



Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco – Departamento de Engenharia Mecânica  
[rodrmagn@fei.edu.br](mailto:rodrmagn@fei.edu.br) - Centro Universitário da FEI – <http://www.fei.edu.br>  
Av. Humberto de Alencar Castelo Branco, 3972 – Bairro Assunção  
São Bernardo do Campo – SP – Brasil – 09850-901  
tel: +55 11 43532900 ext. 2173 - fax: +55 11 41095994

PROJETO DE PESQUISA

# COMPARATIVO DE TÉCNICAS DE DETERMINAÇÃO DE FASE FERRITA NO AÇO UNS S31803

**Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco<sup>#</sup>**  
**Candidato: Ricardo Meira de Borba**  
n° FEI 11.204.216-3  
[ricardomeibor@hotmail.com](mailto:ricardomeibor@hotmail.com)

*Início: outubro de 2008*  
*Provável conclusão: junho de 2009*

**Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos - CDMatM**  
**Departamento de Engenharia Mecânica**  
**Centro Universitário da FEI**  
Fundação Educacional Inaciana Pe. Sabóia de Medeiros

---

<sup>#</sup> Engenheiro metalurgista – EPUSP – 1993.  
Mestre em engenharia – EPUSP – 1996.  
Doutor em engenharia – EPUSP – 2001.  
Professor do Departamento de Engenharia Mecânica da FEI, [rodrmagn@fei.edu.br](mailto:rodrmagn@fei.edu.br)

## RESUMO DO PROJETO

Os aços inoxidáveis dúplex são freqüentemente utilizados em aplicações onde é necessária grande resistência mecânica combinada a resistência à corrosão. No entanto, durante envelhecimento isotérmico, determinadas seqüências de tratamento térmico, conformação a quente ou soldagem, pode ocorrer nos aços inoxidáveis dúplex a precipitação de fases indesejáveis, que causam tanto redução de propriedades mecânicas quanto afetam a resistência à corrosão. Particularmente entre 300 °C e 500 °C a ferrita presente pode se decompor em fase  $\alpha$  rica em ferro e fase  $\alpha'$  enriquecida em cromo, usualmente por decomposição espinodal ou precipitação intragranular, permitindo a identificação desta fase apenas por microscopia eletrônica de transmissão ou meios indiretos. Uma das formas de indiretamente detectar a formação desta fase é a medição da fração de ferrita por estereologia quantitativa após ataque de Behara modificado, que é seletivo à fase ferrita, e a comparação desta medida com medições da fração ferromagnética presente por ferritoscópio (já que a fase  $\alpha'$  é paramagnética). Assim, este trabalho tem por objetivo a comparação destas duas técnicas de determinação de fase ferrita no aço UNS S31803, avaliando a possibilidade de determinação indireta da fração de fase  $\alpha'$  formada.

**Palavras-chave:**

1. Aços inoxidáveis dúplex.
2. Caracterização microestrutural.
3. Fase  $\alpha'$ .

## I. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Os aços inoxidáveis dúplex são freqüentemente utilizados em aplicações onde é necessária grande resistência mecânica combinada a resistência à corrosão<sup>[1-4]</sup>. O UNS S31803, apresentando composição química típica 22% Cr - 5% Ni - 3% Mo - 0,15% N – 0,02% C<sup>[2]</sup>, tem limite de escoamento próximo de 515 MPa (praticamente o dobro do encontrado em aços inoxidáveis austeníticos como os AISI 304 e 316<sup>[2]</sup>) aliada a resistência à corrosão superior a dos aços austeníticos, mesmo os de baixo teor de carbono. O elevado teor de nitrogênio, que em sua maioria se encontra em solução sólida intersticial na austenita, e de elementos substitucionais, como cromo, níquel e molibdênio, levam às propriedades citadas<sup>[2,5,6]</sup>. A estrutura típica é composta em média por 40 a 45% de ferrita e 55 a 60% de austenita, obtidas após solubilização entre 1000°C e 1200°C e resfriamento brusco<sup>[6]</sup>.

No entanto, durante envelhecimento isotérmico, determinadas seqüências de tratamento térmico, conformação a quente ou soldagem, pode ocorrer nos aços inoxidáveis dúplex a precipitação de fases indesejáveis, que causam tanto redução de propriedades mecânicas quanto afetam a resistência à corrosão. Particularmente entre 300°C e 500°C a ferrita presente pode se decompor em fase  $\alpha$  (rica em ferro e ferromagnética) e fase  $\alpha'$  (enriquecida em cromo e paramagnética)<sup>[7]</sup>, através de decomposição espinodal ou de mecanismos de nucleação e crescimento da fase  $\alpha'$  a partir da ferrita originalmente presente.

