

CENTRO UNIVERSITÁRIO DA FEI

JÚLIA MARANGONI

**INVESTIGAÇÃO DA TRANSFORMAÇÃO DE FERRITA EM AUSTENITA
INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO EM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX**

São Bernardo do Campo

2012

JÚLIA MARANGONI

**INVESTIGAÇÃO DA TRANSFORMAÇÃO DE FERRITA EM AUSTENITA
INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO EM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX**

Relatório final apresentado ao Centro
Universitário da FEI, como parte dos requisitos
necessários para obtenção do título de Engenheira
de Materiais, orientado pelo Prof. Dr. Rodrigo
Magnabosco.

São Bernardo do Campo

2012

JÚLIA MARANGONI

INVESTIGAÇÃO DA TRANSFORMAÇÃO DE FERRITA EM AUSTENITA
INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO EM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX

Trabalho de Conclusão de Curso – Centro Universitário da FEI

Comissão julgadora

Rodrigo Magnabosco

Júlio César Dutra

Arnaldo Forgas Junior

São Bernardo do Campo

2012

A Deus, a minha família e a todos que
participaram direta ou indiretamente.

AGRADECIMENTOS

Inicialmente agradeço a Deus por todas as oportunidades que apareceram na minha vida e aos meus pais, Madalena e Roberto que viabilizaram a realização destas sempre me apoiando.

A todos meus amigos e familiares, principalmente meus pais, ao meu namorado Hugo, tios e avós pelo apoio dado nos momentos de cansaço e pela compreensão de minhas ausências.

Ao meu orientador Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco pelos aprendizados, paciência, compreensão, amizade e apoio.

À Prof. M.Sc Daniella Caluscio dos Santos pelo apoio, conselhos e acompanhamento do desenvolvimento do presente trabalho.

Aos Prof. Gilberto José Pereira e William Naville pelo apoio e a amizade desenvolvida.

Aos funcionários do Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos (CDMat-M), especialmente o Geleci Ribeiro da Silva pela paciência, compreensão, amizade e apoio.

E a todos que participaram direta ou indiretamente ao longo do desenvolvimento deste trabalho.

Você nunca sabe que resultados virão da sua ação.

*Mas se você não fizer nada,
não existirão resultados.*

Mahatma Gandhi

RESUMO

Aços inoxidáveis dúplex possuem uma estrutura de bandas alternadas de ferrita e austenita. Alguns estudos indicam que a aplicação de deformação plástica a frio em aços inoxidáveis dúplex leva à redução da fração de ferrita presente. Tal evidência sugere que nestes aços pode ocorrer uma transformação da ferrita em austenita induzida por deformação, similar a uma transformação martensítica reversa induzida por deformação. Para investigar essa observação, é necessário o estudo da influência da quantidade de deformação plástica na fração de ferrita de um aço inoxidável dúplex. O estudo proposto como trabalho de conclusão de curso teve como objetivo avaliar esta transformação de fase em um aço inoxidável dúplex (UNS S31803 ou SAF 2205) pela medida da fração de volume de ferrita usando medidas magnéticas, além da avaliação da diferença de densidade em função do trabalho mecânico aplicado e execução de estereologia quantitativa. Por meio da difração de raios-X e pelas micrografias foi possível perceber que tanto nas condições originais quanto depois de aplicado o trabalho mecânico a frio, a microestrutura do aço SAF 2205 não apresenta qualquer outra fase senão ferrita e austenita. Análises dos resultados das medições magnéticas levam à observação da notável queda da fração volumétrica de ferrita em função do acréscimo de deformação plástica aplicada. Nas análises metalográficas em que se utilizou o ataque eletrolítico e obtidas pelo MEV foi possível perceber que a transformação de fases em estudo foi mais evidente e foi possível localizar prováveis regiões de início desta transformação similar à martensítica reversa induzida pelo trabalho mecânico a frio aplicado. Através das micrografias obtidas com reagente Beraha é possível notar apenas a presença de ferrita e austenita em todas condições estudadas, além disto, a estereologia quantitativa, em acordo com os resultados obtidos por medidas magnéticas mostram que o aumento de trabalho mecânico a frio leva à redução da fração volumétrica de ferrita. O aumento da densidade em função do decréscimo da ferrita também pode ser outro meio de comprovar a existência desta transformação, porque a austenita, estrutura cúbica de faces centradas, é mais densa do que a ferrita, estrutura cúbica de corpo centrado. Este comportamento foi observado por duas das três técnicas utilizadas no presente trabalho: medida volumétrica direta e os resultados obtidos com o auxílio do densímetro.

- Palavras-chave:
1. Aço inoxidável dúplex
 2. Deformação plástica a frio
 3. Transformação de fases
 4. Quantificação de fases

ABSTRACT

Duplex stainless steels have a structure of alternated bands of ferrite and austenite. Some studies indicate that the application of cold plastic deformation in duplex stainless steels leads to reduction of the ferrite fraction. Such evidence suggests that in these steels may occur a transformation of ferrite into austenite induced by deformation, similar to a reverse martensitic deformation induced transformation. To investigate this observation, it is necessary the study of the influence of the amount of plastic deformation in the ferrite fraction of a duplex stainless steel. The study proposed as final course research has as objective the evaluation of this phase transformation in a duplex stainless steel (UNS S31803 or SAF 2205) by the measurement of ferrite volume fraction using magnetic measurements and by quantitative stereology, besides the evaluation of the density difference as function of the increase of the mechanical work applied. X-ray diffraction and the metallographic observation showed that in the original condition and after the application of cold mechanical work, the microstructure of steel SAF 2205 has no other phases than ferrite and austenite. In optical and SEM metallographic analysis - after oxalic acid 10% electrolytic etching - it was possible to identify possible regions of initiation the phase transformation in study, similar to reverse martensitic transformation induced by cold mechanical work applied. Through micrographs obtained after Beraha etching is possible to note the presence of only ferrite and austenite in all conditions studied, and quantitative stereology results are in agreement with the results obtained by magnetic measurements, showing that increasing of the mechanical cold working leads to reduction of the volume fraction of ferrite. The increase in density due to the decrease of ferrite can also be another method to demonstrate the existence of this phase transformation, because the austenite has a face centered cubic structure, which is more dense than the ferrite, which has a body centered cubic structure. This behavior was observed after two of the two techniques employed in this study: direct volumetric measure and results obtained with a densimeter.

Key-words: 1. Duplex stainless steel
2. Cold plastic deformation
3. Phase transformation
4. Phase quantification

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1: Comparação entre quantificação do volume de ferrita, um usando técnicas magnéticas e metalografia quantitativa, na seção longitudinal das amostras.....	15
Figura 2: Evolução de ambos os conteúdos metalográficos e magnéticos de ferrita em relação à quantidade de trabalho de endurecimento.	16
Figura 3: 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.....	18
Figura 4: Seção isotérmica a 1300°C do ternário Fe-Cr-Ni.	20
Figura 5: Seção isotérmica a 1200°C do ternário Fe-Cr-Ni.	21
Figura 6: Seção isotérmica a 1100°C do ternário Fe-Cr-Ni.	21
Figura 7: Seção isotérmica a 1000°C do ternário Fe-Cr-Ni.	22
Figura 8: A influência do cromo na corrosão atmosférica de um aço baixo carbono.	23
Figura 9: Austenita de reequilíbrio (γ_r) na forma de halos ao redor de grãos de austenita original (γ) na amostra envelhecida por 1 minuto a 850°C. Ataque: Beraha Modificado.....	25
Figura 10: Fração de ferrita das amostras solubilizadas em função do trabalho a frio sofrido.	26
Figura 11: Diagrama de energia livre de Gibbs das fases austenita (γ) e martensita (α') para concentração de carbono constante.	28
Figura 12: Diagrama de energia livre de Gibbs das fases austenita (γ) e martensita (α') para concentração de carbono constante.	30
Figura 13: Diagrama de tensão em função da deformação.	31
Figura 14: Representação esquemática do estado plano de tensão.	32
Figura 15: Representação esquemática da conversão de um estado plano de tensões no sistema xy em um equivalente, num sistema x'y' orientado de um ângulo θ	32
Figura 16: Ilustração das dimensões da amostra e seus eixos de deformação.	33
Figura 17: Amostras utilizadas no estudo.....	36
Figura 18: Laminador de produtos planos do CDMatM-FEI. (a) vista lateral; (b) vista frontal.	37

Figura 19: Amostras utilizadas no estudo (a) original e (b) mais deformada plasticamente....	37
Figura 20: (a) Ferritoscópio FISCHER modelo MP30 do CDMatM-FEI. (b) Padrões de calibração.....	39
Figura 21: Difratorômetro de raios-X acoplado ao sistema computacional. (a) com a porta fechada; (b) com a porta aberta; (c) suporte no qual a amostra em estudo fica durante ensaio.	40
Figura 22: Equipamento de polimento semi-automático Struers Abramin.	41
Figura 23: Realização do ataque eletrolítico com solução 10% de ácido oxálico.....	42
Figura 24: Microscópio ótico utilizado nas análises microestruturais.	43
Figura 25: Microscópio eletrônico de varredura.	43
Figura 26: Cut off de alta precisão utilizada.	44
Figura 27: Seqüência de cortes adotada.	44
Figura 28: (a) amostra original. (b) amostra mais deformada plasticamente.	45
Figura 29: Micrômetro utilizado para efetuar as medições.	45
Figura 30: Balança de alta precisão utilizada.	45
Figura 31: Densímetro utilizado no estudo.....	46
Figura 32: Gráfico % α em função das amostras.....	47
Figura 33: % α em função da deformação plástica.....	48
Figura 34: % α em função do trabalho de deformação plástica aplicado.	48
Figura 35: Difratograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra sem deformação.	49
Figura 36: Difratograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 5% de deformação.....	50
Figura 37: Difratograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 10% de deformação.....	50
Figura 38: Difratograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 15% de deformação.....	51
Figura 39: Difratograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 20% de deformação.....	51

Figura 40: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 25% de deformação.....	52
Figura 41: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 30% de deformação.....	52
Figura 42: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 35% de deformação.....	53
Figura 43: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 40% de deformação.....	53
Figura 44: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 45% de deformação.....	54
Figura 45: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 50% de deformação.....	54
Figura 46: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 55% de deformação.....	55
Figura 47: Difratoograma raios-X, comparando os ângulos entre 35 e 95°, da amostra mais deformada embutida e desembutida e do baquelite.....	56
Figura 48: Amostra 1, original, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	57
Figura 49: Amostra 2, 5% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	57
Figura 50: Amostra 3, 10% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	58
Figura 51: Amostra 4, 15% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	58
Figura 52: Amostra 8, 35% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	59
Figura 53: Amostra 9, 40% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	59
Figura 54: Amostra 10, 45% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	60

Figura 55: Amostra 11, 50% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	60
Figura 56: Amostra 12, 55% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	61
Figura 57: Amostra 1, 0% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	61
Figura 58: Amostra 2, 5% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	62
Figura 59: Amostra 3, 10% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	62
Figura 60: Amostra 4, 15% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	63
Figura 61: Amostra 5, 20% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	63
Figura 62: Amostra 7, 30% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	64
Figura 63: Amostra 9, 40% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	64
Figura 64: Amostra 12, 55% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.	65
Figura 65: Amostra 1, original, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	66
Figura 66: Amostra 2, 5% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	66
Figura 67: Amostra 4, 15% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	67
Figura 68: Amostra 5, 20% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	67
Figura 69: Amostra 6, 25% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	68

Figura 70: Amostra 7, 30% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	68
Figura 71: Amostra 8, 35% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	69
Figura 72: Amostra 9, 40% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	69
Figura 73: Amostra 10, 45% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	70
Figura 74: Amostra 11, 50% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	70
Figura 75: Amostra 12, 55% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	71
Figura 76: Amostra original, sem deformação aplicada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	71
Figura 77: Amostra 2, 5% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	72
Figura 78: Amostra 3, 10% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	72
Figura 79: Amostra 4, 15% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	73
Figura 80: Amostra 5, 20% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	73
Figura 81: Amostra 6, 25% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	74
Figura 82: Amostra 7, 30% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	74
Figura 83: Amostra 8, 35% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	75
Figura 84: Amostra 9, 40% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	75

Figura 85: Amostra 11, 50% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	76
Figura 86: Amostra 12, 55% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.	76
Figura 87: % α em função da deformação plástica aplicada.	77
Figura 88: % α em função do trabalho de deformação aplicado.	78
Figura 89: % α em função da deformação plástica aplicada.	78
Figura 90: % α em função da deformação plástica aplicada.	79
Figura 91: Densidade em função da deformação plástica efetiva.	80
Figura 92: Densidade em função do trabalho mecânico aplicado.	81
Figura 93: Demonstração da análise de composição química efetuada.	82
Figura 94: Micrografia da amostra original indicando os pontos de determinação da composição química.	82
Figura 95: Micrografia da amostra 2 (com 5% de deformação) indicando os pontos de determinação da composição química.	84
Figura 96: Micrografia da amostra 4 (com 15% de deformação) indicando os pontos de determinação da composição química.	85
Figura 97: Micrografia da amostra 12 (com 55% de deformação).	86
Figura 98: Seção isotérmica a 1100°C do ternário Fe-Cr-Ni, mostrando as “ <i>tielines</i> ”, referentes ao aço em estudo, cruzando-se no campo $\alpha + \gamma$, como esperado.	88
Figura 99: Frações volumétricas de ferrita (%) – mensurada através do ferritoscópio – <i>versus</i> temperatura.	89
Figura 100: Comparação dos difratograma raios-X em função da deformação plástica aplicada.	90
Figura 101: Demonstração da estabilização da % α em função da deformação plástica.	91
Figura 102: Demonstração da estabilização da % α em função do trabalho de deformação. ...	91
Figura 103: Micrografias com aumento de 20x e ataque Beraha da seção longitudinal, sendo as regiões pretas correspondentes à fase ferrita e as brancas à fase austenita. (a) Amostra	

original (b) 5% deformada (0,075 de deformação) (c) 15% deformada (0,187 de deformação) e (d) 55% deformada (0,852 de deformação).	92
Figura 104: Micrografias com aumento de 20x e ataque Beraha da seção transversal, sendo as regiões pretas correspondentes à fase ferrita e as brancas à fase austenita. (a) Amostra original (b) 5% deformada (0,075 de deformação) (c) 15% deformada (0,187 de deformação) e (d) 55% deformada (0,852 de deformação).	93
Figura 105: Micrografias com aumento de 50x e ataque com ácido oxálico na seção longitudinal. (a) Amostra original (b) 15% deformada (0,187 de deformação) (c) 40% deformada (0,549 de deformação) e (d) 55% deformada (0,852 de deformação).....	94
Figura 106: Micrografias com aumento de 50x e ataque com ácido oxálico na seção transversal. (a) Amostra original (b) 15% deformada (0,187 de deformação) (c) 40% deformada (0,549 de deformação) e (d) 55% deformada (0,852 de deformação).....	95
Figura 107: Amostra 9, 40% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico.	96
Figura 108: Aumento das regiões destacadas e identificadas na Figura 107. Aumento: 100x.	96
Figura 109: Micrografias com aumento de 5000x e ataque com ácido oxálico na seção longitudinal. (a) Amostra original (b) 5% deformada (c) 15% deformada e (d) 55% deformada.	97
Figura 110: Micrografia com aumento da região da Figura 97 da amostra 12 (com 55% de deformação).	98
Figura 111: Fração volumétrica de ferrita mensura por estereologia quantitativa em função da formação plástica.	99
Figura 112: Fração volumétrica de ferrita mensurada por estereologia quantitativa em função da formação plástica.	99
Figura 113: Fração volumétrica de ferrita (obtida pelo ferritoscópio) em função da densidade obtida pelo densímetro.	100
Figura 114: Densidade obtida com auxílio do densímetro em função da deformação plástica efetiva.	101
Figura 115: Densidade obtida com auxílio do densímetro obtida com auxílio do densímetro em função do trabalho mecânico aplicado.	101
Figura 116: Gráfico do acréscimo da densidade em função da deformação plástica efetiva.	102

Figura 117: Gráfico do acréscimo da densidade em função do trabalho de deformação.....	103
Figura 118: Difratoograma raios-X da sem deformação, agora compreendendo ângulos de difração $42^\circ < 2\theta < 46^\circ$	110
Figura 119: Difratoograma raios-X da amostra 2 (5% deformada).....	111
Figura 120: Difratoograma raios-X da amostra 3 (10% deformada).....	111
Figura 121: Difratoograma raios-X da amostra 4 (15% deformada).....	112
Figura 122: Difratoograma raios-X da amostra 5 (20% deformada).....	112
Figura 123: Difratoograma raios-X da amostra 6 (25% deformada).....	113
Figura 124: Difratoograma raios-X da amostra 7 (30% deformada).....	113
Figura 125: Difratoograma raios-X da amostra 8 (35% deformada).....	114
Figura 126: Difratoograma raios-X da amostra 9 (40% deformada).....	114
Figura 127: Difratoograma raios-X da amostra 10 (45% deformada).....	115
Figura 128: Difratoograma raios-X da amostra 11 (50% deformada).....	115
Figura 129: Difratoograma raios-X da amostra 12 (55% deformada).....	116
Figura 130: Tentativa de quantificação de fases por DRX.....	117
Figura 131: Demonstração das posições utilizadas na DRX.	117
Figura 132: Difratoograma das diferentes posições representadas na Figura 131.	118

SUMÁRIO

1	OBJETIVO E INTRODUÇÃO	14
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
2.1	Aços inoxidáveis dúplex	18
2.2	Metalurgia física	19
2.3	Transformação martensítica induzida por deformação	26
2.3.1	Termodinâmica da transformação martensítica induzida por deformação	27
2.4	Energia de deformação plástica	29
2.5	Densidade como medida alternativa de transformação de fase	34
2.5.1	Medição volumétrica direta	34
2.6	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	35
3	METODOLOGIA EXPERIMENTAL	36
3.1	Deformação plástica	36
3.2	Medições magnéticas	38
3.3	Difração de raios-X.....	39
3.4	Preparação metalográfica e micrografias	41
3.5	Densidade.....	43
4	RESULTADOS	47
4.1	Medições magnéticas	47
4.2	Difração de raios-X.....	49
4.3	Análise microestrutural.....	56
4.4	Estereologia Quantitativa	77

4.5 Densidade.....	79
4.5.1 Medição volumétrica direta	79
4.5.2 Densímetro	80
4.6 Microscopia eletrônica de varredura.....	81
5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	88
6 CONCLUSÕES.....	104
7 CONGRESSOS E SEMINÁRIOS.....	105
REFERÊNCIAS.....	106
APÊNDICE A – Quantificação de Fases por drx	110
ANEXO A – Cartão-referência do ICDD para Austenita.....	119
ANEXO B – Cartão-referência do ICDD para Ferrita	120

1 OBJETIVO E INTRODUÇÃO

Com base nos recentes estudos (MAGNABOSCO; AVILA; RABECHINI, 2011; MAGNABOSCO et al., 2011; MAGNABOSCO; SPOMBERG, 2011) deste grupo de pesquisa nota-se a evidência de que a aplicação de deformação plástica a frio em aço inoxidável dúplex leva à redução da fração de ferrita presente, o que sugere que nestes aços pode ocorrer uma transformação da ferrita em austenita induzida por deformação, similar a uma transformação martensítica reversa induzida por deformação. Sendo assim, o presente estudo tem por objetivo avaliar esta transformação de fase em um aço inoxidável dúplex (UNS S31803 ou SAF 2205) e, isso foi feito através da quantificação da fase ferrítica através de medidas magnéticas, difração de raios-X, análise metalográfica, estereologia quantitativa e da avaliação da mudança da densidade em função da diferente estrutura cristalina obtida. Em outro estudo (MAGNABOSCO; SPOMBERG, 2011), os resultados obtidos na determinação da fração volumétrica de ferrita por medidas magnéticas e estereologia quantitativa foram comparados. Esta comparação mostrou intensa disparidade entre os resultados, além destes não apresentarem concordância aos resultados de simulação de equilíbrio no software Thermo-Calc®; no entanto, tanto nos estudos de Magnabosco; Spomberg (2011) quanto Magnabosco et al. (2011) usando ambas as técnicas apresentaram clara tendência de redução da fase ferrítica em função do aumento da redução de espessura. Magnabosco et al. (2011) notaram também que as diferenças de quantificação de ferrita entre seções paralelas, longitudinais ou transversais não são observadas com a mesma intensidade nas medições magnéticas realizadas com ferritoscópio. Entretanto, o comportamento de redução da fração de ferrita em função do aumento de deformação plástica aplicada foi confirmado. A Figura 1 apresenta uma comparação entre as medições de fração volumétrica de ferrita, com uso de medidas magnéticas e metalografia quantitativa, na secção longitudinal de amostras laminadas a frio.

