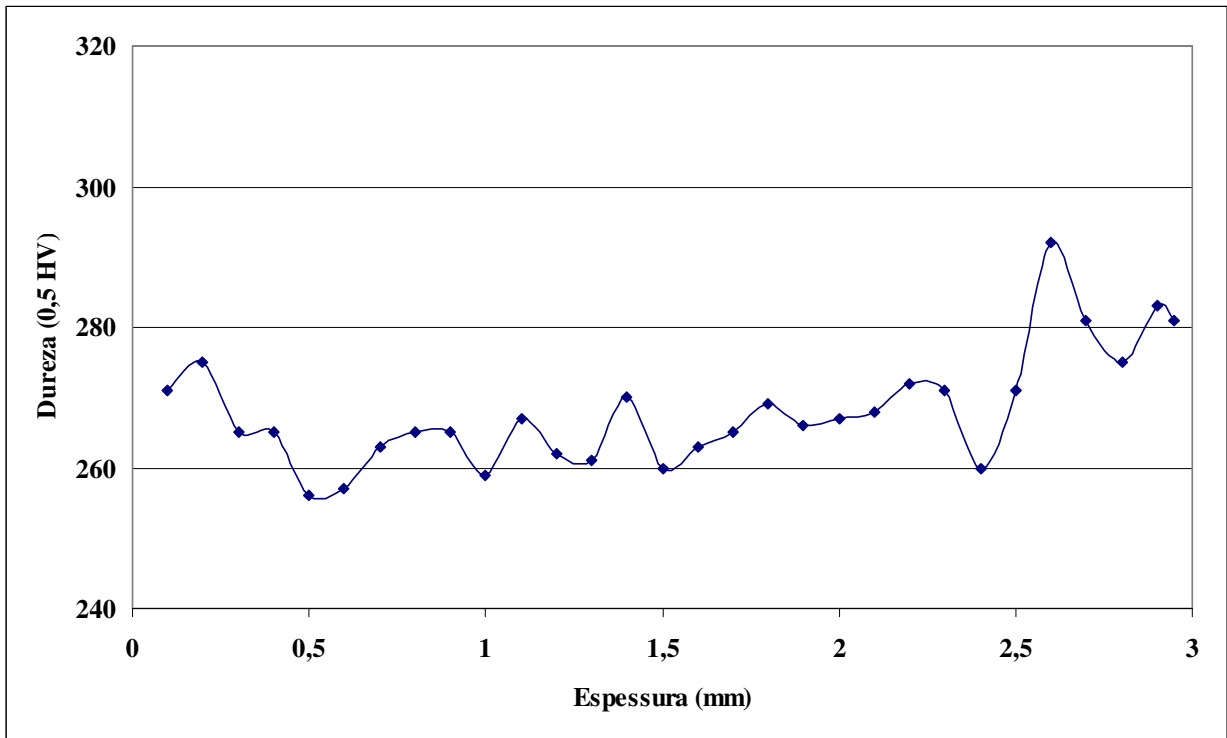


Figura 4.51. Microdureza da amostra envelhecida a 650°C por 48 horas pela distância da superfície da amostra.

