

2.7-Cinética de precipitação no aço SAF 2205.

A precipitação de fases ricas em elementos ferritizantes a partir da ferrita, como cromo e molibdênio, levam à desestabilização da mesma, havendo assim transformação do restante da matriz ferrítica original em austenita secundária ou nova. Um desses eventos é a precipitação dos intermetálicos ricos em cromo e molibdênio, basicamente chi e sigma, propiciados pela presença de carbonetos (**NILSON, 1992; WAGNER e ZWILLING, 1984**).

A presença de cobre na liga U50, não existente no aço SAF 2205, provoca aumento na cinética de precipitação de fase sigma (“... *Copper ... contributes to sigma-phase embrittlement.*”) segundo **POTGIETER e outros (1991)**, além de promover endurecimento por precipitação de partículas de cobre (**SOLOMON e DEVINE, 1982**). Assim, para o aço SAF 2205, é de se esperar que a precipitação de sigma inicie em tempos maiores que 2 minutos a aproximadamente 900°C, como mostra o diagrama TTP da figura 2.6. Efeito contrário apresenta o tungstênio, que adicionado em teores de 1 a 3% suprimem a precipitação de fase sigma (**KONDO et alli, 1993**).

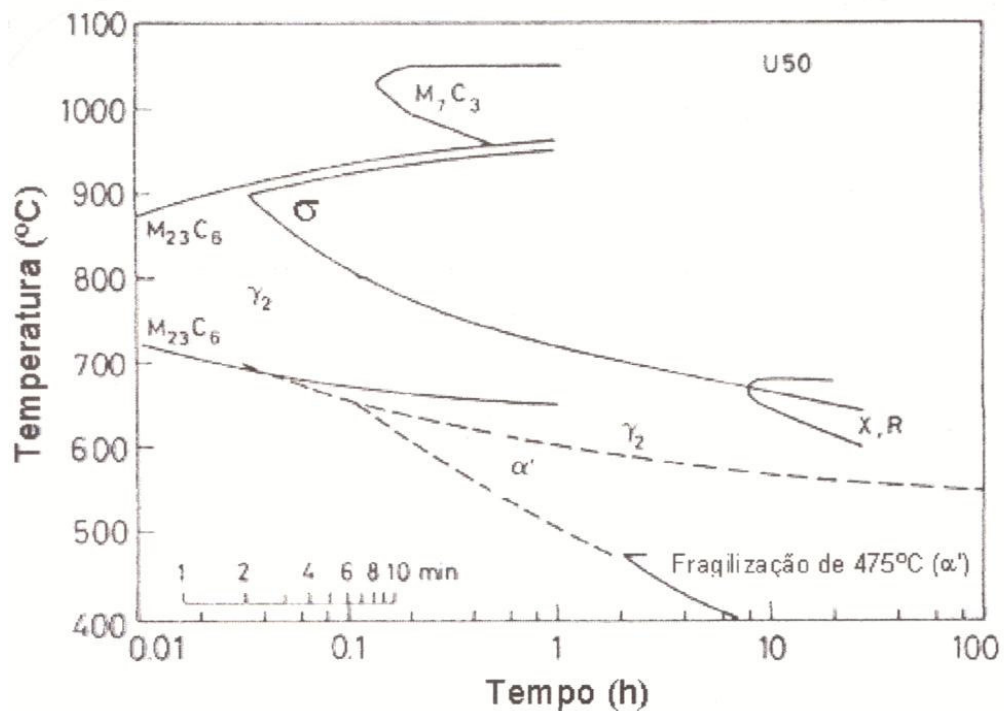


Figura 2.6: Diagrama tempo-temperatura-precipitação para o aço U50, segundo SAUCEDO e outros (1993).