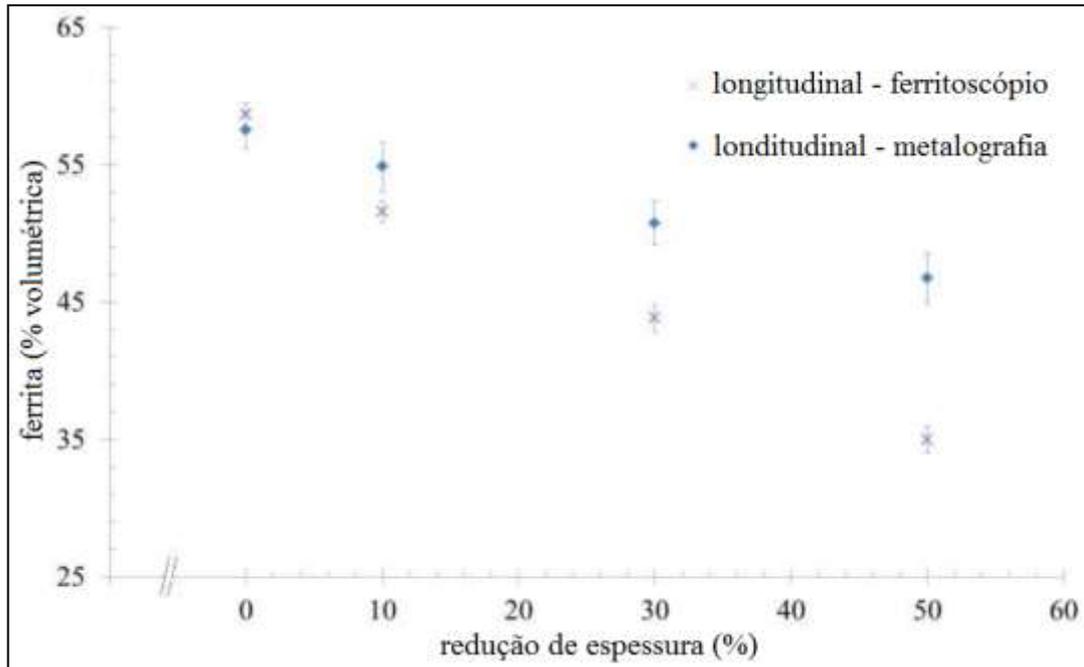


Figura 1: Comparação entre quantificação do volume de ferrita, um usando técnicas magnéticas e metalografia quantitativa, na seção longitudinal das amostras.
Fonte: Magnabosco et al., 2011c.

Pandi e Yue (1994) também observaram um fenômeno semelhante no qual a recristalização dinâmica é acompanhada por uma diminuição na fração volumétrica de ferrita durante a deformação intercrítica em um aço baixo carbono. Segundo os autores, o calor gerado pela deformação é responsável pela queda observada na fração da fase ferrítica.

Já no estudo de Luo et al. (2004), também com aços ao carbono e manganês, medidas dilatométricas das amostras não deformadas mostraram que a transformação termodinâmica induzida isotermicamente deve ser de austenita para ferrita. Portanto, a transformação de ferrita para austenita após deformação é possivelmente induzida pela energia de deformação introduzida. O modelo utilizado pelos autores se baseia no fato de que o aço deformado na zona intercrítica possui uma distribuição de tensão ao longo das duas fases. Os cálculos executados na modelagem sugerem que houve uma variação de energia armazenada em ambas as fases, resultante da cinética de recuperação distinta nas mesmas e, este é o possível motivo da ocorrência desta transformação.

No entanto, foram encontrados até o momento apenas dois estudos externos a este grupo de pesquisa (SOUTHWICK; HONEYCOMBE, 1980; FANICA et al., 2011) que indicam a ocorrência desta transformação de ferrita em austenita induzida por deformação em aços inoxidáveis. Segundo os autores Southwick e Honeycombe (1980), a decomposição da ferrita ocorre por dois mecanismos: nucleação e crescimento a elevadas temperaturas (650 – 1200°C) e por um processo martensítico a baixas temperaturas (300 – 650°C). Esta reação

martensítica é isotérmica, ou seja, não ocorre durante têmpera em água a partir de 1300°C. Entretanto, estas observações foram feitas a temperaturas acima da ambiente. Fanica et al. (2011) notaram que ao realizar tratamentos térmicos em aços superdúplex pode ocorrer precipitação de fases intermetálicas na ferrita, o que implica numa redução do teor de ferrita magnética, além disto, foi relatada certa disparidade entre os valores encontrados de teor de ferrita com o auxílio do ferritoscópio e pela estimativa da fração volumétrica de ferrita pela contagem de pontos de uma grade padrão, conforme a norma ASTM E562 (Figura 2). Outro ponto a destacar deste trabalho é a influência do trabalho a frio sobre os resultados obtidos através do ferritoscópio, nestes também é notável a redução da fração de ferrita em função do aumento de trabalho mecânico a frio aplicado, sem a formação de fases intermetálicas justificando estudo mais detalhado como o proposto no presente trabalho.

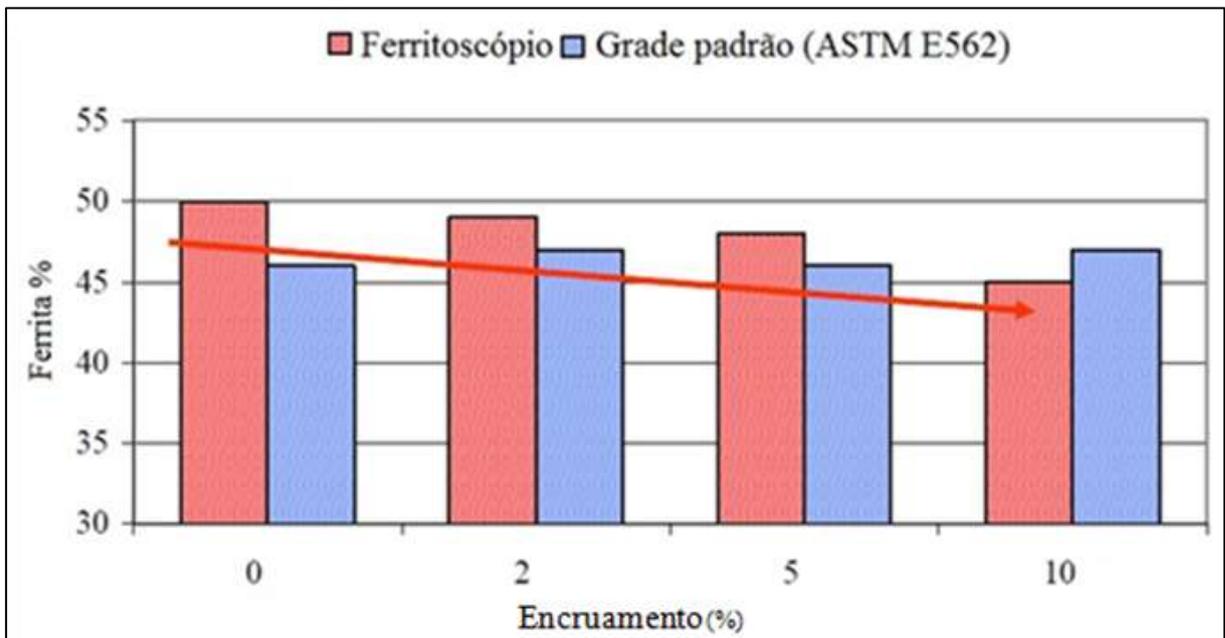


Figura 2: Evolução de ambos os conteúdos metalográficos e magnéticos de ferrita em relação à quantidade de trabalho de endurecimento.

Fonte: Fanica et al. 2011

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Aços inoxidáveis possuem grande importância tecnológica e econômica em relação a outros materiais, e são utilizados na construção de equipamentos que precisam de elevada resistência à corrosão. Estes equipamentos são encontrados principalmente nas indústrias química, de petróleo, processo e energia (SEDRIKS, 1996).

Estes aços são ligas que apresentam teores mínimos de cromo livre na matriz de aproximadamente 11% em massa. Este elemento de liga é responsável pela formação de uma película superficial aderente, não porosa e auto-regenerativa, chamada película passiva, a qual confere aos aços inoxidáveis alta resistência à corrosão, em diversos meios corrosivos.

Em alguns aços inoxidáveis, a quantidade de cromo pode atingir 30% e, vários outros elementos de liga são adicionados a fim de conferir propriedades específicas ou facilitar a fabricação destes aços. Alguns destes elementos de liga são: níquel, nitrogênio e molibdênio que conferem resistência à corrosão; carbono, molibdênio, nitrogênio, titânio, alumínio e cobre que proporcionam resistência mecânica; enxofre e selênio estão relacionados à usinabilidade; e o níquel é adicionado para promoção da plasticidade e tenacidade (SEDRIKS, 1996). A adição de altos teores de elementos de liga pode causar a estabilização da ferrita ou austenita, sendo o cromo, silício e molibdênio, estabilizadores da fase ferrita, a qual possui estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC). Já o níquel, manganês, cobre, carbono e nitrogênio estabilizam a fase austenita, de estrutura cristalina cúbica de faces centradas (CFC) (SOLOMON; DEVINE, 1982).

Com relação à estrutura metalúrgica, os aços inoxidáveis podem ser divididos em três grupos principais: austeníticos, ferríticos e dúplex (SEDRIKS, 1996).

Os aços inoxidáveis austeníticos apresentam a fase austenita estável inclusive em temperaturas inferiores à ambiente e, para tal, apresentam altos teores de elementos de liga estabilizadores da austenita (ou alto níquel equivalente, segundo a formulação de Schaeffler). Devido à presença do alto teor de níquel, apresentam custo elevado, não são magnéticos, têm alta ductilidade e tenacidade, além da boa soldabilidade, entretanto, são susceptíveis à corrosão sob tensão. (ECKENROD; PINNOW, 1984; SOLOMON; DEVINE, 1982).

Aços inoxidáveis ferríticos têm a ferrita como fase predominante, conseqüentemente, apresentam altos teores de elementos estabilizadores da ferrita (ou alto cromo equivalente). São magnéticos, apresentam temperatura de transição de fratura dúctil-frágil, menor ductilidade e tenacidade quando comparados com os austeníticos, contudo são imunes à

corrosão sob tensão. Como não possuem o níquel como um elemento de liga e apresentam menor teor de cromo nas classes mais usuais, costumam proporcionar menor custo (POTGIETER; CORTIE, 1991).

2.1 Aços inoxidáveis dúplex

Os aços inoxidáveis dúplex apresentam uma estrutura de bandas alternadas de ferrita e austenita (Figura 3), levando a união das melhores propriedades dos aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos, o que é causado pela estrutura típica destes aços, a qual é composta por frações volumétricas aproximadamente iguais de ferrita e austenita – 40 a 45% de ferrita e 55 a 60% de austenita – obtida através do correto balanço entre os elementos e pelo tratamento térmico de solubilização entre 1000°C e 1200°C e resfriamento brusco (NILSSON, 1992; SEDRIKS, 1996; MAGNABOSCO; SANTOS; MELO, 2009).

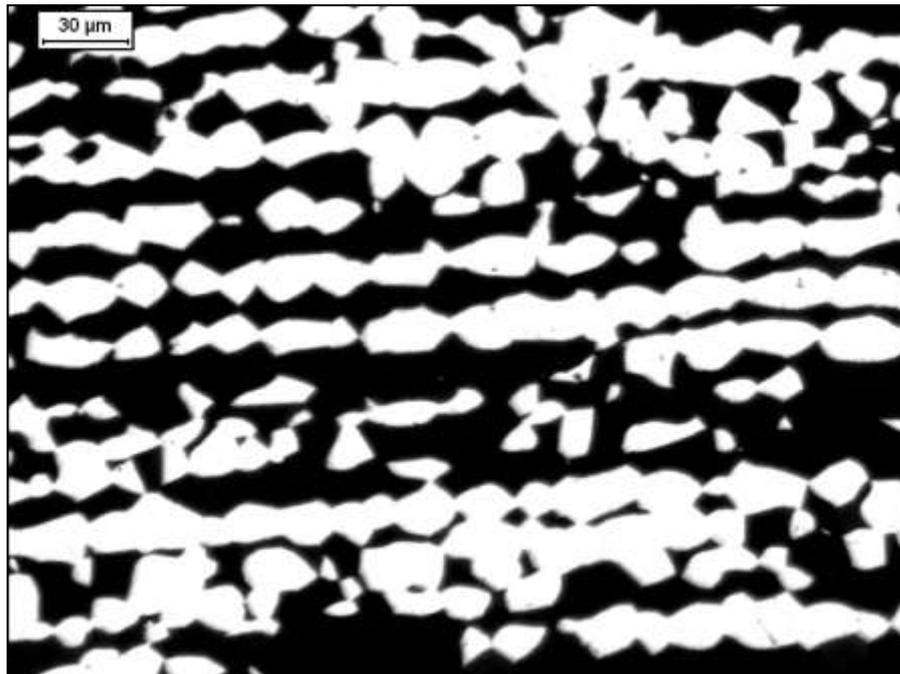


Figura 3: Amostra de aço inoxidável SAF 2205 solubilizada a 1150°C por uma hora, e resfriada em água. Ferrita (preta) e austenita (clara). Ataque: Beraha modificado.
Fonte: MAGNABOSCO, R., SANTOS, D., MELO, E.; 2009

Em relação aos aços inoxidáveis austeníticos, os dúplex apresentam vantagens relevantes, principalmente a interessante combinação da grande resistência à corrosão simultânea à alta resistência mecânica, sendo a segunda consequência da estrutura de grãos refinados presente neste tipo de aço. Outro fator proeminente consiste na composição do aço

inoxidável dúplex, que apresenta menor teor de níquel do que os austeníticos, o que o torna economicamente viável. (NILSSON, 1992).

As primeiras análises e descrições da microestrutura dúplex surgiram em 1927 e, a partir de 1930 iniciou-se o desenvolvimento deste aço nos Estados Unidos e na Europa. Todavia, este material passou a ser comercialmente disponível apenas na década de 70, quando foi possível a obtenção de um material mais refinado, e desde então sua utilização cresceu rapidamente nas indústrias. O uso deste aço com maior intensidade, contudo, só aconteceu a partir da década de 1990 (NILSSON, 1992).

Os aços inoxidáveis dúplex são feitos pelo processo AOD – *argon-oxygen decarburization* – descarburização por sopro combinado de oxigênio e argônio. Nesta técnica o teor de carbono é extremamente reduzido pelo sopro da mistura gasosa de argônio e oxigênio, fazendo com que estes aços praticamente imunes à sensitização. Uma das vantagens deste procedimento é que o baixo teor de carbono pode ser obtido a partir de cargas com alto carbono com perdas mínimas e sem oxidação do cromo. Outro elemento que pode ser significativamente reduzido por este processo é o enxofre, reduzindo deste modo a presença de inclusões no aço entre outras características positivas. Este tipo de aço é frequentemente utilizado em aplicações nas quais a atmosfera corrosiva é de intensa agressividade, como na indústria de óleo e gás, em plataformas petrolíferas, na indústria de papel e celulose, em aplicações *offshore* e em tanques para transporte marítimo de produtos químicos (SEDRIKS, 1996; ECKENROD e PINNOW, 1984).

2.2 Metalurgia física

A composição básica dos aços inoxidáveis dúplex consiste em ferro, cromo e níquel e é possível estudar a metalurgia física destes aços através de análises do sistema ternário Fe-Cr-Ni.

O ternário Fe-Cr-Ni apresenta basicamente quatro fases sólidas. Destas, três são soluções sólidas: austenita (γ), de estrutura cristalina cúbica de faces centradas; ferrita (α), cúbica de corpo centrado e α' , também cúbica de corpo centrado, porém rica em cromo. A quarta fase sólida é uma fase intermetálica denominada sigma (σ), de estrutura tetragonal, extremamente dura, frágil e não magnética (RAYNOR e RIVLIN, 1988).

Usualmente, para ligas ferrosas, denomina-se por δ todo sólido de estrutura cúbica de corpo centrado formado na solidificação; no entanto, diversas referências que tratam sobre o

ternário Fe-Cr-Ni (PUGH e NISBET, 1950; SOLOMON e DEVINE, 1982; RAYNOR e RIVLIN, 1988) convencionaram a utilização de α para qualquer ferrita formada por reações dependentes de difusão, fazendo distinção apenas à martensita, cuja formação independe da difusão. Deste modo, evita-se confusão referente às diferentes nomenclaturas, tornando fácil a interpretação do ternário citado, como pode ser constatado na Figura 4, que apresenta a seção isotérmica a 1300°C do ternário Fe-Cr-Ni.

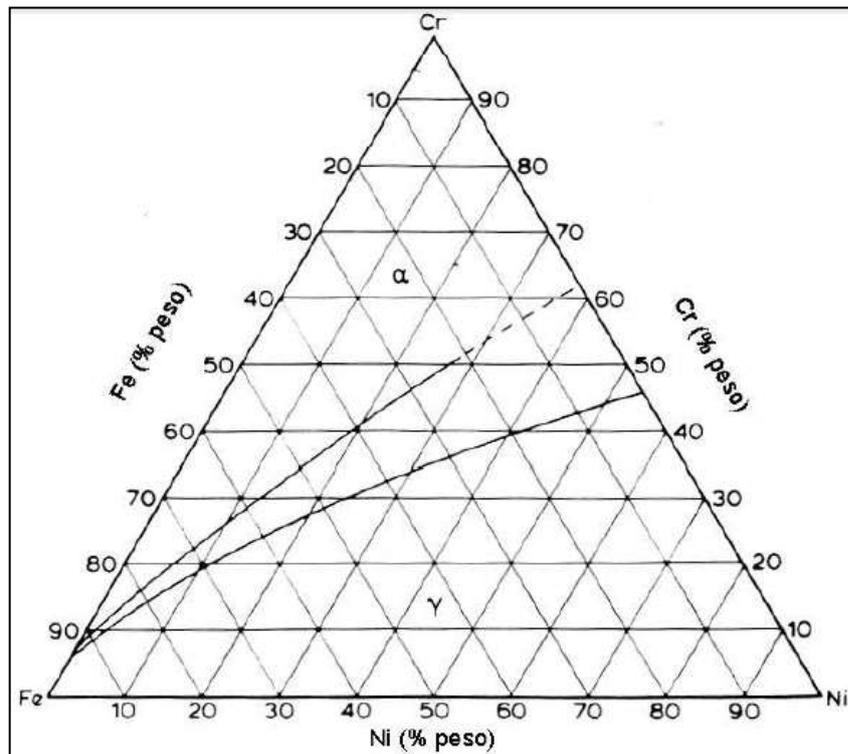


Figura 4: Seção isotérmica a 1300°C do ternário Fe-Cr-Ni.
Fonte: RAYNOR e RIVLIN, 1988

É possível perceber que no ternário apresentado na Figura 4 existe campo onde há presença de ferrita e austenita simultaneamente; sendo assim, a formação da estrutura dúplex ferrita-austenita pode ser obtida pela correta escolha da composição e, da execução de tratamento de solubilização seguido de resfriamento rápido. O mesmo raciocínio pode ser efetuado para os demais diagramas de equilíbrio das seções isotérmicas a 1200°C, 1100°C e 1000°C – Figuras 5 a 7, respectivamente. Pode-se perceber que o campo de equilíbrio entre as duas fases aumenta com a redução de temperatura (POTGIETER et al., 1991).

