

CENTRO UNIVERSITÁRIO DA FEI

LUIS AUGUSTO LANCELLOTTI ZAPPAROLLI PUPIN

**INFLUÊNCIA DO TEMPO E DA TEMPERATURA DE
SOLUBILIZAÇÃO NA FORMAÇÃO DA
MICROESTRUTURA DÚPLEX DO AÇO UNS S31803**

Relatório final de trabalho de Iniciação Científica
apresentado ao Centro Universitário da FEI,
orientado pelo Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco

São Bernardo do Campo

2010

RESUMO

Considerando a ausência de detalhes da cinética das transformações de fase durante a solubilização do aço UNS S31803, o presente projeto de pesquisa teve por objetivo estudar a influência do tempo e da temperatura de solubilização na formação da microestrutura dúplex deste aço. Tratou-se o material como recebido a 1250°C por 4 h, com o objetivo de maximizar a fração de ferrita na microestrutura, sem a possibilidade de perdas de N pela formação de fase gasosa. Na sequência, produziram-se seis séries de amostras, respectivamente a 1000°C, 1050°C, 1100°C, 1150°C, 1175°C e 1200°C, por tempo de 15 min, 30 min, 1 h e 4h, visando a obtenção de diferentes frações volumétricas de austenita e ferrita, permitindo a avaliação da temperatura e do tempo de solubilização na formação da estrutura dúplex ferrita-austenita. Desse modo, foi constatado que, pelo fato da austenita se precipitar a partir da fase ferrita neste tipo de aço inoxidável, para os ensaios em menores temperaturas de forno, maiores valores de frações volumétricas da fase austenita são obtidos, os quais foram quantificados através de dois métodos distintos (Ferritoscópio e Estereologia Quantitativa). Com relação as microdurezas de fase, não se observa grandes variações nos valores de ambas as fases conforme se varia o tempo e a temperatura de solubilização, porém, é observado que, proporcionalmente com o aumento da fase austenita em precipitação nas temperaturas em estudo, valores menores de durezas Vickers foram medidos, desse modo, conclui-se que a fase ferrita é a mais dura presente.

Palavras-chave: 1. Aço inoxidável dúplex.

2. Solubilização.

3. Transformação de fases.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	4
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1 Aços inoxidáveis - Introdução	5
2.1.1 Tipos de Aços Inoxidáveis.....	6
2.2 Aços Inoxidáveis Dúplex	7
2.2.1 Formação da estrutura dúplex	8
2.2.2 Cr e Ni Equivalente	11
2.2.3 Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis dúplex	13
3 METODOLOGIA	17
3.1 Tratamentos Térmicos	17
3.2 Análise metalográfica	19
3.3 Quantificação Microestrutural	21
4 RESULTADOS	24
4.1 Microestruturas Típicas	24
4.2 Fração de Ferrita	36
4.3 Microdurezas Global e de Fase – Microdurômetro	46
5 DISCUSSÃO DE RESULTADOS	54
6 CONCLUSÕES	61
REFERÊNCIAS	62

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

Em várias aplicações de engenharia frequentemente enfrentam-se situações nas quais se torna necessário a utilização de materiais que unam elevada resistência mecânica com boas propriedades contra corrosão, como em indústrias de aplicações offshore e químicas. Desse modo, por satisfazerem estas necessidades, houve uma crescente aplicação e conseqüentemente um maior desenvolvimento de aços inoxidáveis dúplex e superdúplex, por satisfazerem essas “[...] propriedades que são de uma classe intermediária entre aços ferríticos e austeníticos.”(CAMPOS et al., 2003, p.1)

Aços são considerados inoxidáveis se apresentarem teores de Cr (em média superiores a 11%) suficientes para a formação de uma película superficial para proteção contra corrosão, chamada de película passiva e, segundo Solomon e Devine (1982), são chamados de dúplex por possuírem suas microestruturas compostas principalmente de duas fases (austenita - CFC e ferrita - CCC) presentes em volumes praticamente iguais. Tal estrutura é possível devido a elevada quantidade de elementos de liga presentes nesses aços (considerados alta liga), que são basicamente Cr, Ni, Mo e N.

As elevadas presenças desses elementos de liga interferem na quantidade de ferrita e austenita por suas diferentes efetividades em estabilizá-los, as quais são expressas, segundo a formulação de Schaeffler, em Cr equivalente e Ni equivalente (facilidade em estabilizar ferrita e austenita respectivamente). Elementos como cromo, molibdênio e silício são estabilizadores da fase ferrita enquanto elementos como níquel e nitrogênio são estabilizadores da fase austenita e, segundo Campos et al. (2003), a fase ferrita é mais resistente a corrosão sob tensão e a fase austenita é mais tenaz.

O estudo da microestrutura de um aço dúplex desenvolvida durante o tratamento de solubilização, bem como a determinação das frações de ferrita e austenita, é de extrema importância tanto pela influência na resistência a corrosão, quanto pela influência na resistência mecânica do aço. Deste modo, considerando a pequena quantidade de dados da cinética das transformações de fase durante a solubilização do aço UNS S31803 (SAF 2205), o presente projeto de pesquisa tem por objetivo estudar a influência do tempo e da temperatura de solubilização, em ensaios com temperaturas que variam no intervalo de 1000 °C a 1200 °C e tempos no intervalo de 15min a 4h na formação da microestrutura dúplex deste aço.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aços inoxidáveis - Introdução

Muito lembrado e vastamente utilizado por possuir excelentes propriedades contra corrosão, os aços inoxidáveis, segundo o site STAINLESS STEELS WORLD, começaram a ser estudados no início do século XX, mais precisamente em 1912, quando Harry Brearley, um metalurgista inglês, foi consultado para solucionar um problema de uma pequena fabricante de arma no qual o diâmetro interno dos canos dos fuzis estava se desgastando rapidamente devido a elevada ação de calor e dos gases provenientes da descarga. Desse modo, o metalurgista inglês começou a investigar aços com melhor resistência a erosão. Este estudo se baseou em aços contendo cromo, pois esse era conhecido por ter maior temperatura de fusão do que os aços conhecidos; assim, em 13 de agosto de 1913 foi fundido o primeiro aço inoxidável, então chamado de “rustless steel”, contendo cerca de 0,24% de carbono e 12,8% de cromo.

Para que sejam classificados como inoxidáveis, os aços devem possuir pelo menos um teor de 11% de Cr já que, segundo Lo, Shek e Lai (2009), com esse nível de Cr, uma aderente e auto-regenerativa camada de óxido de cromo pode se formar na superfície do aço em ambientes benignos (Figura 1), sendo que em ambientes hostis, como atmosferas úmidas e ambientes poluídos, quantidades maiores de Cr podem ser adicionadas.

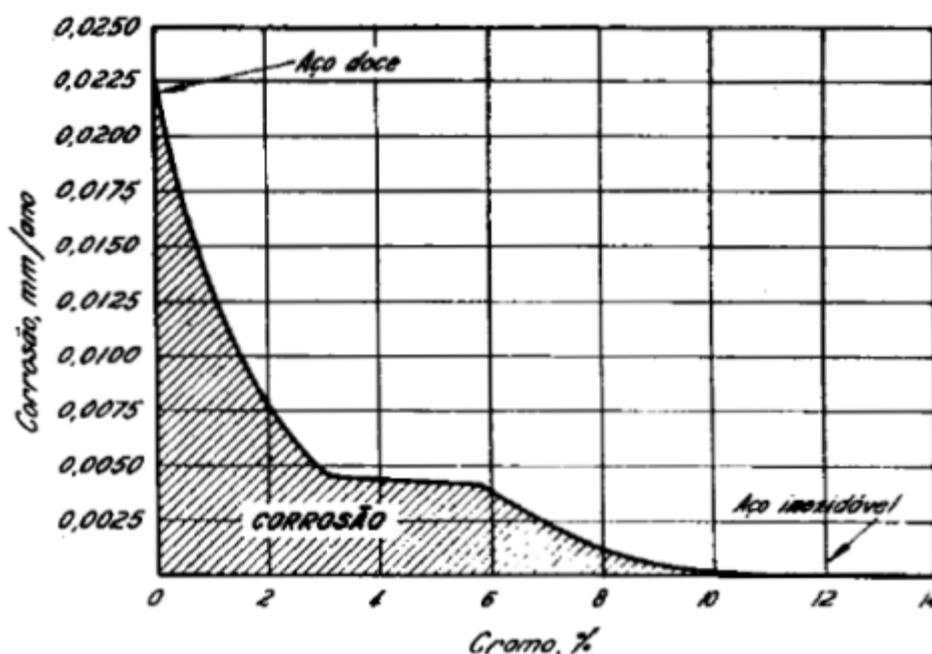


Figura 1 - Ilustração da passividade dos aços expostos por um período de 10 anos numa atmosfera industrial
Fonte: Chiaverini, 2002, p.365

Essa camada de óxido de Cr, esquematizada na Figura 2, é chamada de película passiva, a qual protege o aço contra oxidação e corrosão.

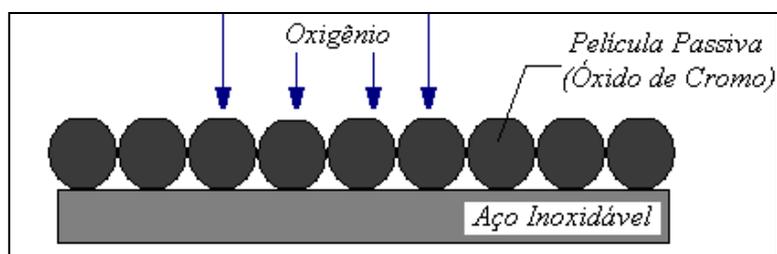


Figura 2 - Modelo de película passiva

2.1.1 Tipos de Aços Inoxidáveis

Das classificações existentes dos aços inoxidáveis, a mais simples, segundo Chiaverini (2002), é a baseada na microestrutura presente na temperatura ambiente, sendo então divididos em três grupos:

Aços inoxidáveis martensíticos

Basicamente sendo uma liga Fe-Cr (12 a 17% Cr), estes aços, segundo Lopes (2006), apresentam estruturas martensíticas devido ao tratamento de austenitização e têmpera, que são possíveis devido ao maior teor de carbono (0,15 a 1%), “[...] que é estabilizante de austenita quando dissolvido no aço” (SOLOMON E DEVINE, 1982, p.703), encontrado nesses aços quando comparado aos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos.

Desse modo, por apresentarem estruturas martensíticas, estes aços possuem elevada dureza e resistência mecânica, entretanto, possuem uma menor resistência a corrosão quando comparado a outros tipos de aços inoxidáveis (ferríticos e austeníticos).

Aços inoxidáveis ferríticos

Pela definição baseada no trabalho de Lopes (2006), os aços inoxidáveis do tipo ferrítico possuem um teor de 0,2% de C e uma alta fração mássica de Cr que varia de 12 a 30%. Com esta elevada quantidade de cromo (maior que 12%) é possível obter microestruturas onde não haja a presença da fase austenita em temperaturas mais altas, o que ocorre devido à formação de uma pequena região de estabilidade da austenita e um amplo intervalo de presença da fase ferrita nestas temperaturas (o que será melhor discutido no tópico 2.2.1).

Aços inoxidáveis austeníticos

Segundo Lopes (2006), os aços inoxidáveis austeníticos possuem em suas composições, como os outros tipos de aços inoxidáveis (ferrítico e martensítico), os elementos carbono e cromo (16 a 25%), porém se diferem daqueles pela presença de níquel (7 a 20%) em suas composições.

A presença de níquel é necessária para a estabilização da fase austenita em temperaturas ambientes (tópico 2.2.1); esta fase, de acordo com Lopes (2006), por ser do tipo CFC apresenta elevada capacidade de deformação.

2.2 Aços Inoxidáveis Dúplex

Pela definição de Solomon e Devine (1982), os aços inoxidáveis são chamados de dúplex quando possuem suas microestruturas compostas de duas fases com volumes praticamente iguais, sendo os tipos mais comuns compostos pelas fases austenita e ferrita (Figura 3), “[...] formadas por uma reação controlada por difusão em altas temperaturas e a martensita quando formada martensiticamente à baixas temperaturas, isto é, via uma transformação por cisalhamento sem difusão” (SOLOMON E DEVINE, 1982, p.693). Desse modo, também há aços dúplex de microestruturas compostas pelas fases austenita-martensita ou ferrita-martensita.

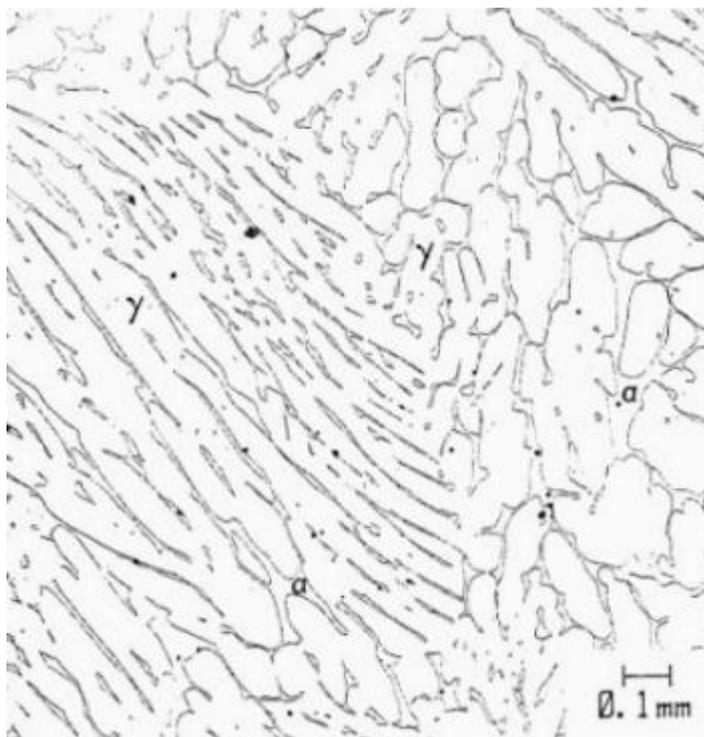


Figura 3 - Microestrutura típica de um aço inoxidável duplex
Fonte – Solomon e Devine, 1982, p. 700

2.2.1 Formação da estrutura dúplex

Considerando inicialmente que um aço dúplex tem basicamente em sua composição os elementos ligantes Cr e Ni, é de extrema importância o estudo dos efeitos desses elementos na estabilização das fases ferrita e austenita presentes na microestrutura.

Efeito do Cromo

Como proposto por Chiaverini (2002), pode-se considerar o sistema Fe-C (Figura 4) para análise da influência do cromo na estabilização da ferrita.

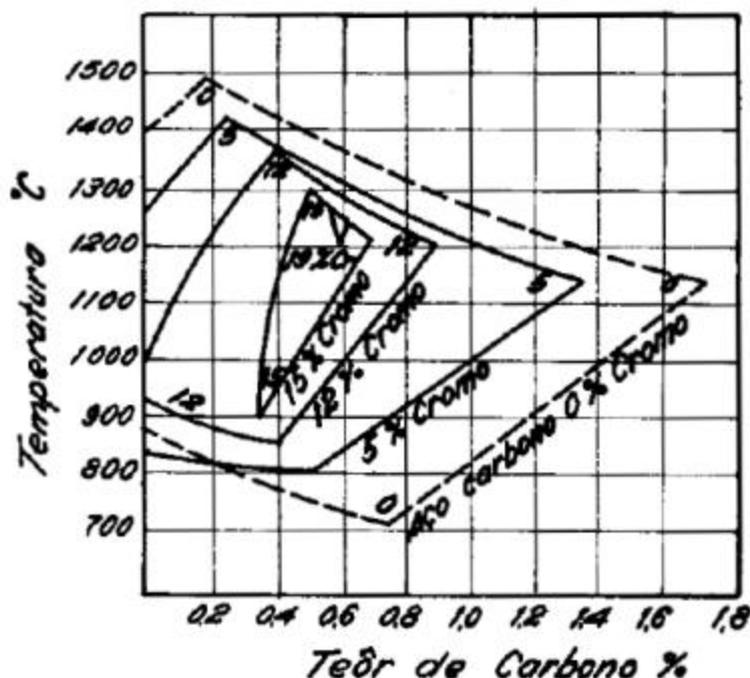


Figura 4 - Efeito do Cromo sobre o campo austenítico do sistema Fe-C
Fonte: Chiaverini, 2002, p.374

Observa-se na Figura 4 que conforme aumenta o teor de Cr da liga, para um teor de carbono constante, há uma diminuição do campo austenítico (consequentemente um aumento do campo ferrítico), até praticamente desaparecer com aproximadamente 20% de Cr, desse modo, conclui-se que o cromo é um elemento estabilizante da ferrita (elemento alfa-gênico).

Efeito do Níquel

Para estudo do efeito do níquel em estabilizar fases de um aço dúplex, Chiaverini (2002) apresentou diagramas de Fe-Cr e Fe-Ni, exibidos na Figura 5, nos quais se apresentam frações de fases esperadas em um aço dúplex para diferentes quantidades desses elementos de liga (Cr e Ni).

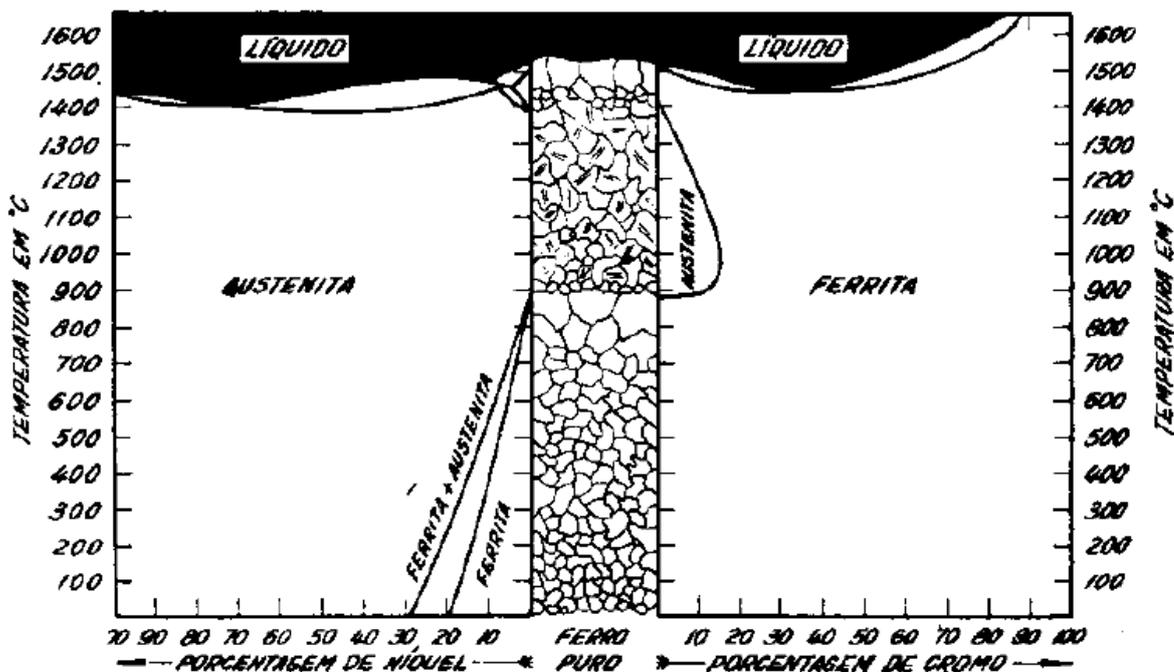


Figura 5 - Constituição aproximada das ligas Fe-Ni e Fe-Cr respectivamente
Fonte: Chiaverini, 2002, p.376

Pela análise da Figura 5 nota-se que o elemento níquel tem um efeito contrário ao cromo, ou seja, é um elemento estabilizante da fase austenita (elemento gama-gênico) e, observa-se pelo diagrama Fe-Ni que com teores de aproximadamente 30% de níquel não há mais a presença de ferrita na temperatura ambiente.

Desse modo, pela análise dos elementos Cr e Ni conclui-se que “[...] qualquer dos elementos adicionados em quantidades apreciáveis, elimina a alotropia do ferro, mas o níquel estabiliza a austenita, ao passo que o cromo estabiliza a ferrita.” (CHIAVERINI, 2002, p. 375)

Diagrama Ternário e Pseudo-Binário do sistema Fe-Cr-Ni

Como presente no trabalho de Solomon e Devine (1982), a comprovação científica de um material com a presença de duas fases na microestrutura aconteceu no ano de 1927, quando Bain e Griffiths publicaram seções isotérmicas (para 900 °C, 1050 °C, 1200 °C e 1300 °C) de

diagramas de fase ternários do sistema Fe-Cr-Ni. Porém, a maneira mais fácil de considerar o sistema Fe-Cr-Ni, proposto por Solomon e Devine (1982), não é através diagramas ternários, mas por diagramas pseudo-binários. (Figura 6)

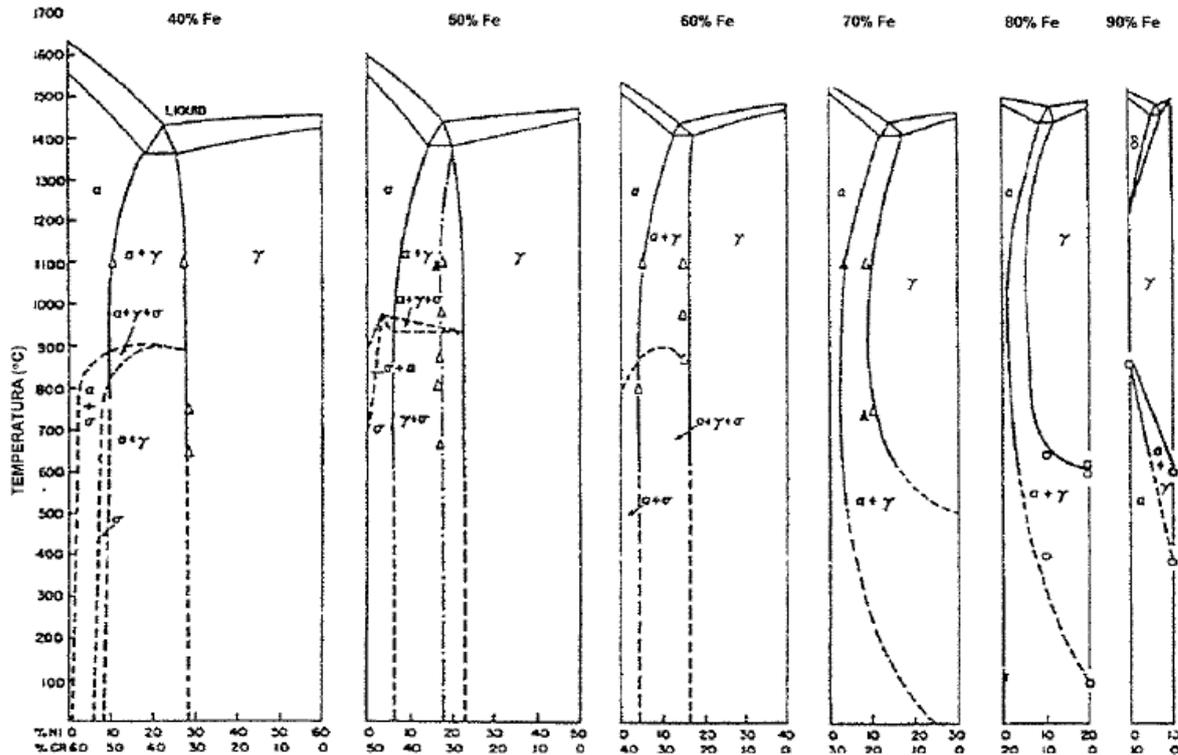


Figura 6 - Diagramas pseudo-binários para o sistema Fe-Cr-Ni
Fonte – Solomon e Devine, 1982, p. 698

Em cada diagrama da Figura 6, para uma constante fração de ferro, varia-se os teores de Cr e Ni. É importante observar que com 90% Fe há uma distinção na representação da fase ferrita, que, embora possua a mesma composição, é indicada como α quando derivada do sólido e indicada como δ formada a partir do líquido, porém, só será considerado neste trabalho a ferrita derivada do sólido, ou seja, α , pois, do mesmo modo que Solomon e Devine, “[...] como não iremos discutir ligas 90% Fe, iremos nos referir a todas ferrita formada por um processo controlado de difusão como ferrita α .” (SOLOMON E DEVINE, 1982, p. 694)

Segundo Lopes (2006), a estrutura bifásica composta por ferrita e austenita é determinada principalmente pelos teores de Fe, Cr e Ni presentes nas ligas dúplex, assim, diagramas como os representados na figura 5 e 6 ditam a natureza das fases presentes na microestrutura de um aço dúplex, porém como a maioria desses aços possuem C, N, Mo, Cu além de Cr e Ni em suas

composições, não se pode determinar as exatas porcentagens dessas fases por meios destes diagramas. Desse modo, partindo desta suposição, nos trabalhos de Solomon e Devine (1982) encontra-se a definição de Cr e Ni equivalentes.

2.2.2 Cr e Ni Equivalente

Inicialmente formulados por Schaeffler e presentes nos estudos de Solomon e Devine (1982), as equivalências em cromo e em níquel são definidas para quantificar a eficiência de elementos como C, N, Mn, Mo e Si, presentes nas composições dos aços dúplex, em estabilizar as fases ferrita e austenita.

As eficiências em estabilizar a fase ferrita, como proposto por DeLong e por Pryce & Andrews, encontradas no trabalho Solomon e Devine (1982), são comparadas com a efetividade do cromo e expressa em Cr Equivalente; representadas respectivamente como:

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1,5 \times \%Si + 0,5 \times \%Nb$$

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 3 \times \%Si + 4 \times \%Nb$$

As eficiências em estabilizar a fase austenita, proposta por DeLong e por Pryce & Andrews, e também encontradas no trabalho Solomon e Devine (1982), são comparadas com a efetividade do níquel e expressa em Ni Equivalente; representadas respectivamente como:

$$Ni_{eq} = \%Ni + 0,5 \times \%Mn + 30 \times (\%C + \%N)$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + 0,5 \times \%Mn + 21 \times \%C + 11,5 \times \%N$$

Diagramas de Schaeffler, DeLong e Pryce & Andrews

Segundo Solomon e Devine (1982), houve observações experimentais das frações de ferrita e austenita presentes em ligas dúplex em função equivalência de Cr e Ni, desse modo, foram desenvolvidos diagramas para determinação das frações de fases desses aços. O diagrama original foi feito por Schaeffler (1949) para metais de solda, é apresentado na Figura 7.