A formação de fase sigma ocorre de maneira mais intensa quando há exposição à altas temperaturas por longos períodos. A figura 2.7 representa o diagrama de formação da fase sigma para o aço inoxidável duplex SAF 2205, analisando o tempo de envelhecimento com a respectiva temperatura de tratamento (SEDRIKS, 1996). É válido para um aço com composição nominal como a dada pela norma DIN 1.4462 (C < 0,03% - Si < 1,0% - Mn < 2,0% - 21-23% Cr - 4,5-6,5% Ni - 2,5-3,5% Mo - 0,08-0,20%N), e portanto semelhante ao aço SAF 2205. O diagrama apresenta três regiões de precipitação. Uma delas apresenta cinética máxima a aproximadamente 475°C e indica a formação de α' , rica em cromo, responsável pela fragilização a 475°C. As outras duas regiões de precipitação se sobrepõem aproximadamente na faixa de 600°C a 900°C, relativas as fases chi e sigma. O limite superior de temperatura para o surgimento de

fase sigma encontra-se entre 950°C e 960°C, e o pico de formação desta fase se encontra entre 800°C e 900°C, com o vértice aproximadamente em 870°C (**RAYNOR e RIVLIN, 1985**).

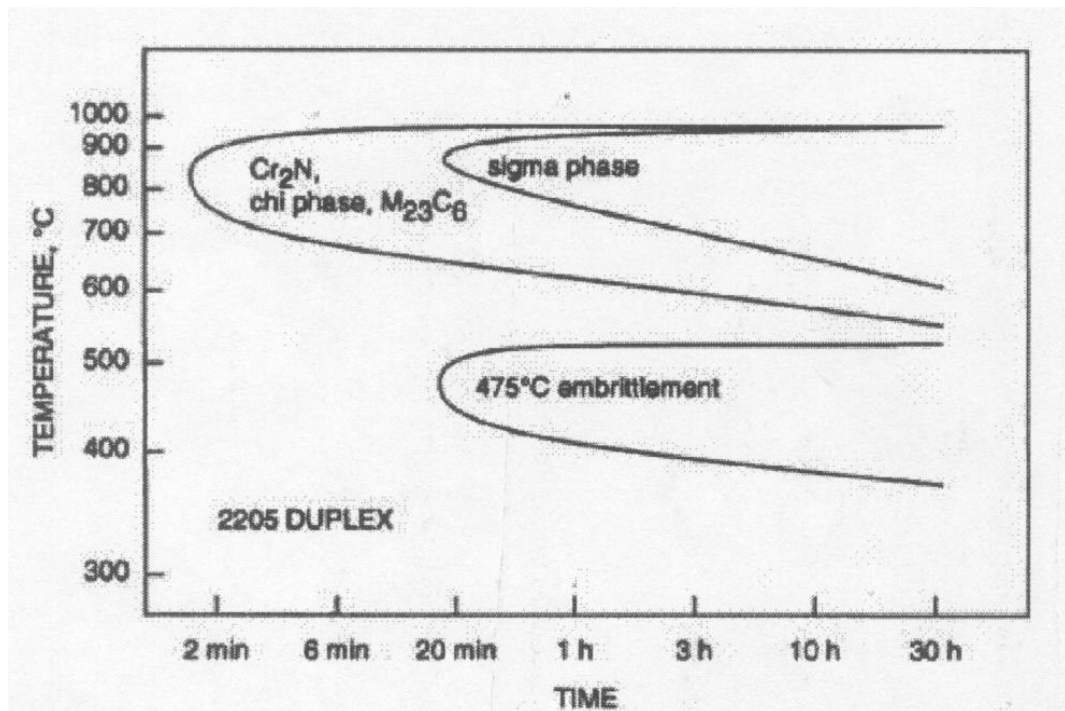


Figura 2.7: Diagrama de formação de fase sigma para aço inoxidável duplex SAF 2205 (**SEDRIKS, 1996**).

AHN e KANG (2000) trabalharam com aço SAF 2205 e modificações deste (com adições de tungstênio) reportam que entre 650 e 900°C há precipitação das fases chi e sigma; no entanto, a formação de chi se dá a 850°C em aproximadamente 100 segundos para o aço SAF 2205, e esta fase, junto com a ferrita, transformam-se em sigma e austenita para tempos inferiores a 2000 segundos. A formação de fase sigma é retardada pela adição de tungstênio ao aço SAF 2205. Os autores ainda mostram que, tanto para o aço SAF 2205 quanto para suas modificações com tungstênio, após envelhecimento a 850°C por 30 horas apenas estão presentes na microestrutura as fases sigma e austenita.

