



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/~rodrmagn>  
Av. Humberto de Alencar Castelo Branco, 3972, sala K5-09 – Bairro Assunção  
São Bernardo do Campo – SP – Brasil – 09850-901

## PROJETO DE PESQUISA

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

**Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco<sup>#</sup>**  
**Candidata: Simone Spomberg**  
n° FEI: 11.107.609-7  
[simonespomberg@gmail.com](mailto:simonespomberg@gmail.com)

*Início: agosto de 2010*  
*Provável conclusão: julho de 2011*

**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 Titular do Departamento de Engenharia Mecânica da FEI, [rodrmagn@fei.edu.br](mailto:rodrmagn@fei.edu.br)

## RESUMO DO PROJETO

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, seguido de resfriamento em água, para obter-se 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 o 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.

**Palavras-chave:**

1. Aço inoxidável dúplex.
2. Solubilização.
3. Transformação de fases.
4. Quantificação de fases.
5. Difração de raios-X.

## REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### Introdução

Aços com teores de cromo livre na matriz superiores a 11% tem a capacidade de formar película superficial aderente, não porosa e auto-regenerativa, chamada de película passiva; tal película, protegendo o aço da ação de agentes corrosivos (atmosfera, meios aquosos ou orgânicos), confere grande resistência à corrosão: estes aços, deste modo, recebem a denominação inoxidáveis. Além disso, a adição de outros elementos de liga (como molibdênio, níquel e nitrogênio) aumenta ainda mais a resistência à corrosão <sup>[1]</sup>.

Alguns elementos, como cromo, silício e molibdênio, tem a capacidade de atuar como estabilizadores da fase ferrita (de estrutura cristalina cúbica de corpo centrado); outros, como níquel, manganês, cobre, carbono e nitrogênio, são estabilizadores da austenita (cúbica de faces centradas). Assim, a introdução de elementos com o intuito de aumentar a resistência à corrosão leva a estabilização de uma ou outra fase, resultando em diferentes comportamentos mecânicos <sup>[2]</sup>.

Os aços inoxidáveis com altos teores de elementos estabilizadores da austenita (ou com alto níquel equivalente, segundo a formulação de *Schaeffler* ou *DeLong* <sup>[2]</sup>) são chamados de austeníticos, por apresentar esta fase estável em temperaturas até mesmo inferiores à ambiente. Tais aços apresentam grande ductilidade e tenacidade, além de boa soldabilidade <sup>[3]</sup>, mas no entanto apresentam elevado custo principalmente devido ao níquel adicionado, e são muito susceptíveis à corrosão sob tensão <sup>[4]</sup>. Já os aços que apresentam altos teores de elementos estabilizadores da ferrita (ou de alto cromo equivalente), por analogia, são chamados de ferríticos. Os aços que recebem esta denominação, tendo a ferrita como fase predominante, apresentam ductilidade e tenacidade menores que as apresentadas pelos austeníticos, além de transição de fratura dúctil-frágil, sendo no entanto imunes à corrosão sob tensão. Além disso, possuem normalmente baixo custo <sup>[4]</sup>.

Surge então a necessidade de se obter um aço inoxidável que combine as qualidades de aços ferríticos e austeníticos, particularmente grande resistência à corrosão aliada a altas resistência mecânica e tenacidade. Surgem então os aços inoxidáveis dúplex, constituídos normalmente por frações volumétricas iguais de austenita e ferrita, através do correto balanço entre os elementos <sup>[4]</sup>. Produzidos através de sistema AOD (descarburização por sopro combinado de oxigênio e argônio), apresentam muito baixo teor de carbono, e portanto são praticamente imunes a sensitização; além disso, desenvolvimentos recentes tornaram possível o aumento do teor de nitrogênio nos aços inoxidáveis, e particularmente nos dúplex, levando a aumentos consideráveis de resistência mecânica, tenacidade e resistência à corrosão <sup>[3]</sup>.