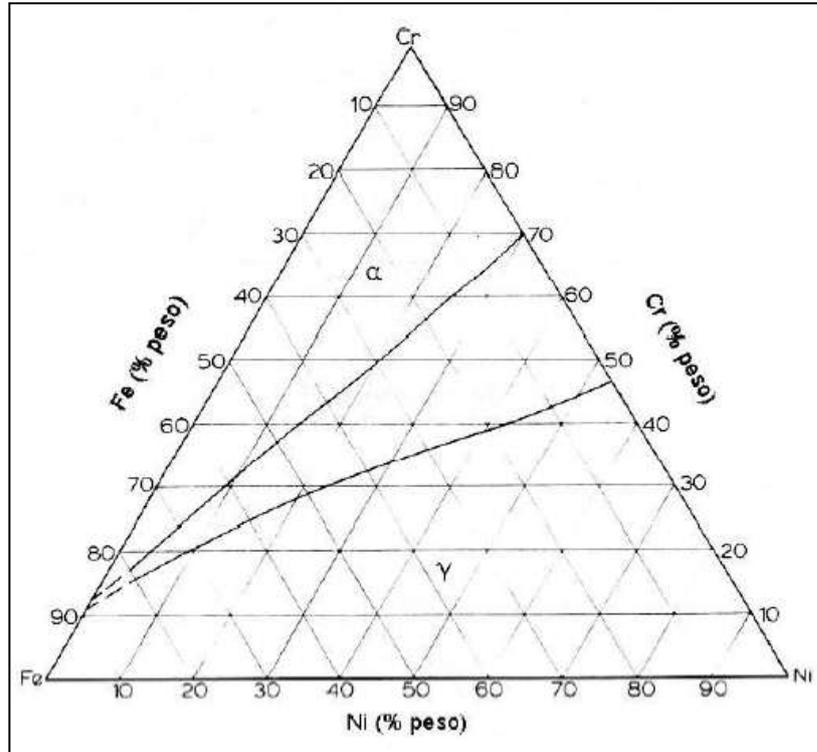


Figura 5: Seção isotérmica a 1200°C do ternário Fe-Cr-Ni.
Fonte: RAYNOR e RIVLIN, 1988

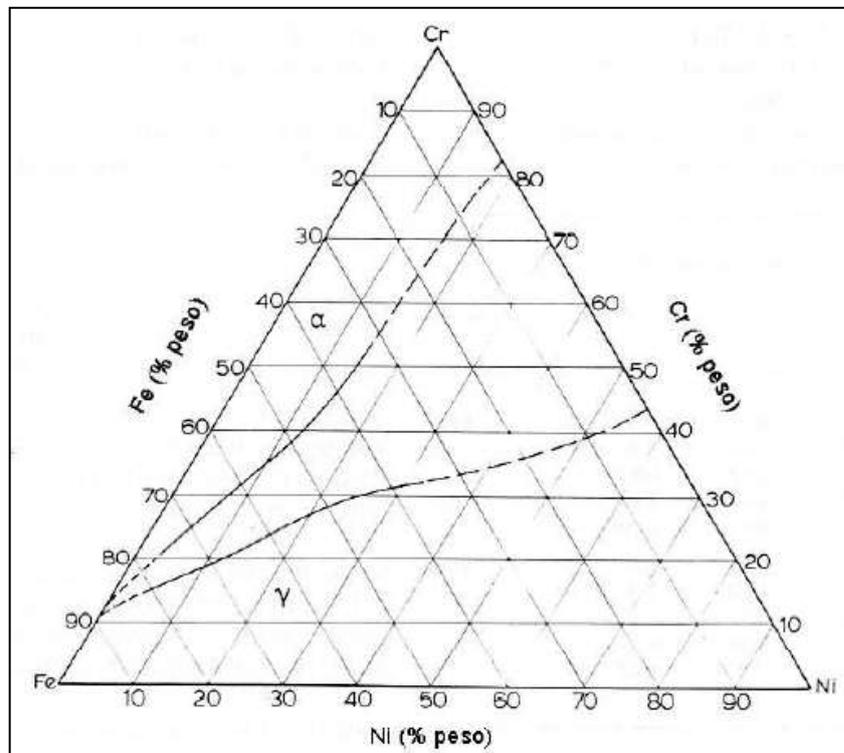


Figura 6: Seção isotérmica a 1100°C do ternário Fe-Cr-Ni.
Fonte: RAYNOR e RIVLIN, 1988

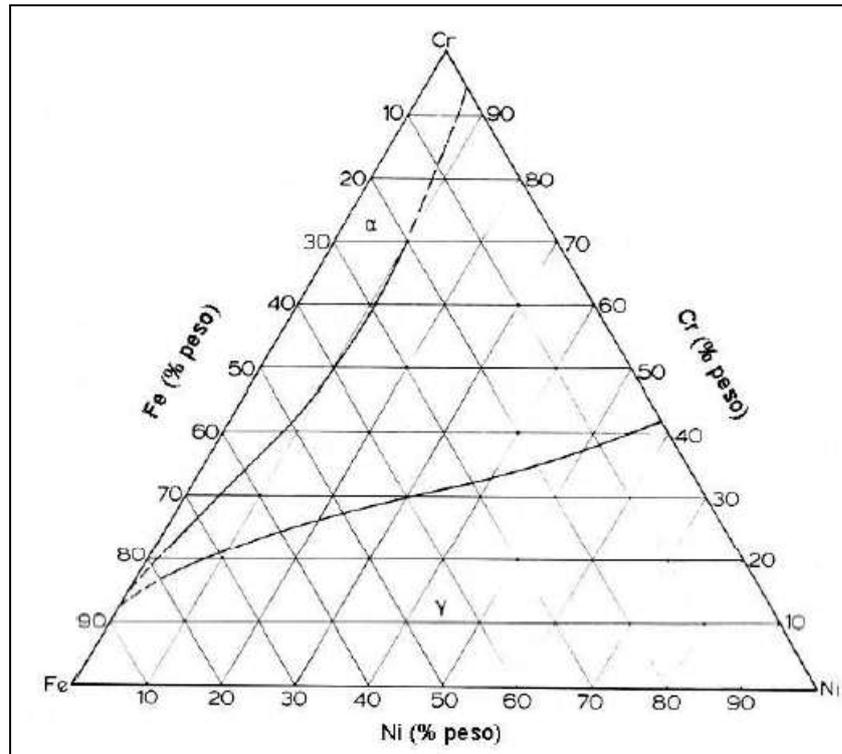


Figura 7: Seção isotérmica a 1000°C do ternário Fe-Cr-Ni.
Fonte: RAYNOR e RIVLIN, 1988

A composição básica dos aços inoxidáveis dúplex consiste em ferro, cromo e níquel, além dos elementos que se assemelham aos dois últimos na estabilização das fases ferrita e austenita, gerando o conceito de cromo e níquel equivalentes (SOLOMON e DEVINE, 1982). Esses equivalentes de níquel (estabilizador de austenita) e cromo (estabilizador da ferrita), podem ser calculados, em uma base percentual de massa, a partir, por exemplo, das seguintes equações (1) e (2) (SEDRIKS, 1996):

$$\% \text{ Ni equivalente} = \% \text{ Ni} + \% \text{ Co} + 30(\% \text{ C}) + 25(\% \text{ N}) + 0,5(\% \text{ Mn}) + 0,3(\% \text{ Cu}) \quad (1)$$

$$\% \text{ Cr equivalente} = \% \text{ Cr} + 2(\% \text{ Si}) + 1,5(\% \text{ Mo}) + 5(\% \text{ V}) + 5,5(\% \text{ Al}) + 1,75(\% \text{ Nb}) + 1,5(\% \text{ Ti}) + 0,75(\% \text{ W}) \quad (2)$$

Os elementos de liga têm extrema importância na formação da microestrutura dúplex, visto que além de possuírem o papel de otimizar as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão do material, têm simultaneamente a competência de agir como estabilizadores de uma das fases da microestrutura. Estão relacionados a seguir os principais elementos de liga utilizados e os seus respectivos efeitos (POTGIETER et al., 1991; SEDRIKS, 1996):

a) Cromo: sua principal função está relacionada à resistência à corrosão do material. O cromo livre em solução sólida na matriz possibilita a formação da película passiva, que protege o material contra agentes corrosivos, como mostra a Figura 8. No entanto, existe um limite máximo de cromo que pode ser adicionado para que não haja aumento na taxa de formação da fase sigma, que pode reduzir a ductilidade e tenacidade do material.

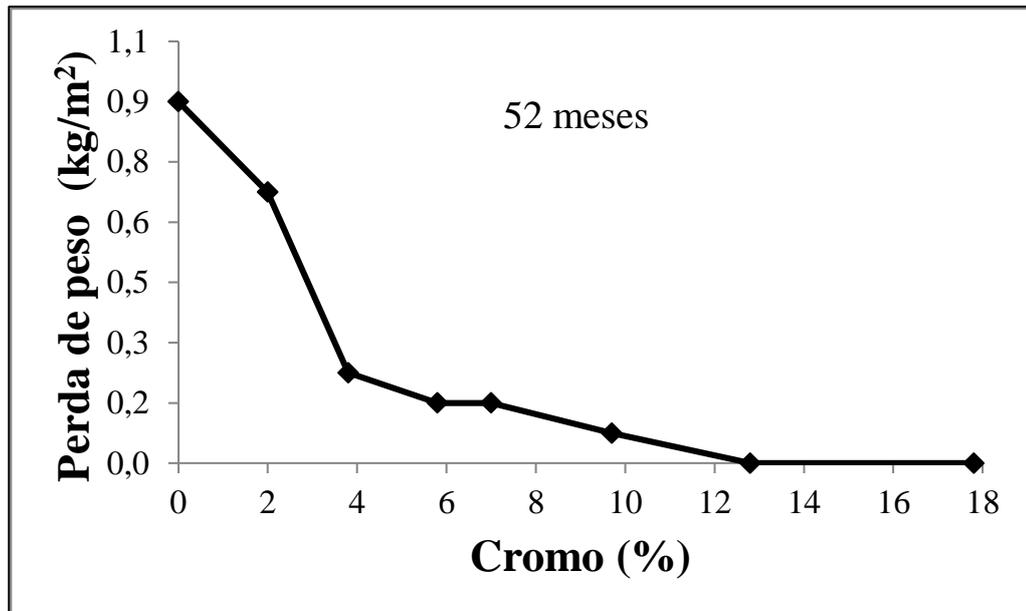


Figura 8: A influência do cromo na corrosão atmosférica de um aço baixo carbono.
Fonte: Autor "adaptado de" SEDRIKS, 1996

b) Molibdênio: provoca o aumento da resistência à corrosão por pite e em fresta. O limite máximo usual é de 4% em massa, pois este elemento aumenta o campo de fase sigma.

c) Níquel: é estabilizador da fase austenítica e, assim, proporciona boa combinação de resistência e ductilidade.

d) Carbono: causa endurecimento e aumento da resistência mecânica da liga. Porém, tem um limite máximo de 0,03%, já que em excesso causa perdas na trabalhabilidade e na resistência a corrosão.

e) Titânio e Nióbio: apresentam importante função na manutenção da inoxidabilidade. Evitam a combinação do carbono com o cromo, impedindo possíveis perdas de resistência à corrosão devido à sensitização.

f) Nitrogênio: aumenta a resistência mecânica da liga a temperatura ambiente, diminui os riscos de precipitação de carbonetos e surgimento de fases intermetálicas no interior da fase austenítica, e aumenta a resistência à corrosão. Pode substituir o níquel na função de estabilizar a austenita.

g) Manganês: provoca aumento da solubilidade do nitrogênio na liga. Portanto é empregado em combinação com o mesmo para que se possa diminuir a quantidade de níquel adicionado à liga.

h) Silício: aumenta a resistência à corrosão sob tensão. Contudo, quando adicionado em porções superiores a 1% em massa aumenta a formação da fase sigma, que pode causar a perda de outras propriedades além da própria resistência à corrosão.

2.2.1 Austenita de reequilíbrio

Alguns trabalhos (MELO; MAGNABOSCO, 2010; SANTOS; MAGNABOSCO, 2010) relataram a ocorrência do reequilíbrio entre ferrita e austenita durante envelhecimento isotérmico do aço UNS S31803. Nestes estudos, supõe-se que na temperatura de solubilização a fração de austenita é menor em relação à fração de equilíbrio na temperatura de envelhecimento, e no início deste tratamento foi verificado um aumento na fração de austenita em conjunto a uma redução da fração de ferrita, indicando a formação de austenita a partir da ferrita, que pode ser denominada austenita de reequilíbrio. Essa austenita de reequilíbrio acontece devido à busca de um reequilíbrio entre as frações volumétricas das fases presentes no aço. A fração volumétrica de austenita neste trecho seria a somatória entre as frações de austenita original e de reequilíbrio.

Segundo Santos e Magnabosco (2010), este reequilíbrio também pode ser percebido através da análise de micrografias. É possível notar a formação de halos de austenita de equilíbrio (γ_r) ao redor dos grãos de austenita original (γ), provavelmente devido a diferenças de composição química (Figura 9).

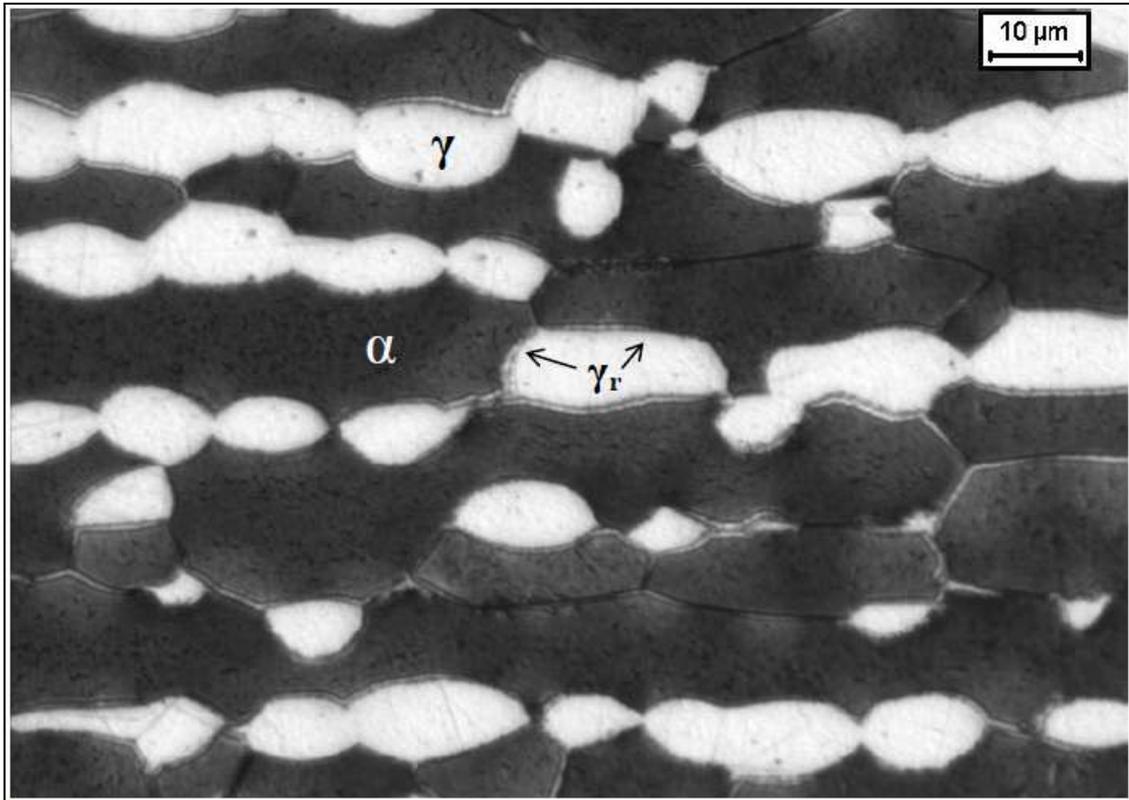


Figura 9: Austenita de reequilíbrio (γ_r) na forma de halos ao redor de grãos de austenita original (γ) na amostra envelhecida por 1 minuto a 850°C. Ataque: Beraha Modificado.
Fonte: SANTOS; MAGNABOSCO, 2010

Com base em outro estudo (MAGNABOSCO; AVILA; RABECHINI, 2011) foi possível observar que a fração de ferrita das amostras diminui com o aumento do grau de encruamento (Figura 10). Esta observação sugere que pode ocorrer formação de austenita de reequilíbrio, já relatada em outros trabalhos nos instantes iniciais de envelhecimento (MELO; MAGNABOSCO, 2010; SANTOS; MAGNABOSCO, 2010), mas que nesta condição aconteceria como a transformação de ferrita em austenita induzida por deformação.

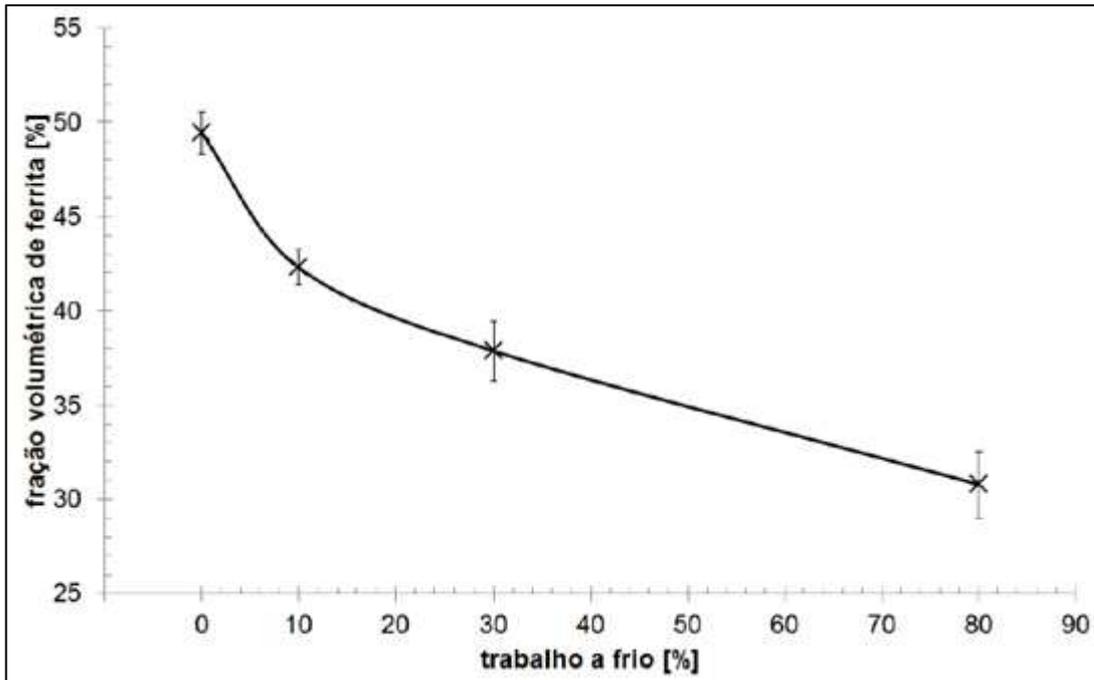


Figura 10: Fração de ferrita das amostras solubilizadas em função do trabalho a frio sofrido.
Fonte: MAGNABOSCO; AVILA; RABECHINI, 2011

2.3 Transformação martensítica induzida por deformação

Há indícios de que a aplicação de deformação plástica é capaz de induzir a transformação da austenita em martensita. Caso ocorra o resfriamento rápido de um aço austenítico até uma temperatura entre o início e o fim da transformação martensítica, antes o material apresentará determinada quantidade de austenita não transformada. Se após este procedimento esse aço for deformado plasticamente nessa temperatura, sucede a transformação dessa austenita em martensita. Entretanto, esse fenômeno também foi observado num aço com estrutura austenítica acima da temperatura de início da transformação martensítica (M_s), quando este é deformado plasticamente. Nesta situação existe uma relação entre a quantidade de austenita transformada em martensita e a temperatura M_s . Quanto mais alta a temperatura menos austenita transformada se tem, tendo uma temperatura-limite (M_d), acima da qual essa transformação não ocorre. Quando acima de M_s essa transformação pode ocorrer mesmo para tensões correspondentes ao limite elástico. Logo, aços com elementos de liga que caracterizam M_s abaixo da temperatura ambiente, possuem a capacidade de endurecer com a aplicação de tensões à temperatura ambiente (PORTER; EASTERLING, 2004; SANTOS, R., 2006).

Latapie e Farkas (2003) estudaram transformação de fase induzida por tensão e nucleação de grãos na ponta de trinca em Fe- α nanocristalino (CCC). Chegaram à conclusão de que ocorre formação de novos grãos induzida pela tensão, e esta ocorre através de uma transformação de fase metaestável de CCC para CFC na ponta da trinca da amostra. Como aumento da intensidade de tensão, a trinca continua a propagar na orientação cristalográfica mais favorável, parte da região CFC mais próxima à ponta da trinca é transformada de volta para uma estrutura mais estável CCC. Essa região CCC formada a partir da fase CFC não tem a mesma orientação cristalográfica que o grão original CCC. Ou seja, a deformação plástica na ponta da trinca do ferro alfa nanocristalino, não está associada somente à geração de discordâncias, mas também às transformações de fase e nucleação de grãos novos. Assim sendo, o CCC₁ transformou-se em CFC que por sua vez transformou-se em CCC₂. Verifica-se, portanto, que mesmo nos estudos de transformação martensítica induzida por deformação há indicativos da transformação reversa de ferrita em austenita, como aquela em estudo neste trabalho e já aventada em outro estudo (MAGNABOSCO; AVILA; RABECHINI, 2011).

2.3.1 Termodinâmica da transformação martensítica induzida por deformação

A transformação martensítica ocorrerá somente se a diferença entre as energias livres das fases austenita e martensita atingirem a chamada força motriz crítica ($\Delta G_{MS}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$), que se inicia na temperatura Ms. Porém, sabe-se que a formação de martensita é extremamente dependente da nucleação de discordâncias, portanto ao aplicar uma tensão externa ao sistema aumentando, assim, as deformações internas e, portanto, as distorções da rede cristalina, evidentemente facilita-se a geração de discordâncias e, conseqüentemente, o crescimento da martensita. Portanto, nestes casos a transformação martensítica ocorre em temperaturas superiores à Ms, como ilustrado na Figura 11 e na equação (3), onde U' representa a força motriz mecânica, devida à deformação plástica aplicada ao sistema (PORTER; EASTERLING, 2004; SANTOS, 2006; WAYMAN; BADESHIA, 1996).

$$\Delta G_{M_d}^{\alpha' \rightarrow \gamma} + U' = \Delta G_{MS}^{\alpha' \rightarrow \gamma} \quad (3)$$

A Figura 11 mostra as energias livres das fases austenita (γ) e martensita (α') em função da temperatura para teor de carbono constante. T_0 é a temperatura em que as duas fases estão em equilíbrio em solução, ou seja, $\Delta G=0$.

Todavia, há o limite de temperatura acima da qual nenhuma martensita pode se formar por deformação, esta temperatura é denominada Md. Isto é, o aumento da densidade de discordâncias por deformação deve aumentar o número de locais de nucleação potenciais, porém deformação excessiva pode introduzir limitações para a nucleação e crescimento da nova fase (PORTER; EASTERLING, 2004; SANTOS, 2006; WAYMAN; BADESHIA, 1996).

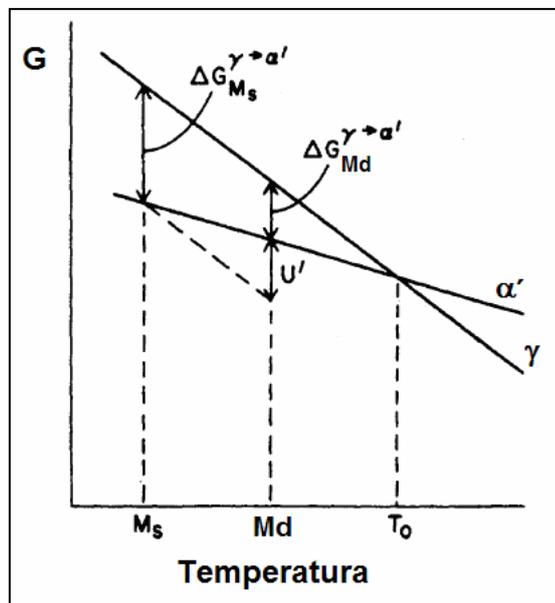


Figura 11: Diagrama de energia livre de Gibbs das fases austenita (γ) e martensita (α') para concentração de carbono constante.