Na tese de doutorado do proponente deste projeto (**MAGNABOSCO, 2001**) foi estudada a precipitação de fase sigma durante o envelhecimento a 850°C, constatando-se que durante o envelhecimento do aço inoxidável dúplex SAF 2205 a 850°C, ocorre formação de fase sigma através de precipitação a partir da ferrita, gerando sigma de morfologia maciça e ferrita secundária, e este é o mecanismo principal em tempos de até 10 minutos. Se no entanto o envelhecimento a 850°C se dá por tempos superiores a 30 minutos a formação de sigma ocorre tanto pela decomposição eutetóide da ferrita (gerando austenita secundária) quanto pela precipitação direta da ferrita presente, havendo também crescimento de sigma a partir da austenita e ferrita presentes. Em tempos superiores a 5 horas, além dos mecanismos já descritos pode ocorrer nucleação e crescimento de sigma a partir da austenita. Após 100 horas de envelhecimento a 850°C as únicas fases presentes no aço SAF 2205 são austenita e sigma, e após 1008 horas de envelhecimento a 850°C, além de austenita e sigma existe nitreto de cromo do tipo Cr₂N no aço SAF 2205.

No trabalho de **MAGNABOSCO *et al* (2003)**, pode-se analisar o comportamento da formação de fase sigma, fração volumétrica de ferrita e da microdureza por tempos de envelhecimento de 10 minutos a 1032 horas entre 700°C e 900°C. Na figura 2.8 tem-se a variação da fração volumétrica de sigma em função do tempo e temperatura de envelhecimento mostrando a maior cinética de precipitação entre 800°C e 850°C.