Dentre os aços inoxidáveis dúplex o aço UNS S31803, ou mais conhecido como SAF 2205, é frequentemente utilizado em aplicações “*offshore*”, como evaporadores de água e tubos de circuitos hidráulicos <sup>[5]</sup>; na indústria de óleo e gás como tubos para transporte de dióxido de carbono seco e úmido, nas indústrias químicas em geral e de geração de eletricidade <sup>[3]</sup>; na

indústria de papel e celulose, como evaporadores e torres para estocagem de pasta de papel [6]; e tanques para transporte marítimo de produtos químicos corrosivos, de até 800 toneladas [7]. Apresentando composição química típica 22% Cr - 5% Ni - 3% Mo - 0,15% N – 0,02% C, tem limite de resistência a tração de 770 MPa, limite de escoamento próximo de 515 MPa (praticamente o dobro do encontrado em aços inoxidáveis austeníticos como os AISI 304 e 316) [3] e alongamento em 50 mm superior a 32% [8]. Além disso, sua resistência à corrosão supera a dos aços austeníticos, mesmo os de baixo teor de carbono [3,6]. 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 [9].

Estas propriedades dos aços inoxidáveis dúplex permitem construções onde se atinge grande economia de material e mão-de-obra (tanto fabril quanto de manutenção). **NORDSTRÖM e RUNG** [6] calculam que na construção de torre para estocagem de pasta de papel com 1500 m<sup>3</sup>, se for utilizado somente aço inoxidável dúplex ao invés da usual combinação de aço carbono e aço inoxidável austenítico, a economia total na fabricação é no mínimo de 8%.

### **Metalurgia física dos aços dúplex**

Os aços inoxidáveis dúplex são compostos basicamente por ferro, cromo e níquel, além de elementos com comportamento semelhante a estes dois últimos, gerando o conceito de cromo e níquel equivalente [2]; assim, o estudo da metalurgia física destes aços pode ter início com a análise do sistema ternário Fe-Cr-Ni.

Trabalhos como os de **PUGH e NISBET** [10] revelam as fases presentes neste sistema em função da temperatura, quando considerados apenas os três elementos puros, através de diagramas pseudo-binários e seções isotérmicas do diagrama ternário. Mais recentemente, encontra-se na literatura [11] dados detalhados deste sistema ternário, que serão discutidos a seguir.

Basicamente quatro fases sólidas são encontradas no ternário Fe-Cr-Ni. Três são soluções sólidas, a saber: austenita ( $\gamma$ ), de estrutura cristalina cúbica de faces centradas; ferrita ( $\alpha$ ), cúbica de corpo centrado e  $\alpha'$ , também cúbica de corpo centrado, porém rica em cromo. A quarta fase sólida é um intermetálico denominado sigma ( $\sigma$ ), de estrutura tetragonal, extremamente duro, frágil e não magnético [11].

Usualmente para ligas ferrosas denomina-se por  $\delta$  todo sólido de estrutura cúbica de corpo centrado formado na solidificação; no entanto, muitos autores que estudaram o sistema Fe-Cr-Ni [2,10,11] convencionaram a utilização de  $\alpha$  para qualquer ferrita formada por reações dependentes de difusão, fazendo distinção apenas à martensita, cuja formação independe de difusão. Assim evita-se a confusão causada por diferentes nomenclaturas, tornando a seção isotérmica mostrada na Figura 1 de fácil interpretação.

Nota-se a existência de composições onde a presença de ferrita e austenita é possível; assim, o desenvolvimento de estrutura dúplex ferrita-austenita pode se dar pela correta escolha de composição, e da execução de tratamento de solubilização seguido de resfriamento rápido. O mesmo raciocínio pode ser desenvolvido para as seções isotérmicas a 1200°C, 1100°C

e 1000°C (Figuras 2, 3 e 4 respectivamente), notando-se que o campo de equilíbrio entre as duas fases aumenta com a redução de temperatura.