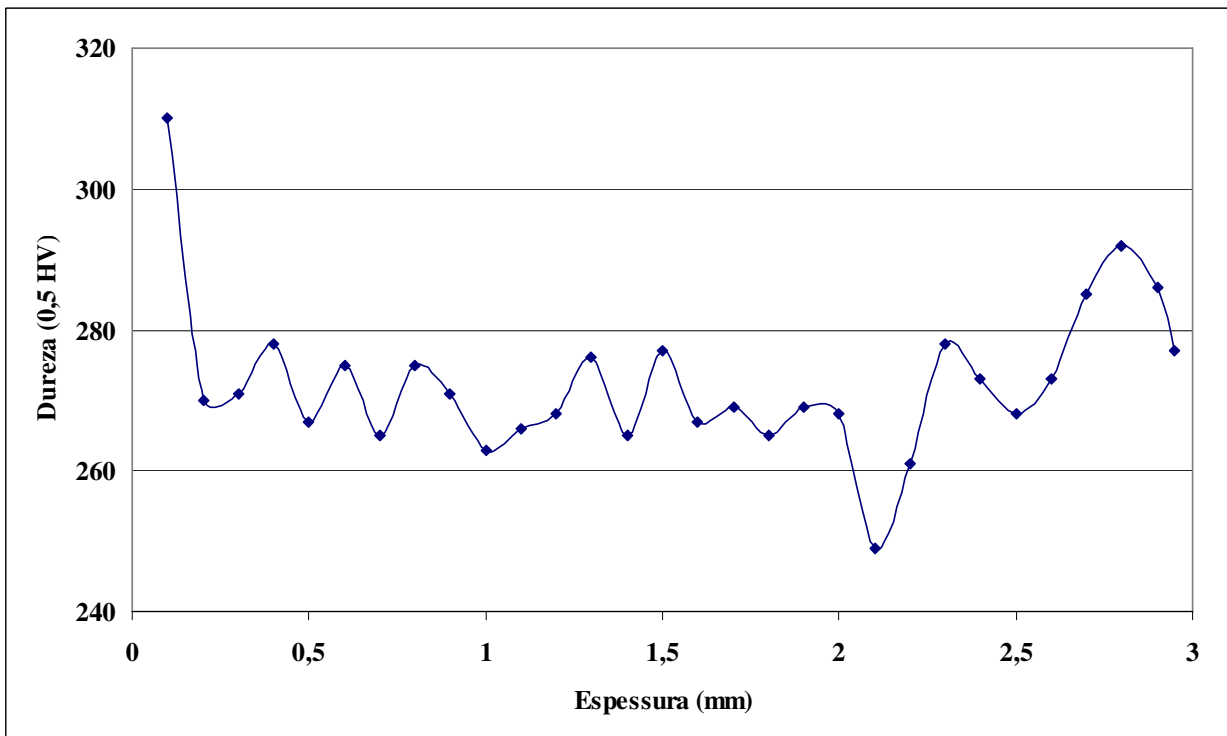


Figura 4.52. Microdureza da amostra envelhecida a 650°C por 96 horas pela distância da superfície da amostra.

4.2.2. Microdureza Vickers (0,5 kgf) por tempo de envelhecimento.

Após medidas as microdurezas em função da distância da superfície da amostra, pode se construir novos diagramas de dureza (HV) em função do tempo de envelhecimento (h), sendo o tempo em escala logarítmica; foram plotados os desvios padrão nesses diagramas também. O objetivo da construção desses diagramas é a verificação da formação de uma fase sendo essa tanto fase sigma, fase α' ou mesmo outra fase desconhecida através da variação da dureza em função do tempo de envelhecimento da amostra no forno, mostrado nas figuras 4.53, 4.54 e 4.55.

Levando em conta apenas a variação da dureza em função do tempo de envelhecimento da amostra, pode-se concluir para as temperaturas de 550°C, 600°C e 650°C que esse método não mostra a precipitação de outra fase, pois a variação da dureza foi muito pequena se levadas em conta as variações apresentadas por (SOLOMON e DEVINE, 1982) na figura 2.2.

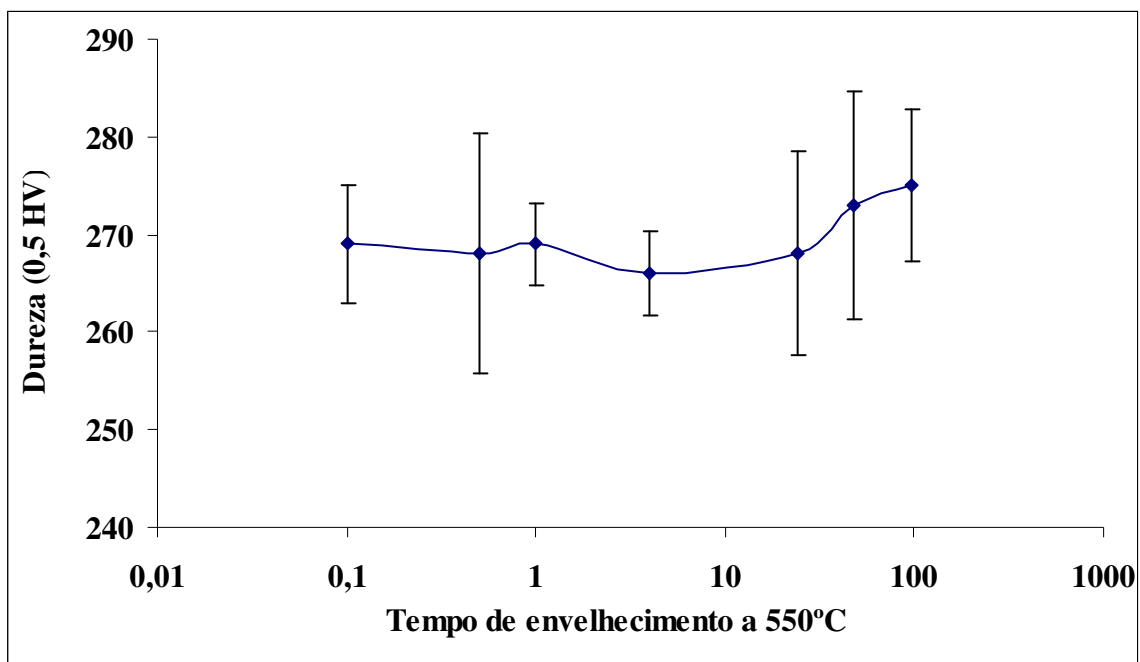


Figura 4.53. Microdureza da amostra envelhecida a 550°C nos tempos indicados.