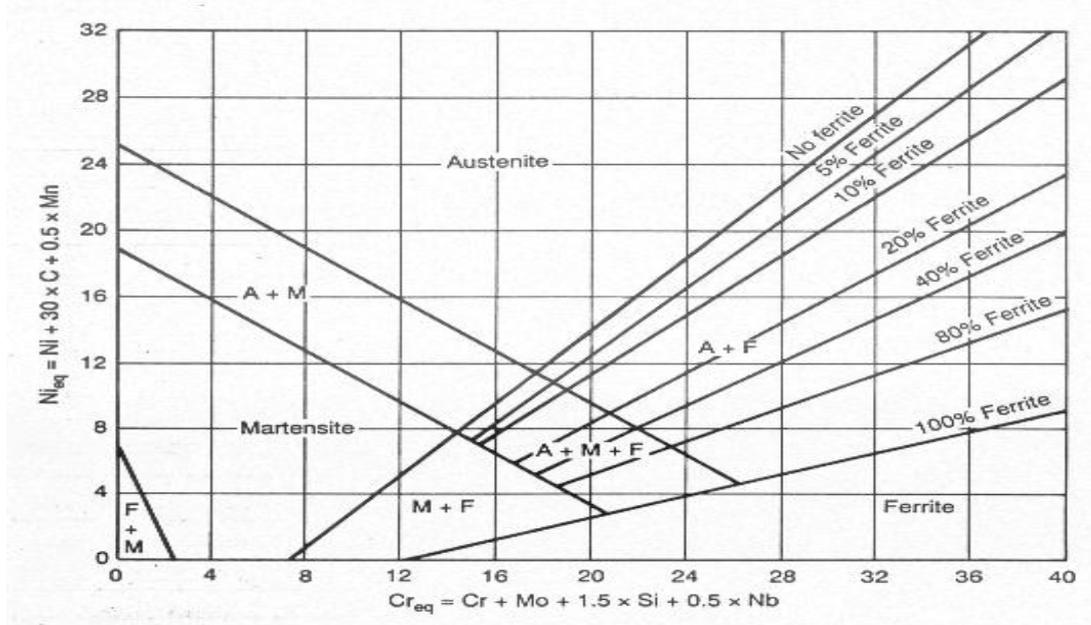


Figura 7 - Diagrama de Schaeffler
 Fonte – Fonte – Solomon e Devine, 1982, p. 701

Outros diagramas foram baseados no diagrama proposto por Schaeffler, como o diagrama de DeLong (1973), no qual foi acrescentada a influência do nitrogênio em estabilizar a fase austenita. (Figura 8), e o diagrama de Pryce & Andrews (1960), que se diferencia dos propostos por Schaeffler e DeLong por ser definido para aços dúplex trabalhados a quente e não para ligas solidificadas (Figura 9).

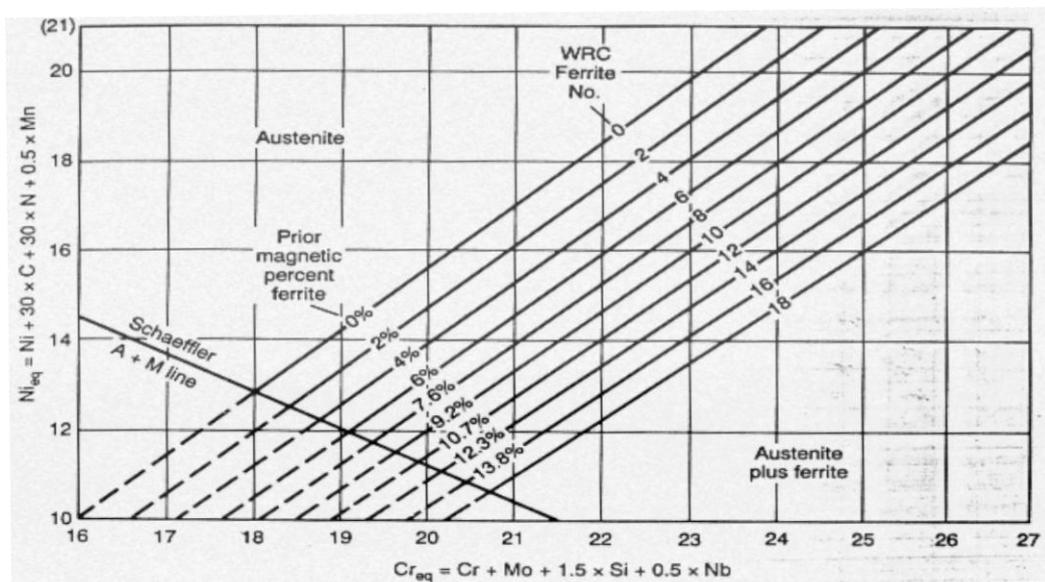


Figura 8 - Diagrama de DeLong
 Fonte – Fonte – Solomon e Devine, 1982, p. 701

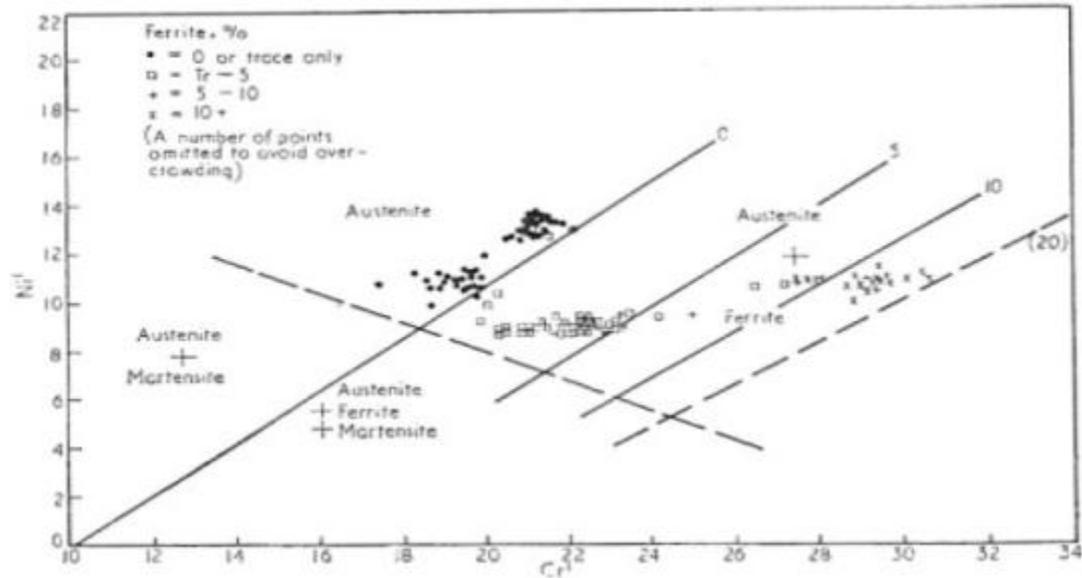


Figura 9 - Diagrama de Pryce & Andrews para aços Trabalhados a Quente a 1150°C
 Fonte - Solomon e Devine, 1982, p. 708

2.2.3 Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis dúplex

Solomon e Devine (1982) afirmam que as propriedades mecânicas de um aço inoxidável do tipo dúplex refletem as propriedades mecânicas das fases individuais, austenita e ferrita, nele presente, sendo mais influente a fase ferrita.

Tensão de Escoamento

“Para uma mesma quantidade de intersticiais, aços inoxidáveis ferríticos recozidos geralmente apresentam uma maior tensão de escoamento que um aço inoxidável austenítico recozido.” (SOLOMON E DEVINE, 1982, p.718). Desse modo, no que tange ao limite de resistência ao escoamento, Solomon e Devine (1982) observaram que a presença de ferrita nos aços dúplex tem o efeito de aumentá-la, o que é observado principalmente em baixas temperaturas.

Este comportamento do limite de resistência ao escoamento foi apresentado nos trabalhos feitos por Floreen e Hayden (1968) e exibido na Figura 10.

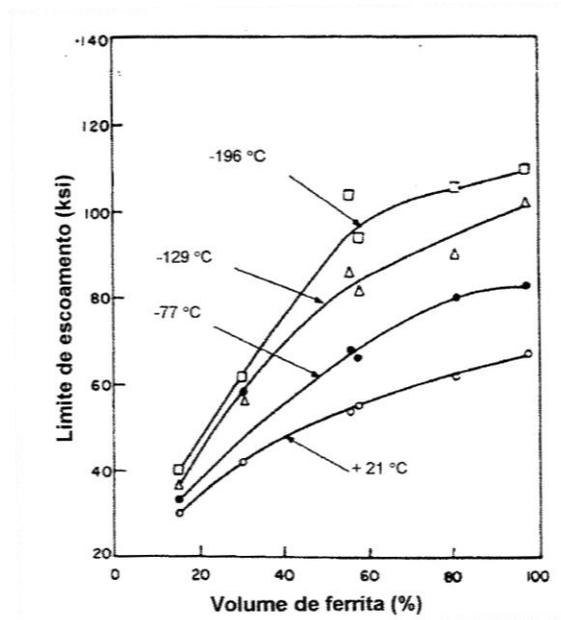


Figura 10 - Tensão Limite de escoamento em função da Porcentagem de Ferrita de um aço inoxidável Dúplex.
 Fonte - Fonte – Floreen e Hayden, 1968, p. 492

Baseado no estudo feito por Floreen e Hayden (1968), Solomon e Devine (1982) em seu trabalho afirmam que a tensão de escoamento de um aço dúplex é intermediária a ferrita e austenita, porém mais parecida com a ferrita e, a partir da análise da Figura 10, observa-se um aumento extra da tensão, acredita-se que esta se dá devido ao menor tamanho de grão que este tipo de aço apresenta em comparação com uma estrutura ferrítica ou austenítica. A tensão de escoamento pode ser determinada pela relação de Hall Petch:

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_y \times d^{-1/2}$$

onde σ_0 e K_y são constantes e d o diâmetro médio de grão.

Tensão de Resistência

Solomon e Devine (1982) observam que a tensão de resistência apresenta uma tendência inversa em relação limite de escoamento a tração em uma estrutura dúplex, Figura 11.

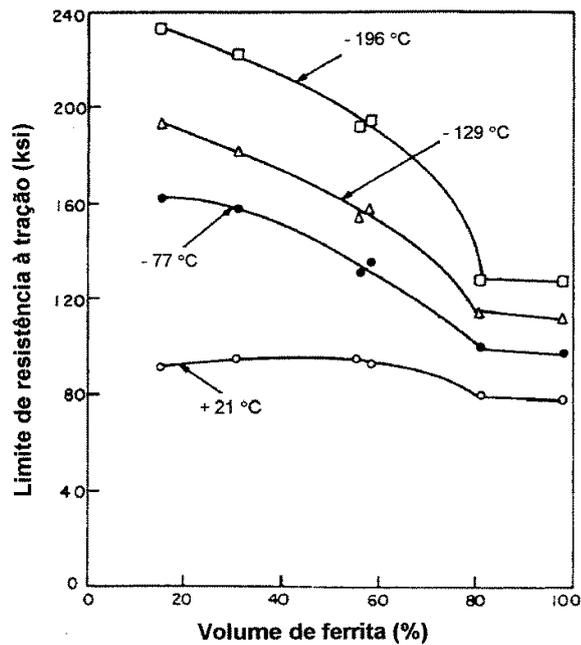


Figura 11 - Tensão Limite de Resistência em função da Porcentagem de Ferrita de uma aço Inoxidável Dúplex
 Fonte – Floreen e Hayden, 1968, p. 494

Esta tendência inversa, segundo Solomon e Devine (1982), ocorre devido aos seguintes fatores:

- maior endurecimento por trabalho mecânico da austenita;
- possível formação da martensita (descrita no tópico 2.2.5), que influencia a quantidade de endurecimento por trabalho mecânico da austenita, e diminui proporcionalmente a quantidade de austenita do aço dúplex;
- a maior quantidade de ferrita na liga diminui a ductilidade devido a fratura por clivagem.

Ductilidade e Tenacidade

“O desenvolvimento das fraturas por clivagem na fase ferrita não só reduz a ductilidade, como também reduz a tenacidade [...]” “A austenita age na prevenção da propagação das fraturas por clivagem.” (SOLOMON E DEVINE, 1982, p 719). O resultado final é a redução da ductilidade total, bem como a redução da tenacidade do aço dúplex, com o aumento da fração de ferrita, como mostram as Figuras 12 e 13 respectivamente.

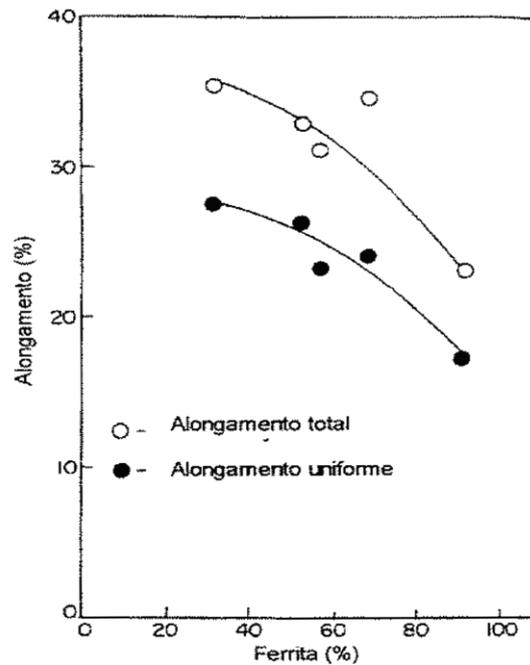


Figura 12 - Porcentagem de Alongamento em função da porcentagem de Ferrita de uma aço inoxidável Dúplex
Fonte – Unnikrishnan e Mallik, 1987 apud Pinto, 2001

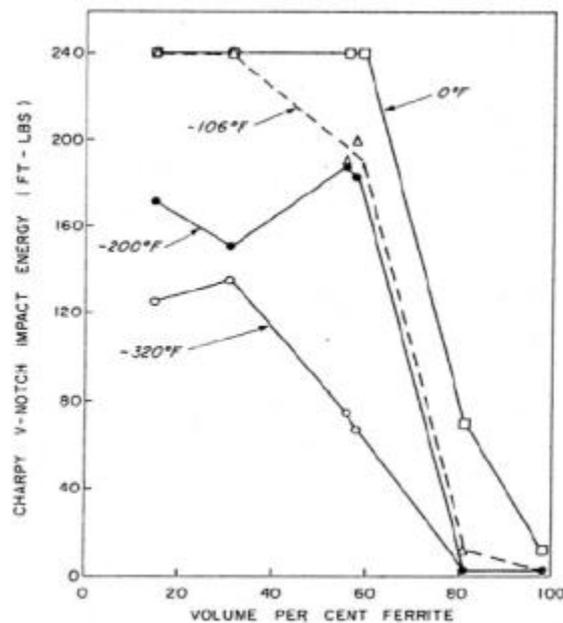


Figura 13 - Energia de Impacto em função da porcentagem de Ferrita de um aço inoxidável Dúplex
Fonte - Floreen e Hayden, 1968, p. 496

Por fim pode-se concluir que, ao nos basearmos na revisão teórica, as diferentes frações de ferrita e austenita em um aço dúplex influem diretamente nas propriedades mecânicas deste tipo de aço; deste modo, os temas abordados no presente trabalho são importantes para a previsão e determinação das propriedades obtidas em tratamentos térmicos de solubilização destes tipos de aços.

3 METODOLOGIA

O material em estudo (aço dúplex SAF 2205) foi adquirido pelo Centro Universitário da FEI como uma barra cilíndrica de 20 mm de diâmetro laminada a quente, tratada a 1000°C por 30 minutos e resfriada em água. Cortou-se a barra 25 em pequenos corpos cilíndricos de aproximadamente 5 mm de espessura, para posterior solubilização variando temperatura e tempo.

A composição química do aço dúplex foi fornecida pelo fabricante, e pode ser constatada na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição Química 1 (% de massa) do aço dúplex SAF 2205

Cr	Ni	Mo	Mn	Si	N	C	P	S	Fe
22,1	5,4	3,15	0,76	0,45	0,178	0,015	0,02	0,005	balanço

3.1 Tratamentos Térmicos

Antes de começar os tratamentos de solubilização pelos tempos e temperaturas previstos no projeto, tratou-se as amostras na temperatura de 1250°C por 4h com posterior resfriamento em água, para assim maximizar a fração de ferrita (presentes em maiores frações neste aço em temperaturas elevadas). Os estudos realizados baseiam-se nesta microestrutura, sendo considerada como a microestrutura de referência.

Todos os tratamentos térmicos foram conduzidos em um forno tipo mufla “Jung” (Figura 14), o qual, por não possuir o termopar na sua base e pelos corpos-de-prova não serem de grande tamanho, levou a colocação de tijolos refratários até altura do medidor de temperatura como mostrado na Figura 15. Desse modo, deixou-se os corpos mais perto do termopar, reduzindo possíveis erros na leitura de temperatura a que estes foram submetidos.



Figura 14 - Forno Tipo Mufla “Jung”



Figura 15 - Utilização de tijolos refratários nos tratamentos térmicos

Para facilitar o manuseio dos corpos no forno, passou-se um arame de aço baixo carbono por entre os mesmos atando-os no ensaio a 1250°C e por meio de amarras simples para os outros ensaios (representado na Figura 16), sendo importante ressaltar que na solubilização inicial (ensaio a 1250°C por 4 h) houve falhas nos amarres por conta da alta temperatura de solubilização, falhas estas que não se observaram nos outros ensaios, desse modo, fazendo-se necessária a retirada das amostras separadamente do forno. As amarrações foram sempre feitas com o cuidado de não deixá-los muito próximos entre si, para assim não haver variações nas trocas de calor com o forno e com o meio de resfriamento de uma amostra em relação a outra.



Figura 16 - Corpo-de-prova envolto por amarra simples

3.2 Análise metalográfica

Após a utilização dos fornos, começou-se a preparação metalográfica dos corpos-de-prova para análise. Esta preparação se iniciou pelo lixamento visando a retirada do excesso óxido de cromo formado na superfície das amostras pelo contato com altas temperaturas do forno.

Com a utilização da serra PANAMBRA MESOTRON do tipo Cut Off (Figura 17), cortou-se as amostras cilíndricas em 4 partes iguais, das quais selecionou-se a parte que apresentava a menor quantidade de riscos e queimaduras para o embutimento, que foi posteriormente realizado pela embutidora ALLIED TECHPRESS 2 (Figura 18).



Figura 17 - Serra tipo Cut Off PANANBRA MESOTRON da Struers



Figura 18 - Embutidora ALLIED TECHPRESS 2

Após o embutimento, realizou-se o lixamento (#220, #320, #400, #600) e polimento (6 μ m, 3 μ m, 1 μ m e OPS) das 25 amostras por meio da politriz automática Struers ABRAMIN, exibida na figura 19, com o mesmo tempo e rotação para todas as amostras, e uma pressão de

300N pelo fato de ser realizado o polimento de 6 corpos-de-prova idênticos e simultaneamente, seguindo o procedimento da Tabela 2. Após o polimento, as amostras foram analisadas e fotografadas com a utilização de um microscópio LEICA DMLM (Figura 20).



Figura 19 - Politriz Automática ABRAMIN da Struers

Tabela 2 - Sequência de Operação usada na Politriz Abramin

Etapas	1	2	3	4	5	6	7	8
Lixa/Pano	#220	#320	#400	#600	6 μ m	3 μ m	1 μ m	OPS
Tempo (min)	3	3	3	3	3	3	3	3
Solvente	Água	Água	Água	Água	Álcool	Álcool	Álcool	OPS
Pressão (N)	300	300	300	300	300	300	300	300
Rotação (rpm)	150	150	150	150	150	150	150	150



Figura 20 - Microscópio LEICA DMLM

Com o intuito de obter um maior contraste e ressaltar os contornos de grão entre as fases ferrita e austenita presentes na microestrutura para posterior análise microscópica, realizou-se o ataque eletrolítico com a utilização de ácido oxálico nas 25 amostras. Neste ataque se recorreu ao sistema de ataque eletrolítico LECTROPOL da Struers (Figura 21), no qual foi utilizada uma solução de ácido oxálico (10%) a uma tensão de 6 Vcc por aproximadamente 10 segundos. Ao finalizar o ataque, obteve-se imagens das microestruturas por meio do microscópio LEICA DMLM.

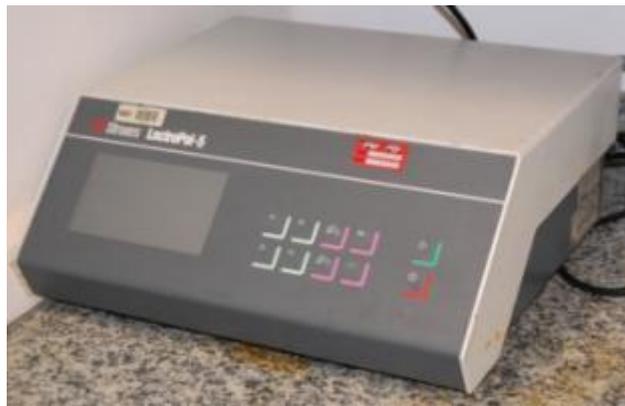


Figura 21 - Sistema de ataque eletrolítico LEXTROPOL da Struers

3.3 Quantificação Microestrutural

Por meio da utilização do Ferritoscópio FISCHER modelo MP30, Figura 22, realizou-se a medição da porcentagem da fase ferrita nas amostras. Foram efetuadas 20 medições por amostra para assim minimizar possíveis erros de medição. Destas medições extraiu-se a média e o desvio padrão.



Figura 22 - Ferritoscópio FISCHER modelo MP30

Outro método para se tirar conclusões das transformações das fases ferrita e austenita e das propriedades mecânicas nas amostras é o de quantificação da Dureza Global e de Fase, as quais são quantificadas por meio do Microdurômetro SHIMADZU HMV-2 (Figura 23), utilizado para o levantamento das durezas médias das amostras. Utilizando-se de uma carga de 0,5 kgf para medições de microdurezas globais e de 0,2 kgf para microdurezas de fases, realizou-se 10 medições por amostras para que, deste modo, possíveis erros de medição ou imprecisão fossem minimizados.

No presente projeto a dureza determinada foi a dureza Vickers que é quantificada através do cálculo da área proveniente da penetração de um corpo piramidal de diamante a partir uma força pré-estabelecida (Figura 24). A diferenciação de dureza de fase para a dureza global (Figura 25) é que, nesta a penetração do corpo piramidal ocorre simultaneamente em ambas as fases presentes na microestrutura, enquanto que naquela a penetração é objetivada somente na ferrita ou na austenita.

Para conseguir um valor médio das durezas globais, fez-se as medições no sentido a varrer toda a extensão do corpo de prova, ou seja, já que se utilizou uma seção retangular da amostra, realizou-se as medidas no sentido diagonal da seção observada.

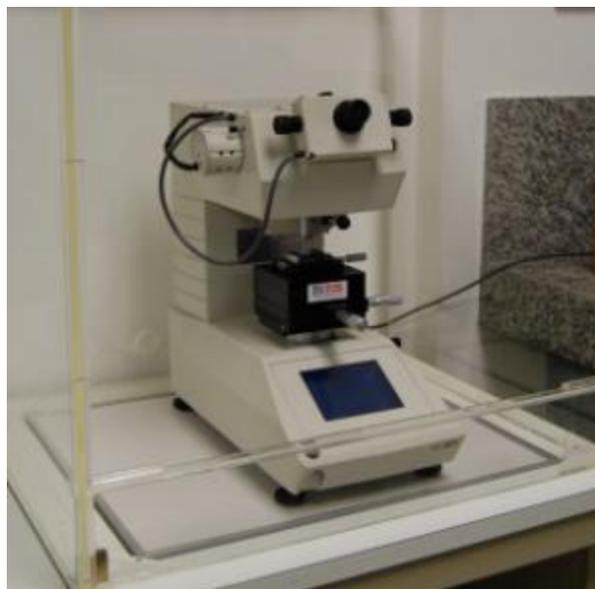


Figura 23 - Microdurômetro SHIMADZU HMV-2

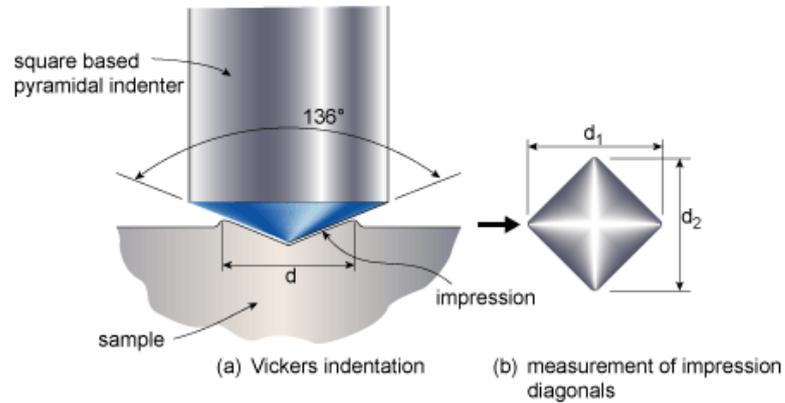


Figura 24 – Determinação da Dureza Vickers
Site Technology Engineering, 1996

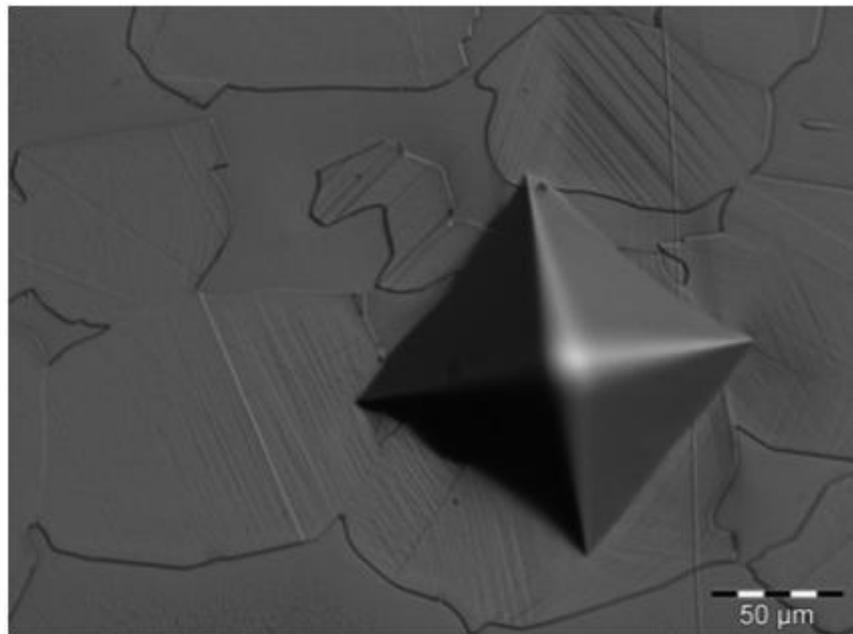


Figura 25 - Medição de Microdureza Global do Aço Duplex SAF 2205

Para efeito da revelação da estrutura e quantificação da porcentagem volumétrica das fases pelo uso da estereologia quantitativa por meio do microscópio LEICA DMLM (figura 20), utilizou-se o reativo de Behara modificado que consiste em um ataque químico com composição de 20 mL de ácido clorídrico, 80 mL de água destilada e deionizada, 1g de metabissulfito de potássio e 2 g de bifluoreto de amônio por aproximadamente 15 segundos e interrompido com água, com a superfície atacada e seca através da evaporação do álcool etílico, auxiliada por um jato de ar frio.

4 RESULTADOS

4.1 Microestruturas Típicas

Com a utilização do microscópio LEICA DMLM extraiu-se imagens das amostras solubilizadas. Na aquisição das imagens exibidas nas Figuras 26 a 30, referentes a tempos de solubilização de 15 minutos a 4 horas em temperaturas que variam de 1000°C a 1250°C, utilizou-se amostras atacadas com ácido oxálico e amostras não atacadas. Destas imagens observa-se a presença das 2 fases previstas: ferrita (CCC) e austenita (CFC), as quais são diferenciadas pela ausência ou presença de maclas, que são defeitos da estrutura CFC da austenita. Pode se observar que, a partir das Figuras 26 a 32, a visualização da fase austenita nas amostras sem ataque é possível, ou seja, nas amostras fotografadas com “luz polarizada e prisma Nomarski”, a visualização da microestrutura apresenta maior relevo que nas amostras atacadas com o ácido oxálico, pelo fato da difração usada destacar a presença da fase de menor dureza, realçada no polimento, que neste caso é a austenita.