Fonte: WAYMAN, C.M.; BADESHIA, H.K.D.H., 1996

Segundo Hornbogen (1985), transformações martensíticas podem envolver grande quantidade de cisalhamento. Estas reações são de primeira ordem e, geralmente nucleadas heterogeneamente, começam com superresfriamento abaixo da temperatura de equilíbrio termodinâmico, sendo que esta temperatura é fortemente afetada pela adição de elementos de liga, e pode ser definida como função da tensão crítica interna.

Já foram relatados em outro trabalho (MACLAREN et al., 2006), indícios da presença de uma transformação martensítica reversa de ferrita para austenita em aço nanocristalino. Neste mesmo estudo o aço inicialmente perlítico foi severamente deformado e passou a existir a fase austenita. Os autores chegaram à conclusão que ocorreu, possivelmente, uma transformação martensítica em temperatura ambiente ou próxima. Ao efetuar medições DSC,

foi constatado que o material em estudo estava bem distante do equilíbrio, com cerca de 60% de diferença de energia livre de Gibbs. Segundo Maclaren et al. (2006) forças de cisalhamento podem ativar as transformações martensíticas reversas.

Indícios da ocorrência da transformação de ferrita em austenita induzida por deformação em aços inoxidáveis, similar a uma transformação martensítica reversa foram encontrados em outros dois artigos (SOUTHWICK; HONEYCOMBE, 1980; FANICA, et al., 2011). Conforme os autores Southwick e Honeycombe (1980), a decomposição da ferrita pode acontecer por dois mecanismos: por um processo martensítico a baixas temperaturas (300 – 650°C) e/ou nucleação e crescimento a elevadas temperaturas (650 – 1200°C). Esta reação martensítica é isotérmica, ou seja, não ocorre durante têmpera de água a partir de 1300°C. Fanica; et al. (2011) notou que ao realizar trabalho a frio em aços superdúplex há uma relação direta sobre seus resultados obtidos através do ferritoscópio, ocorrendo redução da fração de ferrita em função do aumento deste trabalho mecânico a frio aplicado, sem a formação de fases intermetálicas.

2.4 Energia de deformação plástica

O regime de deformação elástica, para a maioria dos materiais metálicos, persiste apenas até deformações de aproximadamente 0,005. A tensão imposta sobre o material além deste ponto passa a não ser mais proporcional à deformação e ocorre uma deformação permanente, não recuperável após a liberação da carga aplicada, denominada deformação plástica (CALLISTER, 2008).

O encruamento é um fenômeno segundo o qual um metal dúctil se torna mais duro e mais resistente à medida que é submetido a um processo de deformação plástica em uma temperatura abaixo de sua temperatura de recristalização. Por isso, esse fenômeno também é chamado de endurecimento por trabalho, ou, pelo fato da temperatura em que a deformação ocorre ser “fria” em relação à temperatura absoluta de fusão do metal (CALLISTER, 2008).

Normalmente é conveniente expressar o grau de deformação plástica como uma porcentagem de trabalho a frio, em vez de uma deformação. É possível calcular a porcentagem de trabalho a frio (%TF) através da equação (4):

$$\%TF = \left(\frac{A_0 - A_d}{A_0} \right) \times 100 \quad (4)$$

onde A_0 é a área original da seção transversal sob deformação e A_d é a área após a deformação (CALLISTER, 2008).

O fenômeno do encruamento é explicado com base em interações entre as discordâncias e os campos de deformação das discordâncias. A densidade de discordâncias em um metal aumenta com a deformação ou o trabalho a frio, devido à sua multiplicação ou a formação de novas discordâncias. Conseqüentemente, a distância média de separação entre as discordâncias diminui – estas ficam posicionadas mais próximas umas das outras, ou seja, ocorre aumento da energia interna do material, causando, portanto aumento da energia livre total do sistema. Pode-se relacionar este fenômeno com as Figuras 10 e 11, pois este aumento de energia livre (U') pode ser responsável pela redução da fração volumétrica da ferrita e pela facilitação da transformação da austenita em ferrita na temperatura M_d . Todavia o presente trabalho apresenta a ocorrência desta transformação de forma reversa, ou seja, a ferrita torna-se austenita com a aplicação de trabalho mecânico a frio, como mostra a Figura 12.

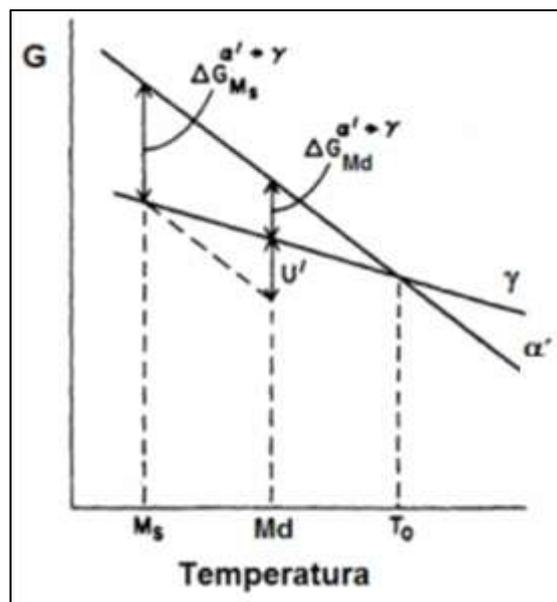


Figura 12: Diagrama de energia livre de Gibbs das fases austenita (γ) e martensita (α') para concentração de carbono constante.

Fonte: Autor “adaptado de” WAYMAN, C.M.; BADESHIA, H.K.D.H., 1996

O acréscimo de energia associada com a deformação do corpo é denominado de energia de deformação, ou seja, é o trabalho realizado pelo aumento gradual da carga aplicada neste corpo. Também é definida como a energia de deformação por unidade de volume, e corresponde à área abaixo da curva do diagrama tensão-deformação de um determinado material, como mostra a Figura 13.

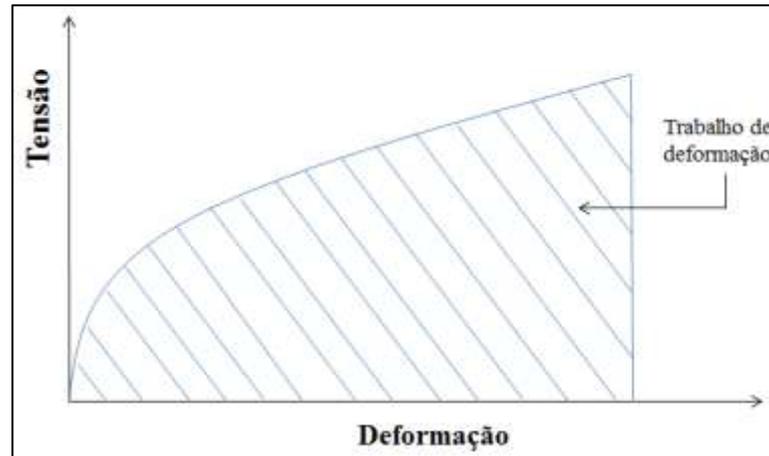


Figura 13: Diagrama de tensão em função da deformação.
Fonte: Autor

Ao aplicar trabalho mecânico em um material a fim de deformá-lo plasticamente, uma pequena parcela da energia imposta é armazenada no mesmo. Esta energia de deformação armazenada promove um acréscimo de energia interna tornando-a superior a seu equilíbrio termodinâmico, ou seja, o material torna-se metaestável. Caso a deformação aplicada ocorra à temperatura e pressão (P) constantes, é possível obter a equação (5), a qual associa a variação de energia livre (dG) e a energia de deformação (dE) (SANTOS, R. 2006; DOWLING, 1999; DIETER; 1981):

$$dG = dE + P.dV - T.dS \quad (5)$$

Como a conformação plástica não promove variação de volume (dV) e a variação de entropia (dS) pode ser considerada desprezível quando comparada com a variação de energia interna (dE) pode-se obter a equação 6 (SANTOS, R., 2006).

$$dG \cong dE \quad (6)$$

Quando o material é submetido ao estado plano de tensões, ou biaxial de tensões (Figura 14), como no caso da laminação, aplicar tensão de cisalhamento τ em “xy” é equivalente a aplicar apenas tensões normais σ em “ij” (DOWLING, 1999; DIETER; 1981).

Para o estado plano de tensões, têm-se as equações 7 e 8:

$$\sigma_z = \tau_{xz} = \tau_{zx} = \tau_{yz} = \tau_{zy} = 0 \quad (7)$$

$$\sigma_{ij} = \begin{vmatrix} \sigma_x & \tau_{yx} \\ \tau_{xy} & \sigma_y \end{vmatrix} \quad (8)$$

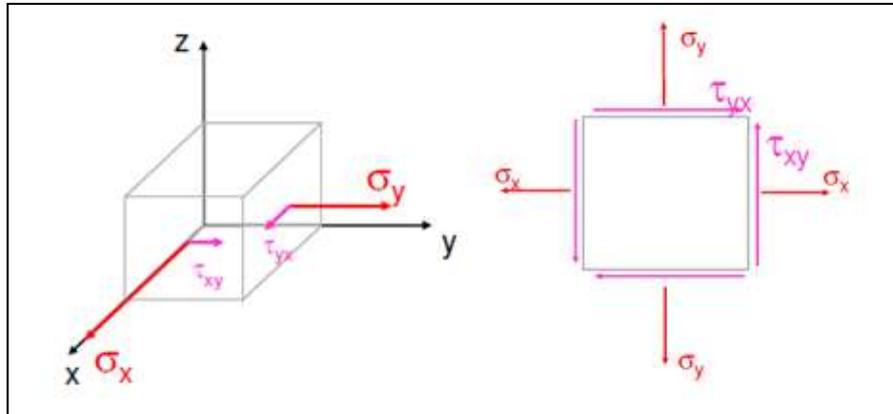


Figura 14: Representação esquemática do estado plano de tensão.

Fonte: SALERNO, <http://elearning.fei.edu.br/moodle/mod/resource/view.php?inpopup=true&id=24439>

É possível converter um estado plano de tensões no sistema xy em um equivalente, num sistema $x'y'$ orientado de um ângulo θ (Figura 15) usando as equações 9 a 11 (DOWLING, 1999; DIETER, 1981):

$$\sigma_{x'} = \frac{\sigma_x + \sigma_y}{2} + \frac{\sigma_x - \sigma_y}{2} \cdot \cos 2\theta + \tau_{xy} \cdot \sin 2\theta \quad (9)$$

$$\sigma_{y'} = \frac{\sigma_x + \sigma_y}{2} - \frac{\sigma_x - \sigma_y}{2} \cdot \cos 2\theta - \tau_{xy} \cdot \sin 2\theta \quad (10)$$

$$\tau_{x'y'} = \frac{\sigma_y - \sigma_x}{2} \cdot \sin 2\theta + \tau_{xy} \cdot \cos 2\theta \quad (11)$$

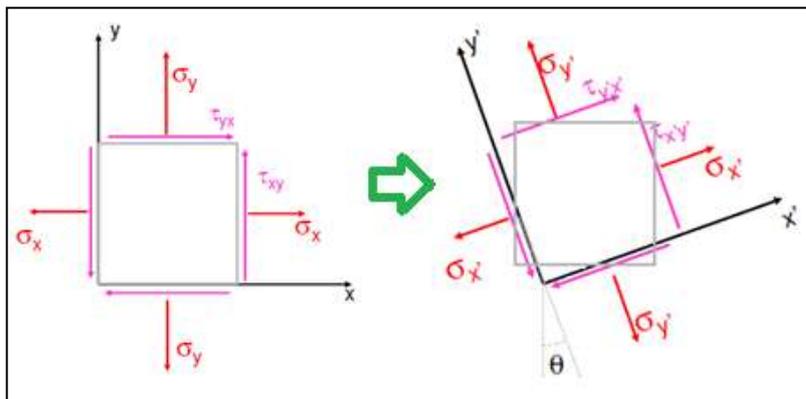


Figura 15: Representação esquemática da conversão de um estado plano de tensões no sistema xy em um equivalente, num sistema $x'y'$ orientado de um ângulo θ .

Fonte: SALERNO, <http://elearning.fei.edu.br/moodle/mod/resource/view.php?inpopup=true&id=24439>

Tal transformação permite inferir que a partir do estado plano de tensões σ_{hk} , é possível a definição de um estado de tensões σ_{ij} equivalente onde não ocorrem tensões de cisalhamento, deste modo, obtém-se a equação (12) (DOWLING, 1999; DIETER; 1981).

$$\sigma_{hk} = \sigma_{ij} = \begin{vmatrix} \sigma_i & 0 \\ 0 & \sigma_j \end{vmatrix} \quad (12)$$

Deste modo é possível efetuar os cálculos das deformações em cada eixo, plástica total e do trabalho de deformação pelas equações 13 a 15, respectivamente. A Figura 16 representa os eixos de deformação e as dimensões das amostras. Os valores dos coeficientes de deformação H (748 ± 12 MPa) e de encruamento n ($0,056 \pm 0,00029$) foram retirados do trabalho de Donato (2003).

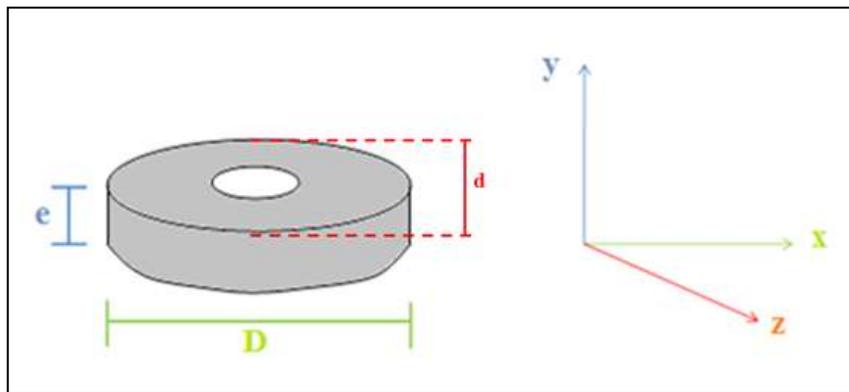


Figura 16: Ilustração das dimensões da amostra e seus eixos de deformação.

Fonte: Autor

$$\varepsilon_x = \ln \frac{\pi \cdot D}{\pi \cdot D_0}; \varepsilon_y = \ln \frac{e}{e_0}; \varepsilon_z = \ln \frac{\pi \cdot d}{\pi \cdot d_0} \quad (13)$$

$$\varepsilon_p = \sqrt{\frac{2}{3} \cdot (\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2 + \varepsilon_z^2)} \quad (14)$$

$$W_d = \int_0^{\varepsilon_{p, amostra}} H \cdot \varepsilon_p^n \cdot d\varepsilon_p = \frac{H \cdot \varepsilon_p^{n+1}}{n+1} \Big|_0^{\varepsilon_{p, amostra}} \quad (15)$$

2.5 Densidade como medida alternativa de transformação de fase

Segundo ALMEIDA et. al, 2012, a densidade da massa pode ser uma medida alternativa para a avaliação da ocorrência da transformação de fase; sendo que, teoricamente, ocorreria uma expansão volumétrica na transformação da ferrita, α em austenita, γ . Esta expansão ocorre em função da densidade de um aço inoxidável austenítico típico ser maior do que a do ferrítico típico. Em virtude da transformação de fases em estudo envolver uma mudança estrutura cristalina, de ferrita CCC – cujo fator de empacotamento é 0,68 – para austenita CFC, haveria de ocorrer também um aumento da densidade, já que a CFC possui maior fator de empacotamento, cujo valor é 0,74 e, conseqüentemente, é mais densa. Logo, se a ferrita torna-se austenita é esperado que ocorra um aumento da densidade. Como esta variação é extremamente pequena utilizou-se dois métodos de análise: densidade hidrostática e as dimensões das amostras foram medidas com micrômetro e pesadas numa balança, permitindo o cálculo de sua densidade.

2.5.1 Densímetro

O princípio de determinação da densidade em líquidos e em sólidos utilizado pelo densímetro é o método de impulso ascensional. Caracteriza-se numa rápida obtenção de resultados de medição. Para medir a densidade de sólidos deve-se conhecer o peso e volume da amostra. Neste equipamento existe um dispositivo de pesagem e o volume é calculado através do empuxo da amostra dentro do líquido de densidade conhecida.

2.5.1 Medição volumétrica direta

Sabendo que a densidade (d) é a relação da massa (m) e do volume da amostra (V), ou seja, a massa por unidade de volume, esta técnica foi utilizada para determinar a densidade do material em estudo por meio do cálculo descrito na equação 16. Um micrômetro deve ser utilizado para medir as dimensões da amostra e, assim, determinar o volume. Além disso, uma balança de alta precisão é usada a fim de medir a massa da amostra.

$$d = \frac{m}{V} \quad (16)$$

2.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) opera tipicamente com tensões de aceleração entre 2 e 50 kV, é comumente utilizado para a maioria das aplicações metalúrgicas e de cerâmicas. As lentes eletromagnéticas na coluna são usadas para formar uma sonda de pequeno diâmetro, e também direcionam o feixe de elétrons que bombardeia a superfície da amostra a ser analisada. Em cada ponto da amostra atingido pelo feixe de elétrons incidente ocorrem várias interações elétrons/amostra, que produzem um número de diferentes sinais mensuráveis, tais como elétrons secundários, elétrons retroespalhados e raios X característicos. A intensidade do sinal emitido é uma função da amostra (sua topografia ou composição). Os sinais são coletados, amplificados, e exibidos em um monitor de computador formando a imagem. Regiões da amostra que emitem um sinal intenso aparecem brilhantes no monitor; as regiões que emitem um sinal mais fraco aparecem escuras (AGGEN, G. et al., 1986).

3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

O material em estudo é um aço inoxidável dúplex SAF 2205 que já era propriedade do Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos – CDMatM-FEI – e foi adquirido como barras cilíndricas de 20 mm de diâmetro, laminadas a quente e posteriormente tratadas a 1100°C por 30 minutos, com resfriamento em água. Amostras desta barra foram cortadas na forma de discos de aproximadamente 5 mm de espessura (Figura 17).



Figura 17: Amostras utilizadas no estudo.
Fonte: Autor

A composição química deste aço está representada na Tabela 1. A nomenclatura 2205 do aço em estudo refere-se ao teor de cromo (aproximadamente 22% em massa) e níquel (cerca de 5 % em massa), respectivamente.

Tabela 1 – Composição química (% massa) do aço inoxidável dúplex em estudo.

Cr	Ni	Mo	N	C	Mn	Si	P	S	bal.
22.21	5.40	3.15	0.178	0,015	0,76	0,45	0,020	0,005	Fe

3.1 Deformação plástica

A deformação plástica a frio foi aplicada em cada amostra através do uso do laminador de produtos planos do CDMatM-FEI – Figura 18. Nesta etapa a espessura foi reduzida entre 5 e 55%, sendo que os valores foram alternados de 5 em 5%, como mostra a Tabela 2. A Figura

19 (a) representa a amostra original e a Figura 19 (b) a amostra mais deformada plasticamente, ambas embutidas e prontas para a preparação e análise metalográficas.



Figura 18: Laminador de produtos planos do CDMatM-FEI. (a) vista lateral; (b) vista frontal.

Fonte: Autor

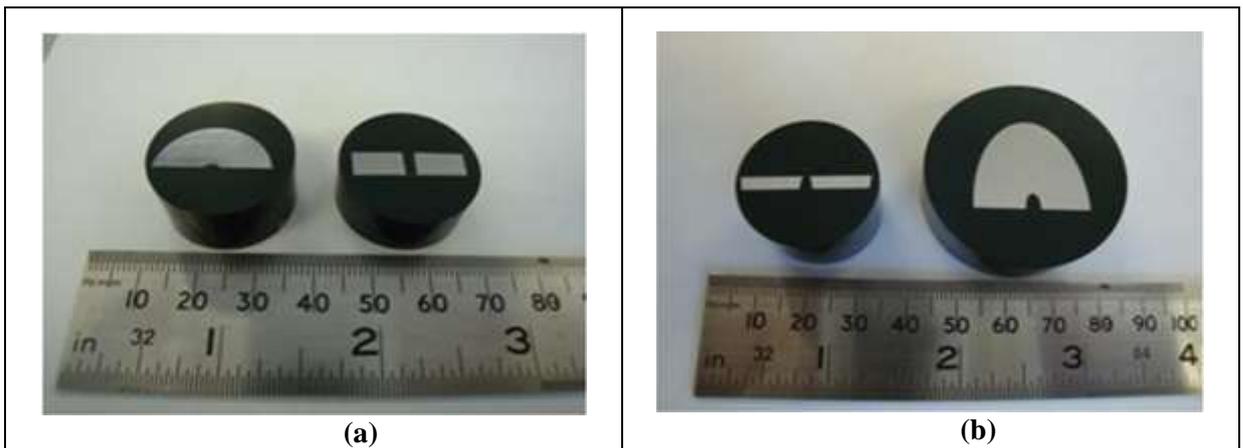


Figura 19: Amostras utilizadas no estudo (a) original e (b) mais deformada plasticamente.

Fonte: Autor

Tabela 2 – Identificação das amostras segundo a percentagem de deformação plástica a frio aplicada.