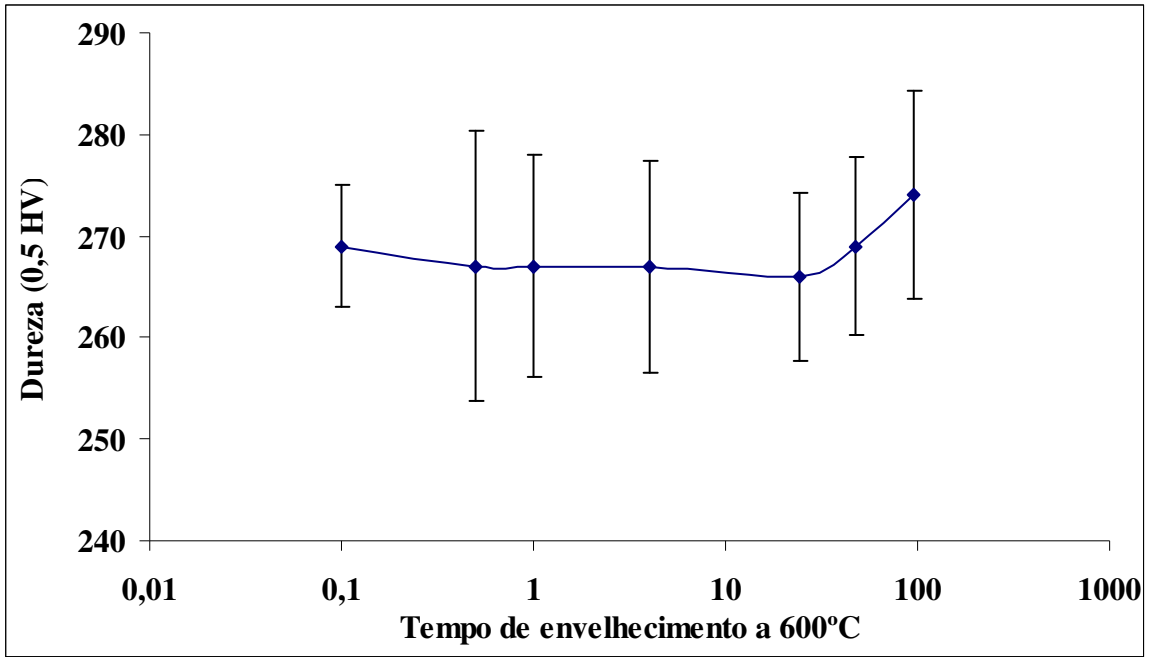


Figura 4.54. Microdureza da amostra envelhecida a 600°C nos tempos indicados.