Para análise das imagens, partiu-se da microestrututa base, ou seja, do corpo-de-prova solubilizado a 1250°C pelo tempo de 4 horas (Figura 26), no qual, baseado na revisão teórica, é esperada a maior fração volumétrica de ferrita, entretanto, observa-se nesta microestrutura uma morfologia mais “angulosa” da austenita (representado em destaque na Figura 26b) em relação às amostras solubilizadas a 1200°C (Figura 27), que pode estar relacionada a uma possível formação da austenita a partir da ferrita no resfriamento pouco controlado, resultado das falhas ocorridas nas amarras, ou seja, houve uma queda na temperatura média de solubilização ao se retirar separadamente as amostras do forno, que foi mantido aberto. Assim, com basearmos nos estudos feitos por Grubert (2010 *apud* GUNN 1997), essa morfologia mais “angulosa” da fase austenita é encontrada devido ao crescimento dessa fase para dentro dos grãos de ferrita, que ocorre posteriormente a nucleação da austenita nos contornos de grãos ferrita-ferrita, as quais [...] “ tem a forma de placa do tipo de Widmanstätten” (REIS E BALANCIN,2008 *apud* MAEHARA 1991).

Por fim, nota-se que, pela análise das imagens 26 a 32, há tendências a uma maior porcentagem volumétrica de austenita e uma possível nucleação desta conforme se reduz a temperatura de solubilização para um mesmo tempo.

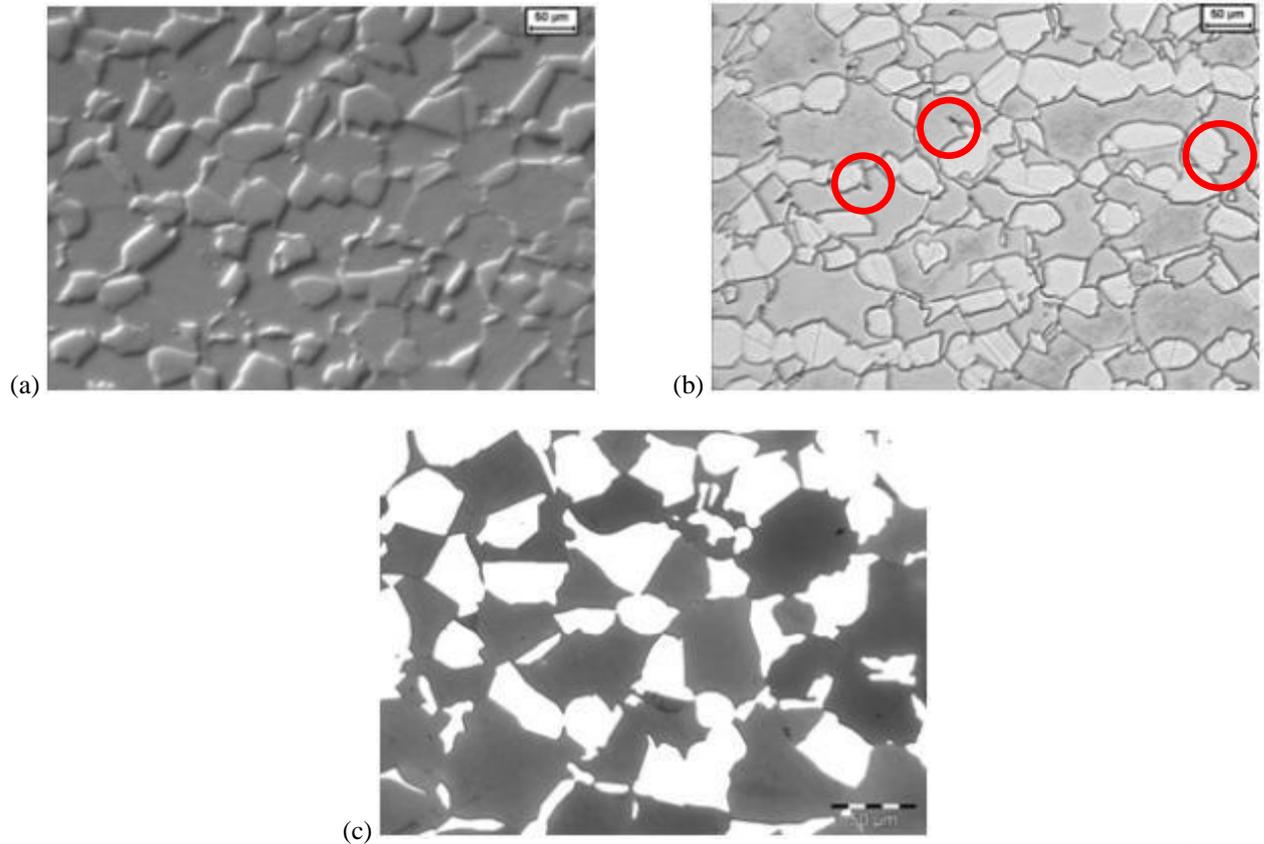


Figura 26 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1250 °C por 4h (a) Sem Ataque e (b) Com ataque de Ácido Oxálico (c) Atacada com o reativo Behara modificado

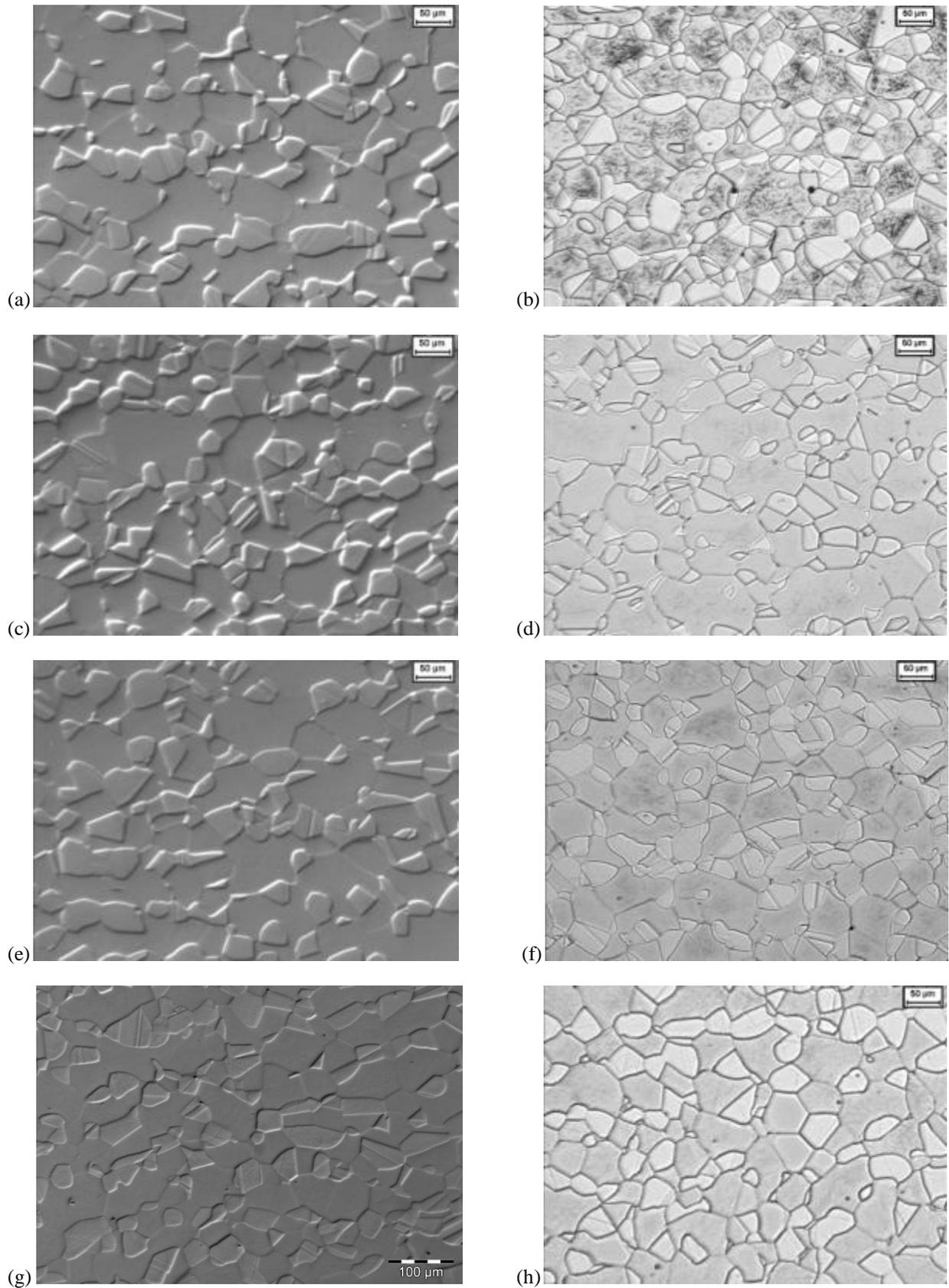


Figura 27 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1200 °C por 15min (a) Sem Ataque e (b) Com ataque de Ácido Oxálico; 30min (c) Sem Ataque e (d) Com ataque de Ácido Oxálico; 1h (e) Sem Ataque e (f) Com ataque de Ácido Oxálico; 4h (g) Sem Ataque e (h) Com ataque de Ácido Oxálico

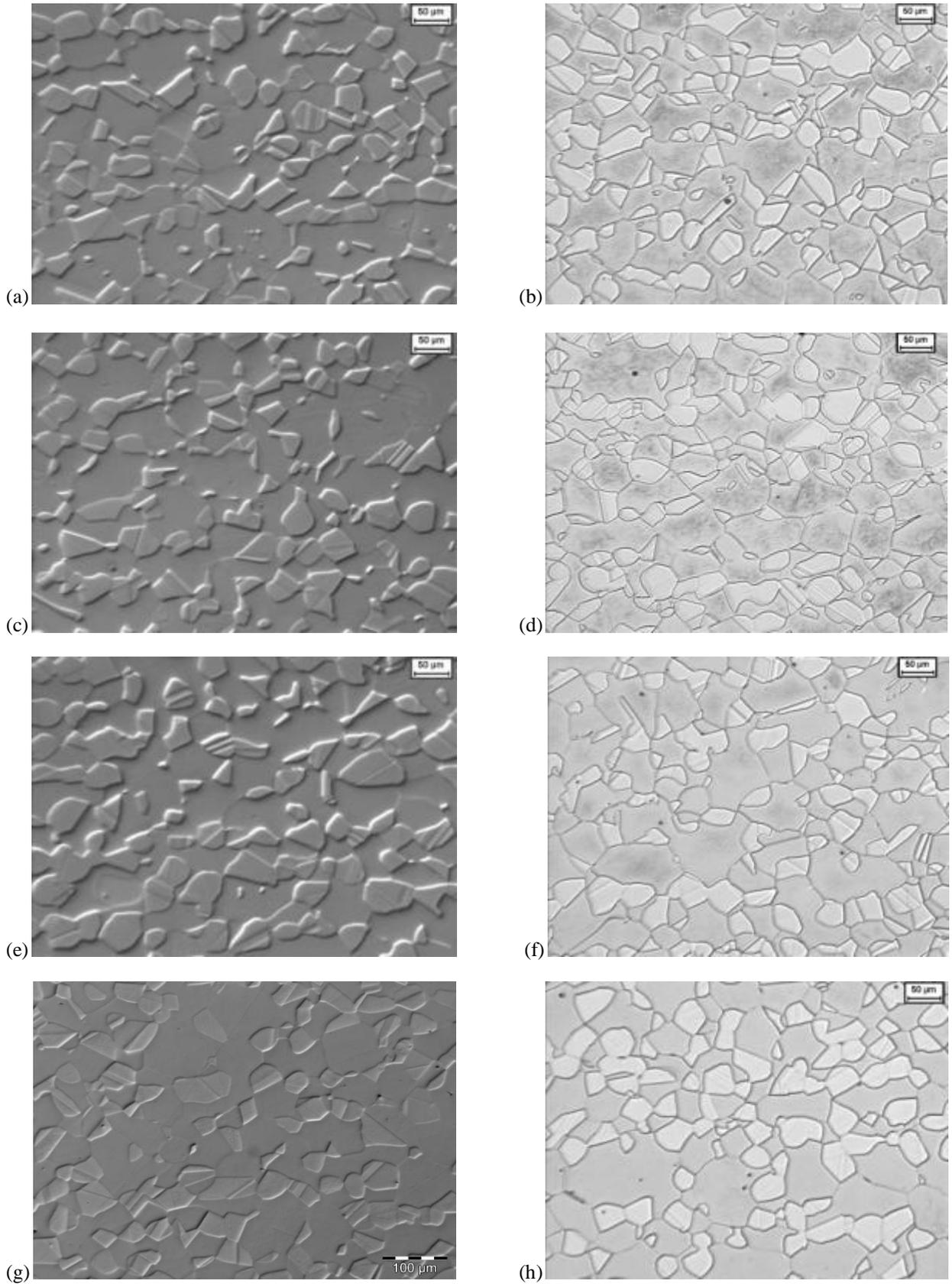


Figura 28 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1175 °C por 15min (a) Sem Ataque e (b) Com ataque de Ácido Oxálico; 30min (c) Sem Ataque e (d) Com ataque de Ácido Oxálico; 1h (e) Sem Ataque e (f) Com ataque de Ácido Oxálico; 4h (g) Sem Ataque e (h) Com ataque de Ácido Oxálico

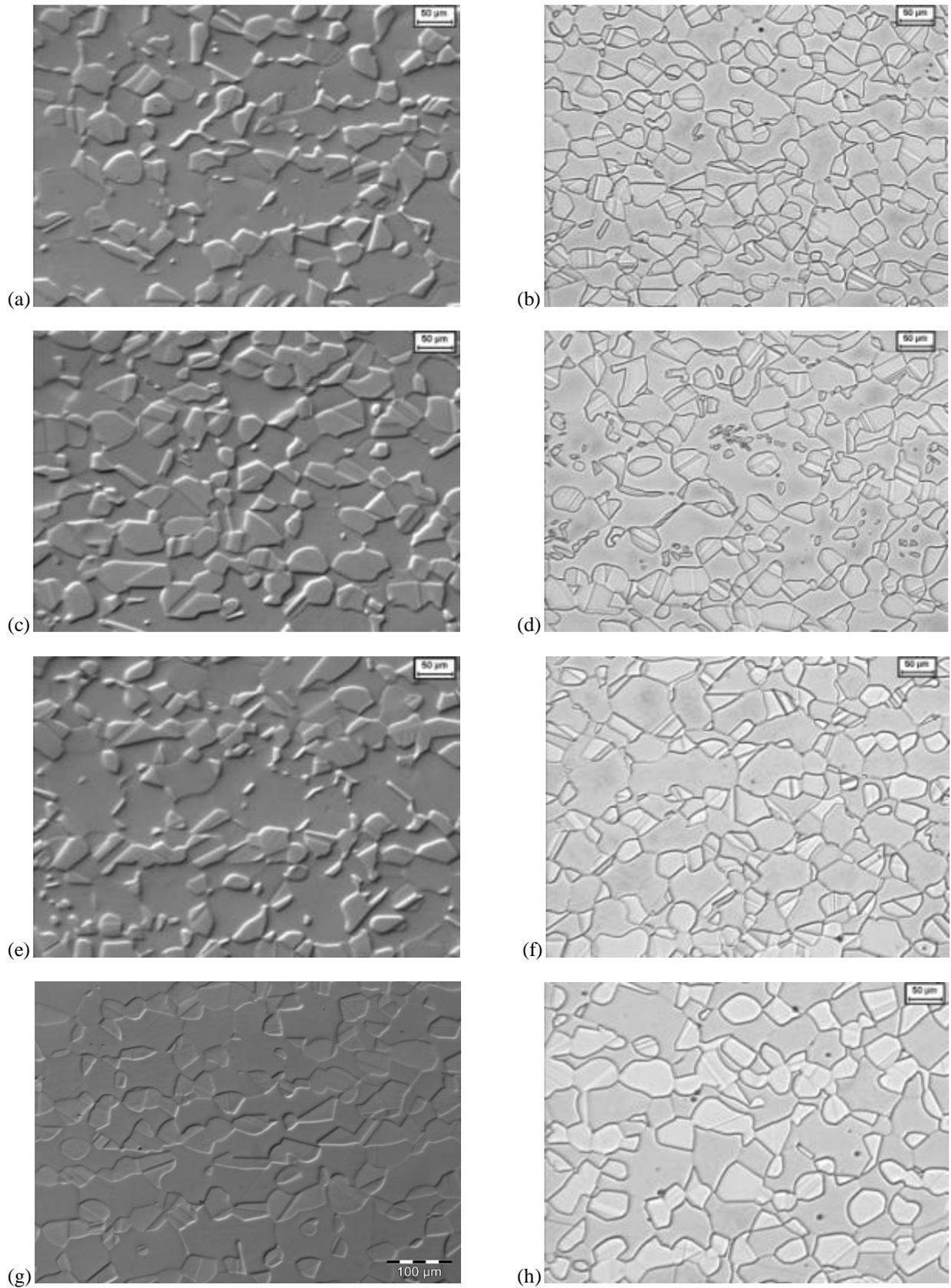


Figura 29 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1150 °C por 15min (a) Sem Ataque e (b) Com ataque de Ácido Oxálico; 30min (c) Sem Ataque e (d) Com ataque de Ácido Oxálico; 1h (e) Sem Ataque e (f) Com ataque de Ácido Oxálico; 4h (g) Sem Ataque e (h) Com ataque

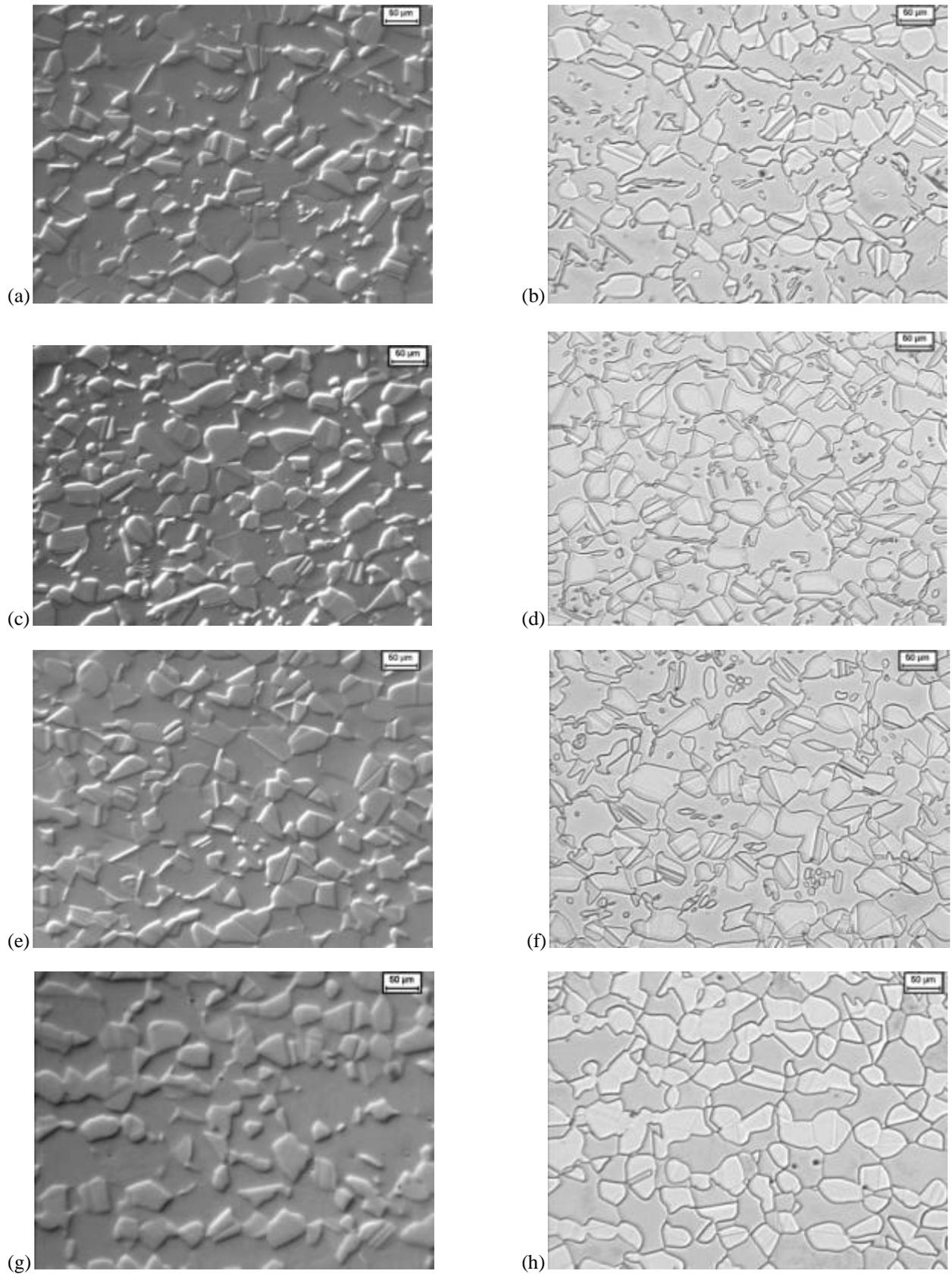


Figura 30 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1100 °C por 15min (a) Sem Ataque e (b) Com ataque de Ácido Oxálico; 30min (c) Sem Ataque e (d) Com ataque de Ácido Oxálico; 1h (e) Sem Ataque e (f) Com ataque de Ácido Oxálico; 4h (g) Sem Ataque e (h) Com ataque de Ácido Oxálico

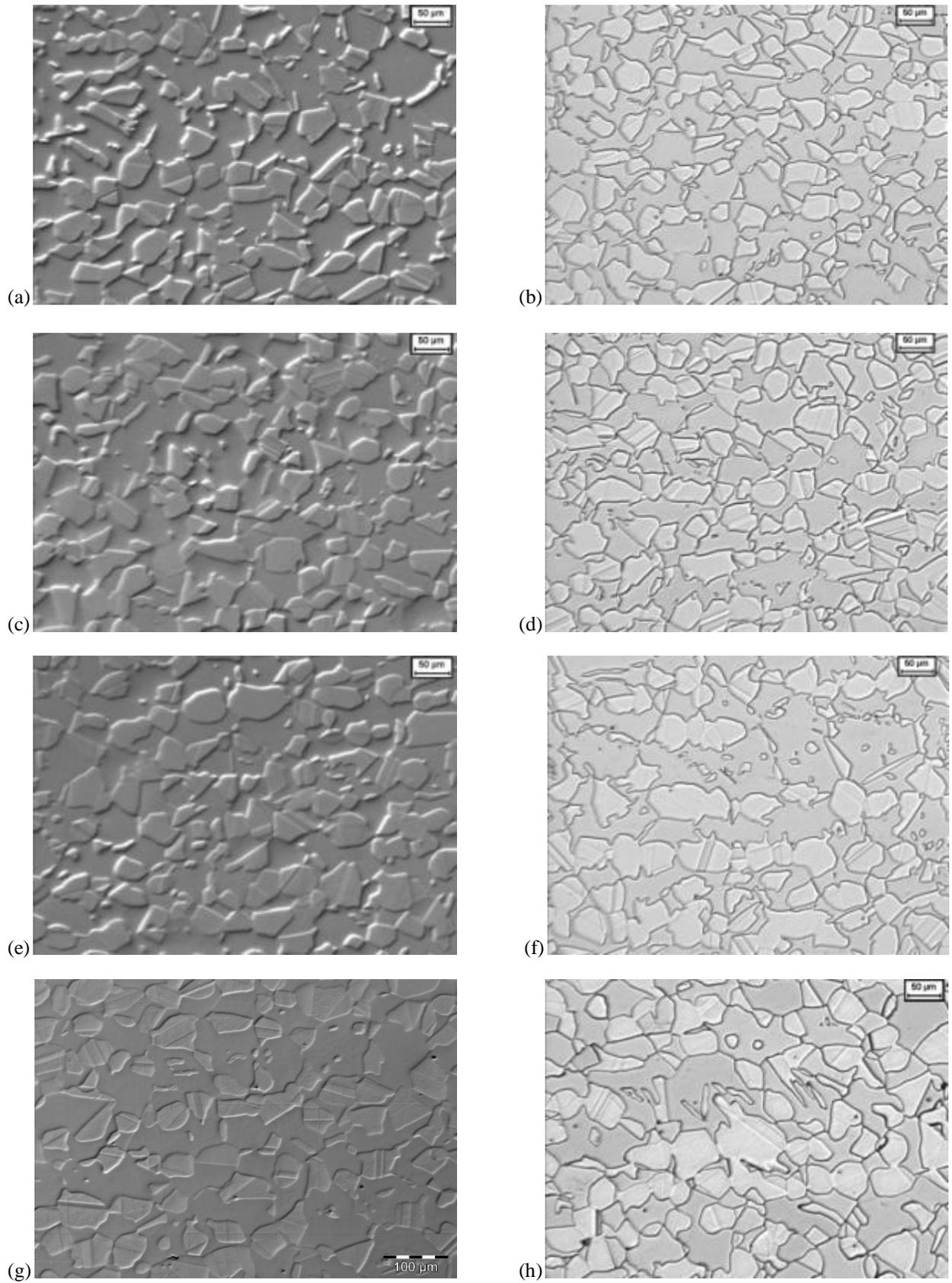


Figura 31 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1050 °C por 15min (a) Sem Ataque e (b) Com ataque de Ácido Oxálico; 30min (c) Sem Ataque e (d) Com ataque de Ácido Oxálico; 1h (e) Sem Ataque e (f) Com ataque de Ácido Oxálico; 4h (g) Sem Ataque e (h) Com ataque de Ácido Oxálico

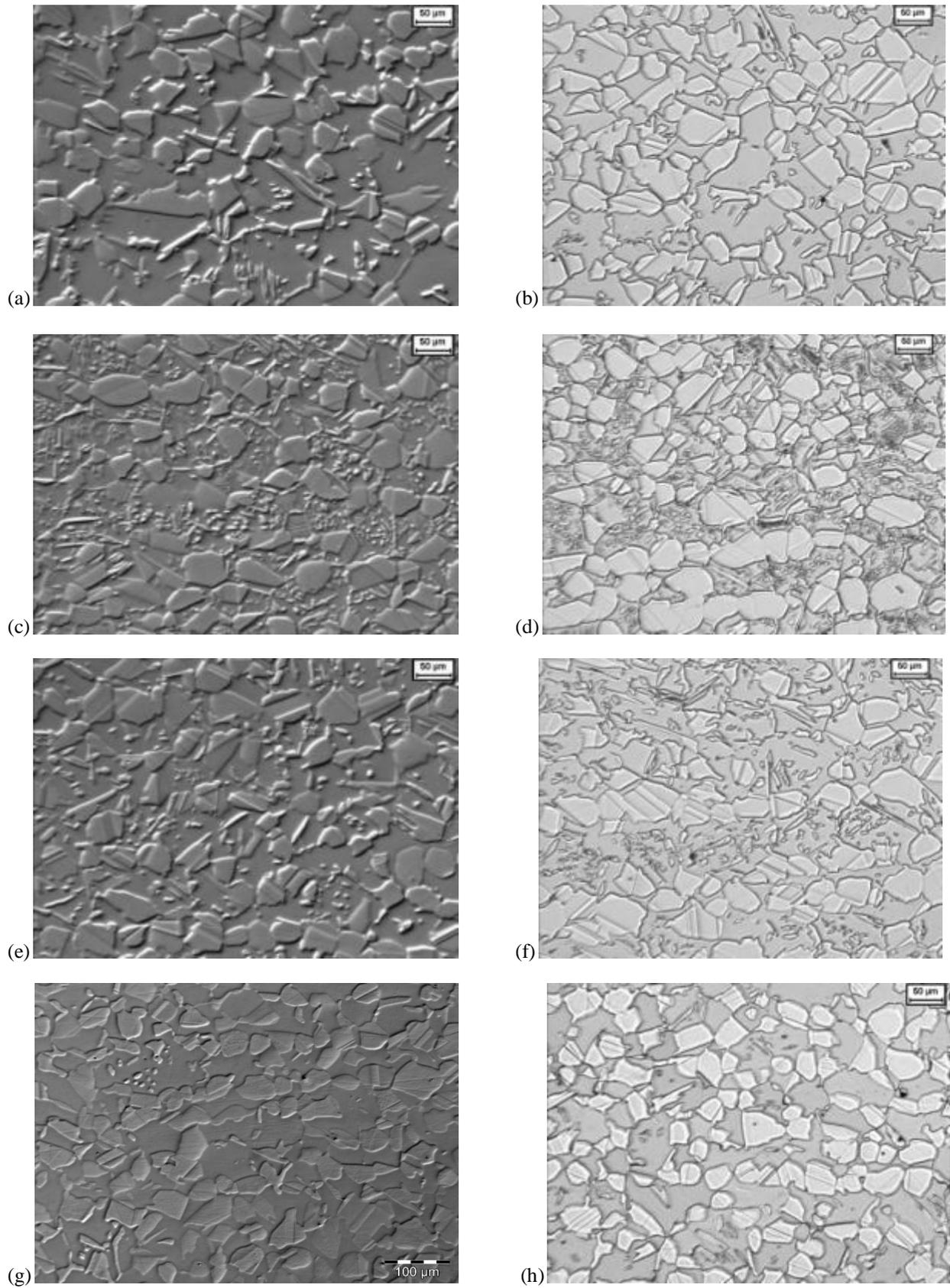


Figura 32 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1000 °C por 15min (a) Sem Ataque e (b) Com ataque de Ácido Oxálico; 30min (c) Sem Ataque e (d) Com ataque de Ácido Oxálico; 1h (e) Sem Ataque e (f) Com ataque de Ácido Oxálico; 4h (g) Sem Ataque e (h) Com ataque de Ácido Oxálico

Tendo como exemplo a análise da Figura 27, é possível observar diferentes morfologias da fase austenita para as diferentes temperaturas e tempos de solubilização. Na da Figura 27a, observa-se uma morfologia parecida com a da micrografia da amostra base (Figura 26), na qual nota-se que há formações da fase austenita, a partir da austenita já presente, na forma de “agulhas” de Widmāstatten; com mais tempo para difusão, na Figura 27b há nucleação destas “agulhas” de austenita no interior dos grãos de ferrita e, nas Figuras 27c e 27d, observa-se a diminuição dos pontos de nucleação e as agulhas começam a ocupar uma região maior por coalescimento, assim, diminuindo as interfaces ferrita-austenita.