Os dados anteriormente apresentados explicam o modo de processamento mais comum dos aços inoxidáveis dúplex trabalhados: conformação a quente entre 1300°C e 900°C, obtendo uma estrutura de bandas alternadas de ferrita e austenita [12,13], seguido de tratamento isotérmico de solubilização entre 1000°C e 1200°C, seguido de resfriamento em água [14], para obter-se o balanço volumétrico desejado entre as fases. Microestrutura típica de um aço inoxidável dúplex SAF 2205 assim produzido encontra-se na Figura 5.

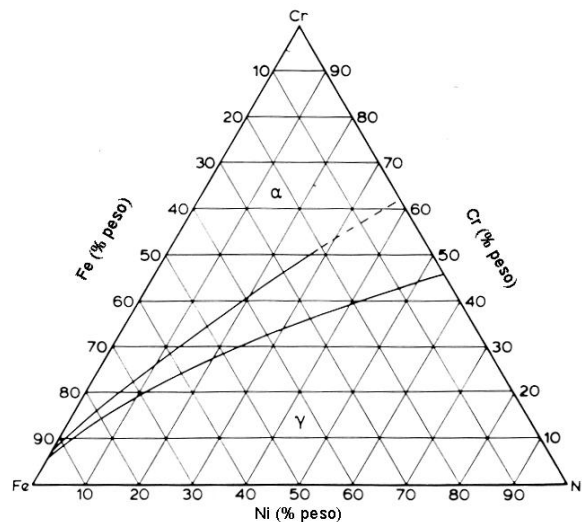


Figura 1. Seção isotérmica a 1300°C do ternário Fe-Cr-Ni<sup>[11]</sup>.

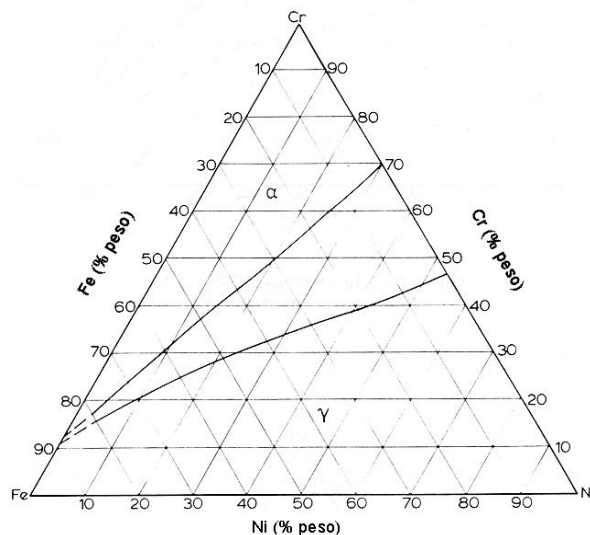


Figura 2. Seção isotérmica a 1200°C do ternário Fe-Cr-Ni<sup>[11]</sup>.

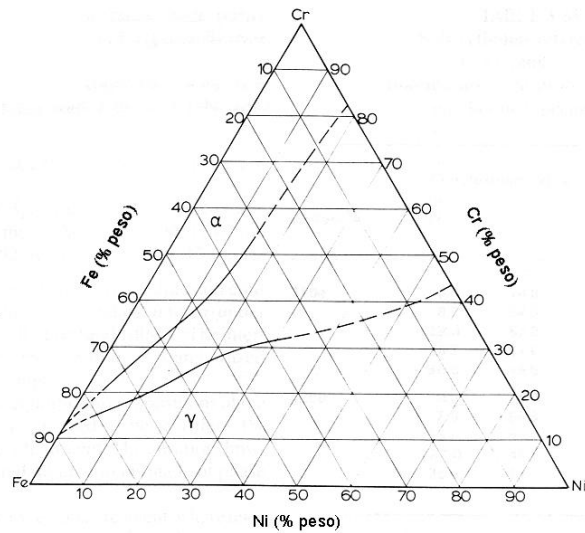


Figura 3. Seção isotérmica a 1100°C do ternário Fe-Cr-Ni<sup>[11]</sup>.