A decomposição espinodal de ferrita em  $\alpha$  e  $\alpha'$  influencia fortemente o comportamento de aços inoxidáveis dúplex, notadamente devido a endurecimento por partículas finamente dispersas de  $\alpha'$  na ferrita original, e a redução de tenacidade por esta provocada. No trabalho de SOLOMON e DEVINE<sup>[8]</sup> encontram-se dados que permitem a construção da Figura 1, onde se nota a drástica redução de tenacidade (avaliada por energia absorvida no ensaio *Charpy* à temperatura ambiente) e o aumento de dureza decorrentes da formação de  $\alpha'$ .

Trabalho recente<sup>[9]</sup> destaca que a formação de fase  $\alpha'$  em aços inoxidáveis dúplex semelhantes ao UNS S31803 se dá por decomposição espinodal da ferrita, considerando-se aços que originalmente apresentavam frações volumétricas semelhantes de  $\alpha$  e  $\gamma$ , e que estes foram envelhecidos a 475°C por 1000 h, sendo o principal indicativo desta formação a ocorrência de fase  $\alpha'$  coerente com a ferrita presente e finamente dispersa nesta fase original, sendo possível distinguir  $\alpha$  e  $\alpha'$  apenas por microscopia eletrônica de transmissão. Neste envelhecimento de 1000h, todavia, não se observou alteração na austenita presente no material.

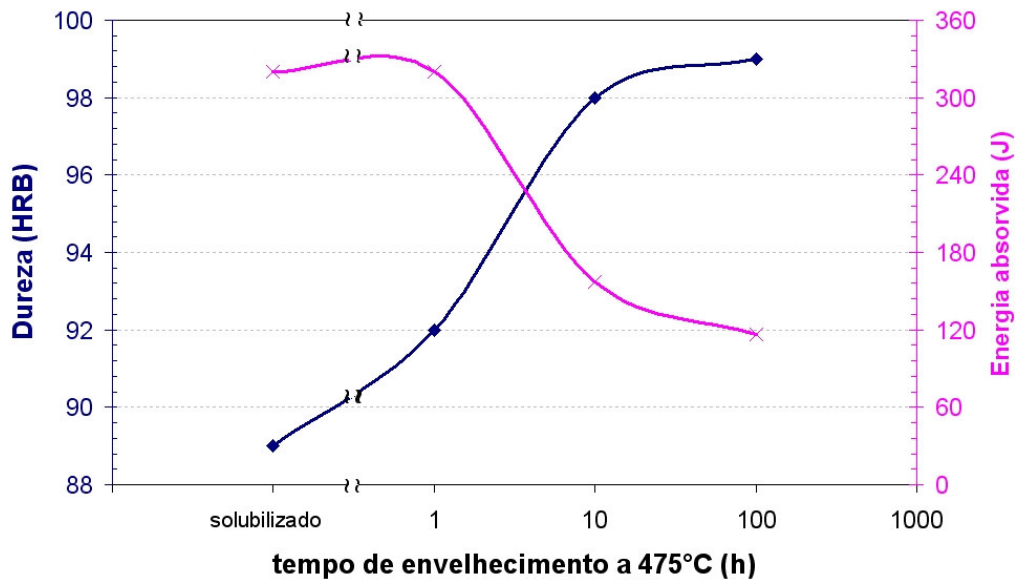


Figura 1. Energia absorvida em ensaio de impacto Charpy a temperatura ambiente e dureza *Rockwell B* de amostras de aço inoxidável dúplex U50 solubilizado e envelhecido a 475 °C nos tempos indicados <sup>[8]</sup>.

Outro trabalho <sup>[10]</sup> discute a formação de fase  $\alpha'$  em aço UNS S31803 a 475 °C, e apesar de não se ter evidências do exato mecanismo de formação de fase  $\alpha'$  (decomposição espinodal ou nucleação e crescimento) esta transformação de fase é indiretamente indicada pelo aumento de dureza observado a partir de 2 h de envelhecimento a 475 °C. De fato, a formação finamente dispersa de fase  $\alpha'$  pode levar a aumento de dureza, atingindo-se o máximo de endurecimento em 96 h de envelhecimento, provavelmente quando a formação da fase se completa. Além disso, outra evidência desta formação é a diminuição de dureza a partir deste máximo, como mostra a Figura 2, provavelmente relacionado ao coalescimento da fase  $\alpha'$  inicialmente formada.