Utilizou-se também o microscópio LEICA DMLM para aquisição das imagens exibidas nas Figuras de 33 a 38, nas quais se observam as microestruturas referentes aos mesmos tempos e temperaturas de solubilização das Figuras 27 a 32, porém atacadas com o reativo de Behara modificado. Nota-se nas microestruturas a presença das fases austenita (CFC), representada pela coloração mais clara, e da fase ferrita (CCC), exibida com uma tonalidade escura, e, como nas amostras não atacadas ou atacadas com ácido oxálico, observa-se um aumento da quantidade volumétrica da fase austenítica conforme se diminui a temperatura para um mesmo tempo de solubilização.

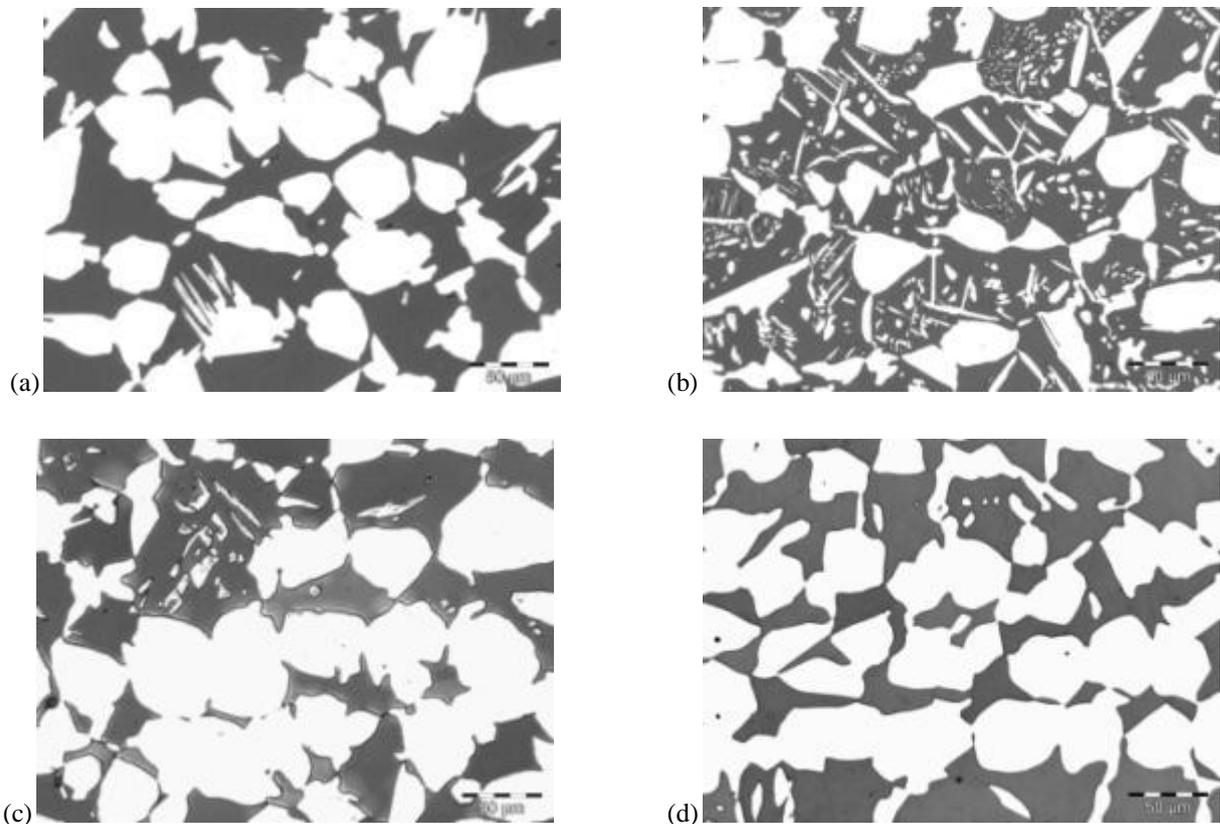


Figura 33 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1000 °C e atacada com o reativo Behara modificado 15min (a); 30min (b); 1h (c); 4h (d)

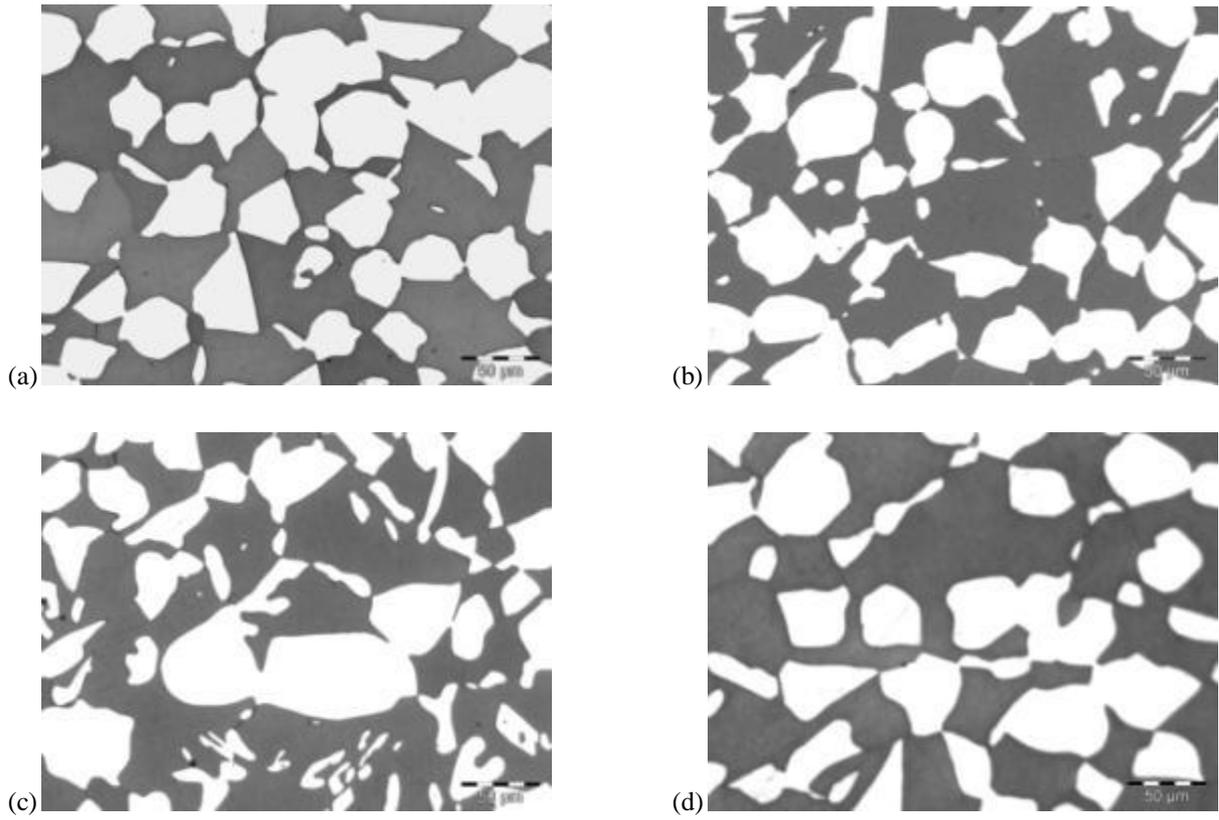


Figura 34 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1050 °C e atacada com o reativo Behara modificado 15min (a); 30min (b); 1h (c); 4h (d)

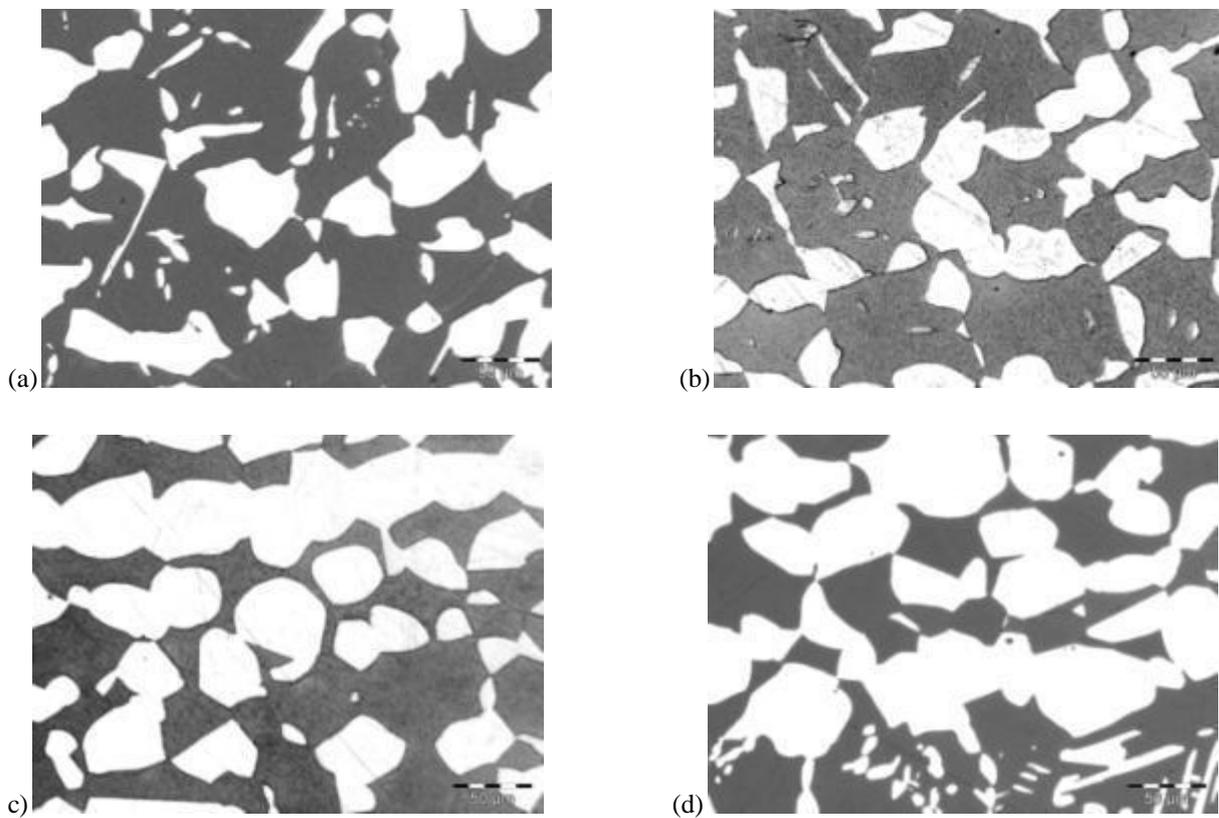


Figura 35 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1100 °C e atacada com o reativo Behara modificado 15min (a); 30min (b); 1h (c); 4h (d)

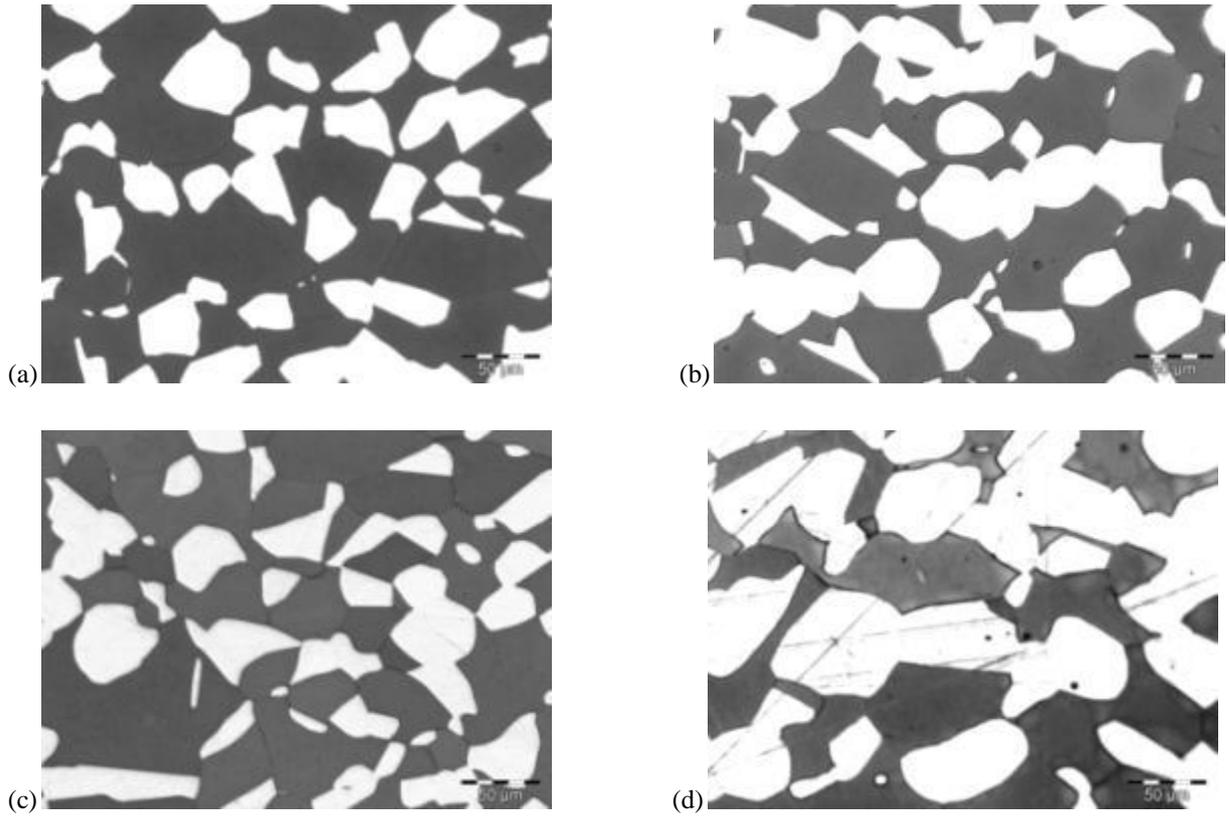


Figura 36 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1150 °C e atacada com o reativo Behara modificado 15min (a); 30min (b); 1h (c); 4h (d)

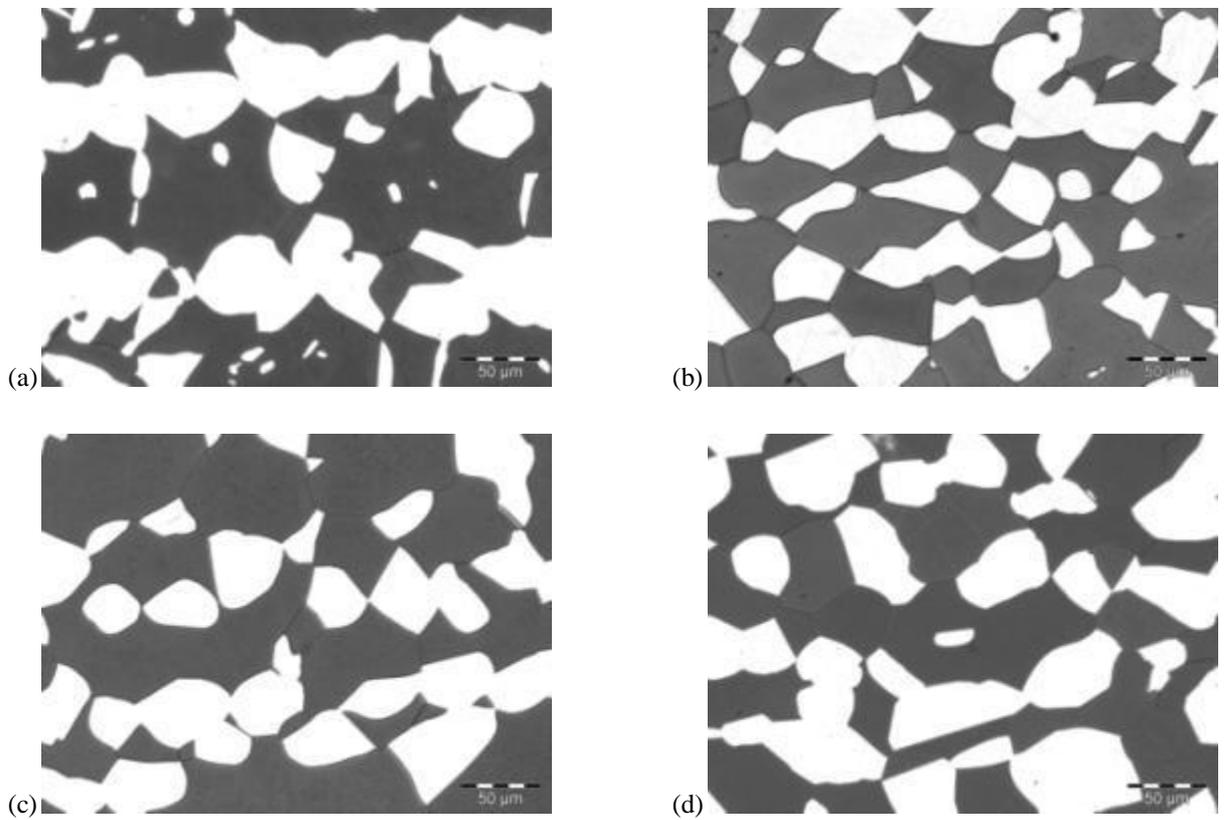


Figura 37 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1175 °C e atacada com o reativo Behara modificado 15min (a); 30min (b); 1h (c); 4h (d)

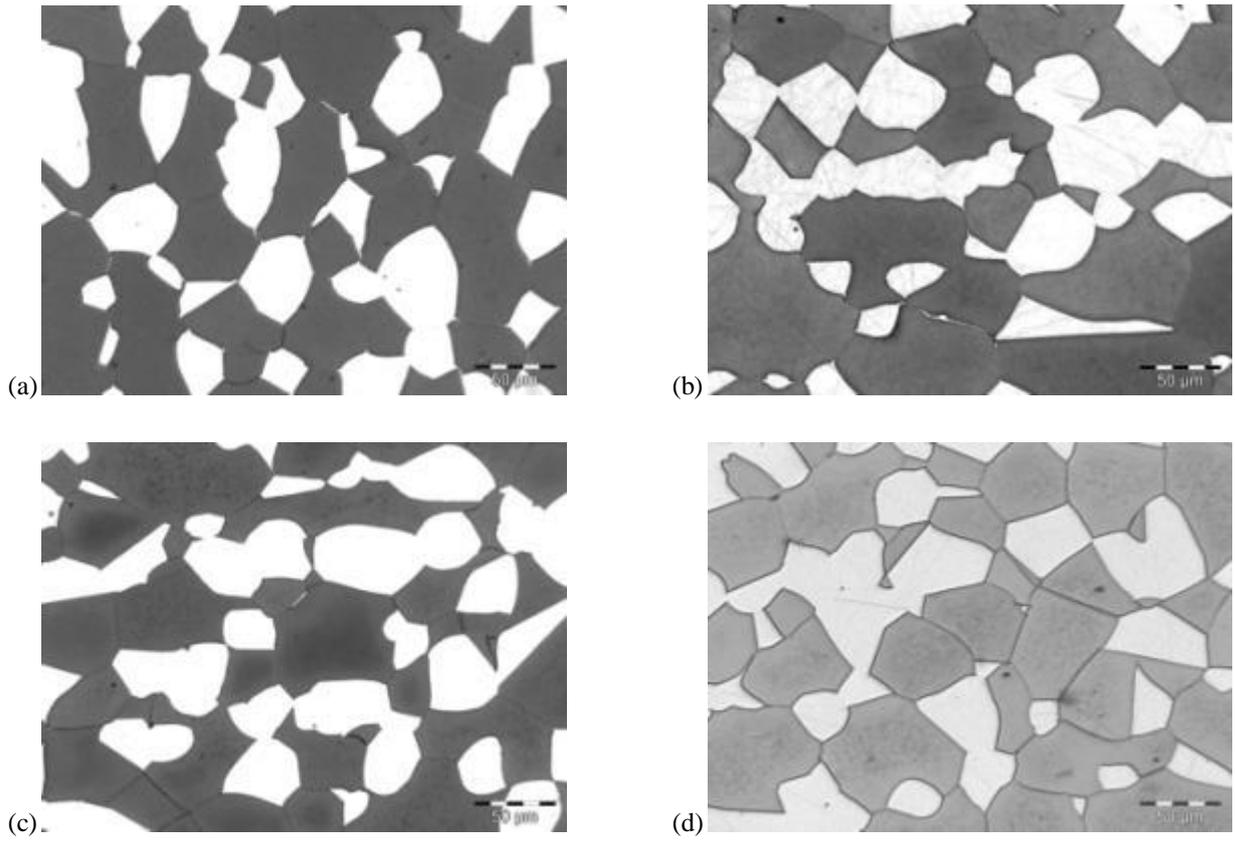


Figura 38 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a 1200 °C e atacada com o reativo Behara modificado 15min (a); 30min (b); 1h (c); 4h (d)

4.2 Fração de Ferrita

Ferritoscópio

Por meio do Ferritoscópio FISCHER, calibrado com auxílio de padrões e tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita, determinou-se as frações volumétricas de ferrita para as amostras em estudo. Para uma menor margem de erro realizou-se 20 medições por amostra, obtendo-se também os respectivos desvios padrões. Tendo como base a amostra solubilizada a 1250°C por 4 horas, a qual, pela teoria, se espera a maior fração volumétrica de ferrita, traçou-se gráficos de 1 a 4, nos quais manteve-se o mesmo tempo de solubilização para diferentes temperaturas (1000°C a 1200°C), e os gráficos de 5 a 10, que exibem as porcentagens de ferrita para as mesmas temperaturas de solubilização (1000°C a 1200°C).