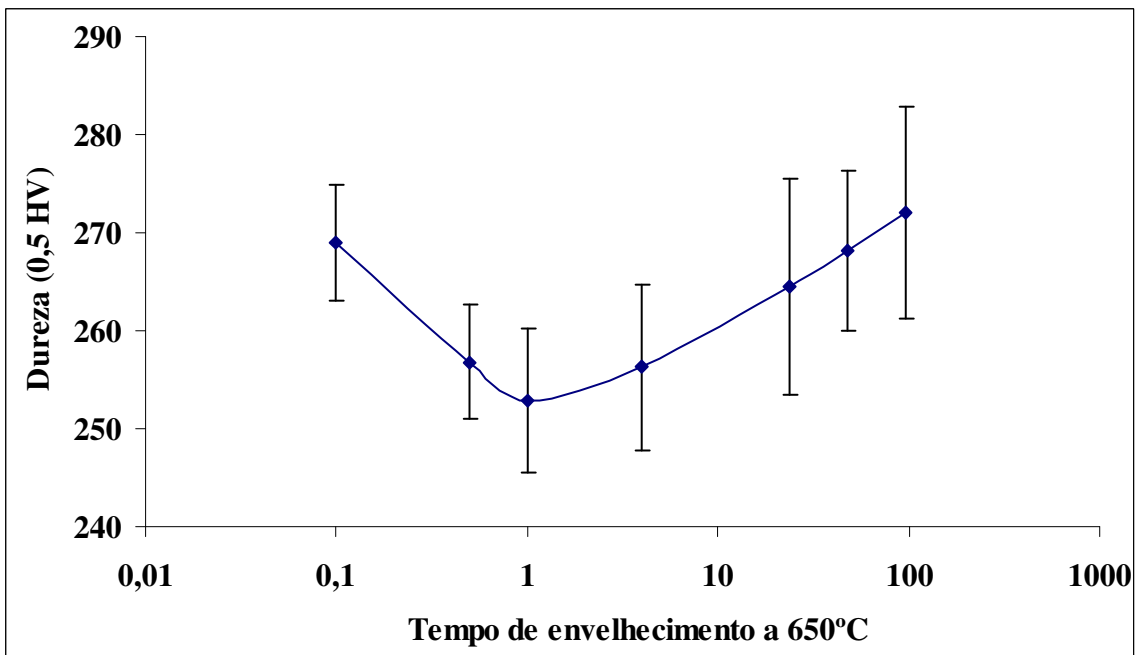


Figura 4.55. Microdureza da amostra envelhecida a 650°C nos tempos indicados.

4.2.3. Microdureza Vickers (0,01 kgf) por tempo de envelhecimento.

Após coletados os resultados das microdurezas Vickers com carga de 0,5 kgf, viu-se a necessidade de se medir a microdureza Vickers (0,01 kgf) para cada fase da microestrutura (austenita e ferrita) das amostras envelhecidas de 24 a 96 horas nas temperaturas de 600°C e 650°C. Os resultados são mostrados nas figuras de 4.56 a 4.59, onde se nota uma pequena variação da dureza da austenita nas duas temperaturas de envelhecimento, já para a ferrita, tem-se também uma pequena variação de dureza; porém, no caso do envelhecimento por 96h a 650°C o desvio padrão encontrado é muito alto levando-se a crer que há a presença de outra fase na ferrita, provavelmente a fase sigma.

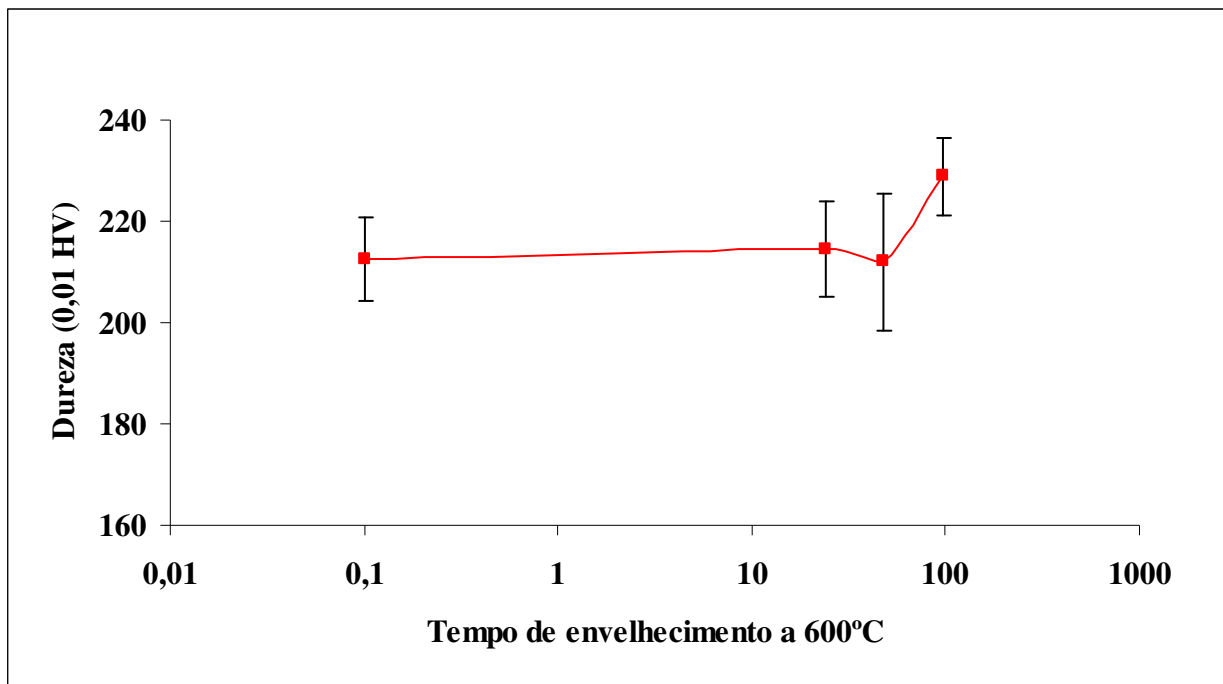


Figura 4.56. Microdureza (0,01 HV) da austenita da amostra envelhecida a 600°C nos tempos indicados.