Amostra	Quantidade de deformação plástica aplicada (%)
1	0
2	5
3	10
4	15
5	20
6	25
7	30
8	35
9	40
10	45
11	50
12	55

3.2 Medições magnéticas

Primeiramente foi feita a medida da fração volumétrica de ferrita nas doze amostras a serem estudadas, através de medidas magnéticas, antes que fosse aplicada deformação plástica a frio. Este procedimento foi efetuado apenas para constatar se todas as amostras apresentavam a mesma percentagem em média desta fase e foi realizado através do uso do ferritoscópio FISCHER modelo MP30 do CDMatM-FEI; este aparelho é calibrado com o auxílio de padrões, tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita, e é mostrado na Figura 20. É uma técnica simples de quantificação de fases, que consiste em colocar a caneta de leitura do ferritoscópio perpendicularmente sobre o plano da chapa conformada mecanicamente e o

valor da porcentagem volumétrica de ferrita aparece no visor do aparelho. Vinte medições foram realizadas em cada uma das amostras na seção longitudinal das chapas.

Feito isso, foi efetuada a quantificação de fases posterior à aplicação de deformação plástica, através do método de medida magnética utilizando o mesmo procedimento já mencionado.



Figura 20: (a) Ferritoscópio FISCHER modelo MP30 do CDMatM-FEI. (b) Padrões de calibração.
Fonte: Autor

3.3 Difração de raios-X

Difração de raios-X foi realizada com o uso do difratômetro de raios-X que também é de posse do CDMatM-FEI, este possui sistema computacional acoplado para registro e análise dos resultados (Figura 21).

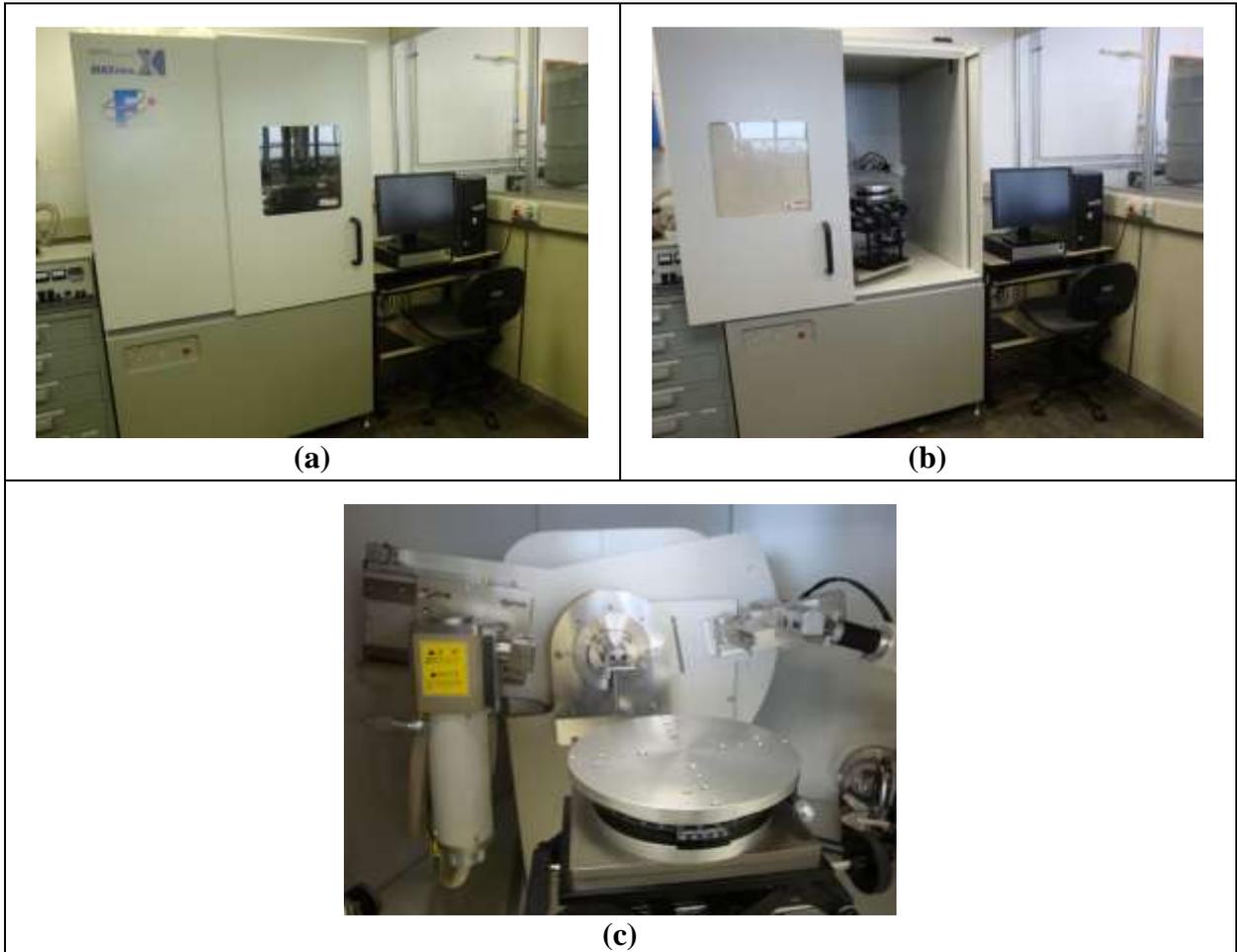


Figura 21: Difratormetro de raios-X acoplado ao sistema computacional. (a) com a porta fechada; (b) com a porta aberta; (c) suporte no qual a amostra em estudo fica durante ensaio.

Fonte: Autor

Inicialmente foi feita a difração de raios-X das amostras, na seção longitudinal, com radiação de $\text{Cu-K}\alpha$ 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 $0,04^\circ$, sendo a fonte de raios-X excitada a 30 kV e 30 mA. Esta análise foi executada a fim de constatar quais eram as fases presentes.

Posteriormente foram executadas difrações de raios-X da amostra original e das onze amostras depois de deformadas plasticamente, a fim de avaliar a possibilidade de quantificação de fases por este método.

3.4 Preparação metalográfica e micrografias

As amostras foram preparadas metalograficamente, ou seja, foram lixadas até a granulometria de 600 mesh e, em seguida, polidas com pasta de diamante de granulação 6, 3 e 1 μm , como mostra a Tabela 3. Nestas etapas fez-se o uso do equipamento de polimento semi-automático Struers Abramin (Figura 22) localizado no CDMatM-FEI.



Figura 22: Equipamento de polimento semi-automático Struers Abramin.

Tabela 3 – Procedimento utilizado na realização da preparação metalográfica.

Procedimento para Panos Stuers para Aço Inoxidável Dúplex						
Passo	Suporte	Tamanho do abrasivo	Lubrificante	Força (N)	Tempo (minuto)	R.P.M.
#1	Lixa	#220	Água	150	3	150
#2	Lixa	#320	Água	150	3	150
#3	Lixa	#400	Água	150	3	150
#4	Lixa	#600	Água	150	3	150
#5	Magnético	6 μm	Álcool	150	3	150
#6	Magnético	3 μm	Álcool	150	3	150
#7	Magnético	1 μm	Álcool	150	3	150
#8	Magnético	1 μm	Álcool	100	1,5	300

Observações: * Não usar o dosador.

* Procedimento válido apenas para amostras $\phi \leq 30$ mm.

A revelação microestrutural foi realizada com o auxílio do reativo de Beraha modificado, cuja solução base é constituída de 20 mL de ácido clorídrico (HCl) e 80 mL de água destilada e deionizada, a qual foram adicionados 1 g de metabissulfito de potássio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$) e 2 g de bifluoreto de amônio (NH_4HF_2), o ataque foi realizado variando-se o tempo entre 5 e 15 s de imersão ininterrupta. O ataque foi interrompido com água, e a superfície de observação seca através de evaporação de álcool etílico, auxiliada por jato de ar frio.

Outro ataque realizado nas amostras polidas foi o eletrolítico com solução 10% de ácido oxálico. Neste, há uma fonte acoplada a uma cuba de inox com o ácido em questão e foi aplicada uma tensão de 6 Vcc. A amostra é mergulhada nesta substância, variado o tempo de 30 a 45 s. Nesta situação a cuba age como catodo e a amostra como anodo, permitindo o fechamento do circuito e com isso o ataque da amostra (como mostra a Figura 23). A interrupção do ataque e a secagem da superfície foram realizadas da mesma maneira já descrita para o ataque de Beraha.



Figura 23: Realização do ataque eletrolítico com solução 10% de ácido oxálico.
Fonte: Autor

Após os ataques metalográficos, as amostras atacadas foram observadas no microscópio LEICA DMLM do CDMatM-FEI (Figura 24) com objetivas de 20 e 50x de aumento, para os ataques de Beraha e oxálico, respectivamente. A quantificação por estereologia quantitativa foi realizada com o auxílio do software AnalySis-Olympus®, que permite a diferenciação e quantificação por diferença de tonalidade das fases ferrítica e austenítica quando o ataque utilizado é o Behara. Foram analisados 20 campos por amostra e utilizado aumento de 20x.

Além disso, foram selecionadas quatro amostras com ataque eletrolítico para serem analisadas no MEV CamScan CS3200LV (Figura 25) dado o longo tempo demandado para uma análise completa em cada uma, e dentre estas quatro amostras foram examinadas minuciosamente a original, duas com valores intermediários de deformação e a mais deformada plasticamente. As amostras estavam atacadas eletroliticamente com a solução de 10% de ácido oxálico e foram colocadas no porta-amostra do próprio equipamento. O feixe de elétrons incidente fez com que a imagem da microestrutura gerada por elétrons secundários fosse projetada na tela do computador e permitiu a execução das análises. Análises de EDS

foram realizadas para determinar se as regiões analisadas tinham a composição química típica de austenita ou ferrita



Figura 24: Microscópio óptico utilizado nas análises microestruturais.
Fonte: Autor



Figura 25: Microscópio eletrônico de varredura.
Fonte: Autor

3.5 Densidade

A densidade foi analisada por três diferentes técnicas que serão descritas abaixo.

3.5.1 Medição volumétrica direta

As amostras original, com um valor intermediário de deformação e mais deformada plasticamente foram cortadas em pequenos paralelepípedos, com auxílio da cut off de alta precisão (Figura 26), a fim de facilitar a medida de suas dimensões. Com o objetivo de se obter paralelepípedos praticamente perfeitos foi adotada metodologia extremamente cautelosa para o corte das amostras, como mostra a Figura 27. Ou seja, o primeiro corte foi realizado na

direção do menor diâmetro da elipse, o segundo foi feito retirando-se a borda perpendicular a este diâmetro formando a segunda face plana, em seguida a base da cut off – que possui escala micrométrica – foi deslocada para a esquerda permitindo que o terceiro corte saísse paralelo ao segundo. Feito isto, o corte posterior foi realizado perpendicularmente ao terceiro permitindo que o paralelepípedo perfeito (Figura 28) fosse obtido e os desvios padrão das dimensões deste fossem mínimos. Em seguida, com o auxílio do micrômetro digital (Figura 29), efetuou-se cinco medidas de cada dimensão das amostras e estas foram pesadas cinco vezes em uma balança de alta precisão (Figura 30). Feito isso, calculou-se a média dos valores e seus respectivos desvios padrões. Calculou-se o volume das amostras através da multiplicação das médias das três dimensões e, a densidade foi mensurada através da divisão da média das massas pelo volume calculado.

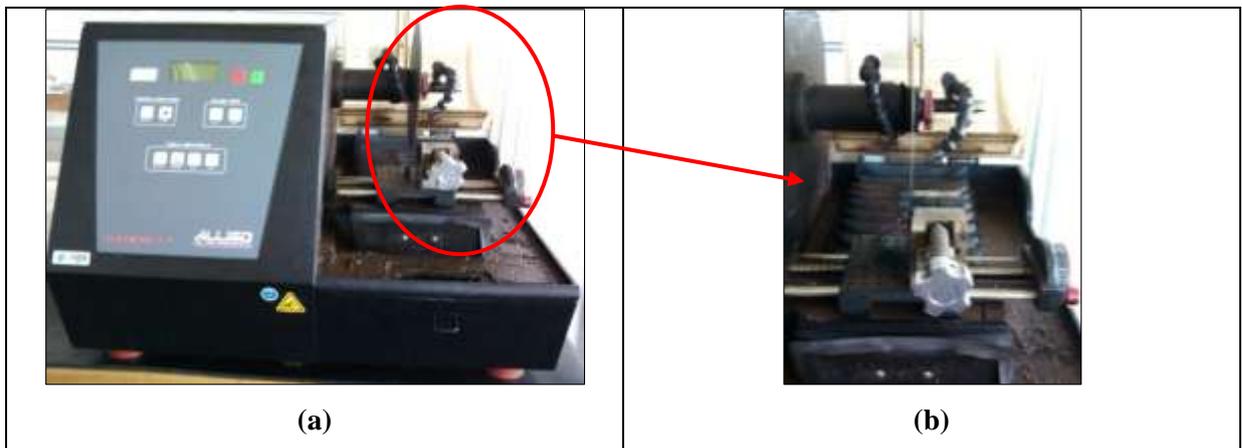


Figura 26: (a) Cut off de alta precisão utilizada (b) região de aumento do porta-amostra.
Fonte: Autor

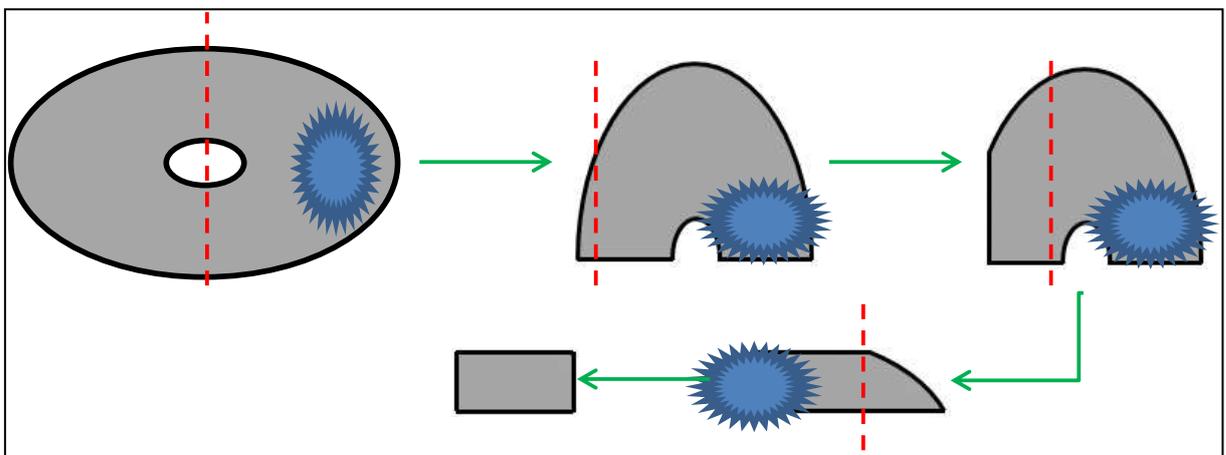


Figura 27: Sequência de cortes adotada.
Fonte: Autor

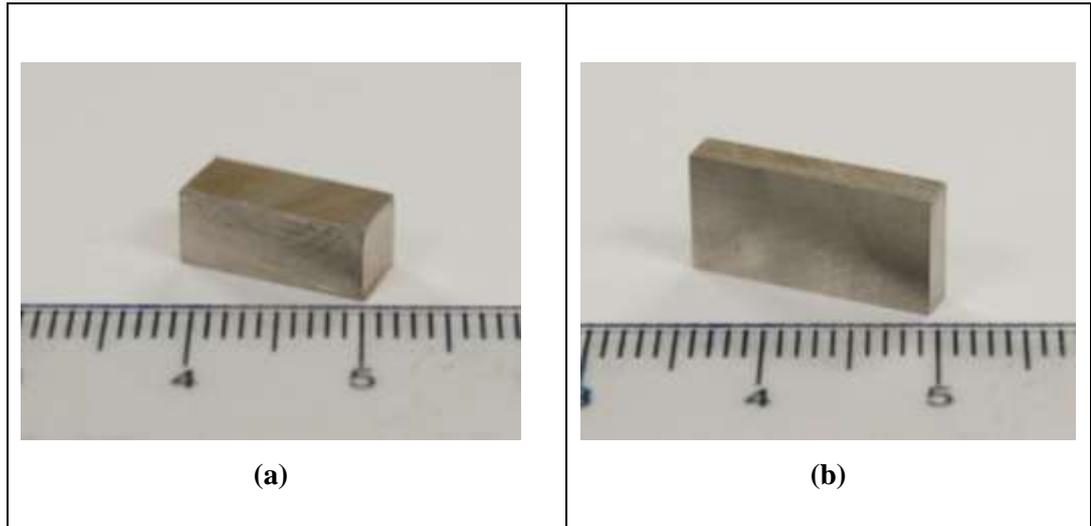


Figura 28: (a) amostra original. (b) amostra mais deformada plasticamente.
Fonte: Autor.



Figura 29: Micrômetro utilizado para efetuar as medições.
Fonte: Autor.



Figura 30: Balança de alta precisão utilizada.
Fonte: Autor

3.5.2 Densímetro

A densidade foi obtida através do uso de uma balança hidrostática, cuja incerteza mínima é de $\pm 0,0001$ g. Inicialmente, as amostras foram lixadas e limpas com álcool isopropílico antes de serem colocadas no porta-amostra. Em seguida a massa da amostra seca é medida e, na sequência, esta é imersa em água suspensa por outro porta-amostra, o qual é ligado em um dispositivo conectado ao prato da balança. São necessárias três repetições, no mínimo, de cada medida. A densidade é fornecida automaticamente pelo densímetro (Figura 31). É válido ressaltar que as amostras analisadas foram cortadas aproximadamente na metade ao invés de analisar o disco inteiro (massa aproximada de 7,0 gramas).



Figura 31: Densímetro utilizado no estudo.
Fonte: Autor

4 RESULTADOS

Neste item serão apresentados e discutidos os resultados obtidos ao final do projeto de trabalho de final de curso, sendo estes resultados referentes às amostras originais e depois de deformadas.

4.1 Medições magnéticas

As medidas das frações volumétricas de ferrita nas doze amostras em estudo foram feitas, através de medidas magnéticas, antes que estas fossem submetidas à deformação plástica a frio. Estes valores estão representados na Figura 32, sendo que o contorno tracejado em vermelho representa a média dos mesmos.

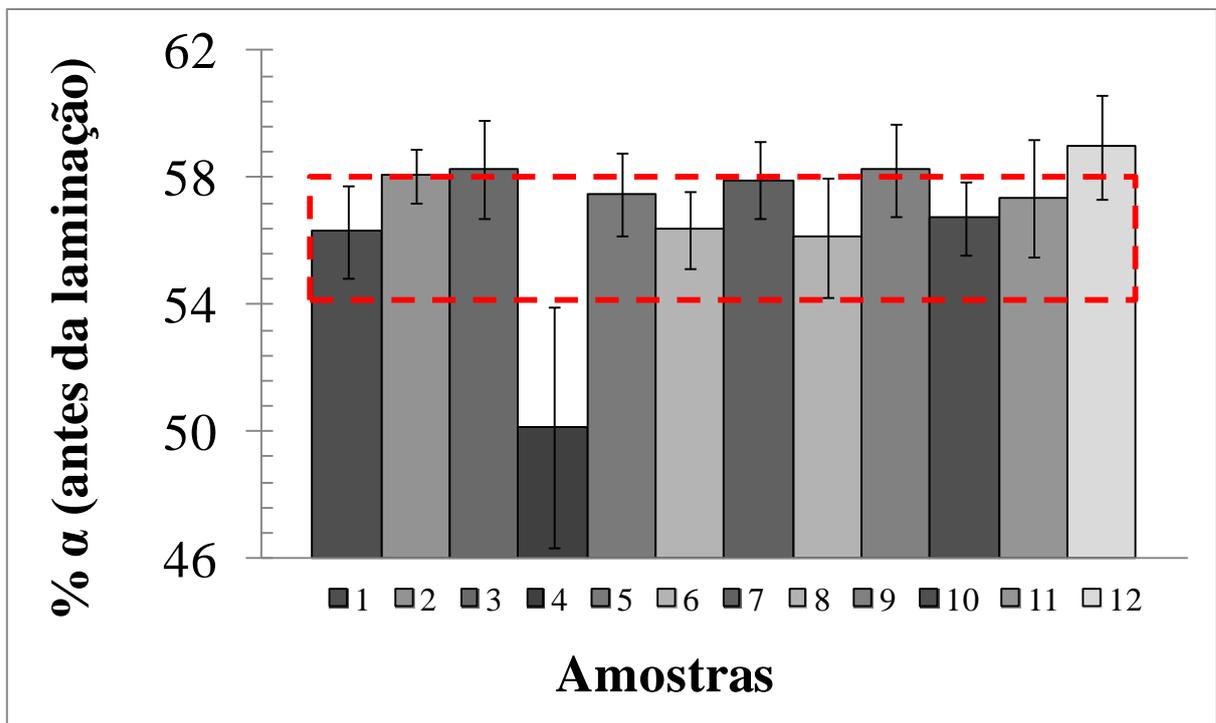


Figura 32: Gráfico % α em função das amostras.

As Figuras 33 e 34 mostram a fração de ferrita das amostras em função da deformação plástica e do trabalho aplicado, respectivamente. Como esperado, o aumento da quantidade de deformação plástica diminui a fração de ferrita, o que é possível notar comparando os valores

da área com o contorno vermelho (média dos valores de fração de ferrita iniciais) e os valores das curvas.