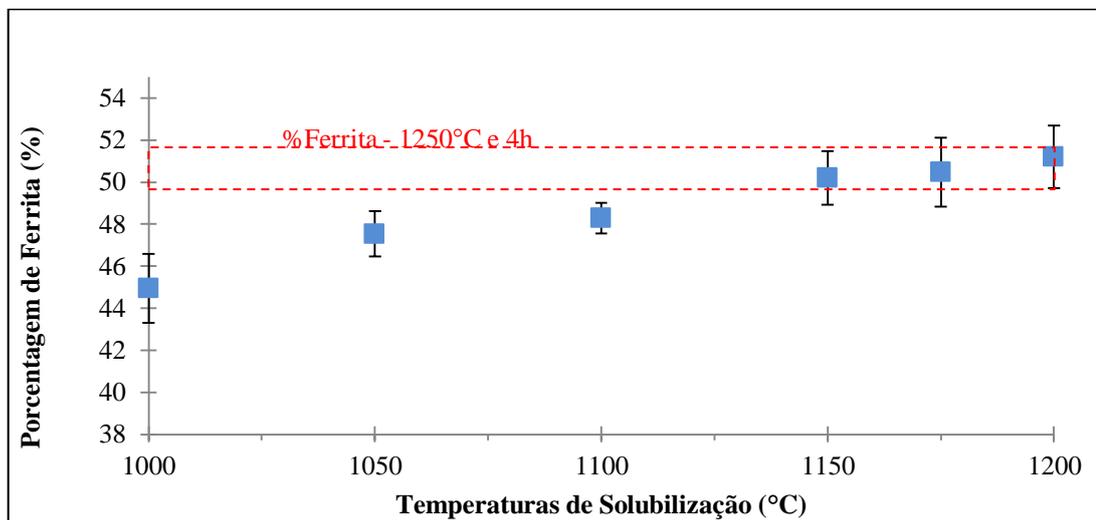


Gráfico 1 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 15 minutos em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

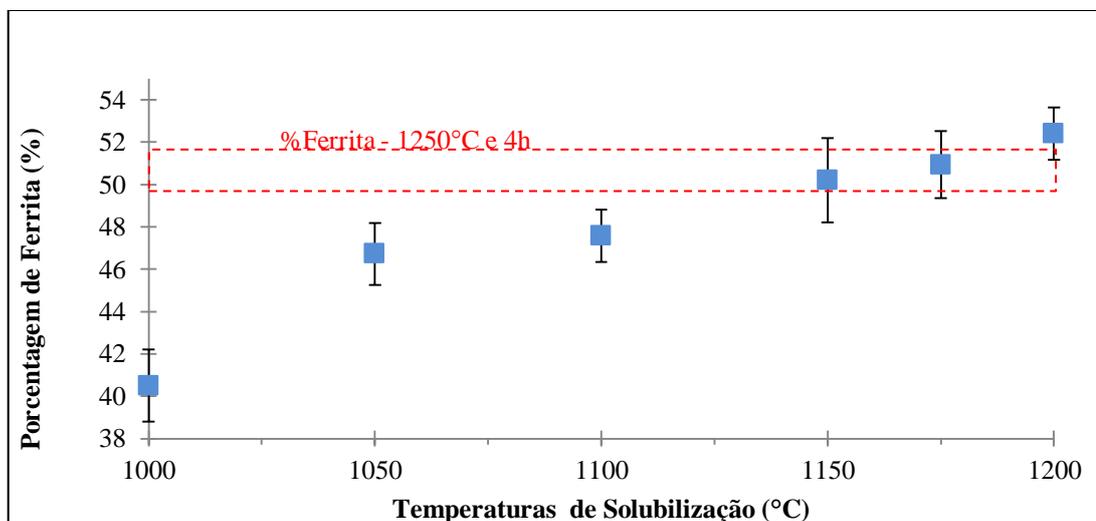


Gráfico 2 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 30 minutos em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

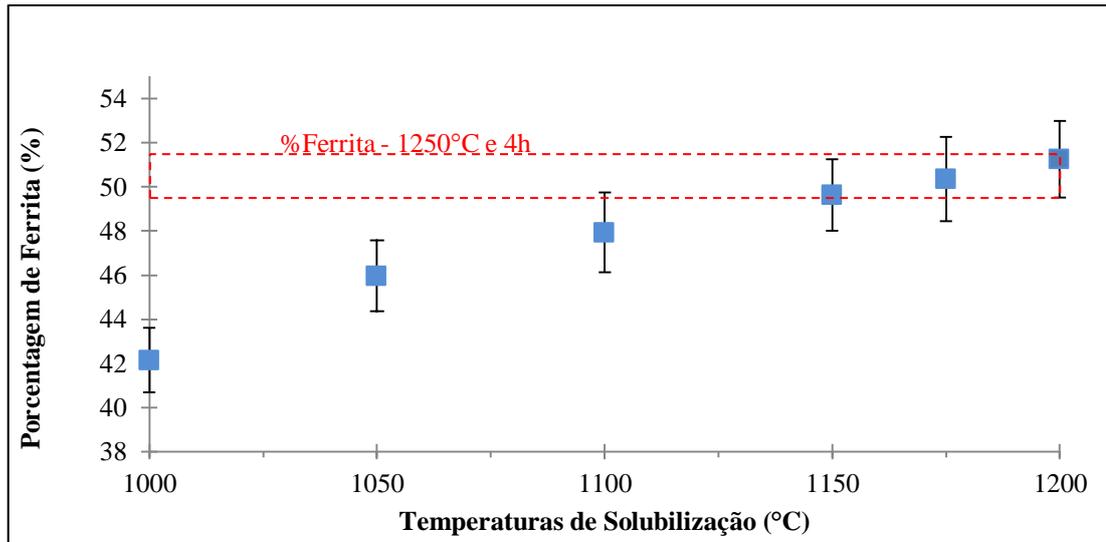


Gráfico 3 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 1 hora em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

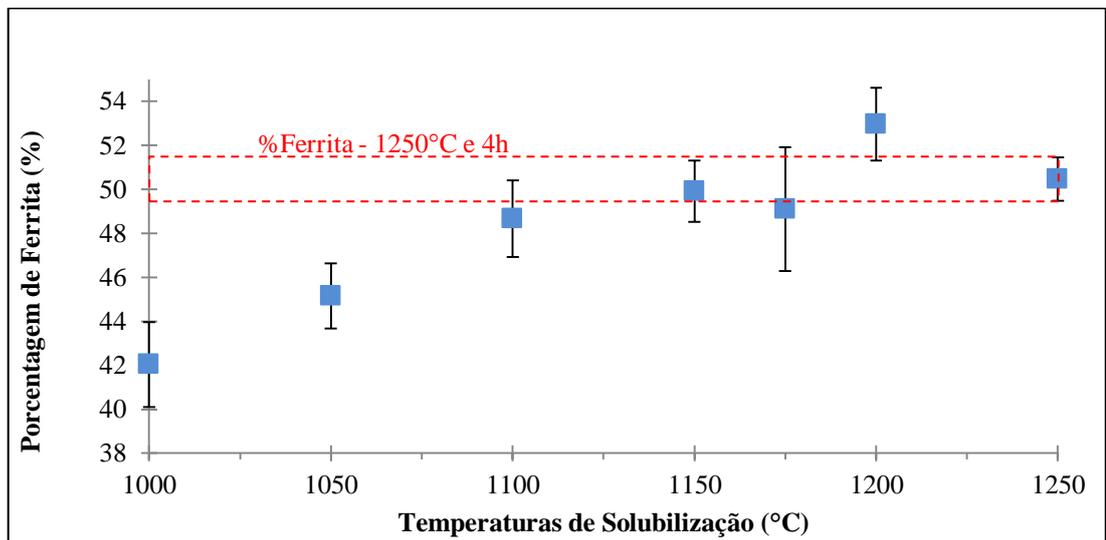


Gráfico 4 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 4 horas em temperaturas de 1000 °C a 1250 °C

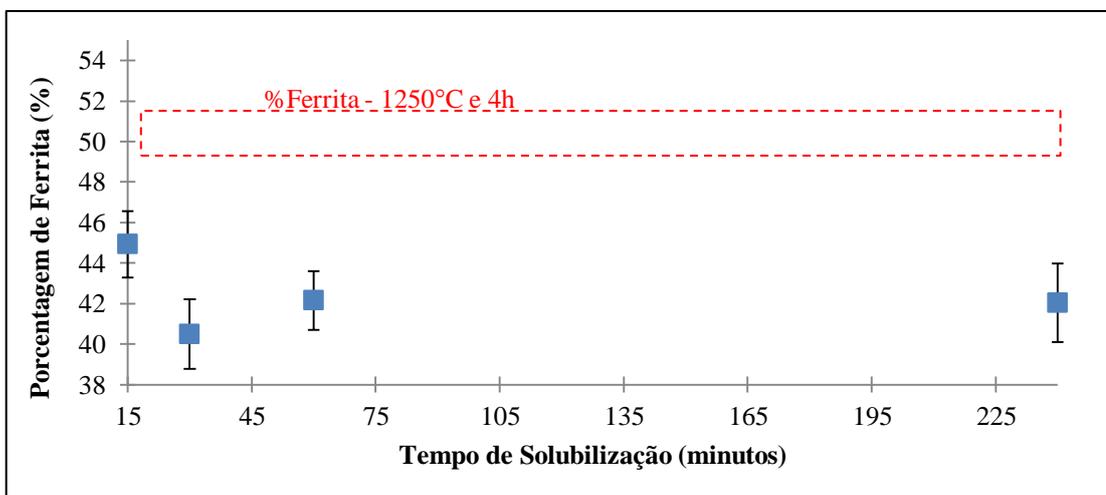


Gráfico 5 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1000°C em tempos de 15 min a 4 h

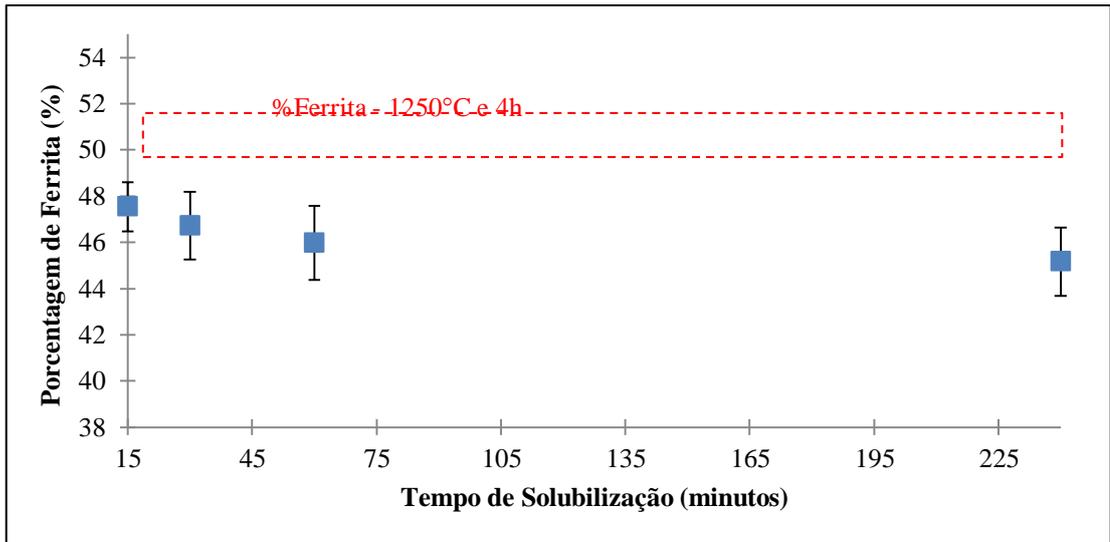


Gráfico 6 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1050°C em tempos de 15 min a 4 h

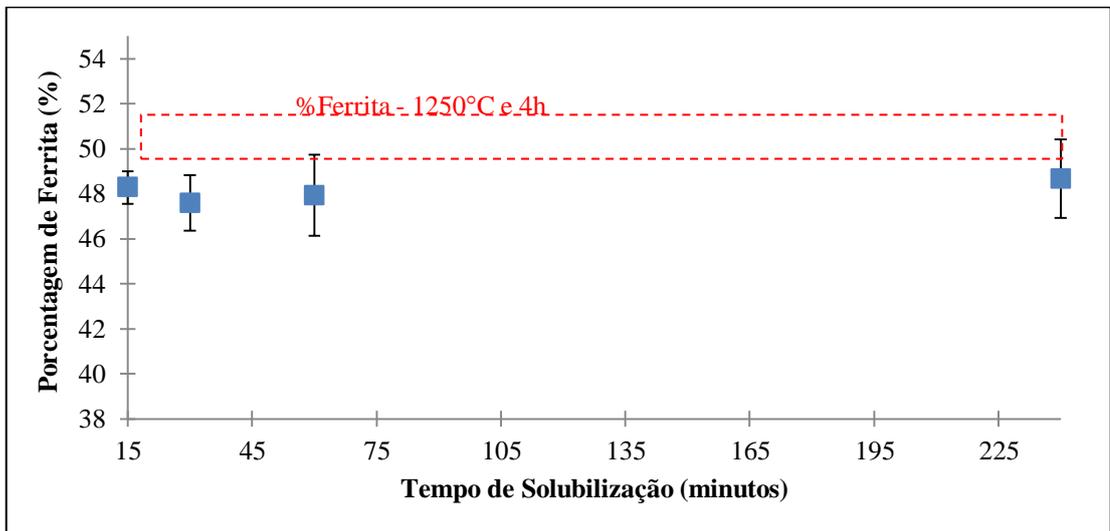


Gráfico 7 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1100°C em tempos de 15 min a 4 h

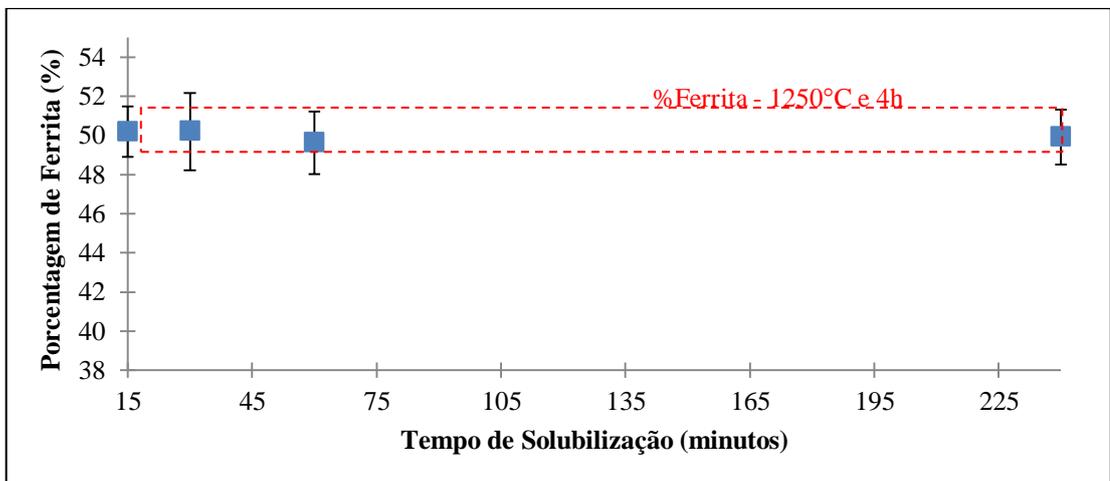


Gráfico 8 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1150°C em tempos de 15 min a 4 h

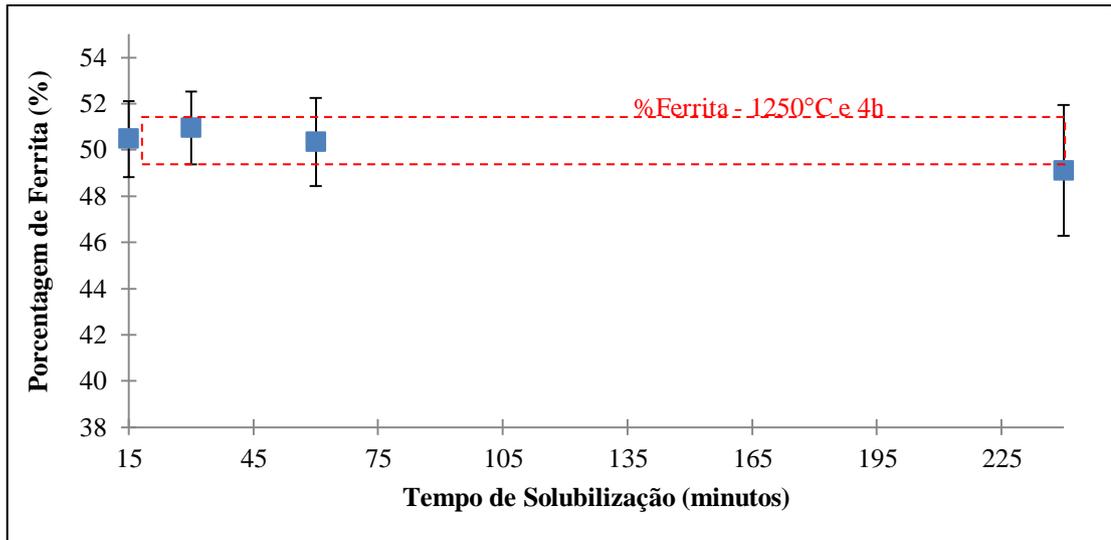


Gráfico 9 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1175°C em tempos de 15 min a 4 h

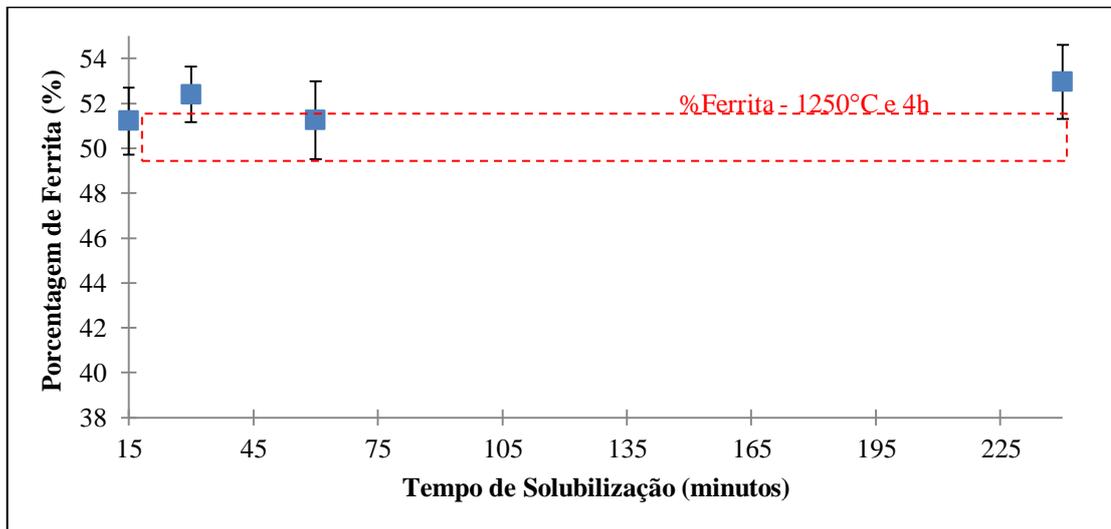


Gráfico 10 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1200°C em tempos de 15 min a 4 h

Pela análise gráfica, considerando os desvios padrões, observa-se uma menor percentagem volumétrica de ferrita (consequentemente uma maior percentagem de austenita), conforme se diminui a temperatura de solubilização, atingindo o valor mínimo de 42% na temperatura de 1000 °C no tempo de 4h. Assim, pode-se concluir que há uma queda na estabilidade da fase ferrita conforme se diminui a temperatura de solubilização.

Desse modo, como afirmado pela teoria, esperava-se a maior fração volumétrica de fase ferrita no corpo-de-prova solubilizado a 1250°C por 4 horas (microestrutura-base), que aferiu 50,47% com desvio de 1,2%, porém, mediu-se a maior percentagem de ferrita na amostra

solubilizada a 1200°C por 30 minutos no valor de 52% conflitando com a teoria; desse modo, conclui-se que esta diferença pode ser devido as falhas nos amarres na solubilização a 1250°C por 4 h, reafirmando os problemas de resfriamento comentados no item anterior. No entanto, a tendência de estabilização de maior fração de ferrita com o aumento da temperatura de solubilização é confirmada no Gráfico 11.

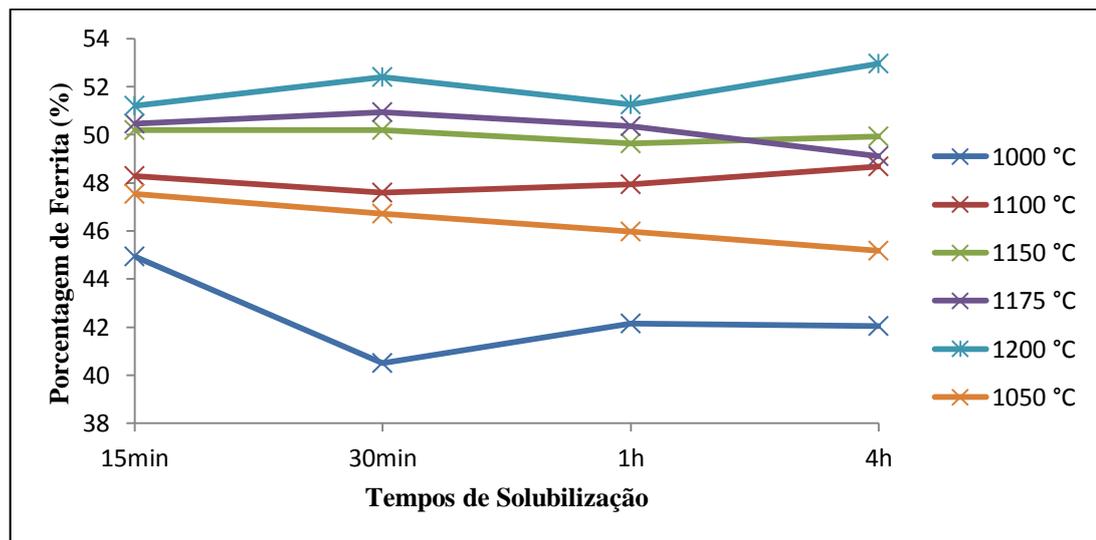


Gráfico 11 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 15 min a 4 horas em temperaturas de 1000 °C a 1250 °C

Estereologia Quantitativa

Após a realização do ataque de Behara modificado utilizou-se da estereologia quantitativa, feitas por meio do microscópio LEICA DMLM, para medir as frações volumétricas das fases ferrita e austenita presente na estrutura.

De cada amostra extraiu-se medições em 20 campos observados com 200 vezes de aumento no microscópio, com as quais se determinou os desvios padrões e traçou-se gráficos de 12 a 15, nos quais, para os mesmos tempos de solubilização, valores de frações volumétricas de ferrita em função das temperaturas de solubilização de 1000 a 1250°C são exibidos, e os gráficos de 16 a 21, em que são exibidos os valores das porcentagens de ferrita para as mesmas temperaturas de solubilização (1000 a 1200°C) em função do tempo de solubilização. Como na medição da porcentagem volumétrica de ferrita com o ferritoscópio adotou-se mais uma vez como microestrutura base a amostra solubilizada a 1250°C por 4 horas, na qual, baseado na revisão teórica, se esperaria a maior porcentagem de ferrita.

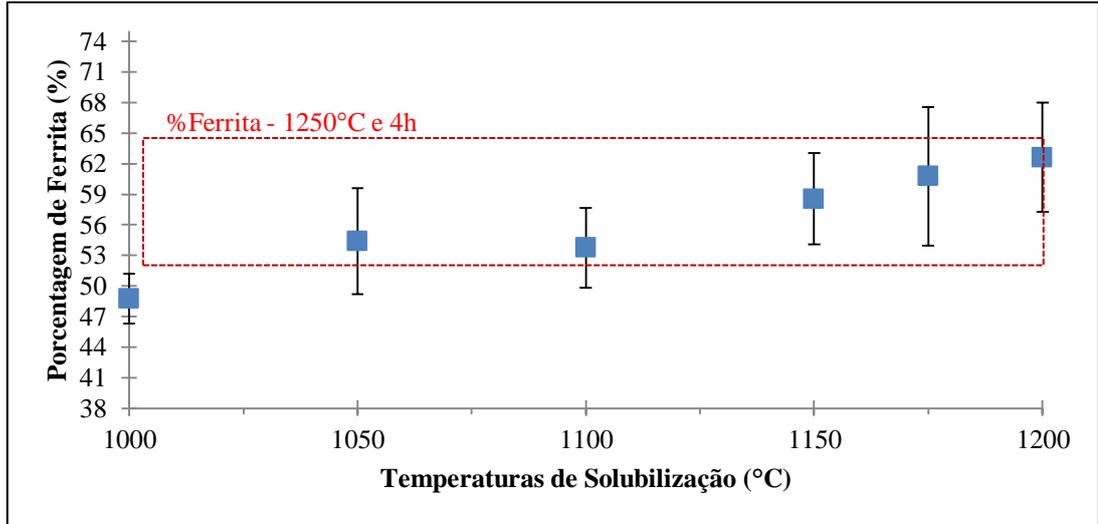


Gráfico 12 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 15 min em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

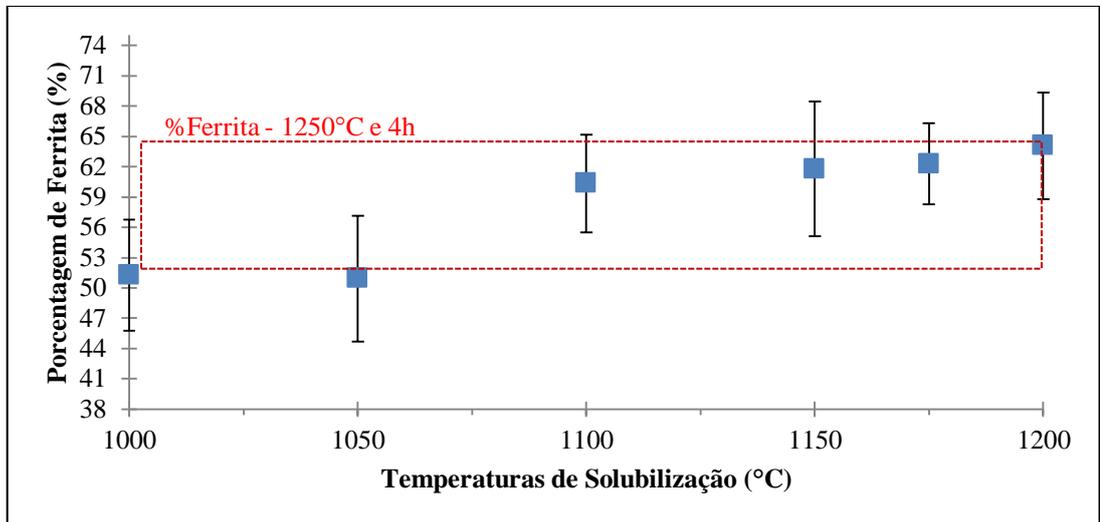


Gráfico 13 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 30 min em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

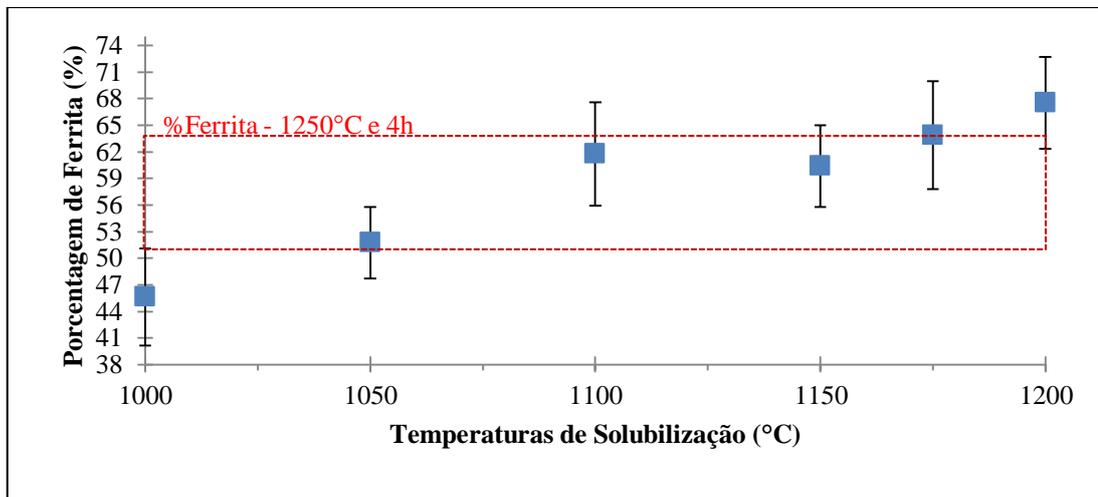


Gráfico 14 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 1h em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

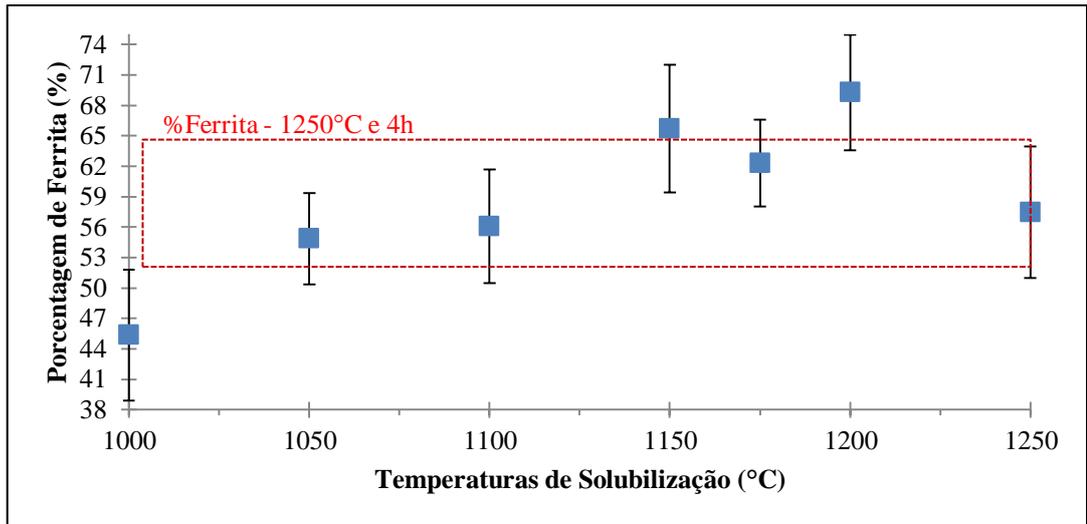


Gráfico 15 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 4h em temperaturas de 1000 °C a 1250 °C