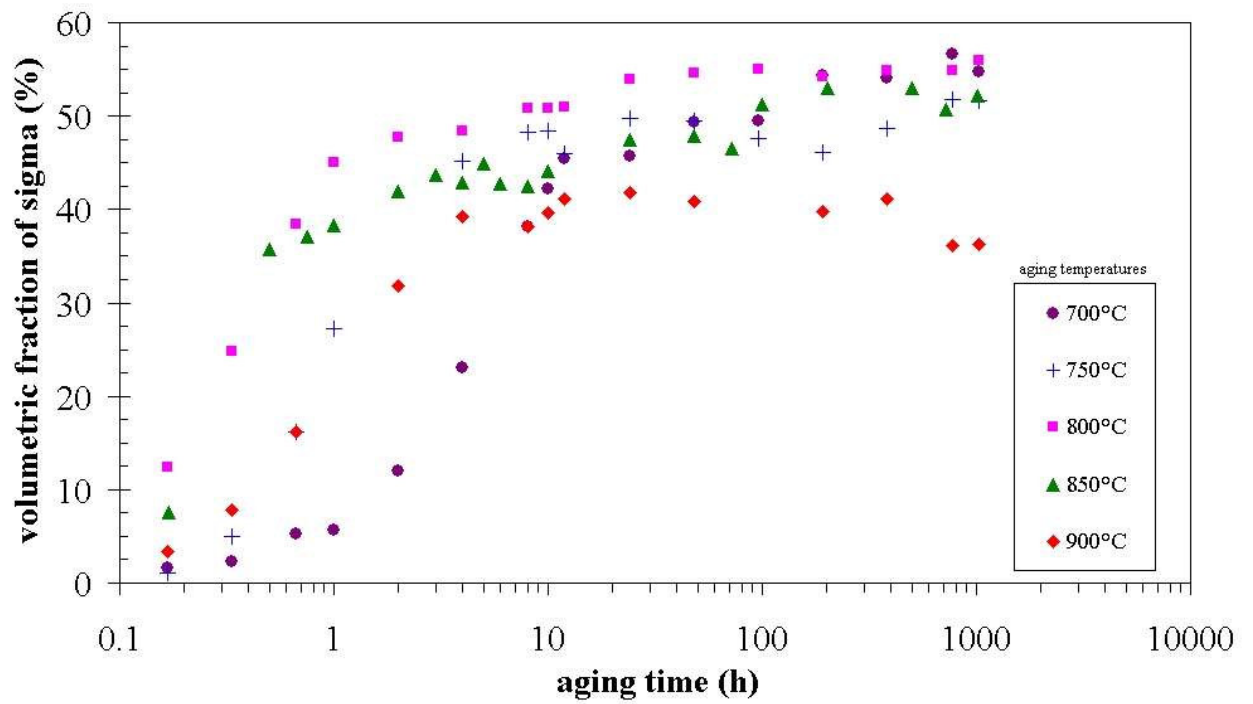


Figura 2.8: Fração volumétrica de sigma no aço SAF 2205 em função do tempo e temperatura de envelhecimento. (MAGNABOSCO et al, 2003).

3-MATERIAIS E MÉTODOS

3.1-Material em estudo

O material em estudo, de procedência sueca (Sandvik), foi adquirido como chapa laminada a quente de 3 mm de espessura, recebendo posteriormente tratamento térmico de solubilização a 1120°C por 30 minutos, atingindo dureza de 256 HB. A composição química do material pode ser constatada na Tabela 3.1.

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

Elemento	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	V	N	C	P	S
% em massa	22,2	5,7	2,98	1,60	0,44	0,07	0,161	0,016	0,020	0,001

A chapa foi cortada gerando diversas amostras de formato retangular, de aproximadamente 10 mm de lado , mantendo-se a espessura original.

3.2-Tratamentos térmicos

A partir do material solubilizado, cinco séries de amostras foram produzidas através de envelhecimento isotérmico a 700°C, 750°C, 800°C, 850°C e 900°C, por tempos de 1 a 10 minutos, seguido de resfriamento em água. Os tratamentos foram conduzidos em amostras imersas em banho de alumínio fundido, acondicionado em cadinho refratário, no forno Carbolite BFL 18/8 (figura 3.1); tal procedimento visou o rápido aquecimento das amostras até a temperatura de tratamento.



Figura 3.1: Forno Carbolite BFL do LabMat-FEI.


3.3-Preparação dos corpos-de-prova

As quatro séries de material envelhecido foram embutidas em resina termofixa de cura a quente (baquelite), gerando corpos-de-prova metalográficos onde a superfície de observação correspondente à seção longitudinal da chapa, com relação à direção de laminação.

3.4- Caracterização Microestrutural

Os corpos-de-prova metalográficos sofreram lixamento de 220, 320 e 500 mesh, utilizando água como lubrificante, para em seguida serem polidos utilizando pasta de diamante de diâmetros 6 µm, 3 µm, e finalmente 1 µm, utilizando como lubrificante das etapas álcool etílico absoluto. As condições de operação podem ser constatadas na Tabela 3.2.

Tabela 3.2. Etapas de lixamento e polimento.

Abramin							Fold here		
Process Card No: 2205 / sigma							Program		
Material: Inox. dúplex (SAF 2205)					Doser Times		Abramin		
Step	Support	Abr. Size	Lubr.	Force	Lubr.	Abr.	Time	R.P.M.	W/D
1	ROTAL	# 220	água	200 N	—	—	2 min	150	W
2	ROTAL	# 320	água	200 N	—	—	3 min	150	W
3	ROTAL	# 500	água	200 N	—	—	4 min	150	W
4	DP-MOL	6 um	álcool	200 N	—	—	4 min	150	D
5	DP-MOL	3 um	álcool	200 N	—	—	4 min	150	D
6	DP-NAP	1 um	álcool	200 N	—	—	4 min	150	D
7	DP-NAP	1 um	álcool	120 N	—	—	2 min	300	D
Remarks							Fold here		
									

Para ambas as etapas foi utilizada a politriz automática STRUERS ABRAMIN (figura 3.3), que possibilita um ótimo polimento, com grande reprodutibilidade de resultados.



Figura 3.3: Máquina Struers Abramim do LabMat-FEI.

Usando microscópio LEICA DMLM (figura 3.4), as amostras foram observadas após:



Figura 3.4: Microscópio LEICA e analisador de imagens do LabMat-FEI.

- ataque metalográfico de Behara modificado.