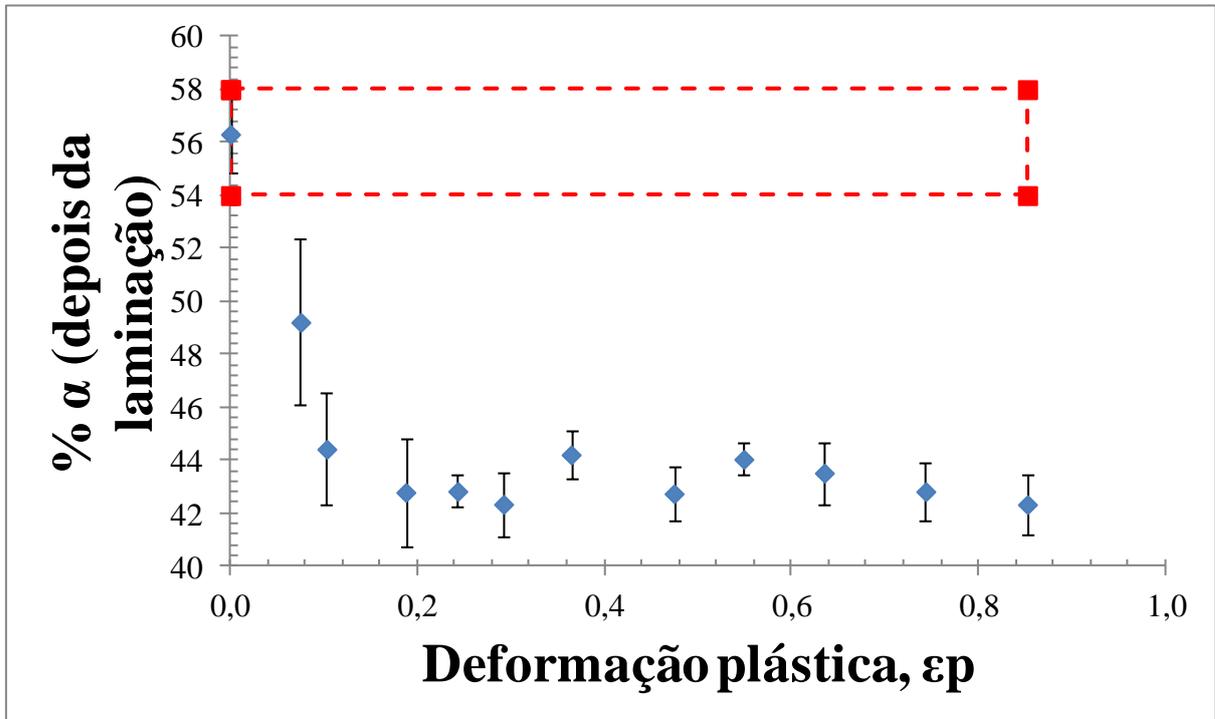


Figura 33: % α em função da deformação plástica.

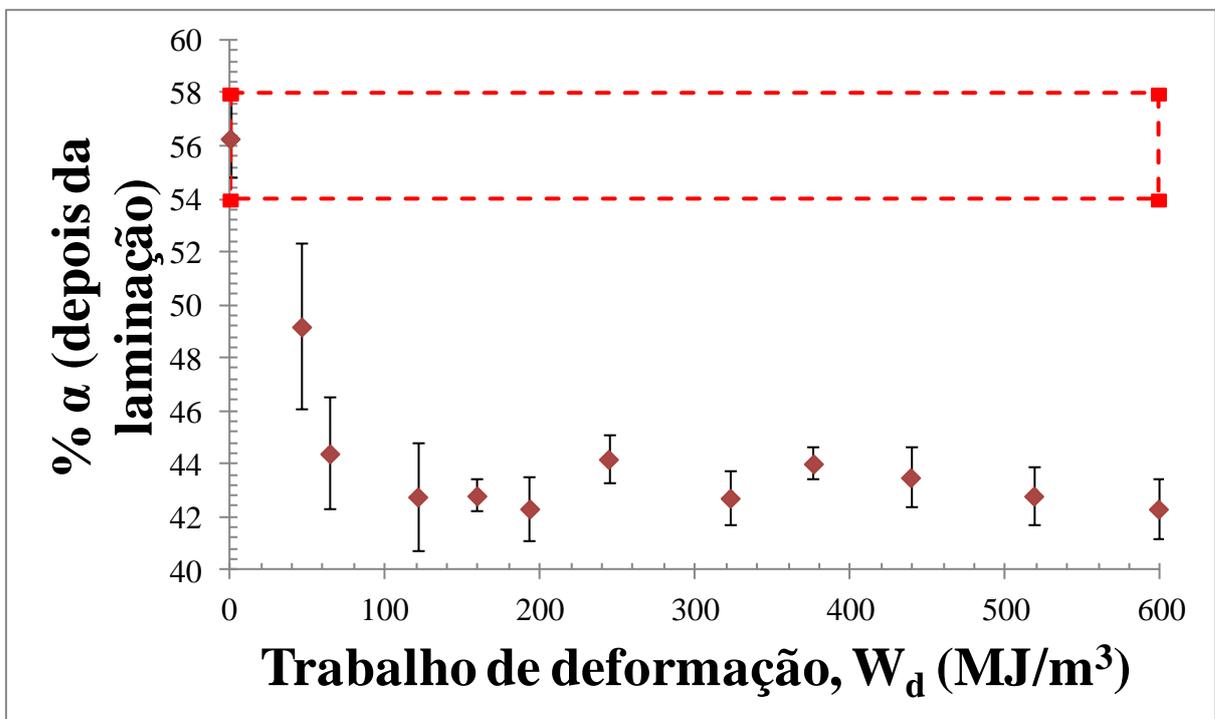


Figura 34: % α em função do trabalho de deformação plástica aplicado.

4.2 Difração de raios-X

A difração de raios-X das amostras foi feita varrendo-se ângulos de difração $35^\circ < 2\theta < 95^\circ$ (Figuras 35 a 46), a fim de comprovar quais são as fases presentes. Comprovou-se que as únicas fases presentes são ferrita e austenita, com os picos de difração correspondentes aos planos cristalográficos destas fases identificados nas Figuras citadas.

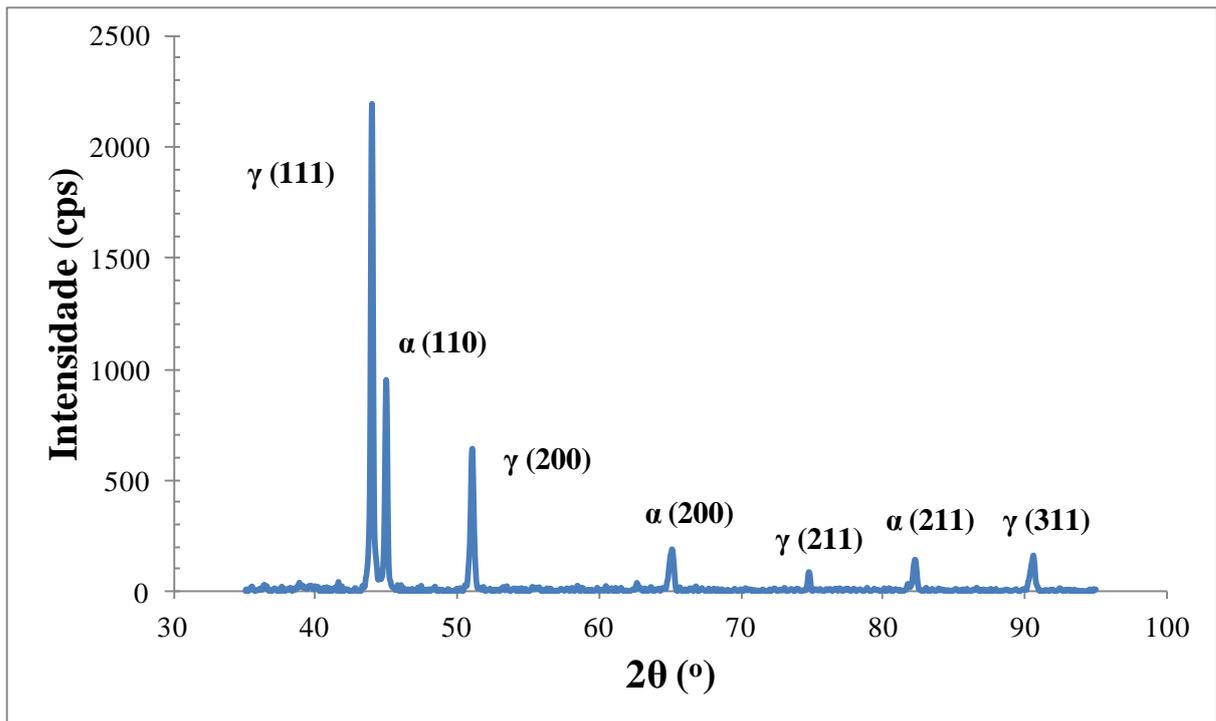


Figura 35: Difratograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra sem deformação.

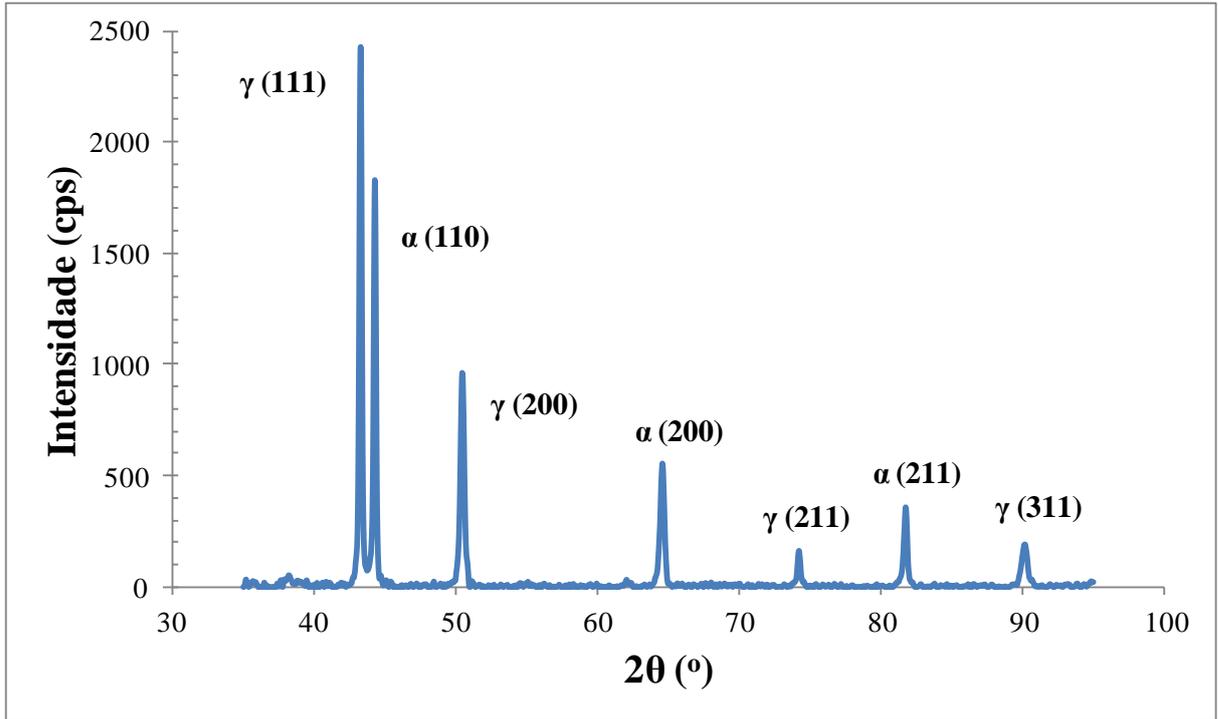


Figura 36: Difratograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 5% de deformação.

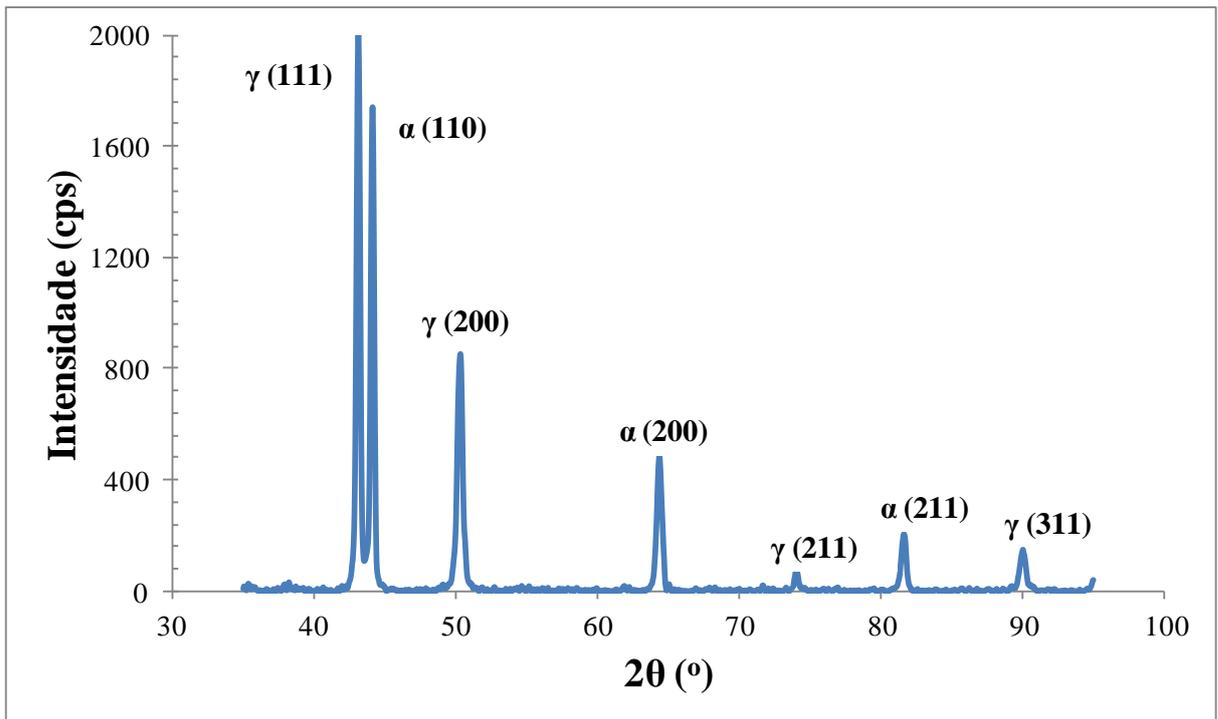


Figura 37: Difratograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 10% de deformação.

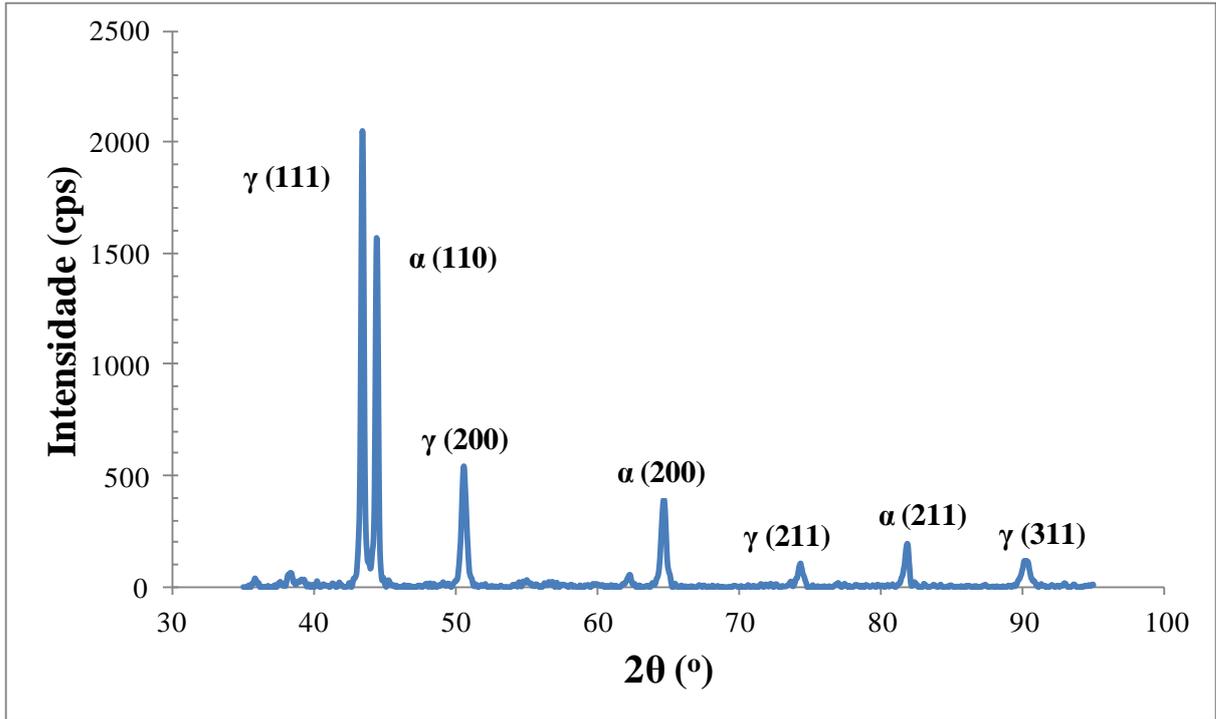


Figura 38: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 15% de deformação.

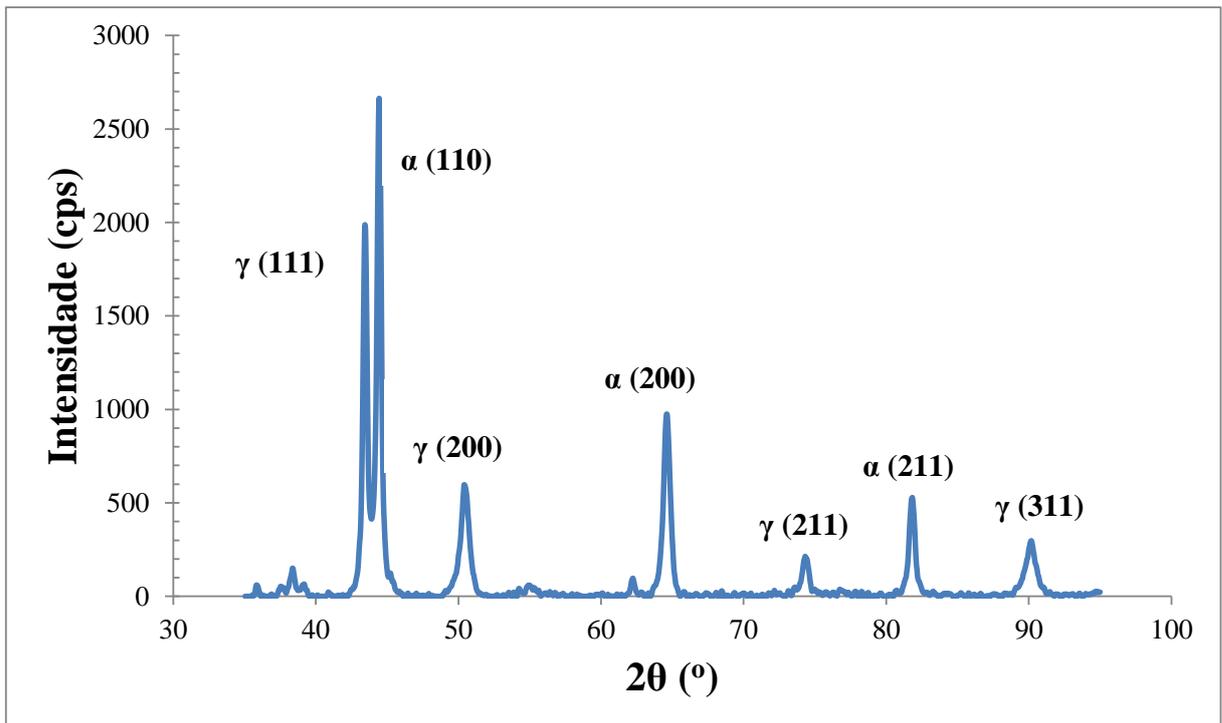


Figura 39: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 20% de deformação.

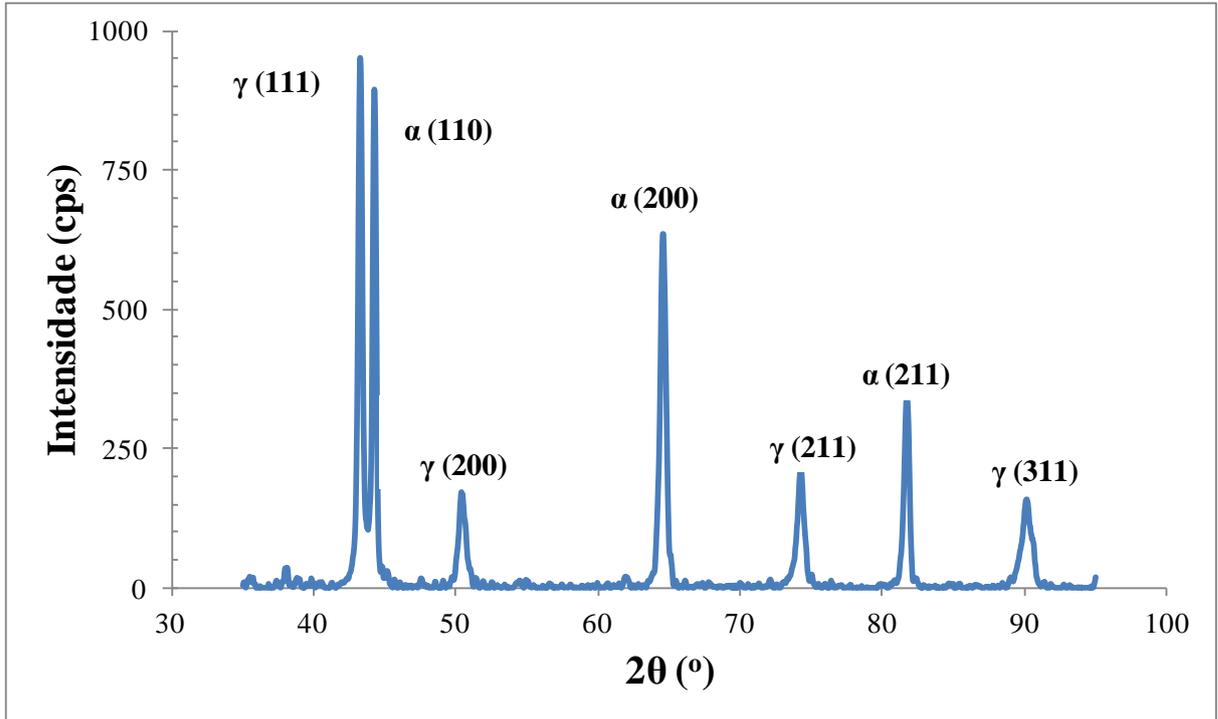


Figura 40: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 25% de deformação.