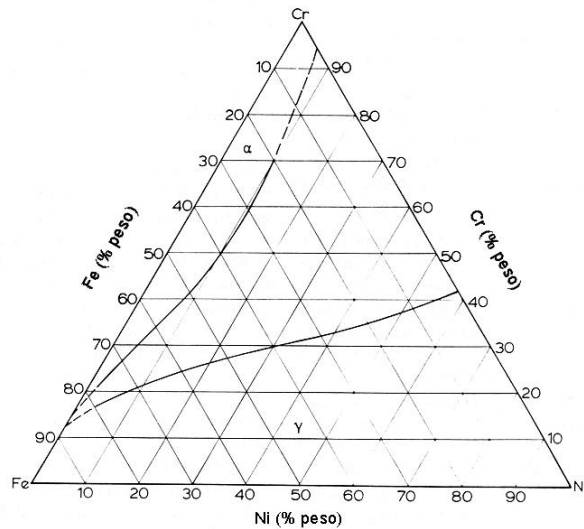


Figura 4. Seção isotérmica a 1000°C do ternário Fe-Cr-Ni<sup>[11]</sup>.

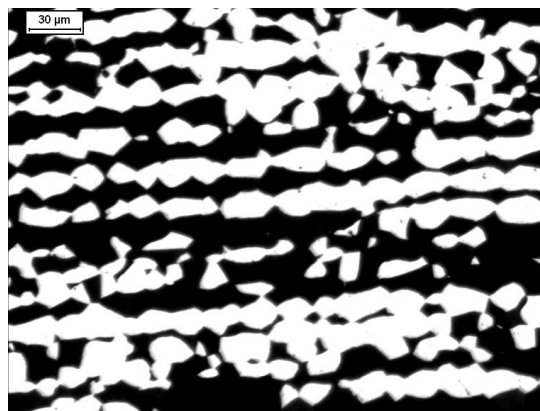


Figura 5. Amostra de aço inoxidável SAF 2205 solubilizada a 1150°C por uma hora, e resfriada em água. Ferrita (preta) e austenita (clara). Ataque: Beraha modificado<sup>[15]</sup>.



Todavia, a determinação da fração de ferrita e austenita num aço inoxidável dúplex pode apresentar problemas. A Figura 6 mostra resultados de determinação de fração volumétrica de ferrita obtidos por duas técnicas comumente utilizadas: metalografia quantitativa após ataque de Beraha (como o mostrado na Figura 5) e medidas magnéticas com auxílio de ferritoscópio. Nota-se severa discrepância de resultados, além de não aderência aos resultados de simulação de equilíbrio em software Thermo-Calc, apesar de se esperar equilíbrio de fases após uma hora nas temperaturas de solubilização empregadas. Por este motivo, investigação de técnicas alternativas de determinação da fração volumétrica de ferrita e austenita faz-se necessária.

Uma possível técnica alternativa é o uso de difratometria de raios-X. Na Figura 7 observa-se difratograma típico de aço SAF 2507 solubilizado, obtido com radiação de  $\text{Cu-K}\alpha$  no difratômetro XRD-7000 Shimadzu do CDMatM-FEI, indicando os picos característicos das fases  $\alpha$  e  $\gamma$ . A partir de dados de difratometria, a literatura especializada<sup>[16]</sup> indica vários métodos para a determinação da fração volumétrica das fases presentes. O método que será alvo de estudo deste projeto consiste em comparar as intensidades relativas dos picos correspondentes aos planos que gerariam intensidade máxima de difração para amostras monofásicas; no exemplo da Figura 7, comparar-se-ão as intensidades relativas aos planos (110) da fase ferrítica e (111) da fase austenítica. As frações volumétricas de ferrita ( $v_\alpha$ ) e de austenita ( $v_\gamma$ ) podem ser relacionadas às intensidades dos picos  $I_{\alpha(110)}$  e  $I_{\gamma(111)}$  através da relação:

————— ———

Lembrando que a  $v_\alpha$ , pode-se estimar as frações de ferrita e austenita do aço SAF2507 da Figura 7 como 0,387 e 0,613 respectivamente. Em trabalho anterior com o mesmo aço<sup>[17]</sup>, obteve-se por ferritoscópio fração de ferrita de 0,525, mostrando a necessidade de exploração desta técnica para verificar possíveis fontes de erro, como por exemplo a texturização da microestrutura, dado o intenso trabalho mecânico imposto na produção da barra em estudo.

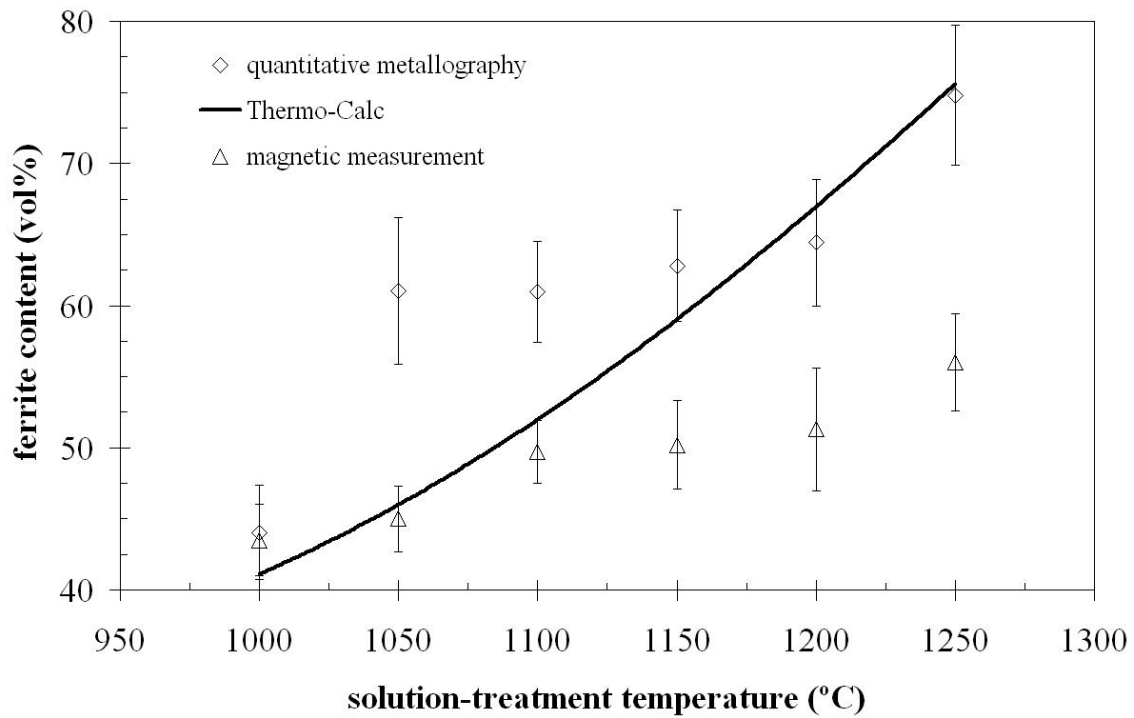


Figura 6. Fração volumétrica de ferrita de aço inoxidável SAF 2205 solubilizado nas temperaturas indicadas por uma hora, obtidas por medidas magnéticas em ferritoscópio, por metalografia quantitativa após ataque de Beraha modificado, e simulação de equilíbrio pelo software Thermo-Calc<sup>[15]</sup>.