Dois trabalhos recentes <sup>[11, 12]</sup> desenvolvidos no CDMatM e submetidos ao IX Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável, que ocorrerá de 12 a 14 de novembro de 2008 (<http://www.feinox.com.br/>) utilizaram duas técnicas distintas para a determinação de ferrita: medidas magnéticas utilizando-se ferritoscópio e estereologia quantitativa por microscopia óptica após ataque metalográfico seletivo de Behara modificado, que permite a identificação de ferrita como uma fase escura, mantendo a austenita praticamente sem ataque. Das duas técnicas, a medida magnética é apenas capaz de distinguir a fase  $\alpha$ , ferromagnética. No entanto, devido às morfologias assumidas pela fase  $\alpha'$  (precipitada intragranularmente na ferrita original ou resultado de decomposição espinodal desta, apresentando-se deste modo finamente dispersa), o ataque de Behara é insensível à presença de fase  $\alpha'$ , e a medição por estereologia quantitativa, deste modo, resulta na quantificação da somatória das frações volumétricas de  $\alpha$  e  $\alpha'$ .

A estratégia de medição indireta da fração volumétrica de fase  $\alpha'$  através da diferença entre a medida obtida por estereologia quantitativa e por medidas

magnéticas foi possível num dos trabalhos <sup>[11]</sup>, já que em amostras solubilizadas a fração volumétrica de ferrita obtida pelas duas técnicas foi equivalente, considerando-se os desvios-padrão das amostras. Contudo, o outro trabalho <sup>[12]</sup> mostrou que não houve concordância entre as duas técnicas em amostra trabalhada mecanicamente e solubilizada em condições diferentes das apresentadas no outro trabalho, como mostra a Figura 3. Com esta variação, a medição indireta da fração volumétrica de fase  $\alpha'$  fica impossibilitada.

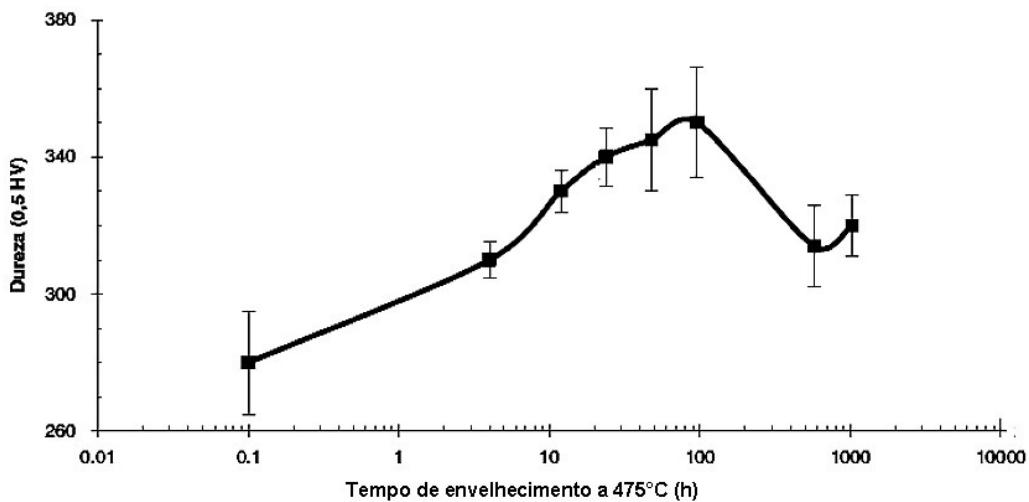


Figura 2. Dureza das amostras de aço UNS S31803 em função do tempo de envelhecimento a 475°C. O tempo de 0,1 h representa as amostras solubilizadas. <sup>[10]</sup>.