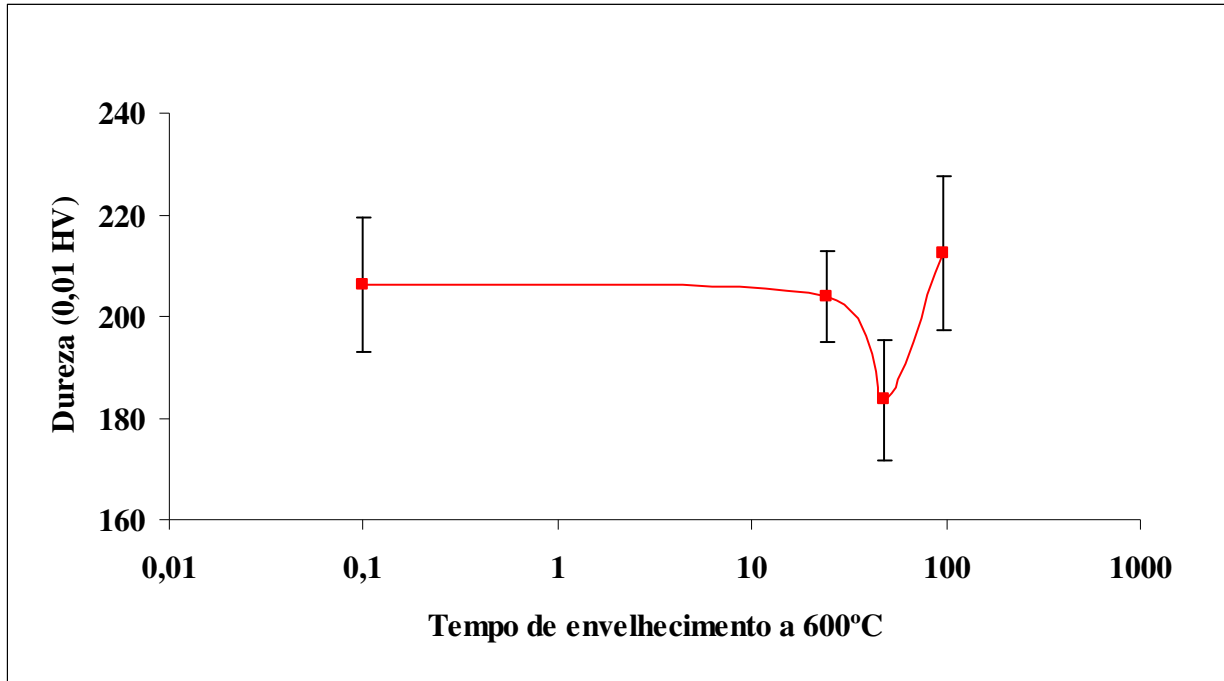


Figura 4.57. Microdureza (0,01 HV) da ferrita da amostra envelhecida a 600°C nos tempos indicados.