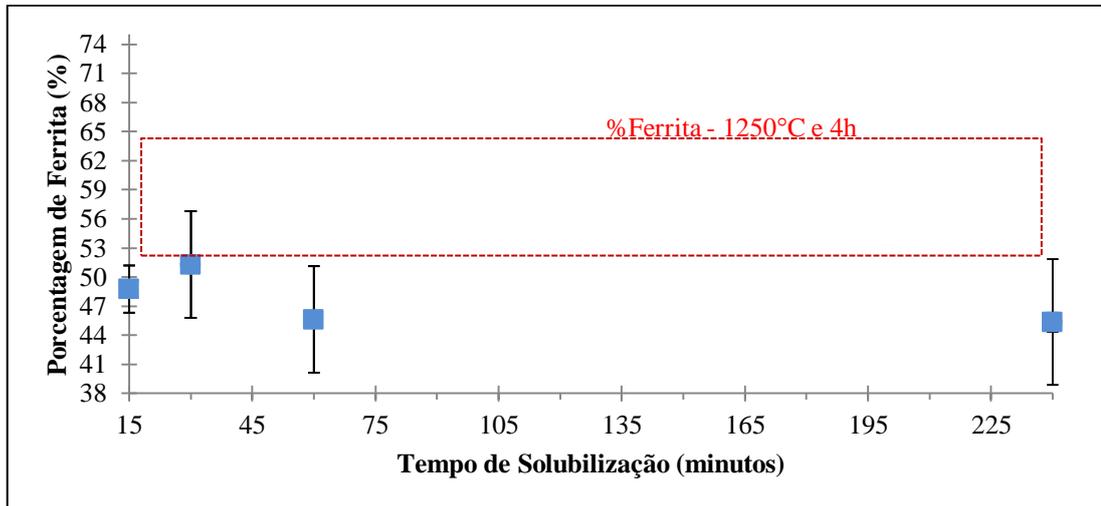


Gráfico 16 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1000°C em tempos de 15 min a 4 h

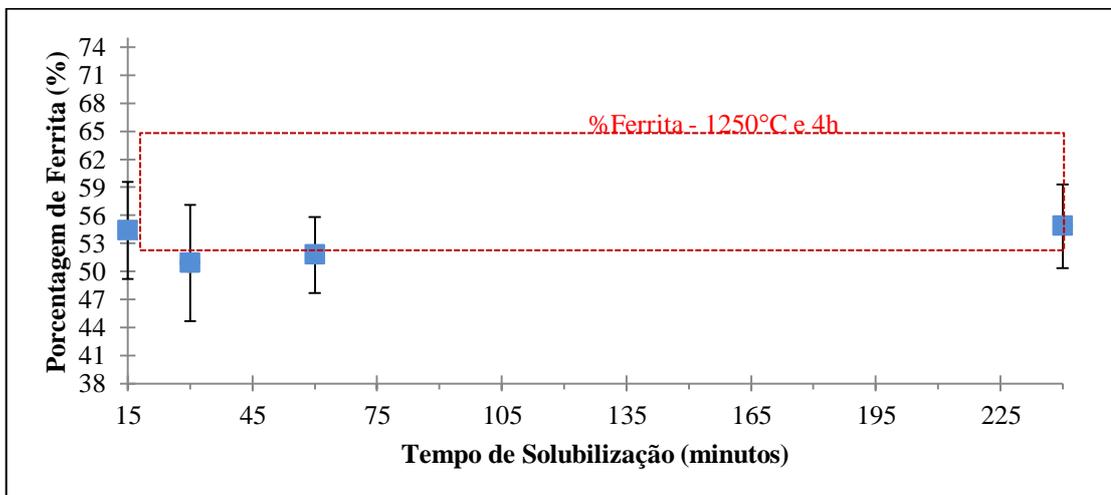


Gráfico 17 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1050°C em tempos de 15 min a 4 h

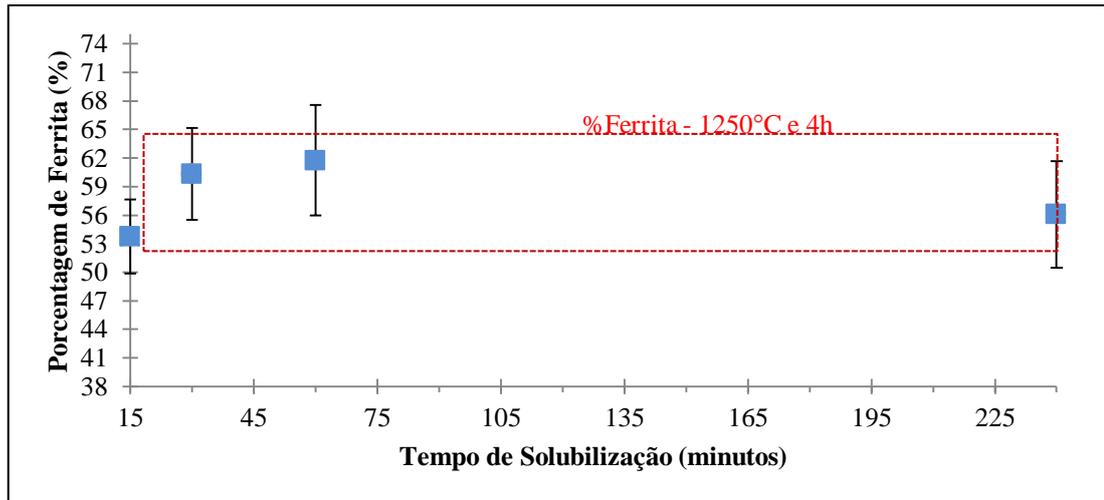


Gráfico 18 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1100°C em tempos de 15 min a 4 h

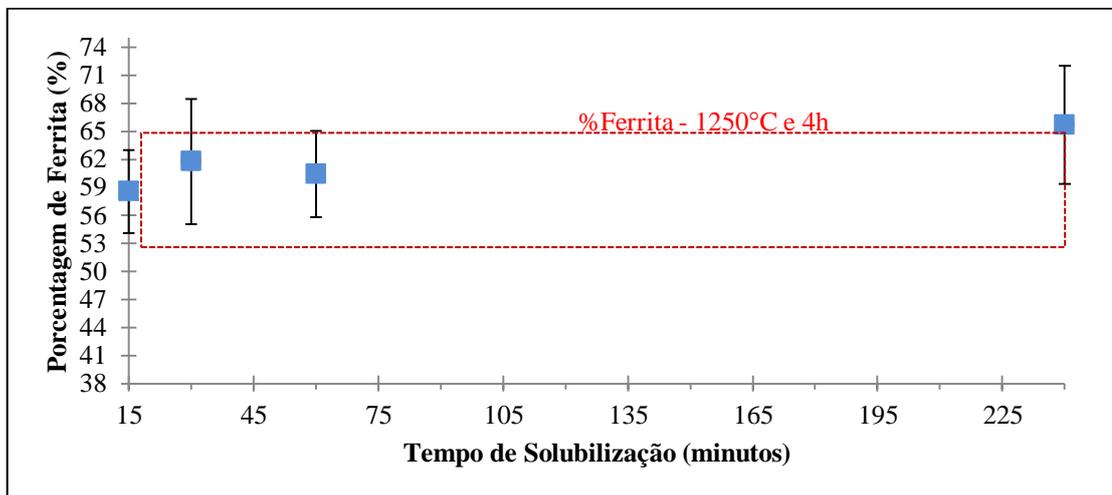


Gráfico 19 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1150°C em tempos de 15 min a 4 h

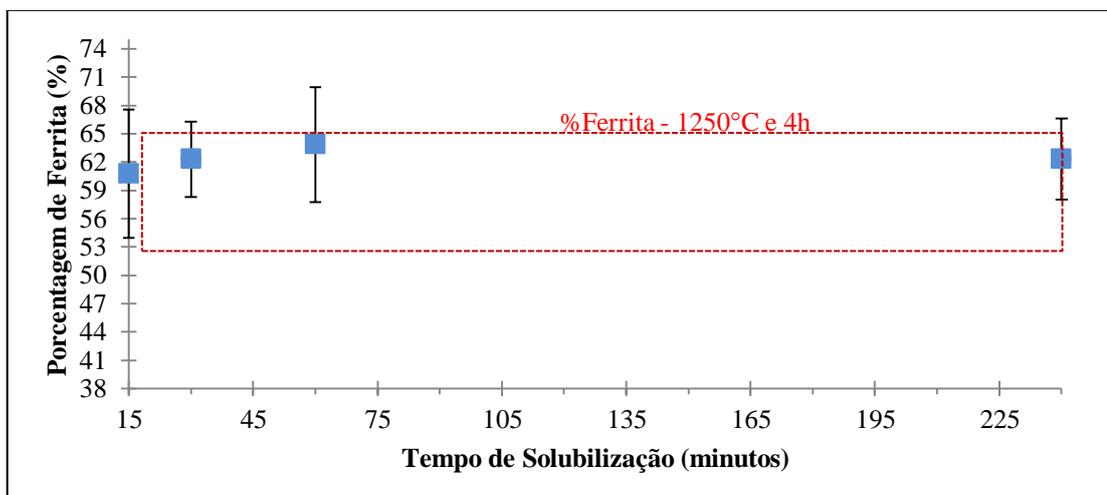


Gráfico 20 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1175°C em tempos de 15 min a 4 h

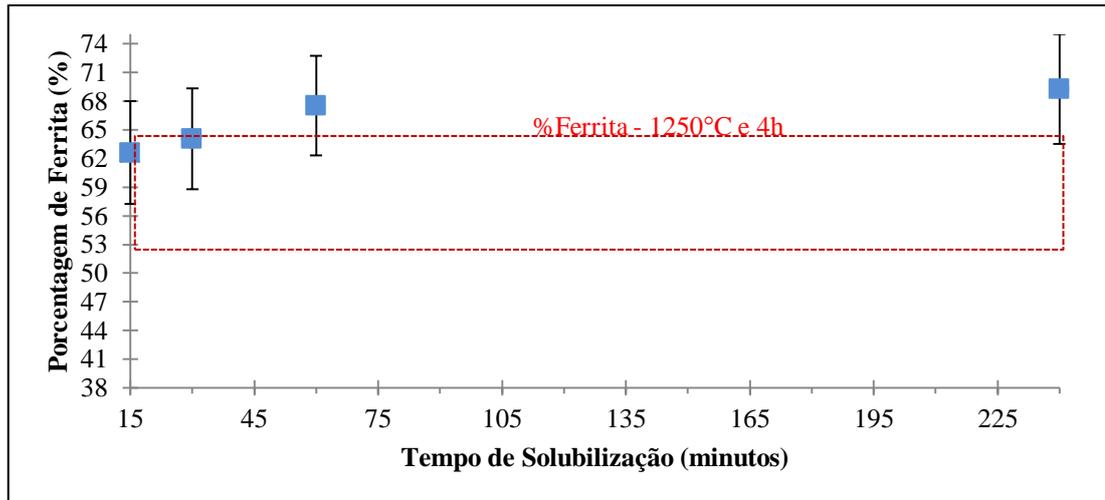


Gráfico 21 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1200°C em tempos de 15 min a 4 h; Aumento de 200x

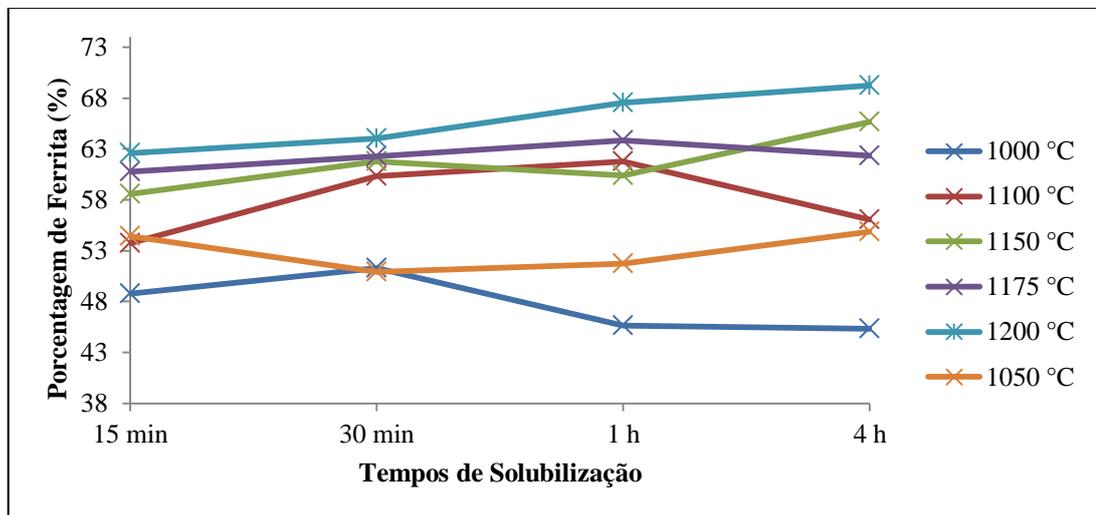


Gráfico 22 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 15 min a 4 horas em temperaturas de 1000 °C a 1250 °C

Pela análise gráfica observa-se que, como esperado pela teoria, há uma tendência a maiores frações volumétricas da fase ferrita em temperaturas elevadas, as quais teriam seu maior valor encontrado na amostra solubilizada por mais tempo e na maior temperatura, ou seja, na amostra solubilizada a 1250°C por 4 horas, que apresentou uma porcentagem volumétrica de 57,45% de ferrita com um desvio padrão de 6,5, ou seja, ao se considerar o desvio padrão, essa porcentagem volumétrica de ferrita a classifica como uma das amostras que possui uma das maiores frações volumétricas de ferrita, sendo contudo a maior fração a da amostra solubilizada a 1200°C por 4h (67,53% de ferrita e desvio padrão de 5,2).

Com o intuito de diminuir os desvios padrões encontrados nas amostras com maiores frações de ferrita (amostras solubilizadas a 1200 e 1250°C), realizou-se novamente a estereologia quantitativa, porém com uma maior área de abrangência, ou seja, utilizou-se aumento de 100

vezes, e coletando-se os mesmos 20 campos através do microscópio LEICA DMLM. Desse modo, para uma posterior comparação com os resultados obtidos com 200 de aumento, traça-se o Gráfico 23 para a mesma temperatura de solubilização (1200°C) para diferentes tempos de forno (15 min a 4 h).

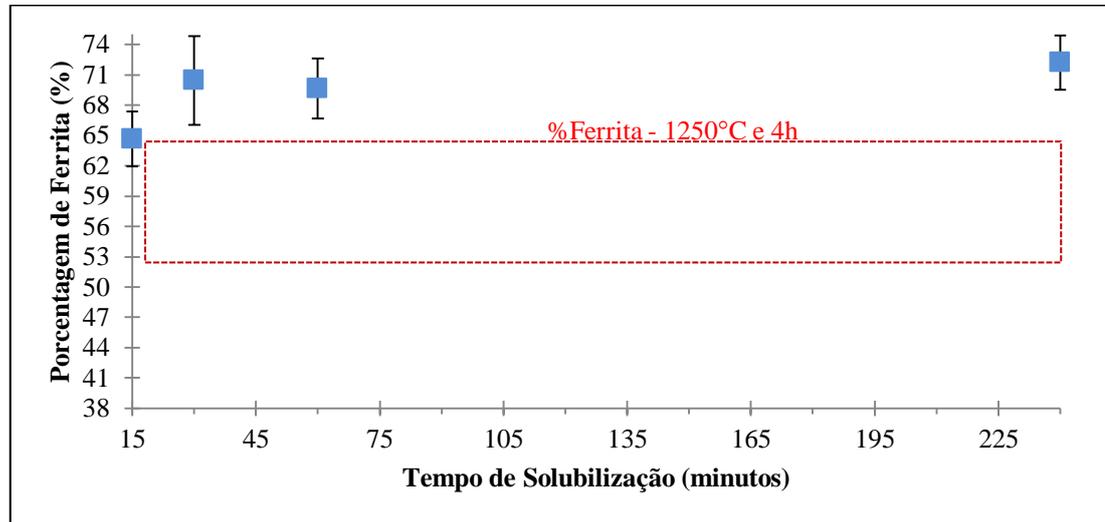


Gráfico 23 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1200°C em tempos de 15 min a 4 h; Aumento de 100x

4.3 Microdurezas Global e de Fase – Microdurômetro

Microdureza Global

Dos resultados de durezas globais obtidos por meio do Microdurômetro, traçou-se, para os mesmos tempo de solubilização, gráficos de 24 a 27 com valores de durezas em função das temperaturas e gráficos de 28 a 33 de dureza em função do tempo de solubilização. Nota-se que, a partir da análise gráfica, como previsto pela revisão teórica, maiores durezas são obtidas para amostras solubilizadas em maiores tempos e/ou temperaturas, bem como uma variação, para menor, de valores de dureza para microestruturas com menores tempos e temperatura de forno, ou seja, durezas mais elevadas são observadas em amostras onde se encontra uma provável maior quantidade de ferrita na microestrutura.

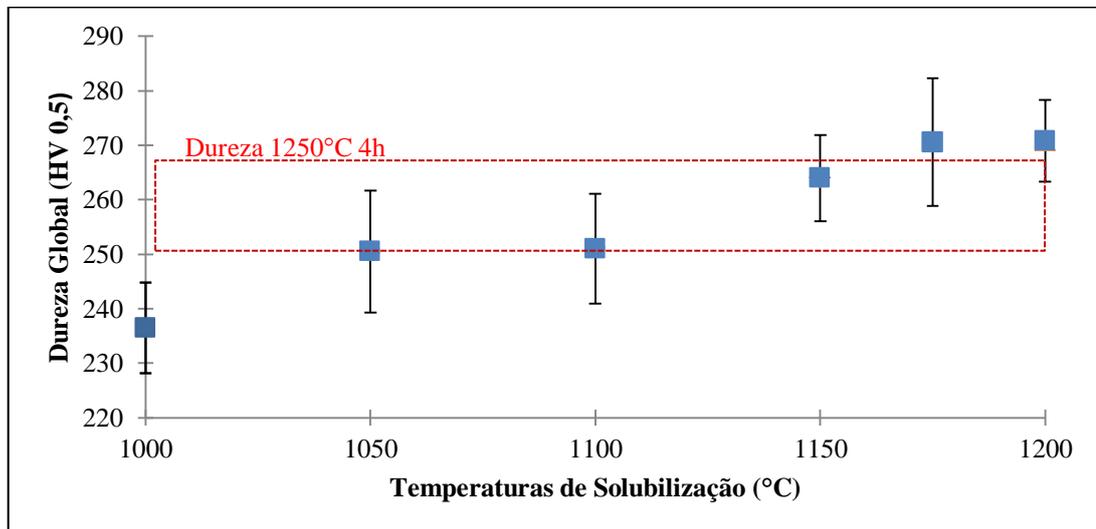


Gráfico 24 - Durezas Global SAF 2205 Solubilizado por 15 min em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

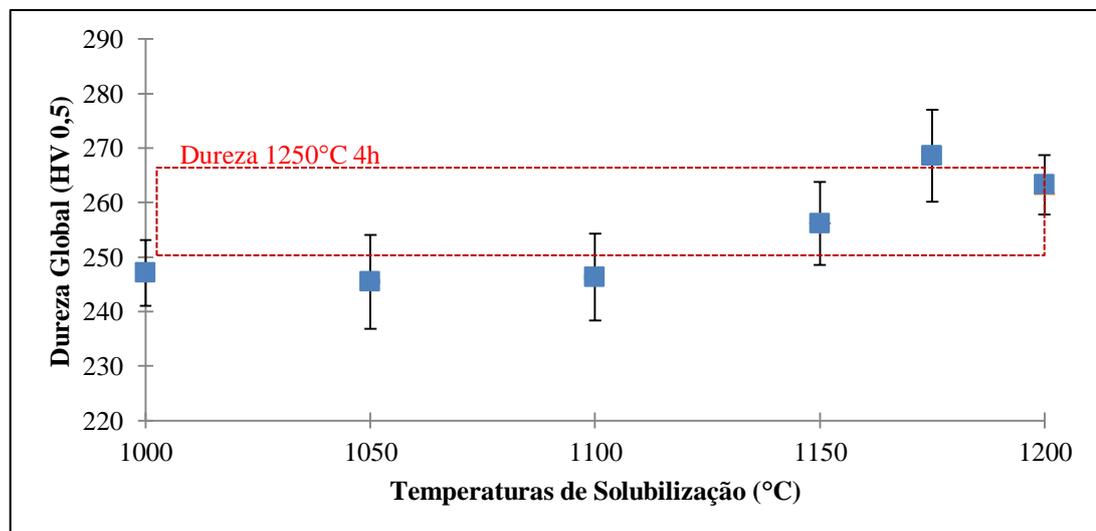


Gráfico 25 - Durezas Global SAF 2205 Solubilizado por 30 min em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

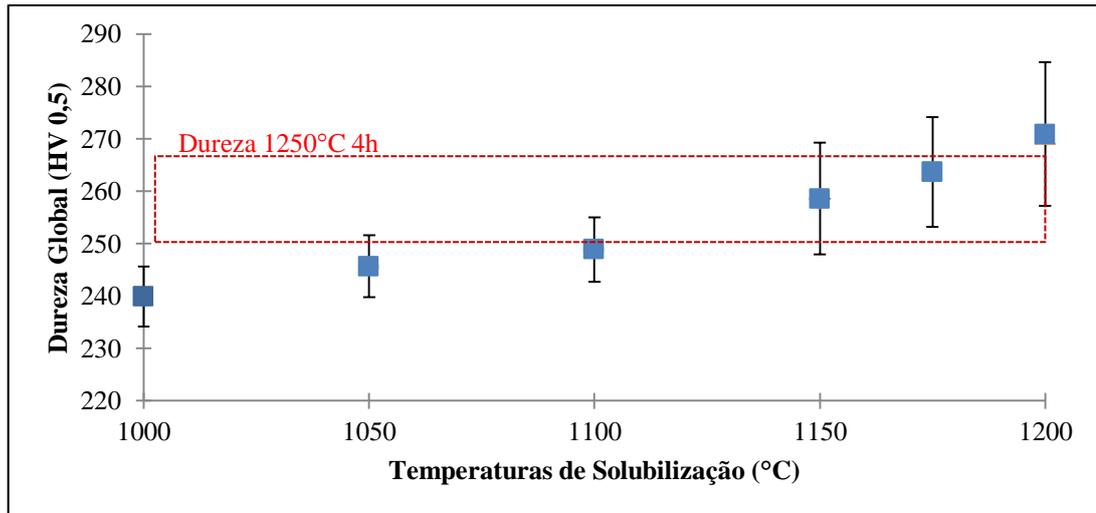


Gráfico 26 - Durezas Global SAF 2205 Solubilizado por 1 hora em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

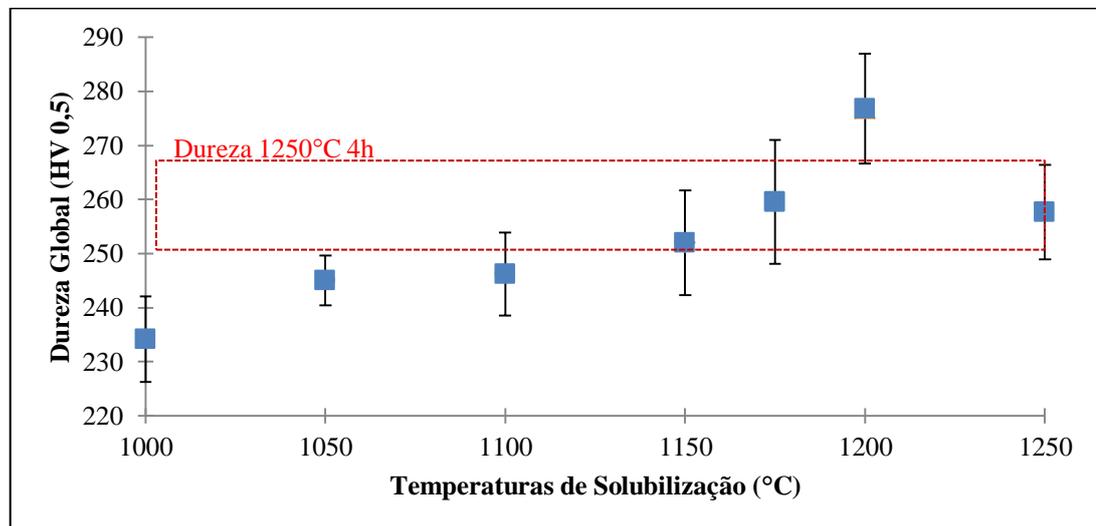


Gráfico 27 - Durezas Global SAF 2205 Solubilizado por 1 hora em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

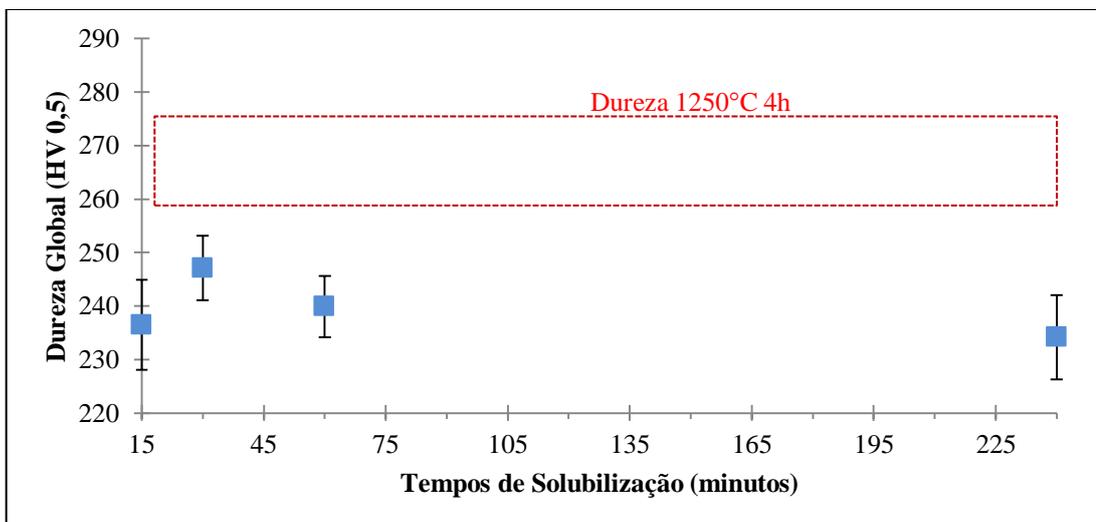


Gráfico 28 - Durezas Global SAF 2205 Solubilizado a 1000°C hora em tempos de 15 min a 4 h

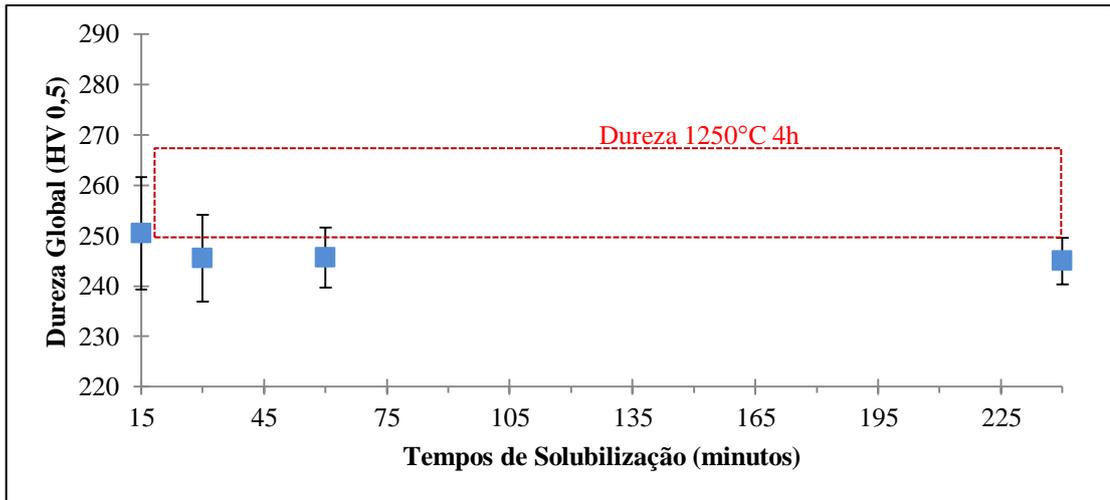


Gráfico 29 - Durezas Global SAF 2205 Solubilizado a 1050°C hora em tempos de 15 min a 4 h