O reativo de Behara modificado é composto por 20 mL de ácido clorídrico, 80 mL de água destilada e deionizada e 1g de metabissulfito de potássio; a esta solução de estoque, são adicionados 2g de bifluoreto de amônio, e o ataque pode então ser conduzido, durante um minuto de imersão. O ataque foi interrompido com água, e a superfície de observação seca através da evaporação de álcool etílico absoluto, auxiliada por jato de ar quente. Este ataque identificou as fases presentes, no caso a austenita (cinza), a ferrita (escura) e sigma (sem ataque).

- ataque eletrolítico em ácido oxálico.

Este ataque foi feito na máquina Struers Lectropol (figura 3.5). O corpo-de-prova polido foi mergulhado em solução 10% de ácido oxálico e então aplicou-se uma carga de 6Vcc durante 30s. O ataque foi interrompido com água, e a superfície de observação seca através da evaporação de álcool etílico absoluto, auxiliada por jato de ar quente. Este ataque teve por objetivo delinear os contornos de grão, de interfase e de macla.

- Ataque eletrolítico de hidróxido de potássio.

O ataque teve por objetivo revelar a fase sigma. Seu procedimento é semelhante ao anterior, porém foi aplicada uma carga de 2Vcc durante um minuto de imersão em KOH-10%. Este também foi realizado na máquina Struers Lectropol citada anteriormente.



Figura 3.5: Máquina Struers Lectropol do LabMat-FEI.

3.5-Análise quantitativa da microestrutura

3.5.1-Fração volumétrica de sigma

A fração volumétrica de fase sigma ($\% \sigma$) foi determinada por estereologia quantitativa: as amostras, após o ataque eletrolítico em solução 10% de hidróxido de potássio, a 2 Vcc de diferença de potencial durante um minuto, foram 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. Foram analisados 144 campos por amostra, colhidos seqüencialmente ao longo de uma seção transversal.

3.5.2-Fração volumétrica de ferrita e austenita

A fração volumétrica de ferrita ($\% \sigma$) foi obtida com o auxílio de um ferritoscópio FISCHER modelo MP30 (figura 3.6), calibrado com o auxílio de padrões, tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita. Quarenta medições foram realizadas em cada uma das amostras.

De posse destes dados, e desconsiderando a presença de outras fases que não ferrita, austenita ou sigma, estimou-se a fração volumétrica de austenita ($\% \gamma$) através da relação descrita pela equação 3.1.:

$$\% \gamma = 100 - \% \alpha - \% \sigma \quad (\text{eq. 3.1.})$$



Figura 3.6: Ferritoscópio FISCHER do LabMat-FEI.

3.6-Evolução de microdureza

Para verificar a dureza de amostras solubilizadas e amostras após tratamentos térmicos, foi utilizado o microdurômetro modelo HMV-2, fabricado por SHIMADZU (figura 3.7). Em cada amostras foram efetuadas sessenta medidas, usando escala Vickers e carga de 0,01 e 0,5kgf.



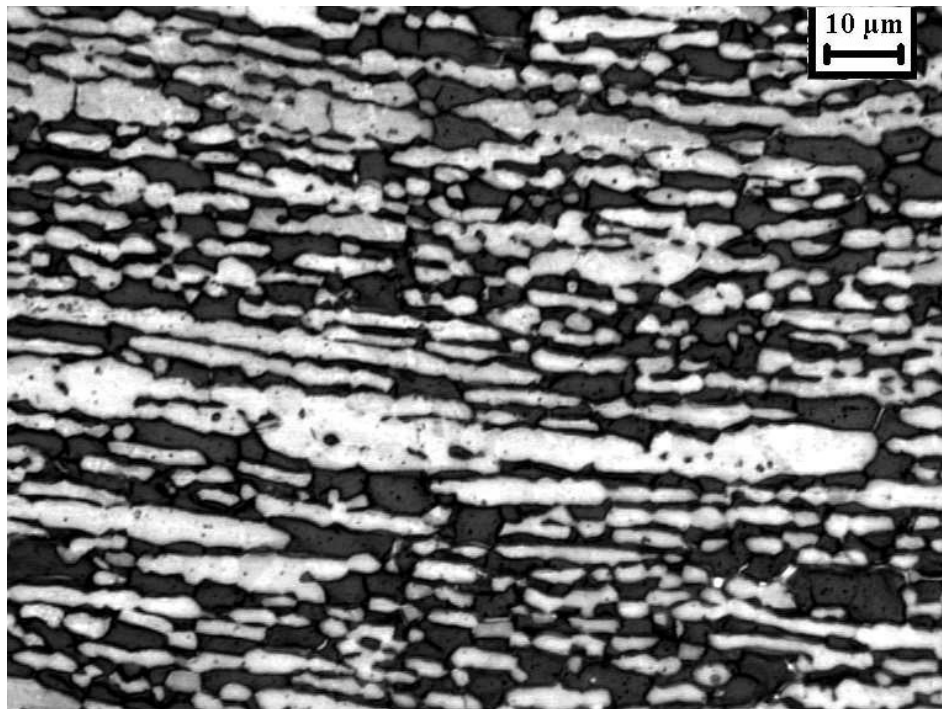
Figura 3.7: Microdurômetro SHIMADZU do LabMat-FEI.