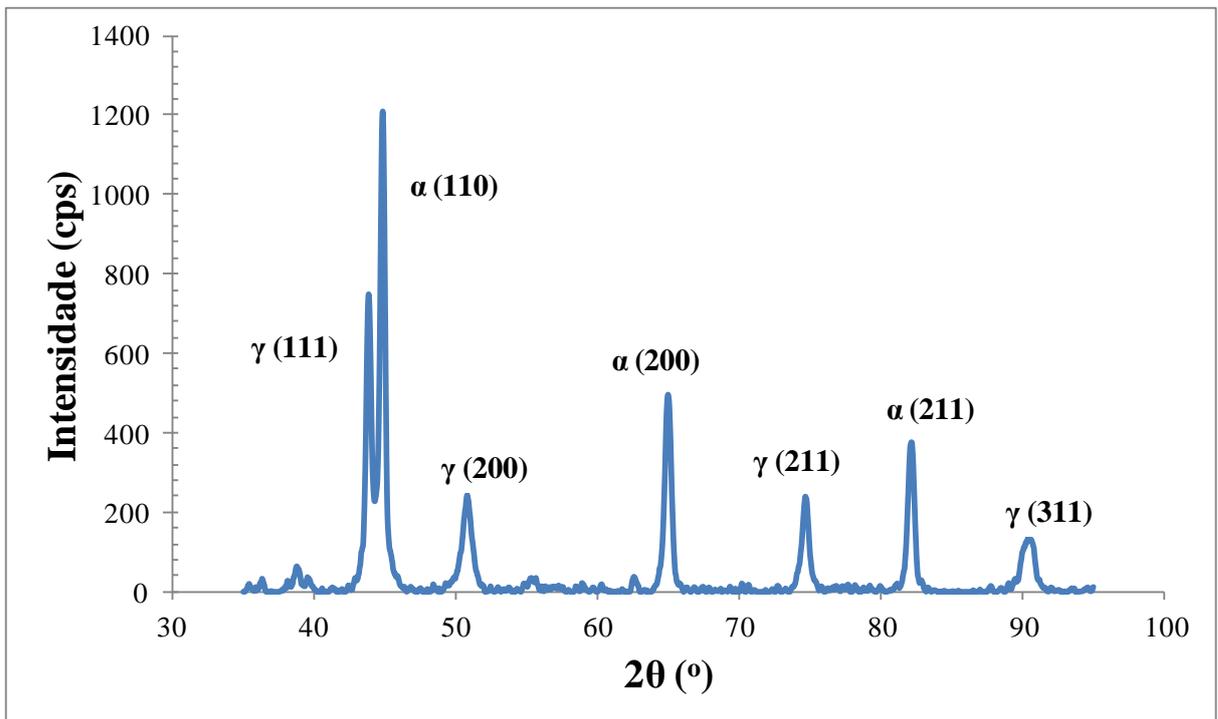


Figura 41: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 30% de deformação.

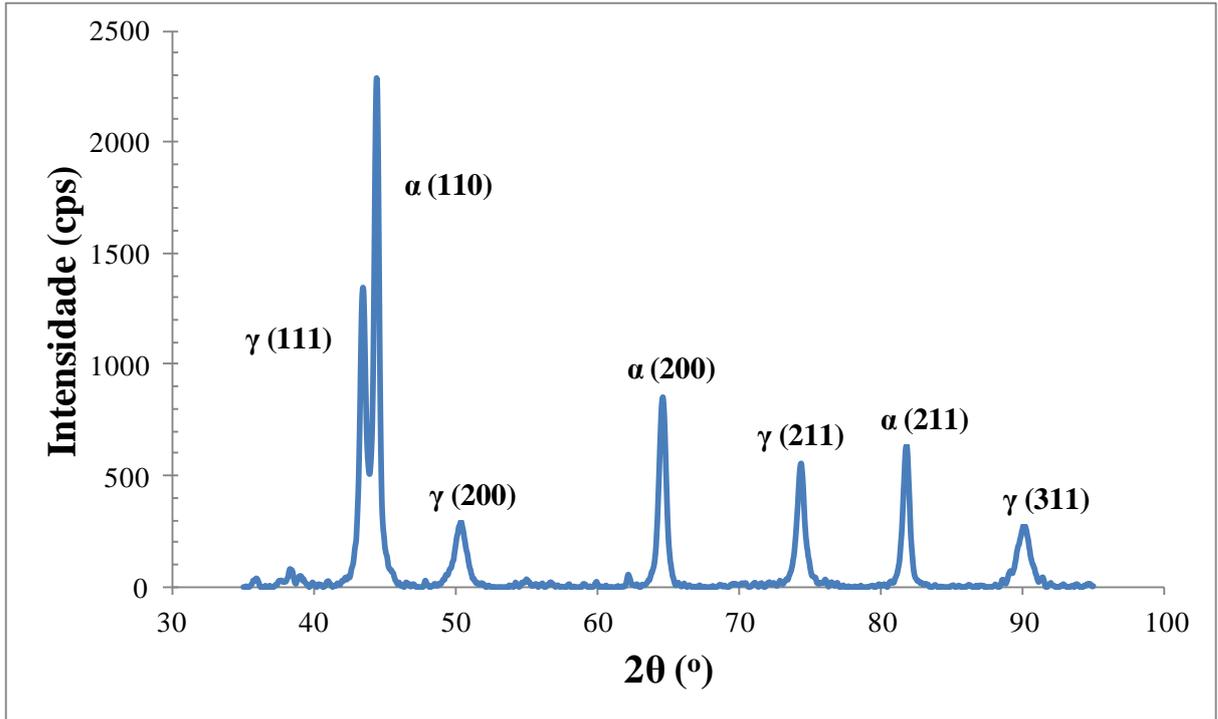


Figura 42: Difratograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 35% de deformação.

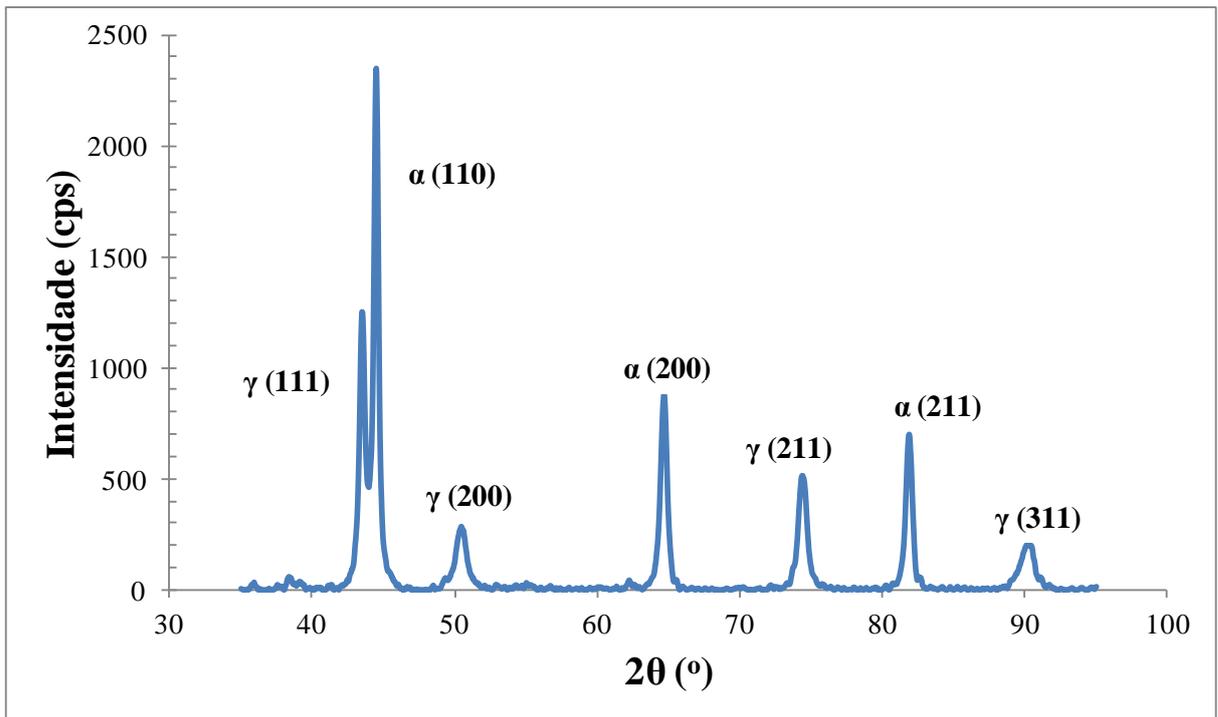


Figura 43: Difratograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 40% de deformação.

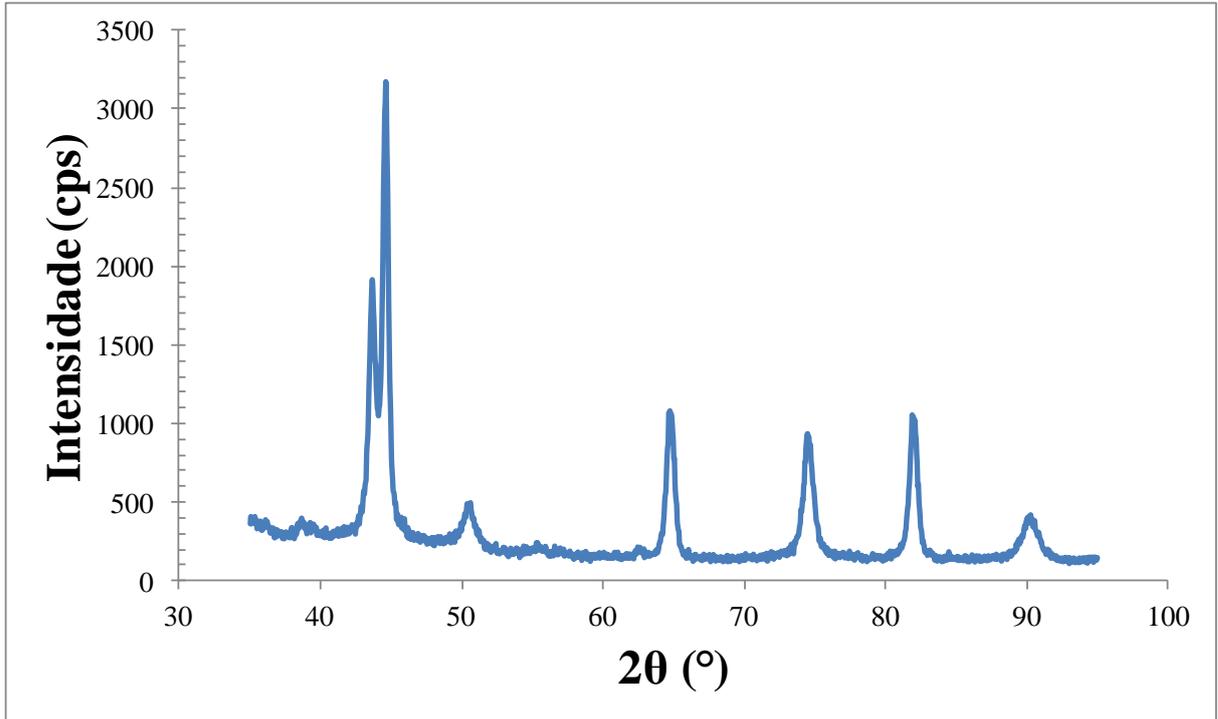


Figura 44: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 45% de deformação.

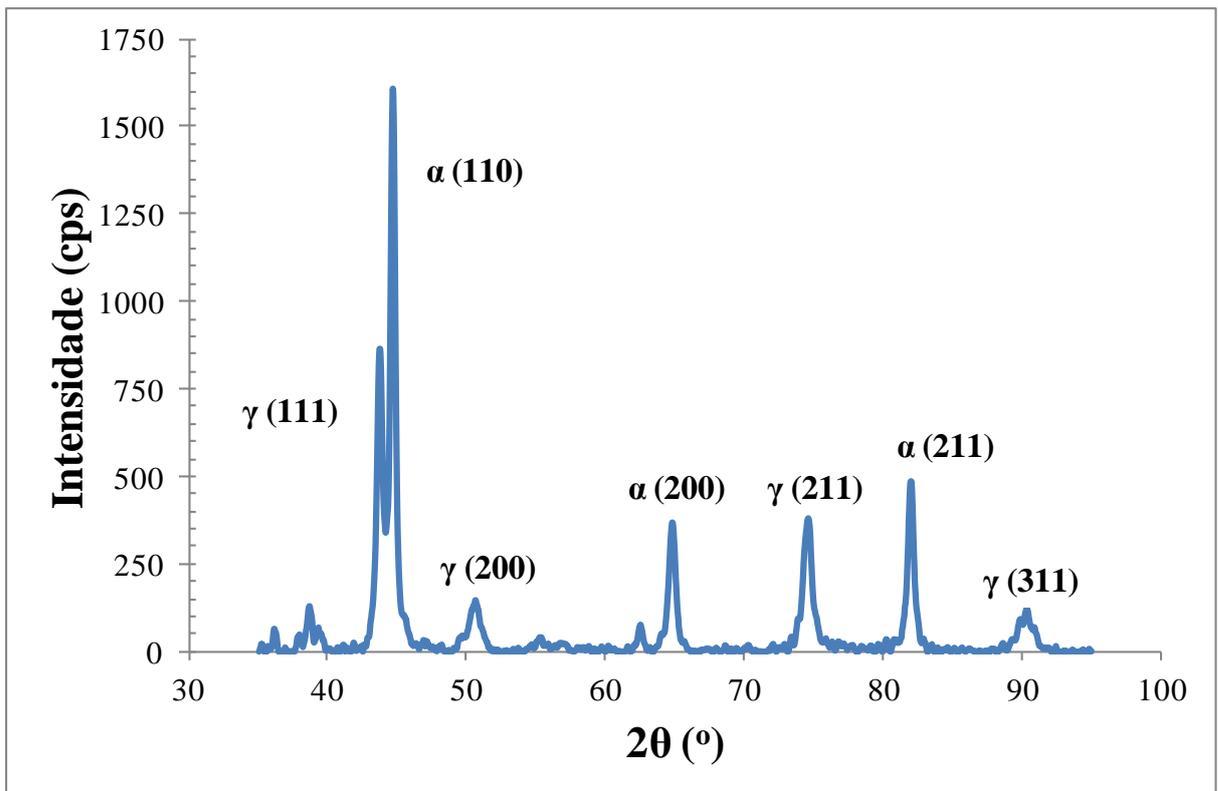


Figura 45: Difratoograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 50% de deformação.

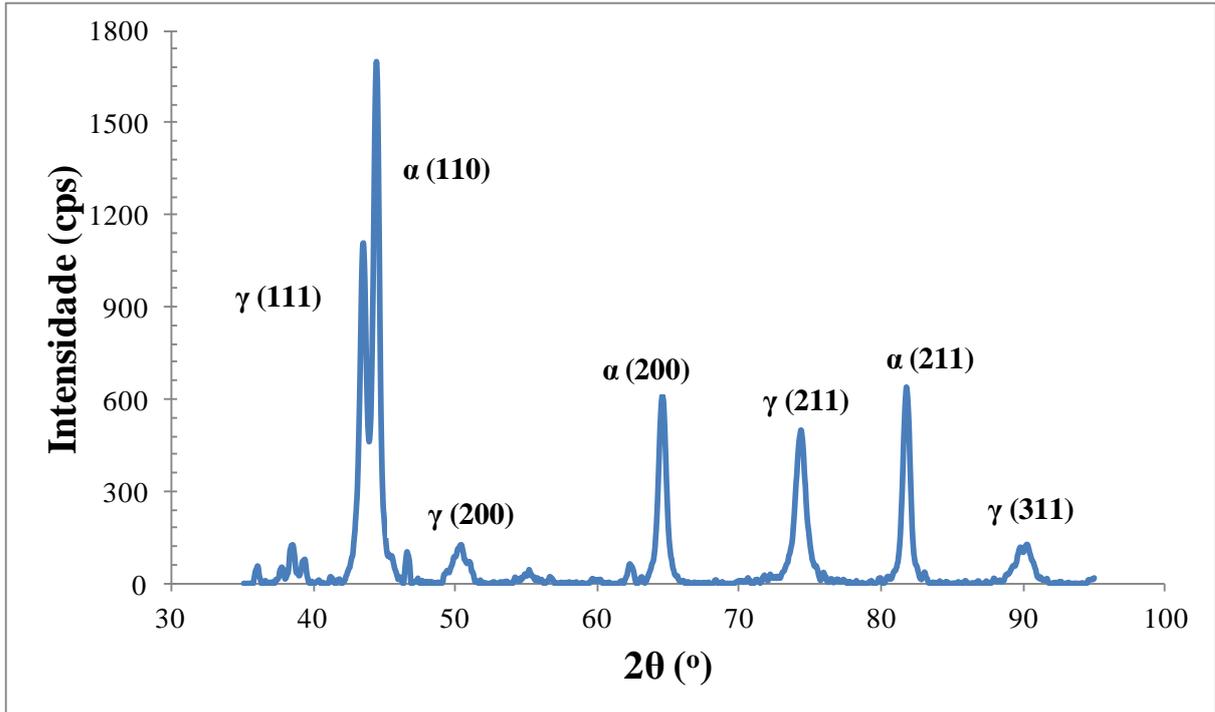


Figura 46: Difratograma raios-X, compreendendo os ângulos entre 35 e 95°, da amostra 55% de deformação.

Através da análise das Figuras 35 a 46 – que foram obtidas com as amostras embutidas – é possível perceber que aparecem outros picos em ângulos que não caracterizam as fases presentes. Esta observação motivou a realização da difração de raios-X de uma das amostras (amostra mais deformada plasticamente) em questão e do baquelite utilizado separadamente. Ao plotar ambas intensidades encontradas em função do ângulo de difração (Figura 47) percebe-se que os ruídos presentes nas Figuras 35 a 46 são provenientes ao espectro do baquelite.

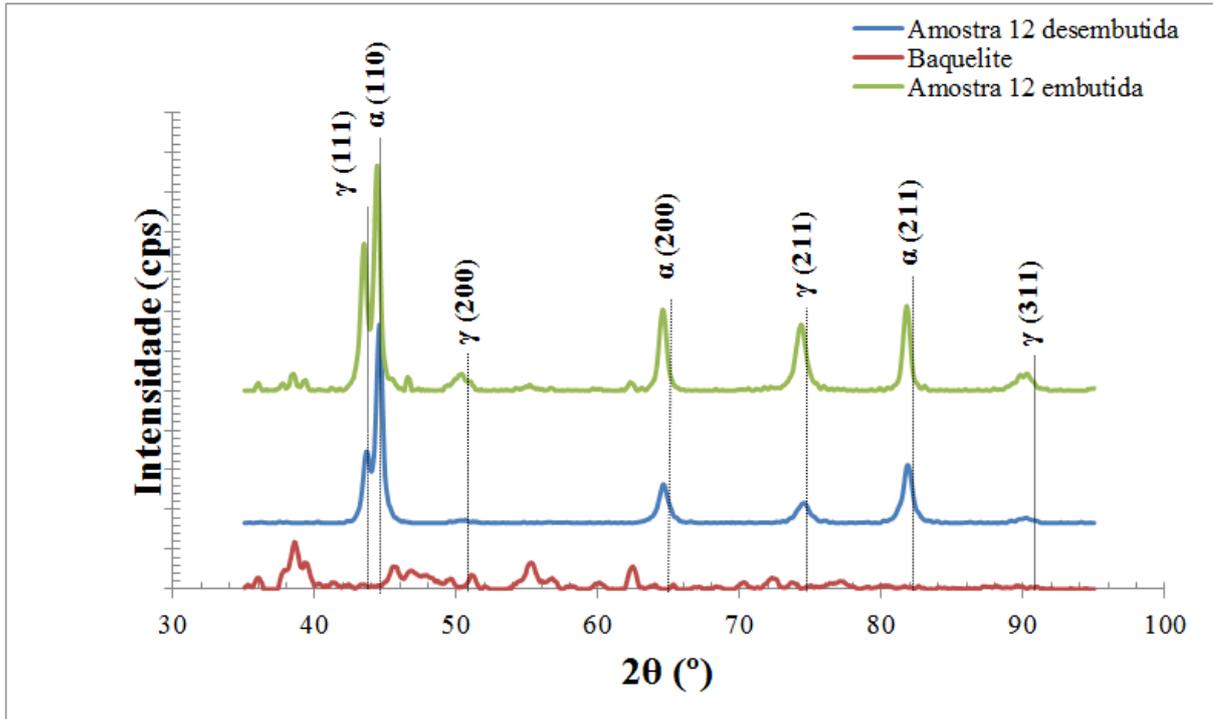


Figura 47: Difratograma raios-X, comparando os ângulos entre 35 e 95°, da amostra mais deformada embutida e desembutida e do baquelite.