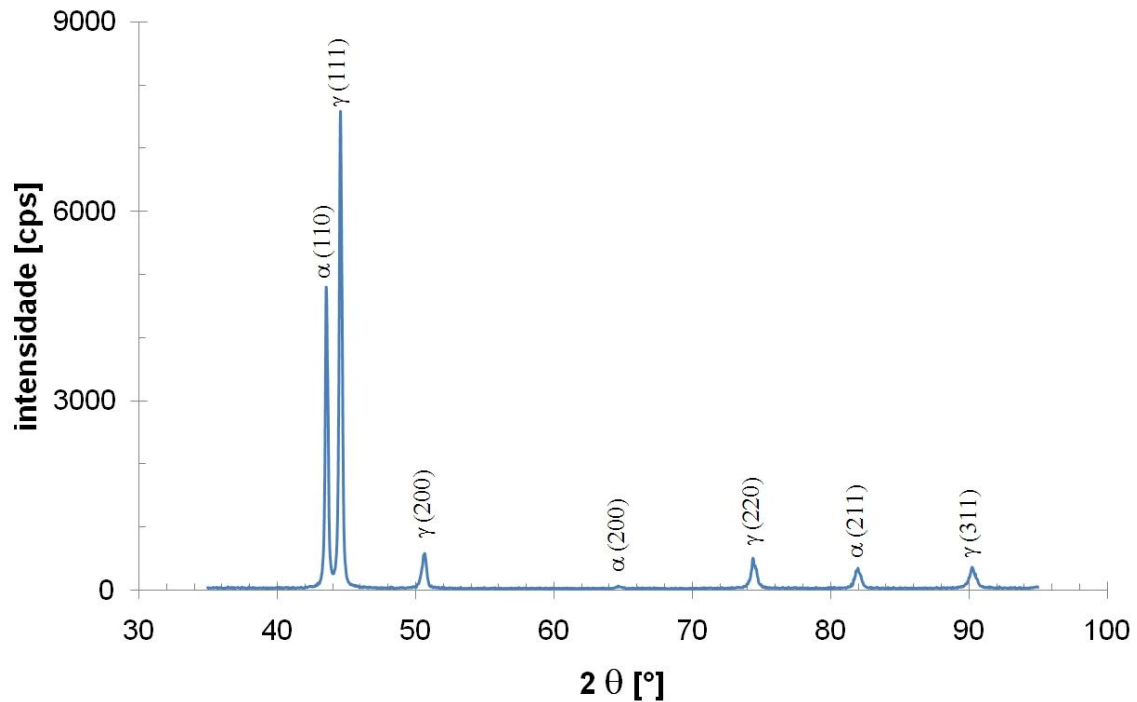


Figura 7. Difratoograma raios-X obtido com radiação Cu-K $\alpha$  de aço inoxidável SAF 2507 solubilizado.



## PROJETO DE PESQUISA

### Objetivos

Este projeto tem como o 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.

### Metodologia

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 um ano, para aluna pré-selecionado.

Os materiais em estudo (SAF 2205 e SAF 2507) já são de propriedade do Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos – CDMatM-FEI – e foram adquiridos como 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 aços pode ser constatada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química (% em massa) dos aços em estudo.

Material	Cr	Ni	Mo	N	C	Mn	Si	P	S	bal.
SAF2205	22,21	5,40	3,15	0,178	0,015	0,76	0,45	0,020	0,005	Fe
SAF2507	24,95	6,91	3,79	0,263	0,015	0,43	0,26	0,017	0,001	Fe

Seis séries de amostras serão produzidas, respectivamente a 1000°C, 1050°C, 1100°C, 1150°C, 1200°C e 1250°C, por 1 h, visando a obtenção de diferentes frações volumétricas de austenita e ferrita, permitindo a avaliação da temperatura na formação da estrutura dúplex ferrita-austenita. Os tratamentos térmicos serão conduzidos em fornos do tipo mufla “Jung”, com controladores por relê de estado sólido, disponíveis no CDMatM-FEI.