4–RESULTADOS EXPERIMENTAIS.

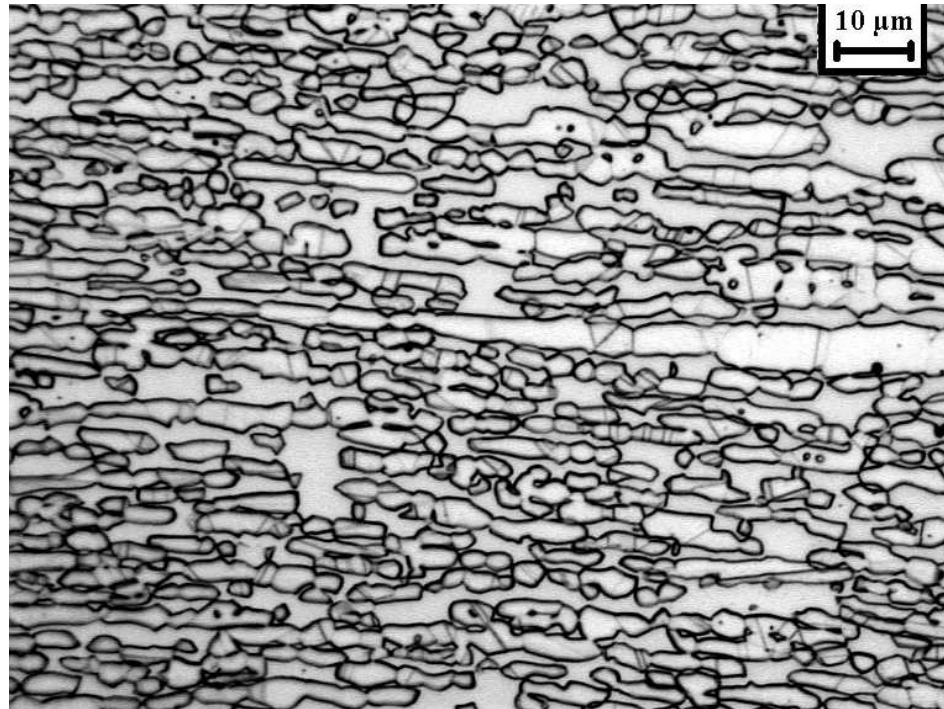
4.1- Caracterização microestrutural

4.1.1- Amostra solubilizada

Após a preparação metalográfica e os ataques de Behara modificado e de ácido oxálico, pode-se observar as microestruturas representadas nas micrografias 4.1 e 4.2.



Micrografia 4.1: Amostra de aço SAF 2205. Ferrita (escura), austenita (cinza). Ataque: Behara modificado



Micrografia 4.2: Amostra de aço SAF 2205. Notam-se maclas na austenita.

Ataque:Ácido oxálico

Na micrografia 4.1, pode-se observar a microestrutura de material, com presença de ferrita (fase mais escura) e austenita (cinza). Já na figura 4.2 pode-se observar a microestrutura do material, destacando-se a presença de maclas na austenita.