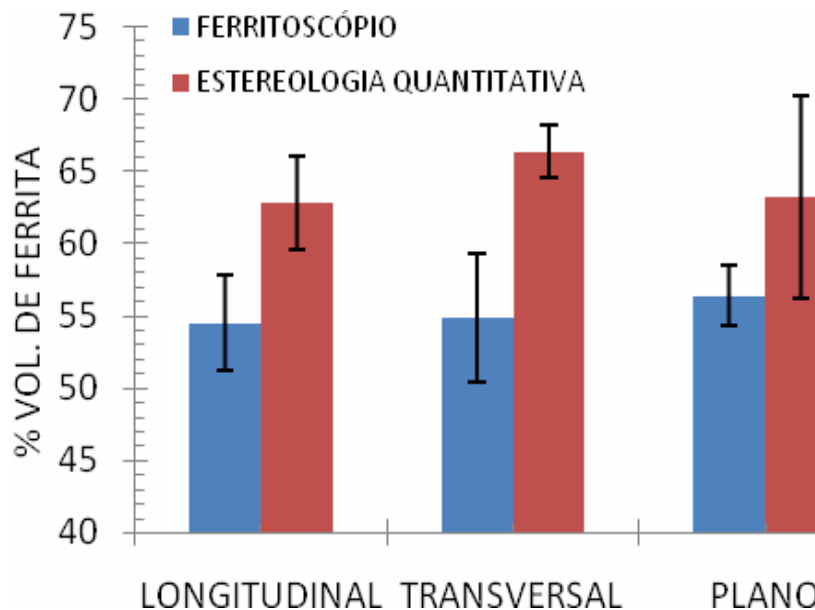


Figura 1. Comparação entre métodos de determinação da fração volumétrica de ferrita em aço UNS S31803 solubilizado a 1175°C por 30 min <sup>[12]</sup>.

## II. PROJETO DE PESQUISA

### II.1. Objetivos

O presente trabalho tem por objetivo a comparação de duas técnicas de determinação de fase ferrita no aço UNS S31803, avaliando a possibilidade de determinação indireta da fração de fase  $\alpha'$  formada através da diferença entre as medidas obtidas por estereologia quantitativa após ataque de Behara modificado e por medidas magnéticas usando-se ferritoscópio.

### II.2. Materiais e métodos

#### II.2.1. Recursos humanos e materiais

Além da dedicação do professor-proponente como orientador (que trabalha em regime de tempo integral nesta Instituição), será necessária uma bolsa de iniciação científica, pelo período de nove meses, para aluno pré-selecionado.

O material em estudo foi adquirido como chapa de 3 mm de espessura laminada a 1100°C e resfriada por jato de ar e água forçado. A composição química do material pode ser constatada na Tabela II.1

Tabela II.1: composição química (% massa) do aço em estudo.

Cr	Ni	Mo	Mn	N	C	Si	Cu	Co	P	S	Nb	Fe
22,48	5,74	3,20	1,42	0,162	0,018	0,35	0,15	0,07	0,019	0,001	0,006	Balanço

#### II.2.2. Métodos

O procedimento experimental para atingir os objetivos propostos constará de 4 etapas, descritas a seguir:

**Tratamentos térmicos.** A partir do material na condição de fornecimento, solubilização será realizada a 1050°C, 1100°C, 1150°C e 1200°C por 1 hora, seguida de resfriamento em água, para garantir homogeneidade microestrutural do material inicial. A seguir, corpos-de-prova serão envelhecidos a 475°C por 360h, esperando-se a formação de fase  $\alpha'$ .

**Preparação metalográfica.** Amostras tratadas termicamente e na condição solubilizada serão embutidas em resina termofixa de cura a quente (baquelite), gerando corpos-de-prova para análise metalográfica onde a superfície de observação corresponderá à seção longitudinal das chapas, com relação à

direção de laminação. Os corpos-de-prova metalográficos sofrerão lixamento até 500 *mesh*, para em seguida serem polidos utilizando pasta de diamante de diâmetros 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ , sempre utilizando como lubrificante das etapas de polimento álcool etílico absoluto. A última etapa de polimento se dará com suspensão de sílica coloidal (pH=9,3).