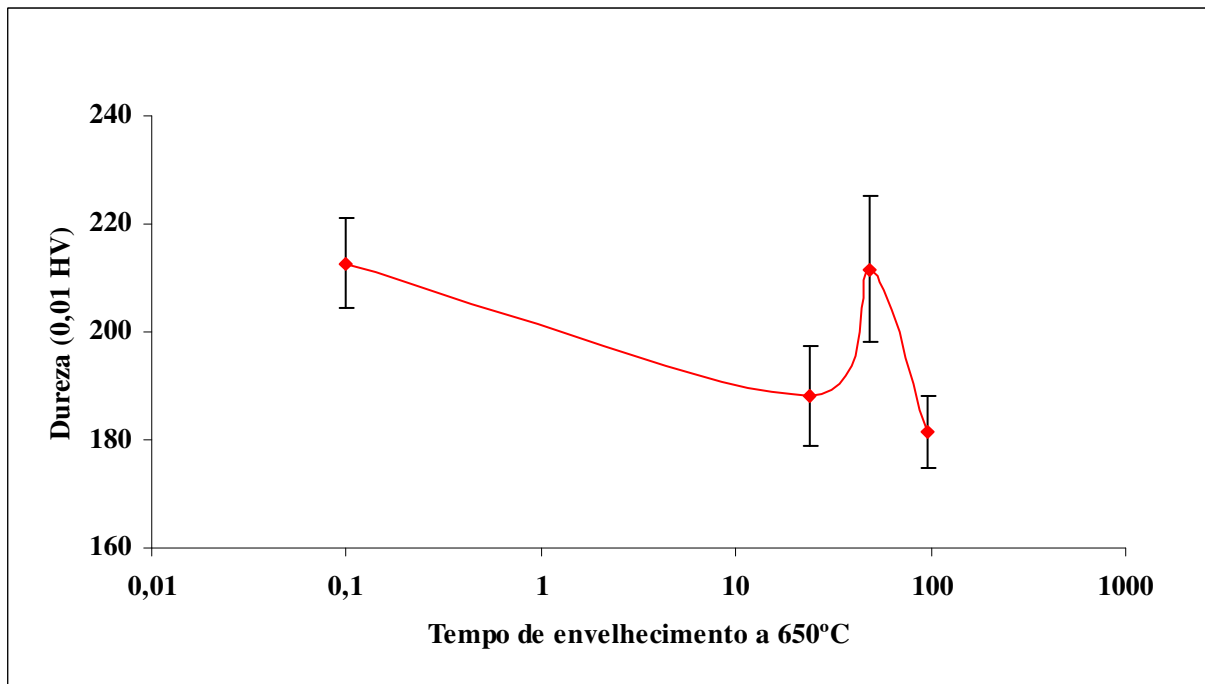


Figura 4.58. Microdureza (0,01 HV) da austenita da amostra envelhecida a 650°C nos tempos indicados.

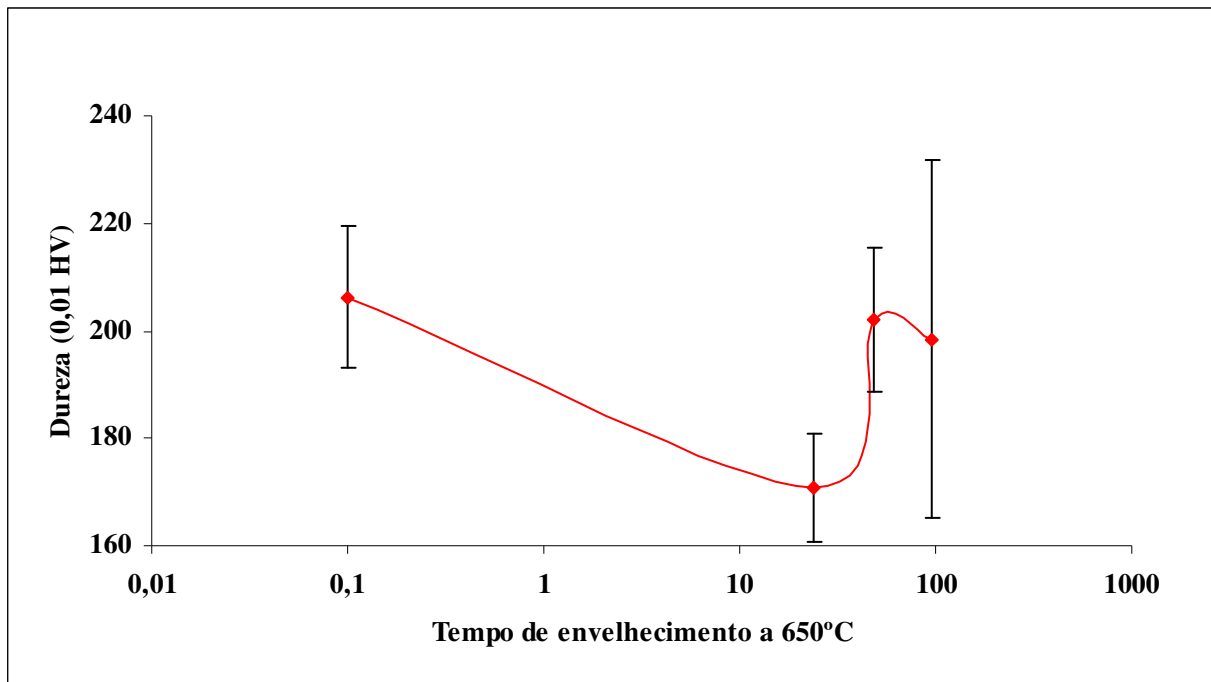


Figura 4.59. Microdureza (0,01 HV) da ferrita da amostra envelhecida a 650°C nos tempos indicados.

4.2.4. Microdureza Knoop (0,01 kgf) por temperatura de envelhecimento.

Tem-se na figura 4.60 a medição de dureza Knoop (0,01 kgf) de cada fase das amostras envelhecidas por 96 h nas temperaturas de 550°C, 600°C e 650°C e também a dureza da amostra solubilizada. Nota-se o aumento da dureza da ferrita entre a amostra solubilizada e a de envelhecimento a 550°C, sendo que essa diferença pode ser associada à formação da fase α' . Já na temperatura de 650°C, o grande desvio padrão encontrado na medição da dureza da ferrita representa a presença de outra fase na ferrita, de forma mais heterogênea, podendo portanto esta variação ser atribuída à fase sigma, cuja presença foi observada nas Figuras 4.23 a 4.29, exceto na figura 4.25.