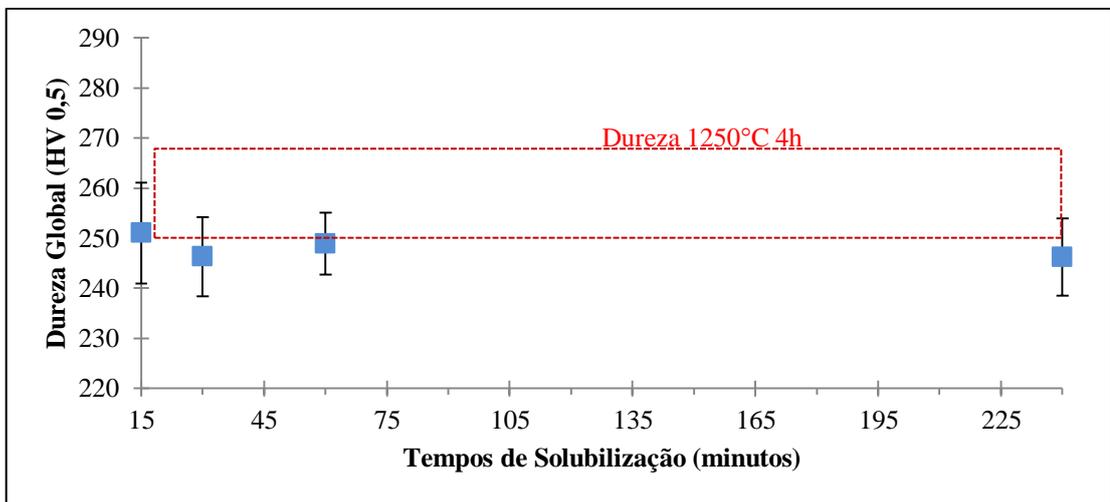


Gráfico 30 - Durezas Global SAF 2205 Solubilizado a 1100°C hora em tempos de 15 min a 4 h

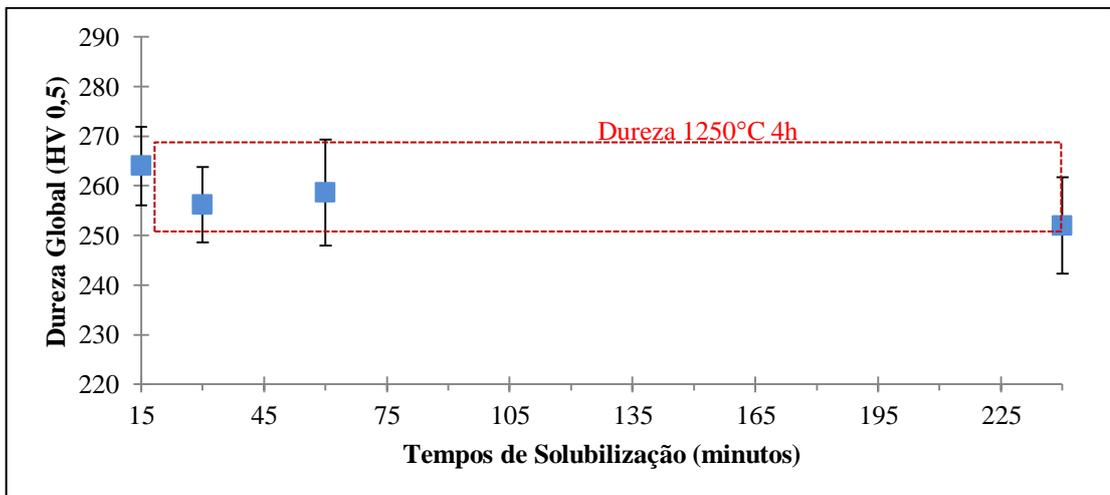


Gráfico 31 - Durezas Global SAF 2205 Solubilizado a 1150°C hora em tempos de 15 min a 4 h

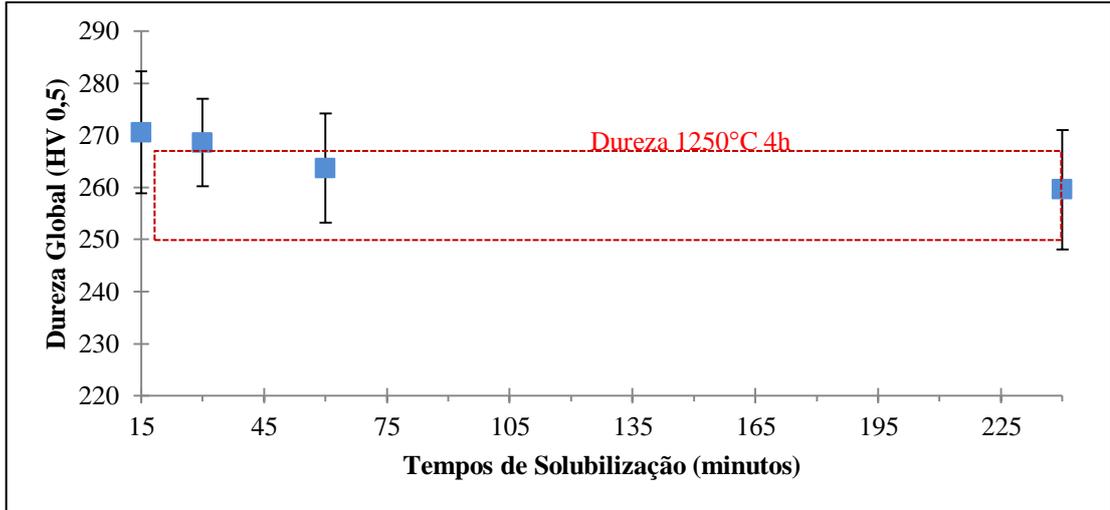


Gráfico 32 - Durezas Global SAF 2205 Solubilizado a 1175°C hora em tempos de 15 min a 4 h

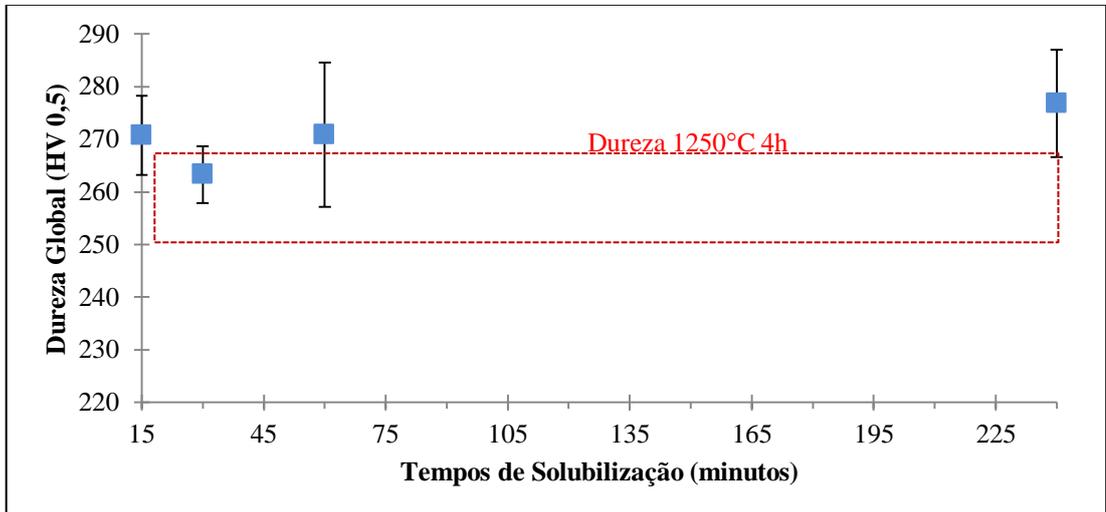


Gráfico 33 - Durezas Global SAF 2205 Solubilizado a 1200°C hora em tempos de 15 min a 4 h

Microdureza de Fase

Além da dureza global, medições de durezas das fases austenita e ferrita foram efetuadas. Com os dados obtidos traçou-se os gráficos 35 a 44, nos quais são exibidos valores de dureza da fase austenita e ferrita em função das temperaturas de solubilização (1000°C a 1250°C), nos quais toma-se novamente como base a amostra solubilizada a 1250°C por 4 horas.

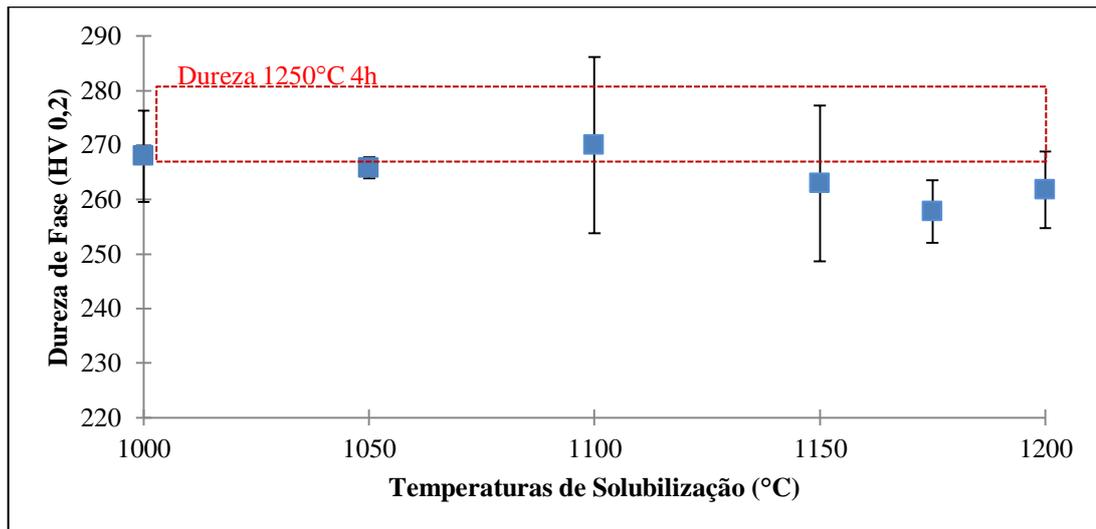


Gráfico 34 - Durezas da Fase Austenita SAF 2205 Solubilizado por 15 min em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

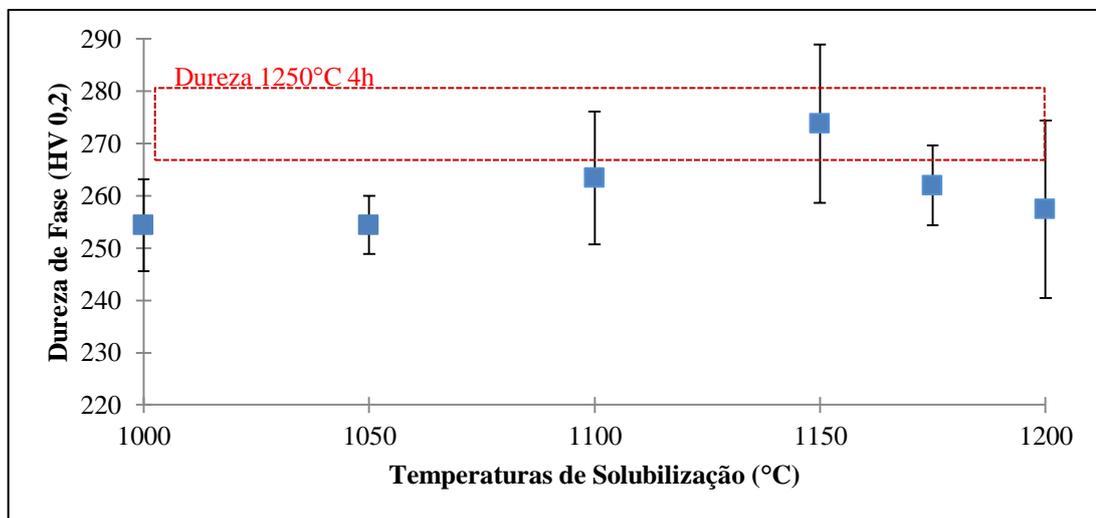


Gráfico 35 - Durezas da Fase Austenita SAF 2205 Solubilizado por 30 min em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

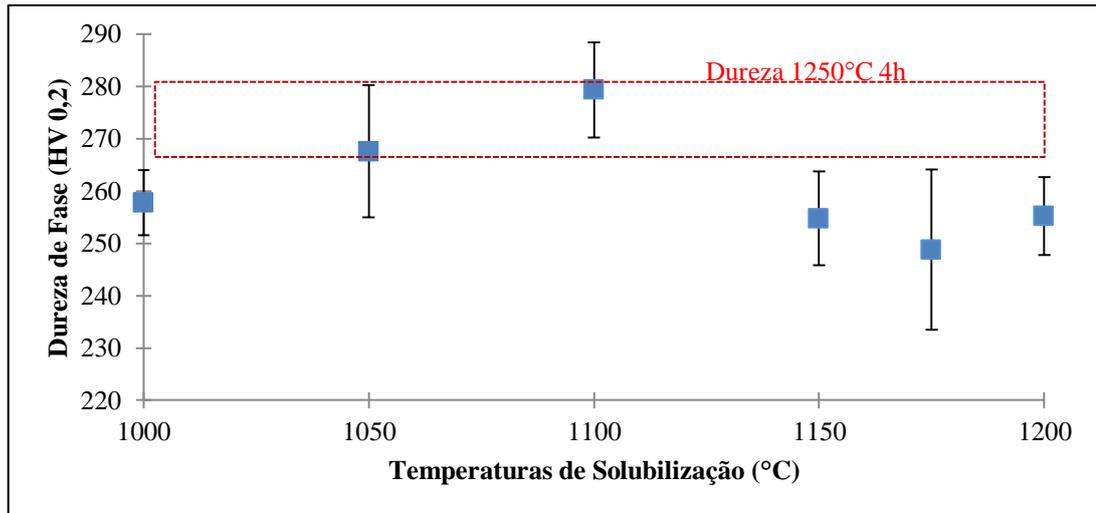


Gráfico 36 - Durezas da Fase Austenita SAF 2205 Solubilizado por 1 hora em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

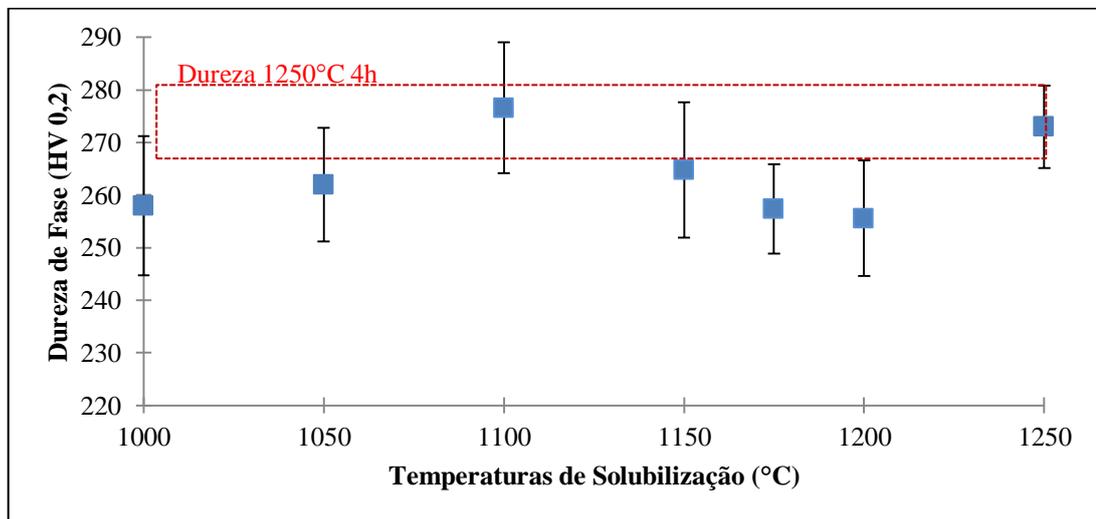


Gráfico 37 - Durezas da Fase Austenita SAF 2205 Solubilizado por 4 horas em temperaturas de 1000 °C a 1250 °C

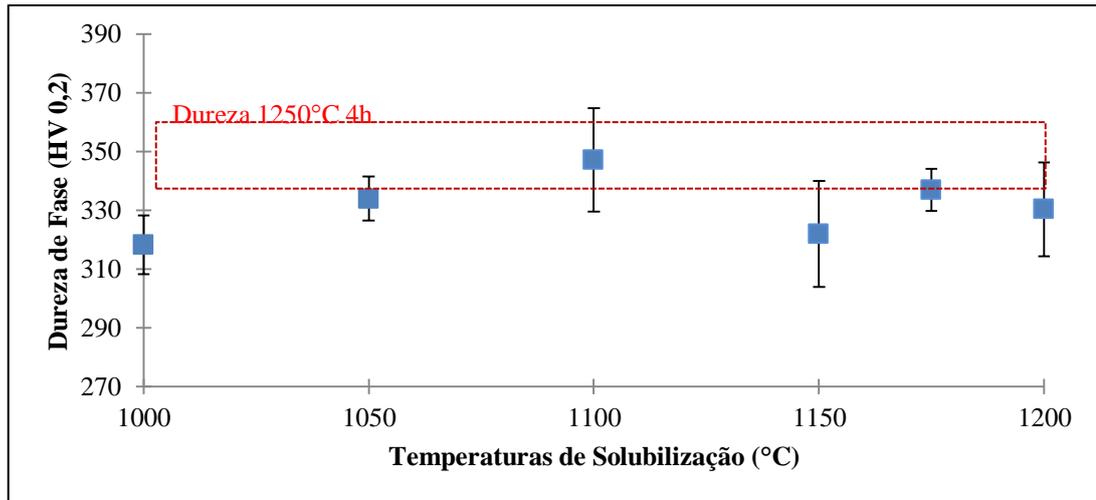


Gráfico 38 - Durezas da Fase Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 15 min em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

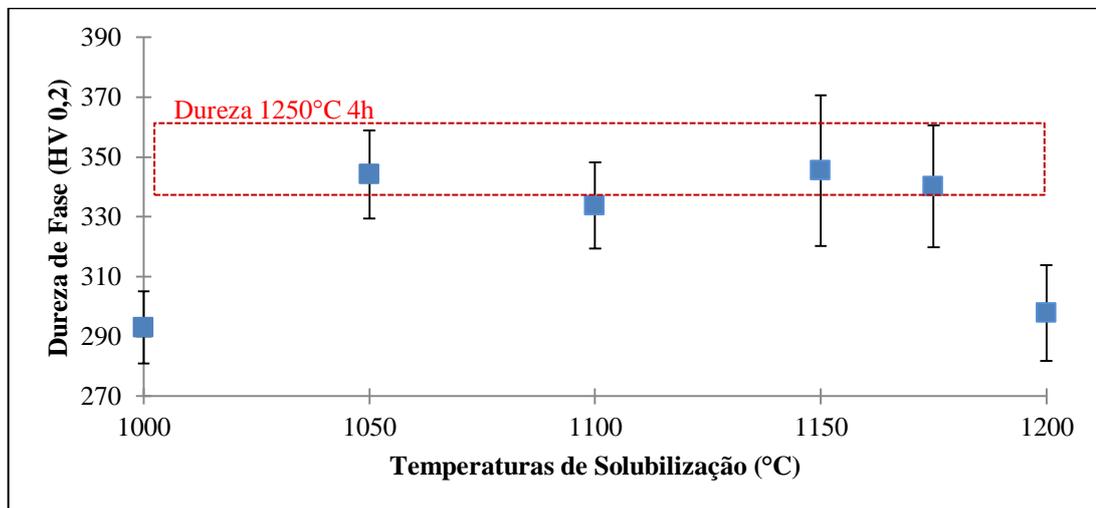


Gráfico 39 - Durezas da Fase Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 30 min em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

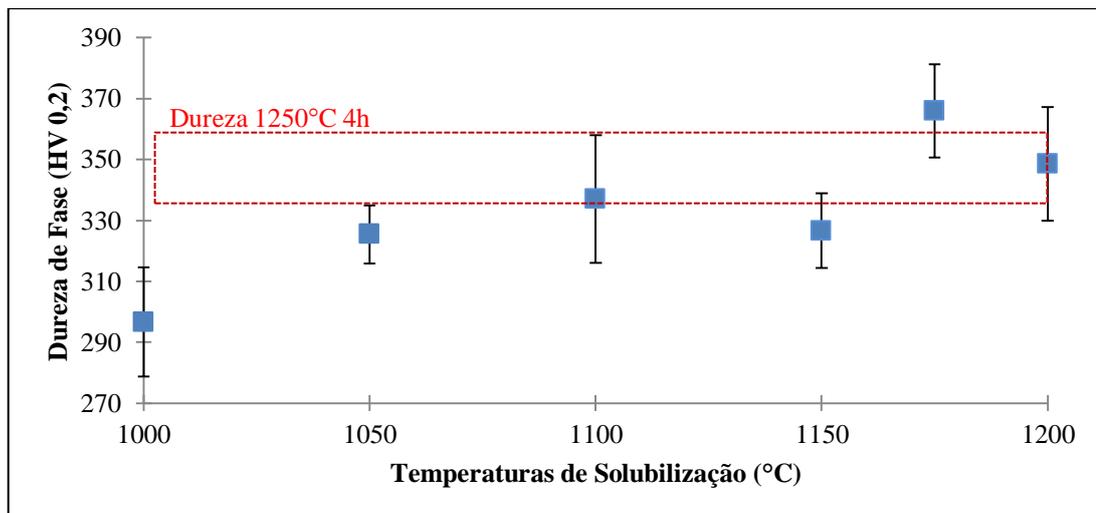


Gráfico 40 - Durezas da Fase Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 1 hora em temperaturas de 1000 °C a 1200 °C

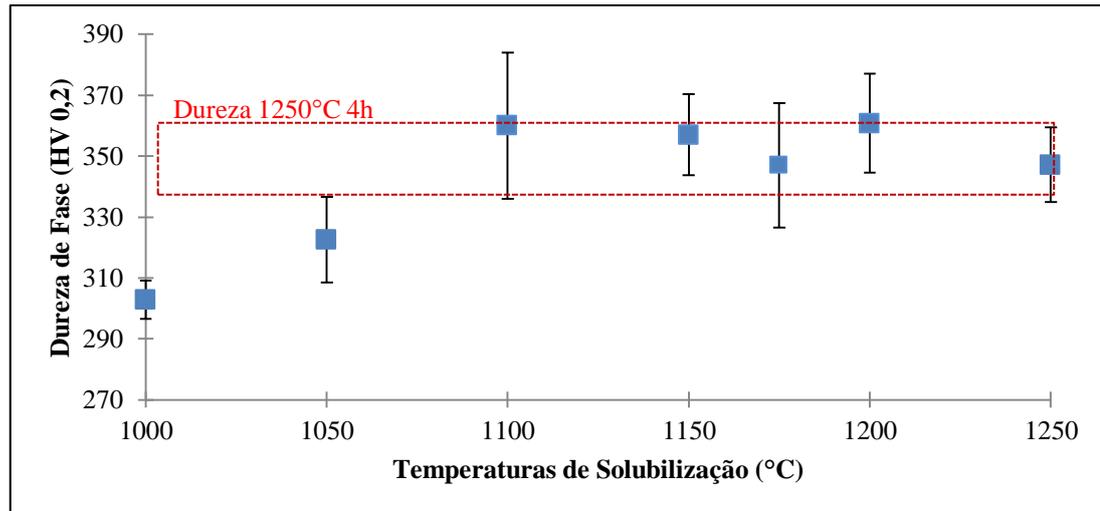


Gráfico 41 - Durezas da Fase Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 4 horas em temperaturas de 1000 °C a 1250 °C

Pela análise dos gráficos observa-se um comportamento constante dos valores de dureza das fases austenita e ferrita para diferentes temperaturas e tempos de solubilização; como o aço dúplex em estudo não sofreu nenhum tipo de solitação ou trabalho mecânico, conclui-se que essa tendência a valores constantes de durezas das fases é observada devido a uma possível ausência de mecanismos de endurecimento nas fases que não seja o de solução sólida.

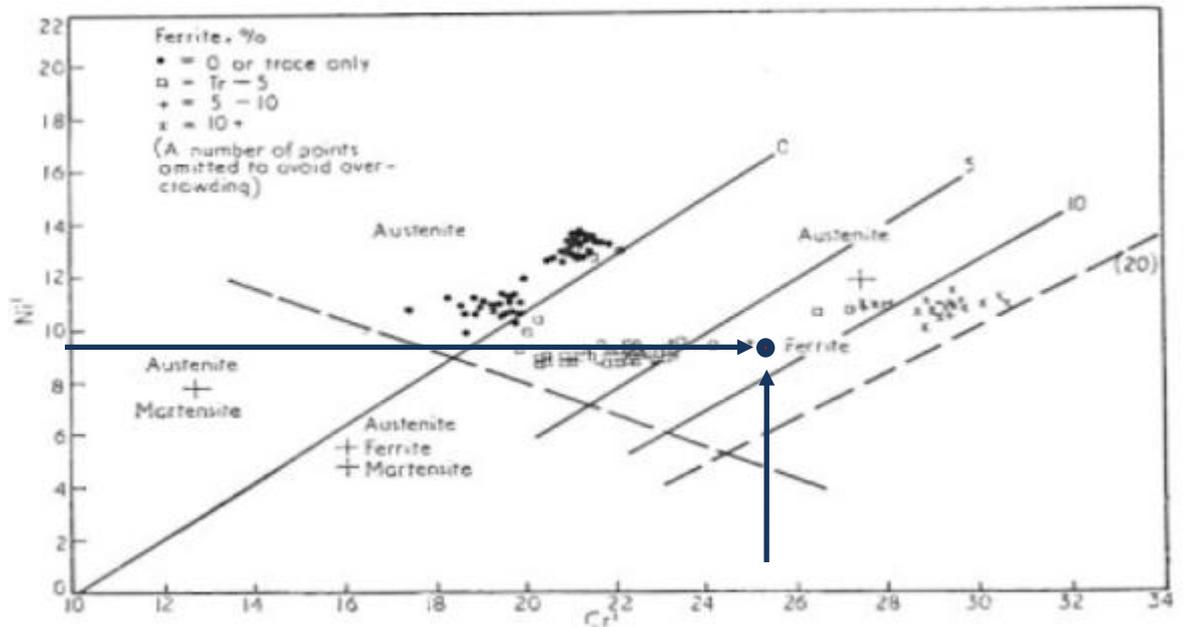
5 DISCUSSÃO DE RESULTADOS

Para análise das frações volumétricas esperadas e encontradas no aço inoxidável dúplex, parte-se das fórmulas propostas por Schaeffler e reformuladas por Pryce & Andrews (1960), que quantificam as eficiências de elementos em estabilizar a fase ferrita e austenita. Desse modo, calcula-se baseado na composição química:

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 3 \times \%Si + 4 \times \%Nb \quad Cr_{eq} = 26,6$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + 0,5 \times \%Mn + 21 \times \%C + 11,5 \times \%N \quad Ni_{eq} = 8,14$$

A partir das equivalências em Cr e Ni, determina-se, através do diagramas de Pryce & Andrews, a porcentagem de ferrita prevista.



Observa-se, através do diagrama que a estrutura esperada de um aço dúplex trabalhado a 1150°C é composta pelas fases ferrita e austenita, com o valor de 10 a 20% de fração volumétrica de ferrita, porém, através do ferritoscópio e da estereologia quantitativa, obteve-se, no presente trabalho, valores entre 50 e 60% de ferrita. Assim, pode-se concluir que o diagrama não aponta com exatidão as frações volumétricas das mesmas.

No projeto usou-se a amostra solubilizada a 1250°C por 4h como a amostra base, a qual, ao se basear na revisão bibliográfica, apresentaria a maior fração volumétrica da fase ferrita; desse modo, apesar dos dados obtidos se comportarem conforme esperado pela teoria, ou seja, observa-se um aumento da quantidade de austenita conforme se diminui a temperatura e se

aumenta o tempo de solubilização, houve falhas nas amarras das amostras na solubilização inicial (1250°C por 4h), fazendo com que tanto pelo ferritoscópio FISCHER, quanto pela estereologia quantitativa por meio do microscópio LEICA DMLM, a maior fração volumétrica não fosse encontrada na amostra base, mas sim na amostra solubilizada a 1200°C pelo tempo de 4h (Tabela 3).