**Caracterização microestrutural.** Para a revelação da microestrutura se utilizará o reativo de Behara modificado, cuja composição é 20 mL de ácido clorídrico, 80 mL de água destilada e deionizada e 1 g de metabissulfito de potássio; a esta solução de estoque, são adicionados 2 g de bifluoreto de amônio, e o ataque pode então ser conduzido. O ataque será interrompido com água, e a superfície de observação seca através da evaporação de álcool etílico absoluto com o auxílio de jato de ar quente. Todas as amostras preparadas metalograficamente serão observadas no microscópio LEICA DMLM do CDMatM-FEI, identificando as fases presentes. A fração volumétrica de ferrita ferromagnética será obtida com o auxílio de um ferritoscópio FISCHER modelo MP30 do CDMatM-FEI, calibrado com o auxílio de padrões, tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita. Quarenta medições serão realizadas em cada uma das séries de amostras. Já a fração volumétrica de total de ferrita será determinada por estereologia quantitativa: as amostras, após o ataque de Behara modificado já descrito, serão submetidas a análise de imagens através do software *QMetals*, parte integrante do sistema de análise de imagens LEICA Q500/W, conectado ao microscópio LEICA DMLM anteriormente citado, também pertencente ao CDMatM-FEI. Serão analisados 40 campos por amostra, colhidos aleatoriamente.

**Medição de microdureza.** As transformações microestruturais da fase ferrita serão também acompanhadas indiretamente pela medição de microdureza *Knoop* desta fase, em microdurômetro Shimadzu HMV-2 do CDMatM-FEI. Serão realizadas 30 medições por amostra na fase ferrítica, utilizando carga de 0,01 kgf, colhidas aleatoriamente.

### **II.3. Plano de trabalho e cronograma**

Para cumprir as metas anteriormente propostas, o trabalho será dividido conforme descreve o cronograma mostrado na Tabela II.2.



Tabela II.2: cronograma global de atividades do projeto.

Atividade	meses								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Revisão bibliográfica	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Tratamentos térmicos	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Preparação das amostras	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Caracterização microestrutural	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Medição de microdureza	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Análise dos resultados	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Elaboração do relatório final	■	■	■	■	■	■	■	■	■

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ERBING, M. L. GROTH, H. L. *Duplex-un'alternativa all'acciaio inossidabile 316 per il risparmio di peso in applicazioni offshore*. L'Acciaio Inossidabile n. 2 1993 p. 10-3.
2. ECKENROD J. J. PINNOW K. E. *Effects of chemical composition and thermal history on the properties of alloy 2205 duplex stainless steel*, New Developments in Stainless Steel Technology, Detroit, 77-87, 1984.
3. NORDSTRÖM, J. RUNG, B. *Bollitori e torri di stoccaggio di pasta per carta in acciai inossidabili duplex consentono risparmio di peso e di costi*. L'Acciaio Inossidabile v. 2 1995 p. 7-12.
4. LEFFLER, B. *Alloy 2205 for marine chemical tankers*. Materials Performance abr. 1990 p. 60-3.
5. AGARWAL, D. C. *Duplex stainless steels – The cost effective answer to corrosion problems of major industries*. Key Eng. Mater. n. 2 v. 20-28 1988 p. 1677-92.
6. NILSSON, J. O. *Super duplex stainless steels*. Materials Science and Technology ago. 1992 v. 8 p. 685-700.
7. MAGNABOSCO, R., “*Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205)*”, Tese (doutorado em engenharia), Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2001, 181 p.
8. 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.
9. IACOVELLO, F.; CASARI, F.; GIALANELLA, S. *Effect of “475 °C embrittlement” on duplex stainless steels localized corrosion resistance*. Corrosion Science, 47 (2005): p. 909.
10. MAGNABOSCO, R. BRUNO, D. Efeito do envelhecimento a 475°C na microestrutura e corrosão por pite do aço inoxidável dúplex UNS S31803 (SAF 2205) 62° Congresso Internacional Anual da ABM - anais. Vitória : ABM, 2007.
11. BORBA, R. M. MAGNABOSCO, R. ALTERAÇÕES MICROESTRUTURAIS ENTRE 550°C E 650°C PARA O AÇO UNS S31803 (SAF 2205) *Trabalho submetido ao comitê editorial do IX Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável, que ocorrerá de 12 a 14 de novembro de 2008 (<http://www.feinox.com.br/>)*.
12. MÉLO, E. B. SANTOS, D. C. MAGNABOSCO, R. ESTUDO COMPARATIVO DOS MÉTODOS DE QUANTIFICAÇÃO DE PORCENTAGEM VOLUMÉTRICA DE FERRITA EM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX UNS S31803 (SAF 2205). *Trabalho submetido ao comitê editorial do IX Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável, que ocorrerá de 12 a 14 de novembro de 2008 (<http://www.feinox.com.br/>)*.