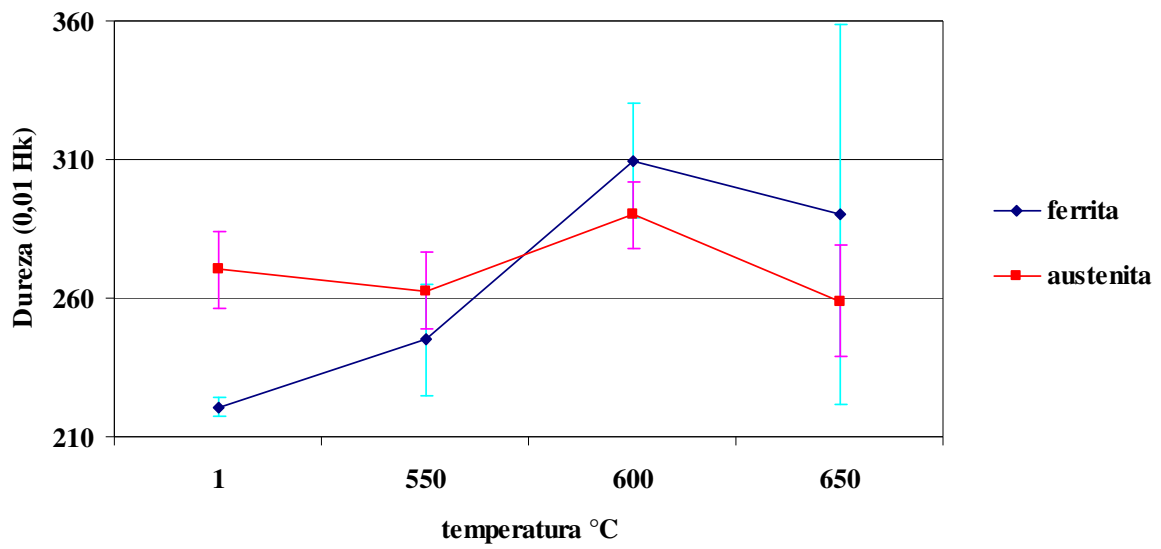


Figura 4.60. Microdureza Knoop (0,01 HK) da austenita e ferrita da amostra envelhecida por 96h nas temperaturas indicadas. Sendo a temperatura de 25°C representando a amostra no estado solubilizado.

5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Após coletados todos os resultados experimentais, levando em consideração a análise através de microscopia óptica, nas figuras 4.5 a 4.7 e 4.12 a 4.14 se pode concluir a precipitação de outra fase sendo essa provavelmente a fase sigma e menos provável a α' ou mesmo as duas juntas, porém nas figuras 4.12 a 4.14 a fase revelada tem fortes indícios de ser a fase sigma pois ela apresenta estrutura mais angulosa como na figura 4.12(c) onde é demonstrada a precipitação desta mesma fase. Já nas figuras 4.19 a 4.21 para 650°C de temperatura de envelhecimento se pode concluir a precipitação da fase sigma, pois é nítida a diminuição da ferrita (região cinza escuro) sendo que para a precipitação da sigma, é necessário o consumo da ferrita original como em **(INOX'90, 1990)**. Todas as figuras analisadas por microscopia óptica revelam a presença de austenita (clara) e ferrita (escura) com o ataque de Behara modificado. Nas figuras 4.22 a 4.29, o ataque de KOH revela a precipitação da fase sigma na ferrita original principalmente nas interfaces $\alpha-\alpha$ e $\alpha-\gamma$. Porém nas amostras envelhecidas por 4 horas nas temperaturas de 600°C e 650°C a precipitação de sigma é pouco visível devido ao baixo tempo de envelhecimento mostradas nas figuras 4.22 e 4.23 de acordo com **MAGNABOSCO (2005)**, onde esse constata a maior fração de fase sigma em tempos de envelhecimento superiores a 100 horas nas temperaturas entre 700°C e 850°C.

Após os resultados das análises quantitativas da estrutura por ferritoscópio e por estereologia quantitativa da ferrita e fase sigma, nota-se principalmente nas figuras 4.30 e 4.31 para um tempo de envelhecimento de 96 h, uma diferença entre as frações de ferrita medida pelos dois métodos, onde essa diferença, de aproximadamente de 22% para a figura 4.30 e de 20% na Figura 4.31, é provavelmente devida à formação da fase α' , já que houve redução na porção ferromagnética associada à ferrita, e isto provavelmente indica a formação de fase α' , paramagnética, no interior da ferrita original. Observando a figura 4.32, tem-se novamente a diferença de medição da fração de ferrita obtida pelos dois métodos para um tempo de envelhecimento de 96 h, porém agora toda essa diferença de 16% representa a precipitação da fase sigma, pois a fração de sigma neste tempo é de 18% como apresentado na figura 4.33, resultados coerentes com trabalho de literatura **(INOX'90, 1990)**. Nota-se ainda que a fração de austenita manteve-se constante, levando-se a crer que a fase sigma é proveniente da ferrita original.