Tabela 3 – % de Ferrita SAF 2205 Solubilizado por 4 horas em temperaturas de 1200 °C e 1250 °C

Porcentagem de Ferrita (%)		
	1200 °C/4h	1250 °C/4h
Ferritoscópio	52,96 ± 1,66	50,17 ± 0,78
Estereologia Quantitativa	69,26 ± 5,74	57,45 ± 6,5

Para efeito de visualização das amostras em estudo, partiu-se para a análise da microestrutura dos corpos-de-prova. Ao analisarem-se as imagens obtidas a partir do microscópio LEICA DMLM, conclui-se que a austenita apresenta aspectos diferentes conforme se varia os tempos e/ou temperaturas de solubilização, o que se observa na amostra solubilizada a 1250° por 4h, por possuir uma morfologia distinta da fase austenita observada nas amostras solubilizadas a 1200°C para este mesmo tempo; esta diferente forma pode estar relacionada com as falhas das amarras durante o tratamento térmico da amostra base, que provocou um resfriamento brusco ao se retirar as amostras individualmente do forno. Estas amostras, baseado na teoria, possuem esse aspecto diferente por se caracterizarem como estruturas de Widmanttätten, que é a forma de austenita nucleada no interior da matriz ferrítica e se caracteriza por possuir formas de “agulhas”. Já nas amostras posteriormente solubilizadas, observa-se, predominantemente, nucleação da austenita nos contornos ferrita-ferrita ou crescimento da austenita pré-existente.

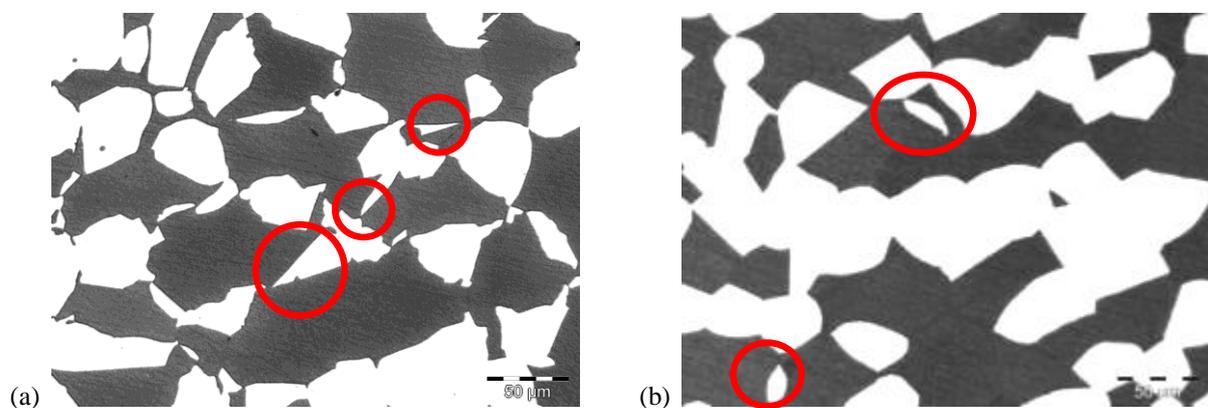


Figura 39 - Microestrutura SAF 2205 Solubilizado a (a) 1250 °C por 4h com ataque de Behara; (b) 1250 °C por 4h com ataque de Behara

Nota-se também que a partir da análise dos gráficos 44 a 49 há diferenças dos valores de porcentagem volumétrica de ferrita medidos por meio do ferritoscópico e por estereologia quantitativa, diferenças que são mais acentuadas em maiores frações volumétricas de ferrita. Como exemplo pode-se observar a porcentagem de ferrita da amostra solubilizada a 1200°C por 4 horas, quantificada através do ferritoscópico a quantidade obtida é de 52,96% com desvio padrão de 1,66% e, a partir da estereologia quantitativa, chegou-se ao valor de 69,26% e desvio padrão de 5,74%; apesar de ambos os métodos possuírem as mesmas tendências (maiores porcentagens de ferrita para maiores temperaturas e tempos de solubilização), conclui-se que há inexatidão do ferritoscópico em medir altas frações volumétricas da fase ferrita; deste modo, a comparação dos métodos mostra que não é possível determinar com exatidão a fração volumétrica da ferrita.

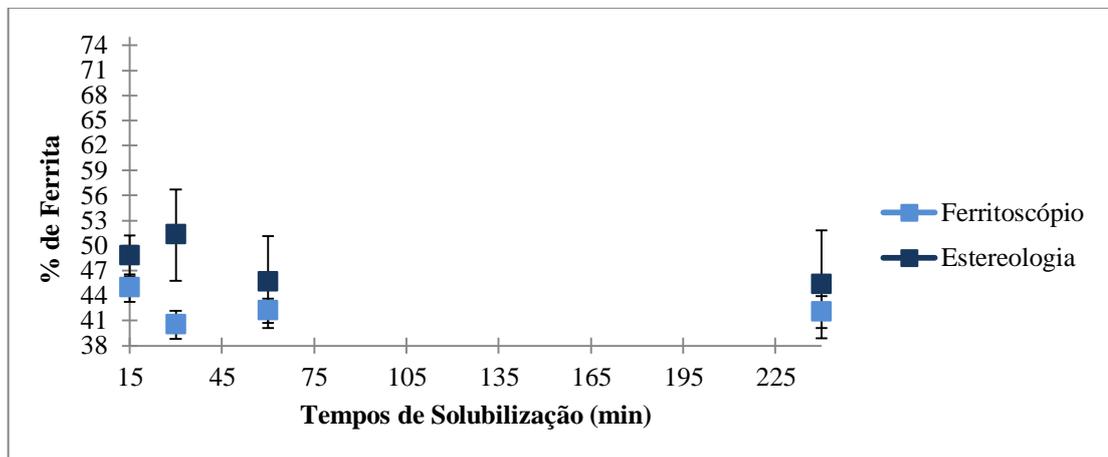


Gráfico 42 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1000°C em tempos de 15 min a 4 h

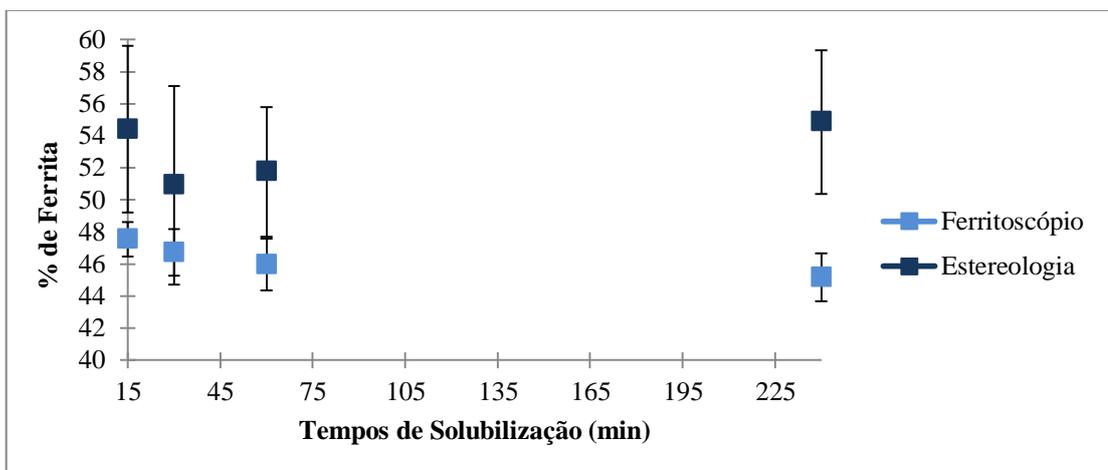


Gráfico 43 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1050°C em tempos de 15 min a 4 h

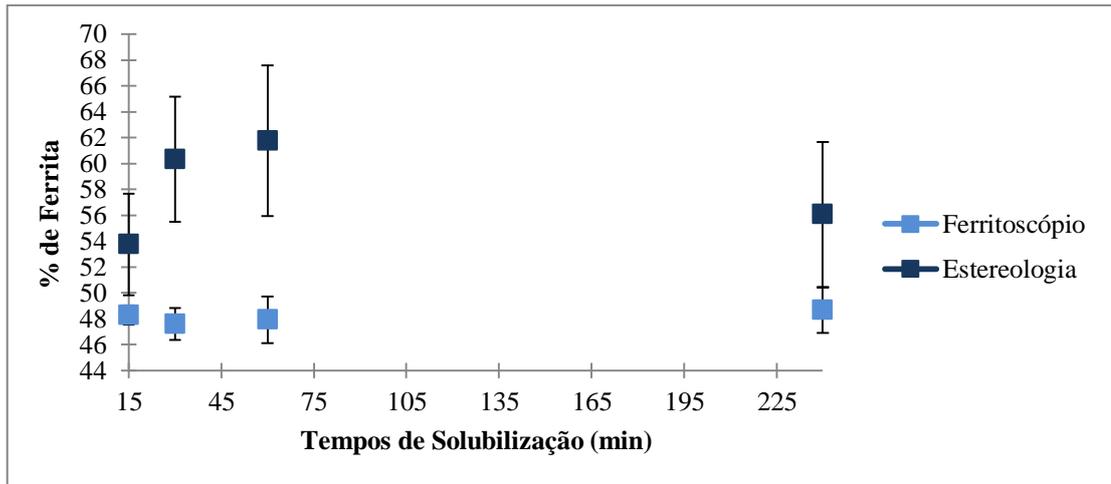


Gráfico 44 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1100°C em tempos de 15 min a 4 h

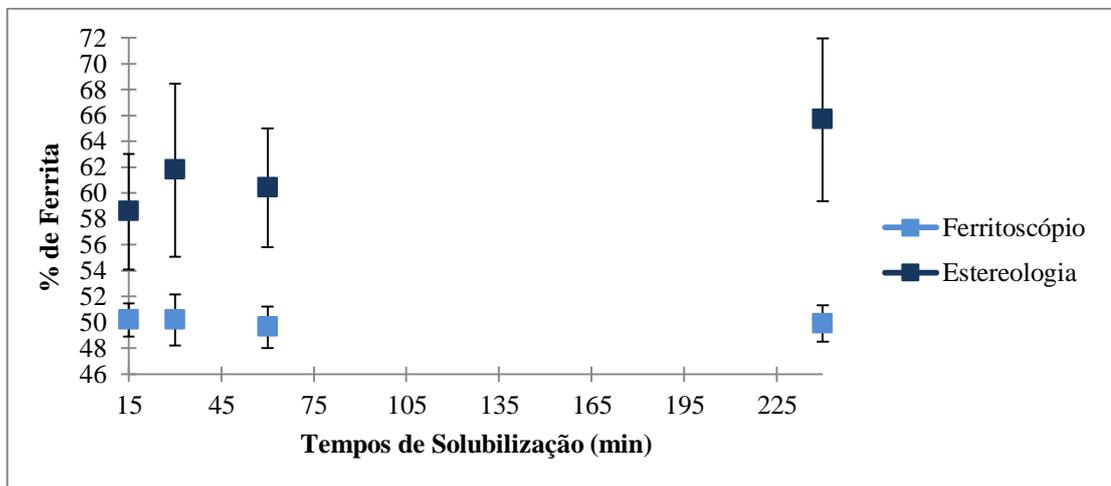


Gráfico 45 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1150°C em tempos de 15 min a 4 h

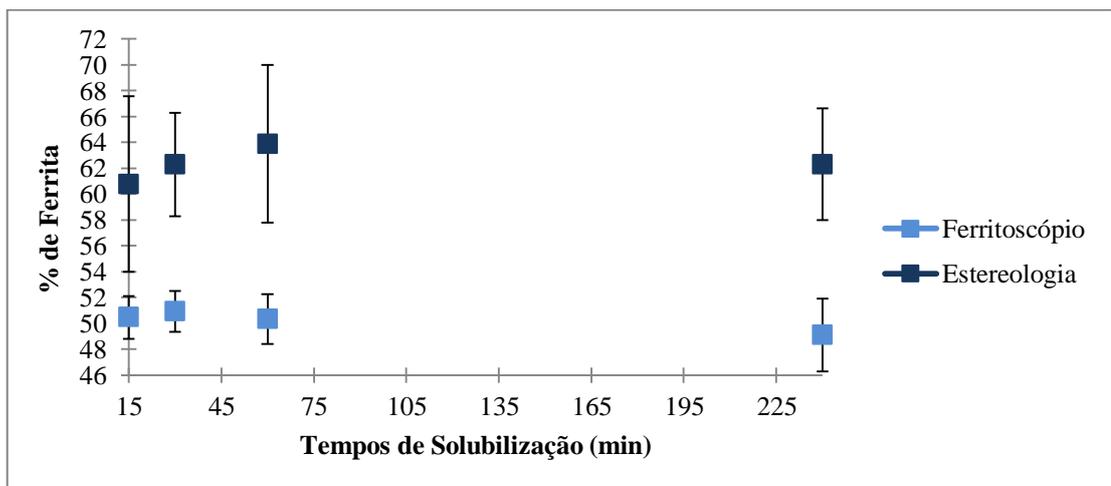


Gráfico 46 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1175°C em tempos de 15 min a 4 h

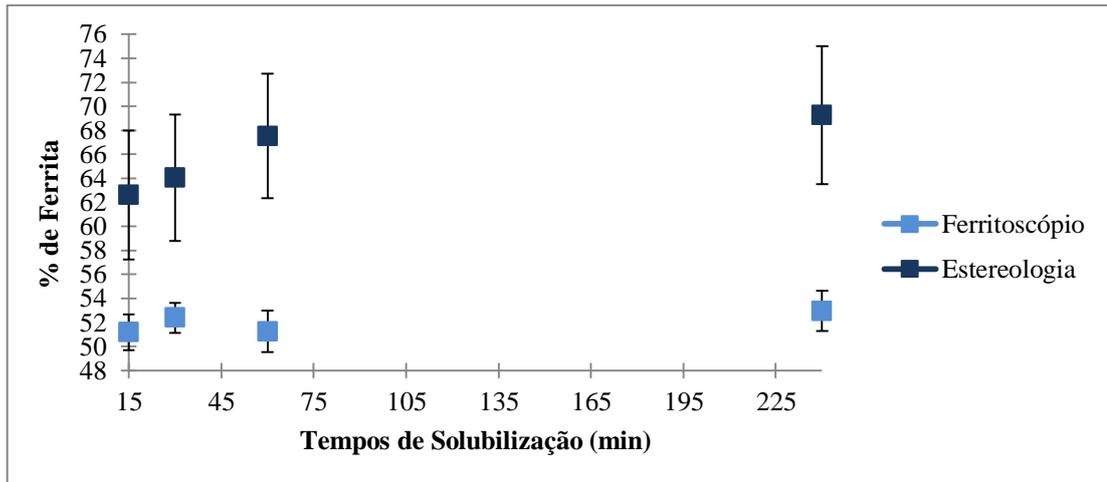


Gráfico 47 - % de Ferrita SAF 2205 Solubilizada a 1200°C em tempos de 15 min a 4 h

Das durezas globais obtidas, observa-se que há tendências a uma linearidade nas relações durezas em função das porcentagens de ferrita (medidas por meio da estereologia quantitativa) para diferentes tempos e temperaturas de solubilização (exibidas nos Gráficos 50 a 53), ou seja, para maiores frações volumétricas da fase ferrita, observada em maiores temperaturas de forno, encontra-se elevados valores de durezas globais. Como exibido no Gráfico 53 e baseado na afirmação anterior, obteve-se da amostra base (solubilizada a 1250°C por 4 horas) o valor de dureza global de 257,7 HV com desvio padrão de 8,76, contra 276,8 HV, com desvio padrão de 10,20, medido na amostra solubilizada a 1200°C por 4 horas o que conflitaria com a teoria, porém, como já explicado, houve defeitos das amarras das amostras na solubilização daquela amostra, o que, devido ao resfriamento não uniforme, causou a queda da quantidade de ferrita neste corpo de prova, causando a não linearidade.

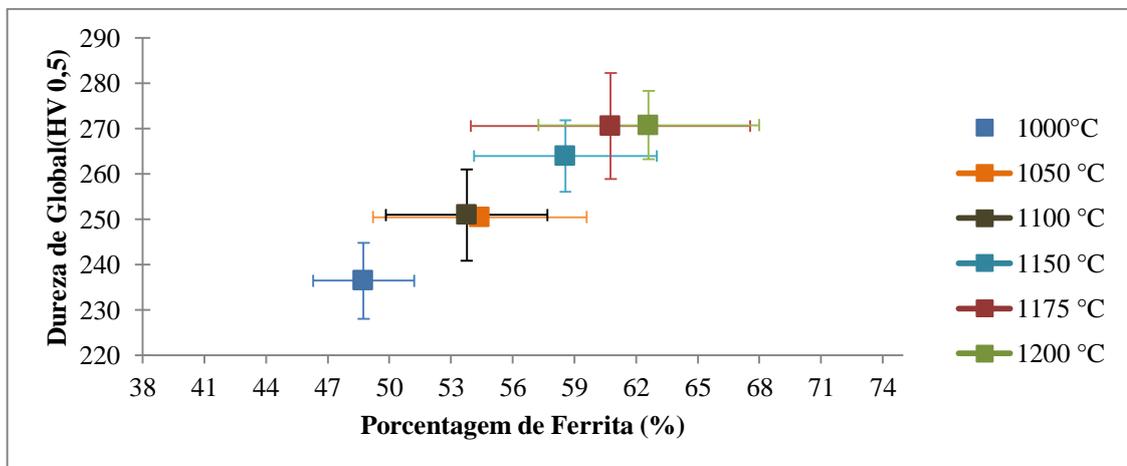


Gráfico 48 – Dureza Global em função da % de Ferrita medida por Estereologia Quantitativa do SAF 2205 Solubilizado por 15 min em temperaturas de 1000 a 1200 °C

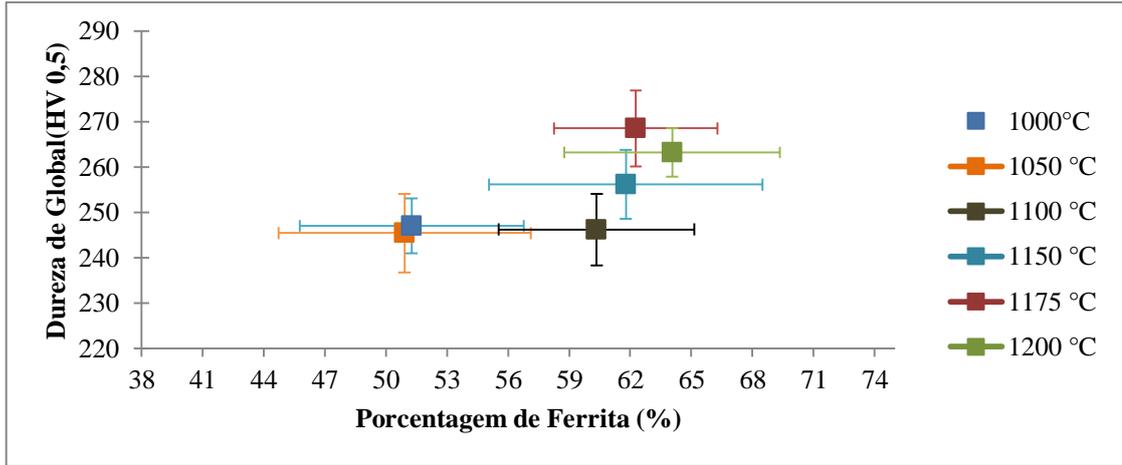


Gráfico 49 - Dureza Global em função da % de Ferrita medida por Estereologia Quantitativa do SAF 2205 Solubilizado por 30 min em temperaturas de 1000 a 1200 °C

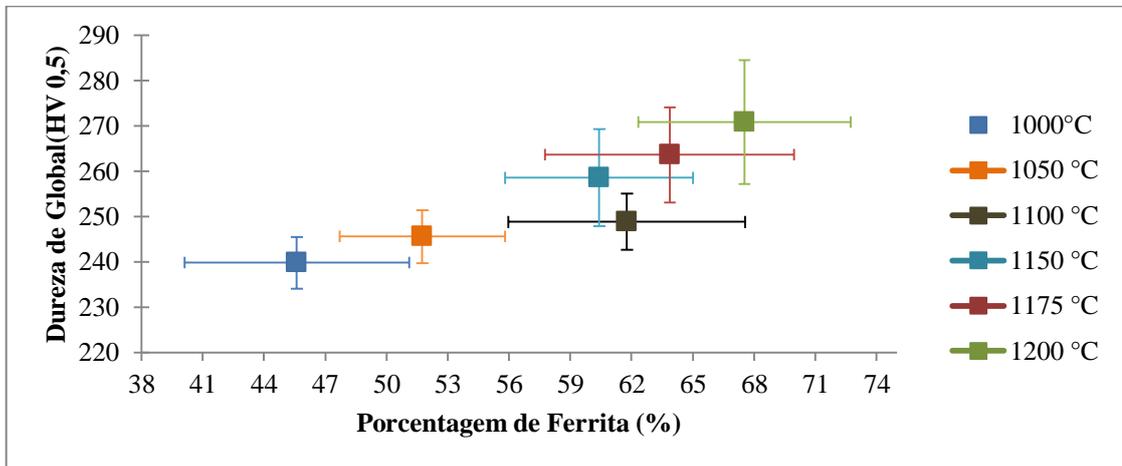


Gráfico 50 - Dureza Global em função da % de Ferrita medida por Estereologia Quantitativa do SAF 2205 Solubilizado por 1h em temperaturas de 1000 a 1200 °C

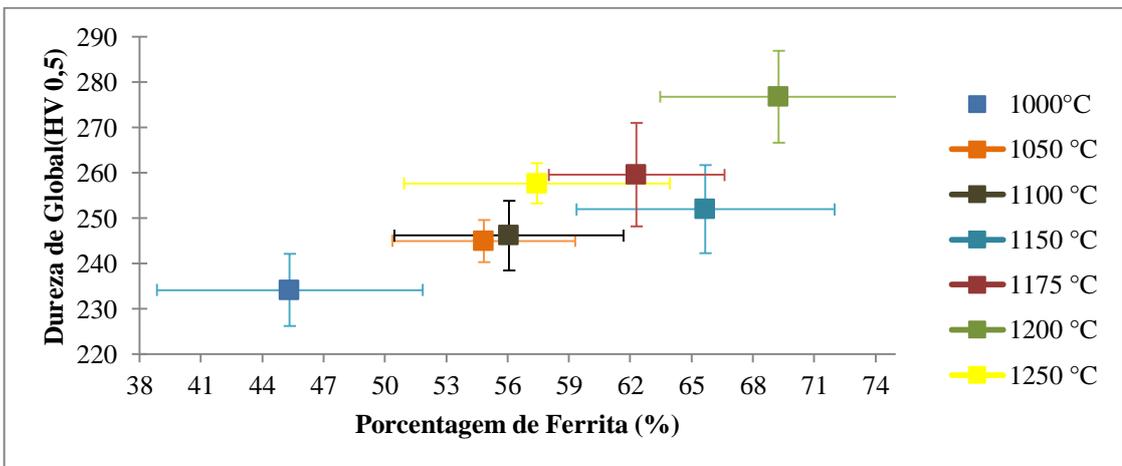


Gráfico 51 - Dureza Global em função da % de Ferrita medida por Estereologia Quantitativa do SAF 2205 Solubilizado por 4h em temperaturas de 1000 a 1250 °C

Em relação à quantificação de durezas de fase, observa-se, pela análise dos gráficos 34 a 41, valores praticamente constantes das fases austenita e ferrita, sendo que, como afirmado pela revisão bibliográfica, maiores valores são quantificados na fase ferrita.

Para ambas as fases presentes na microestrutura dúplex em estudo não se observam variação dos valores de dureza de fase pelos mecanismos de redução do tamanho de grão ou por de partículas finamente dispersas, pelo fato das medidas de durezas de fase serem pontuais e somente em uma fase (austenita ou ferrita). Desse modo, os mecanismos possíveis seriam o de solução sólida e de encruamento, entretanto este último mecanismo não é observado pois as amostras não sofreram trabalho mecânico; assim, o único possível mecanismo de endurecimento que atuaria nas amostras em estudo seria o de solução sólida, o qual atuaria na austenita como solução intersticial e na ferrita como solução substitucional, portanto, como o valor da dureza é praticamente constante, pode-se concluir que não devem existir diferenças significativas nas composições químicas das duas fases.

6 CONCLUSÕES

Ao final do projeto, constatou-se que um aço inoxidável dúplex do tipo UNS 31803 solubilizado em diferentes tempos e em temperaturas de 1000 a 1250°C apresenta em sua microestrutura duas fases distintas (austenita e ferrita), as quais, conforme as quantidades presentes, determinam as propriedades desses tipos de aços. Desse modo, pode-se concluir que:

- Pelo fato da austenita se precipitar neste tipo de aço a partir da fase ferrita, observa-se diferentes tipos de morfologia desta fase, que são obtidas de acordo com os diferentes tempos e temperatura de forno como a estrutura de Widmantstätten para amostras solubilizadas por menores temperaturas;
- Devido à utilização de dois métodos distintos, ferritoscópico e estereologia quantitativa, conclui-se que não se pode obter com exatidão a porcentagem de ferrita presente na microestrutura deste tipo de aço, pois os métodos utilizados se baseiam em diferentes técnicas para determinação da fração de ferrita;
- Em relação à quantificação da dureza global conclui-se que, para maiores frações de ferrita, maiores valores são observados e uma conseqüente maior resistência mecânica é obtida;
- Quanto à dureza de fase, diferentemente da dureza global, não se observou grandes variações nos valores obtidos, concluindo-se, desse modo, que o aumento da dureza global deve-se apenas ao aumento da fração volumétrica da fase mais dura, a ferrita.

REFERÊNCIAS

1. CAMPOS, M. et al. **Study of the interfaces between austenite and ferrite grains in P/M duplex stainless steels**. Spain: Elsevier, 2003 7 p.
2. BRITISH STAINLESS STEEL ASSOCIATION: [Sem Título]. 2 Fotos. Disponível em: <<http://www.bssa.org.uk/topics.php?article=121>>. Acesso em: 3 de jul. 2010.
3. CHIAVERINI, Vicente. **Aços e ferros fundidos**. 7.ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2002
4. LO, K.H.; SHEK, C.H.; LAI J.K.L. **Recent developments in stainless steels**. China: Elsevier, 2009 p. 39-104
5. LOPES, J.T.B. **Influência da Presença de Fases Frágeis e da Temperatura nas Propriedades...** 2006. 155 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Unicamp, Campinas.
6. 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.
7. FLOREEN, S. HAYDEN, H.W. **The Influence of Austenite e Ferrite on the Mechanical Properties of Two-Phase Stainless Steels...** Trans ASM, 1968 p. 489-499.
8. PINTO, T.B. **Comportamento mecânico de uma aço inoxidável duplex do tipo 2205...** 2001, 180 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – UNICAMP, Campinas, 2001.
9. TEÓFILO, J. **Influência da Presença de Fases Frágeis e da Temperatura nas Propriedades de Propagação de Trinca por Fadiga do Aço Inoxidável Duplex UNS S31803**. 2006, 155 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – UNICAMP, Campinas, 2006.
10. GUNN, R. N. **“Duplex Stainless steel: Microstructures, Properties and Applications”**, Abington, 1º edition, 1997.

13. MAEHARA, Y. **High strain rate super plasticity of a 25 wt pct Cr-7 wt pct Ni-3 wt pct Mo-0.14 wt pct N duplex stainless steel.** Metallurgical and Materials Transactions A, v.22A, p.1083-1091, 1991.