Após os tratamentos térmicos, corpos-de-prova metalográficos de todas as amostras produzidas sofrerão lixamento até 500 *mesh*, para em seguida serem polidos utilizando pasta de diamante de granulação 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e finalmente 1  $\mu\text{m}$ , sempre utilizando como lubrificante das etapas de polimento álcool etílico absoluto, em equipamento de polimento semi-automático do CDMatM-FEI. Para a revelação da microestrutura será utilizado 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 durante até dois minutos de imersão. O ataque é interrompido com água, e a superfície de observação seca através da evaporação de álcool etílico, auxiliada por jato de ar frio.

A fração volumétrica de ferrita ( $\% \alpha$ ) será obtida por dois métodos tradicionais distintos. Um deles utilizará um ferritoscópio FISCHER modelo MP30 do CDMatM-FEI, calibrado com o auxílio de padrões, tendo como limite

de detecção 0,1% de ferrita. Vinte medições serão realizadas em cada uma das séries de amostras. A outra técnica se valerá do excelente contraste obtido após o ataque de Behara modificado (Figura 5), o que permitirá análise de estereologia quantitativa: as amostras 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 20 campos por amostra, colhidos aleatoriamente.

As medidas de difratometria de raios-X serão realizadas com radiação de Cu-K $\alpha$  e monocromador de Ni, varrendo-se ângulos de difração  $35^\circ < 2\theta < 95^\circ$ , a velocidade de  $1^\circ/\text{min}$  e amostragem a cada  $0,04^\circ$ . A fonte de raios-X será excitada a 30 KV e 30 mA.

As medições com as três técnicas em estudo serão realizadas em seções longitudinais, transversais e inclinadas com relação ao comprimento da barra, para avaliar possíveis efeitos de orientação preferencial das amostras.

### Plano de trabalho e cronograma

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

Tabela 2. Cronograma global de atividades do projeto.

Atividade	meses												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
Revisão bibliográfica	■												
Tratamentos térmicos		■											
Metalografia quantitativa			■										
Ferritoscópio				■									
Difratometria					■								
Análise dos resultados						■							
Elaboração de relatório parcial							■						
Elaboração do relatório final											■	■	

### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. SEDRIKS, A. J. Corrosion of stainless steels. John Wiley : NY 1996 2. ed. p. 1-4.
2. 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.
3. 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.
4. 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.
5. 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.
6. 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.
7. LEFFLER, B. Alloy 2205 for marine chemical tankers Materials performance abr. 1990 p. 60-3.

8. 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.
9. NILSSON, J. O. Super duplex stainless steels. Materials science and technology Ago. 1992 v. 8 p. 685-700.
10. PUGH, J. W. NISBET, J. D. A study of the iron-chromium-nickel ternary system. JOM v. 188 fev. 1950 p. 268-76.
11. RAYNOR, G. V. RIVLIN, V. G. Phase equilibria in iron ternary alloys The Institute of Metals, London, 1985 p. 316-32.
12. SEDRIKS, A. J. New stainless steels for seawater service. Corrosion v. 45 n. 6 jun. 1989 p. 510-18.
13. POTGIETER, J. H. et alli Duplex: complex or simplex. FWP journal v. 31 jan. 1991 p. 17-29.
14. VAROL, I. BAESLACK III, W. A. Characterization of weld solidification cracking in a duplex stainless steel. Metallography v. 23 1989 p. 1-19.
15. 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).
16. B. D. CULLITY, B. D. ; STOCK, S. R. Elements of X-ray diffraction. Prentice-Hall: NJ, 3. ed, 2001, cap. 12.
17. MAGNABOSCO, R. ; FRANZOTTI, Tatiana Cristina ; MARTIN, Maria Luisa M ; ALONSO-FALLEIROS, Neusa . Uso de solução aquosa (0,3 M NaCl + 0,3 M NaBr) para caracterização da corrosão por pite de dois aços inoxidáveis dúplex.. In: 59 Congresso Internacional Anual da ABM, 2004, São Paulo. 59° Congresso Internacional Anual da ABM. São Paulo : ABM, 2004. p. 435-444.