Nas medições de microdureza Vickers (0,5 kgf) em função do tempo de envelhecimento, levando em conta os desvios-padrão das medidas, a pequena variação de dureza encontrada

entre 0,5 h e 96 h para as temperaturas de 550°C a 650°C de envelhecimento mostradas nas figuras 4.53 a 4.55 não permite afirmar nada sobre alterações microestruturais. Nas medições de microdureza Vickers (0,01 kgf) de cada fase da microestrutura, tem-se como resultado mais expressivo o desvio padrão encontrado que é muito alto levando-se a crer que há a presença de outra fase na ferrita, provavelmente a fase sigma, mostrado nas figuras 4.56 a 4.59.

Já para a microdureza Knoop (0,01 kgf) figura 4.60, nota-se o aumento da dureza da ferrita entre a amostra solubilizada e a de envelhecimento a 550° e 600°C, caracterizando a precipitação da fase α' pois esta fase aumenta a dureza da ferrita original quando precipitada como partículas finamente dispersas como na figura 2.5 (Weng, 2004). Já nas temperaturas de 600° e 650°C, o grande desvio padrão encontrado na medição da dureza da ferrita representa a presença de outra fase na ferrita, sendo essa fase a sigma, como mostrada na Figura 4.60.

6. CONCLUSÕES

Assume-se a precipitação da fase α' nas temperaturas de envelhecimento a 550°C e 600°C, sendo mais claro que na temperatura de 550°C aproximadamente 20% da ferrita original é transformada em α' , fato confirmado pela diferença entre as frações volumétricas de ferrita obtidas por ferritoscópio e por estereologia quantitativa e indiretamente pelo aumento da dureza em relação à amostra solubilizada. Também a 600°C, essa mesma diferença de medição da fração de ferrita representa uma porção da fase α' precipitada, em conjunto com a formação de fase sigma, detectada por microscopia óptica. Já a formação da fase sigma fica evidenciada claramente após a análise quantitativa da microestrutura na amostra de envelhecimento a 650°C, particularmente após envelhecimento por 96 h.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

BRANDI, Sérgio Duarte. Precipitação de fase sigma em aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura dúplex. In: INOX'90: II SEMINÁRIO BRASILEIRO SOBRE AÇOS INOXIDÁVEIS, II., 1990, São Paulo, **Anais...** São Paulo: COAÇO, 1990 p. 523.

MACHADO, I. Padilha, A. Utilização dos diagramas de Schafner, de DeLong e de Espy na previsão de microestruturas de aços dúplex ferríticos-austeníticos. In: INOX'99: VI Seminário Brasileiro do aço Inoxidável, VI., 1999, São Paulo, **Anais...** Coaço, 1999, p. 200.

MAGNABOSCO, R. . Formação de fase sigma no aço inoxidável dúplex UNS S31803 durante envelhecimento isotérmico entre 700 C e 900 C. In: CONGRESSO INTERNACIONAL ANUAL DA ABM, 60°, 2005, Belo Horizonte. **Anais...** São Paulo: ABM, 2005.

MAGNABOSCO, R. BRUNO, D. Efeito do envelhecimento a 475°C na microestrutura e corrosão por pite do aço inoxidável dúplex UNS S31803 (SAF 2205). In: CONGRESSO INTERNACIONAL ANUAL DA ABM, 62°, 2007, Vitória. **Anais...** São Paulo: ABM, 2007.

MAGNABOSCO, Rodrigo. Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205). 2001. 181 f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo.

NILSSON, J. O. The physical metallurgy of duplex stainless steels. In: DUPLEX STAINLESS STEELS, 5th., 1997, Sweden, **Anais...** Netherlands: Conference Duplex Stainless Steel, 1997. p. 550

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.

SEDRIKS, A. J. Effects of alloy composition and microstructure on the passivity of stainless steels. Corrosion n.7 v.42 jul.1996 p.376-89.

SMITH, Willian F. Princípios de Ciência e Engenharia dos Materiais. Portugal, 1998 p.892.

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.

Pickering, F. The Metallurgical Evolution of Stainless Steels. London: [s.n.], 1979.

Pohl, Michael. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel.

In: INTERNATIONAL METALLOGRAPHIC SOCIETY TECHNICAL MEETING, 2005,

Honolulu. **Anais...**Honolulu: MATERIALS CHARACTERIZATION, 2007. p.65 – 71.