4.3 Análise microestrutural

As micrografias a seguir (Figuras 48 a 64) foram realizadas no microscópio LEICA DMLM do CDMatM-FEI com objetiva de 20x de aumento e o ataque utilizado foi o Beraha (sendo a ferrita a região escura e a austenita a clara). Tanto o plano longitudinal (Figuras 48 a 56) quanto o transversal (Figuras 57 a 64) foram analisados. É possível perceber que quanto mais trabalhado o material, mais refinada e preferencialmente orientada torna-se a estrutura.

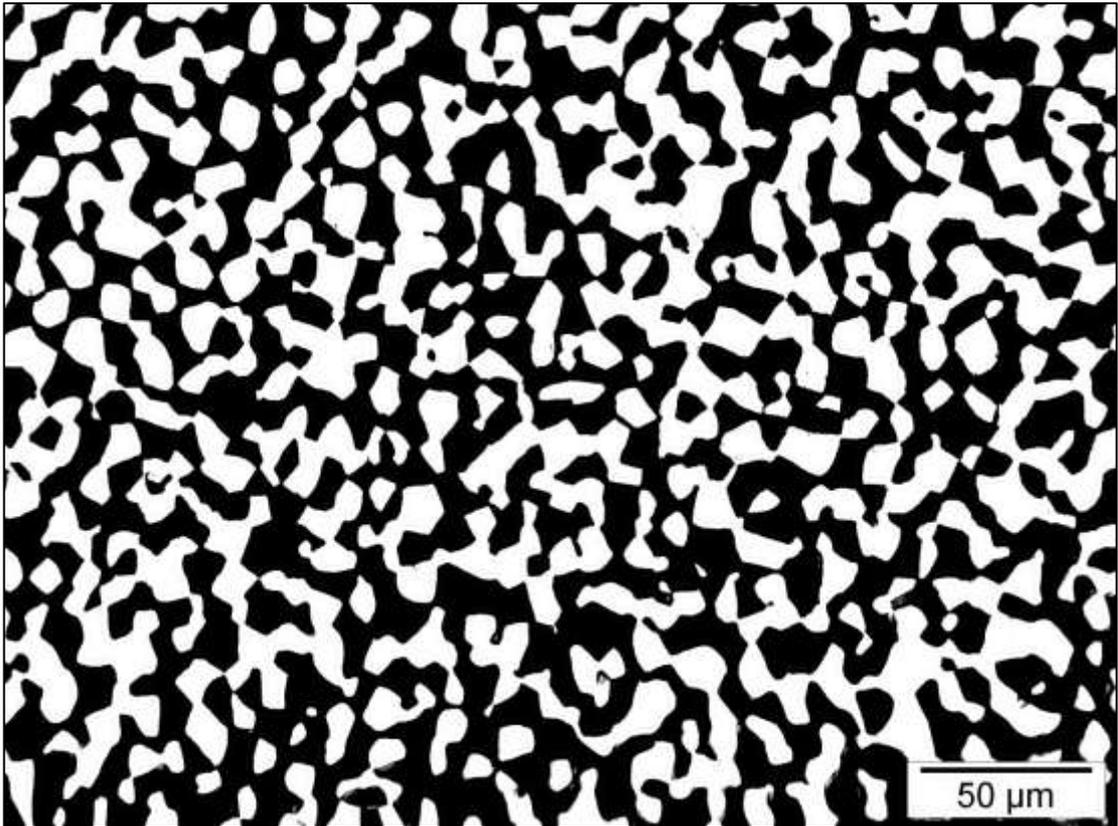


Figura 48: Amostra 1, original, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

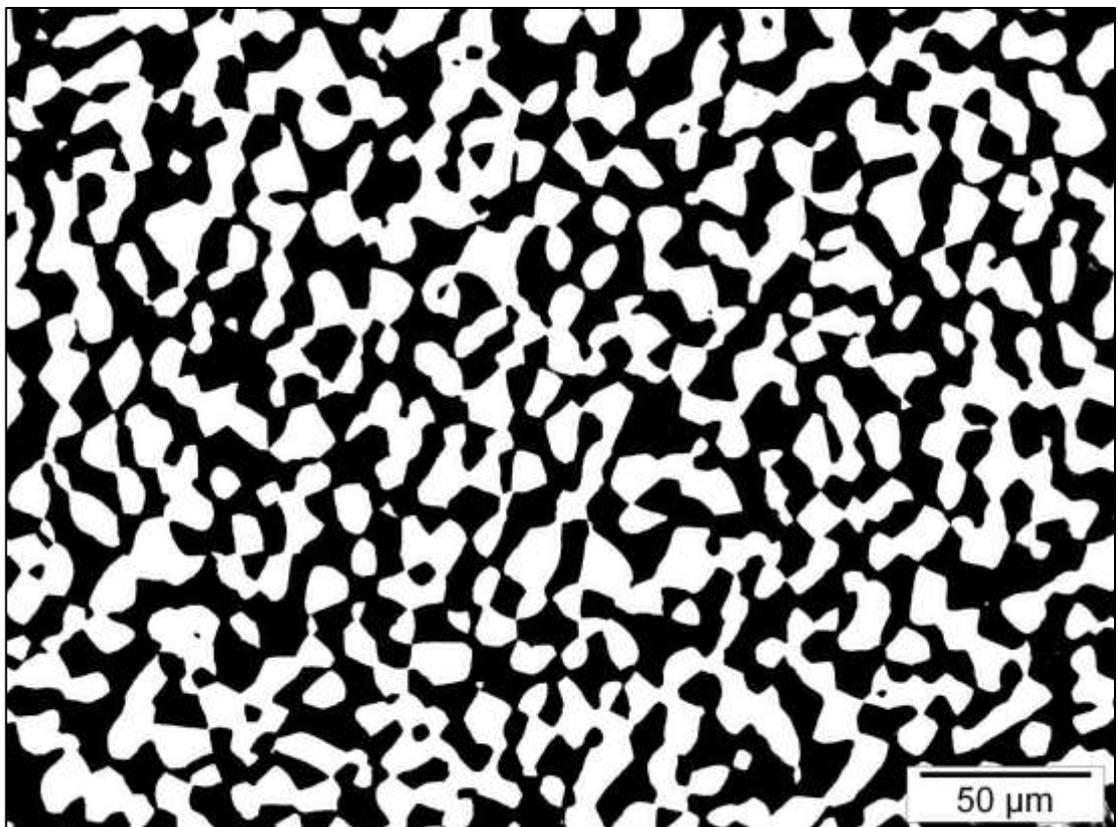


Figura 49: Amostra 2, 5% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

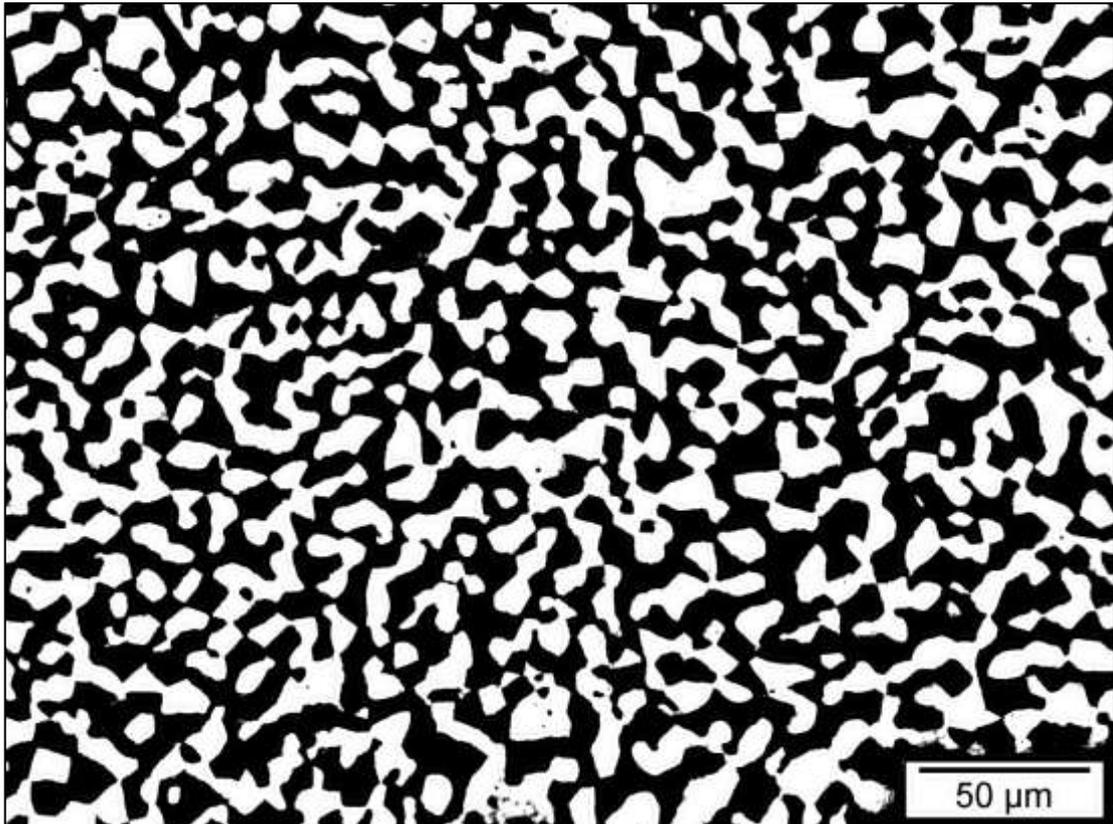


Figura 50: Amostra 3, 10% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

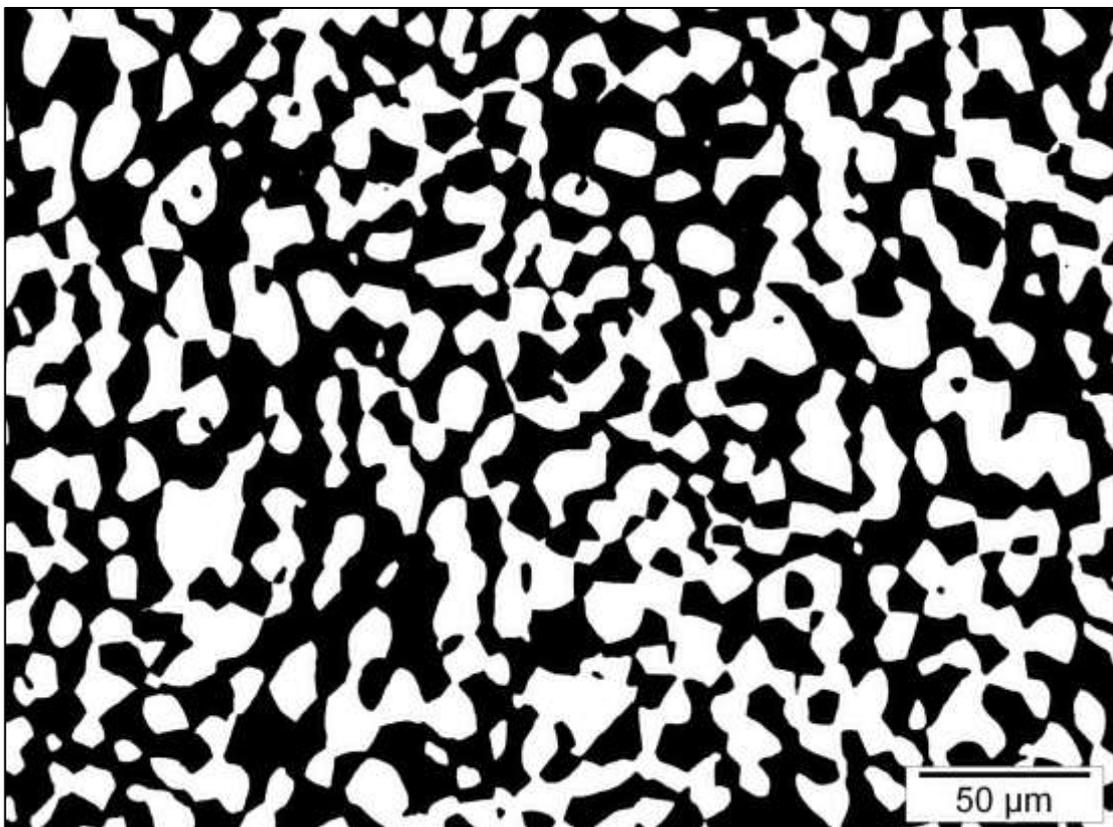


Figura 51: Amostra 4, 15% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

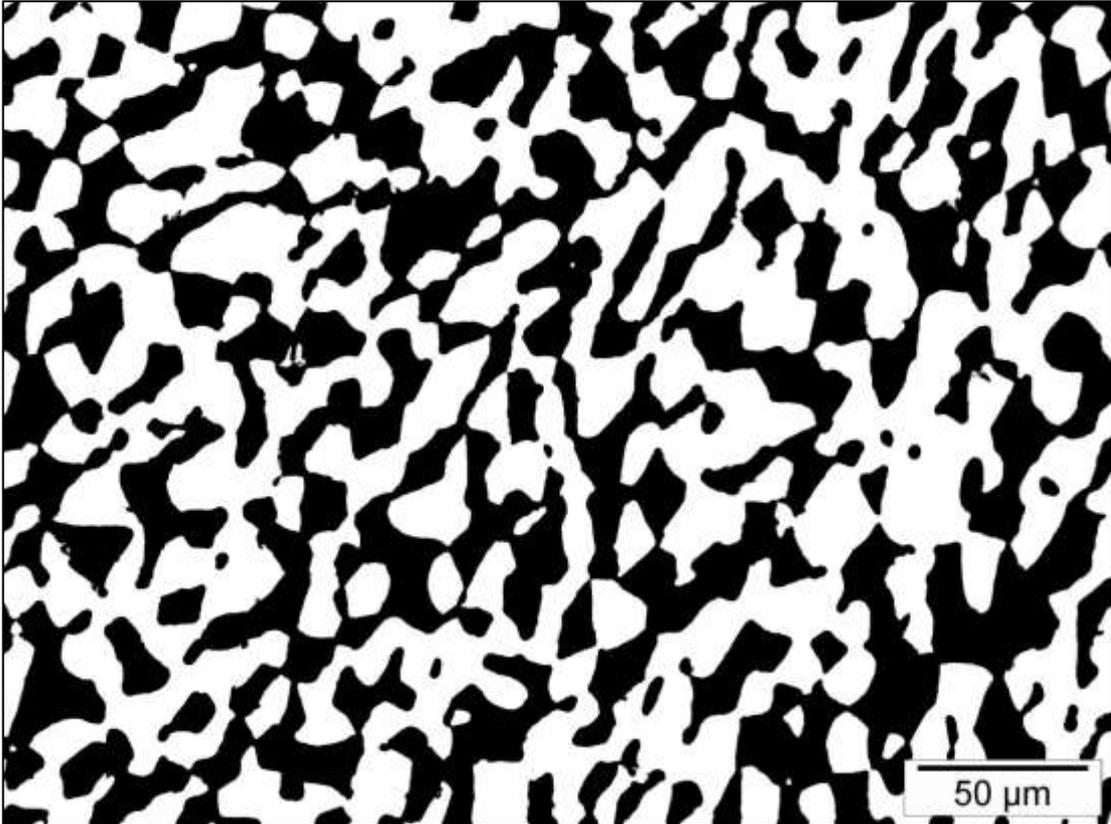


Figura 52: Amostra 8, 35% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

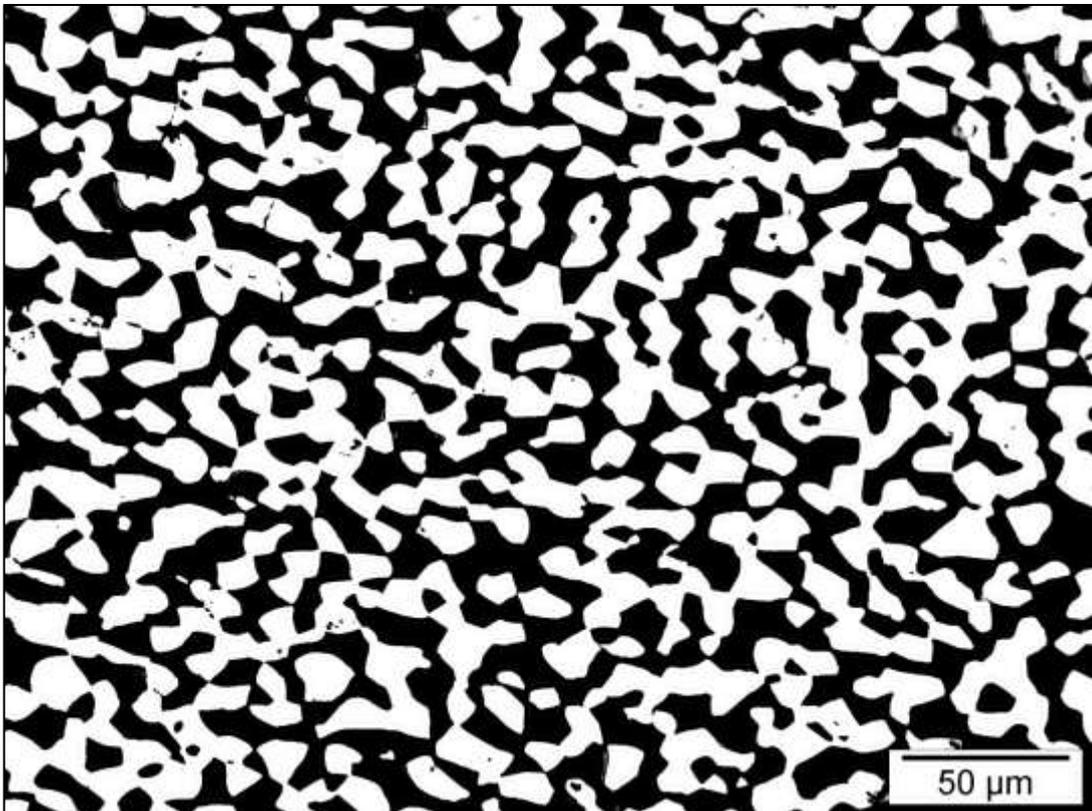


Figura 53: Amostra 9, 40% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

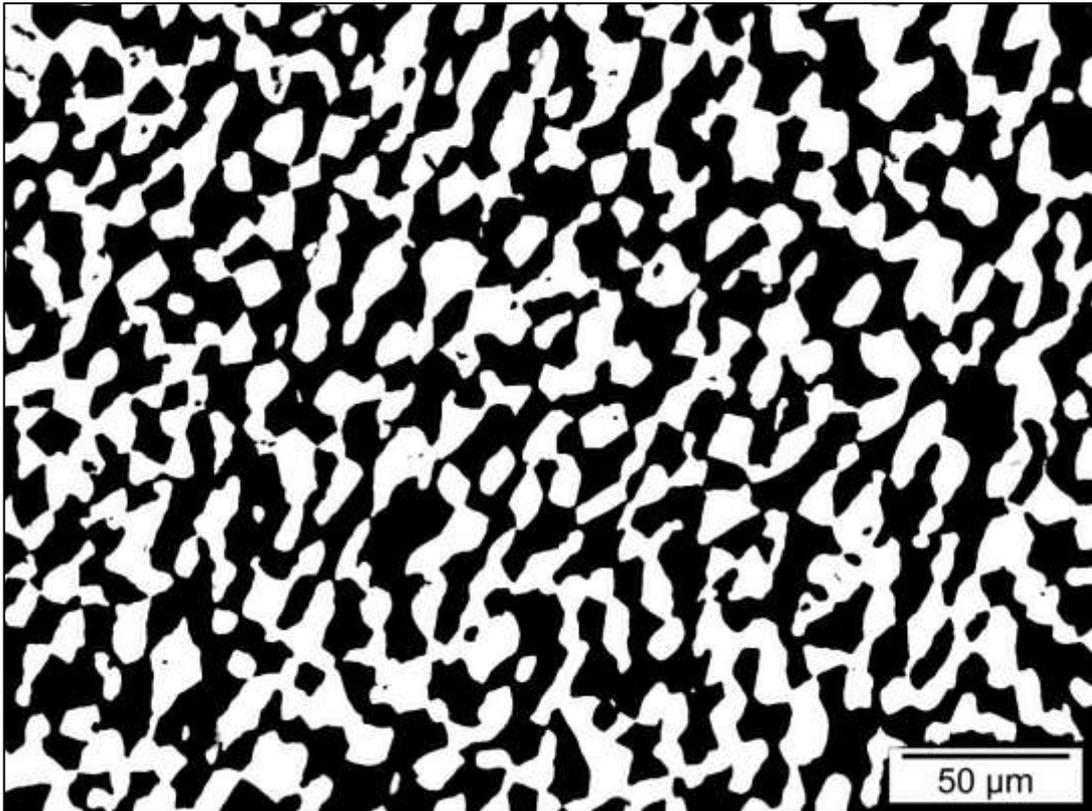


Figura 54: Amostra 10, 45% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

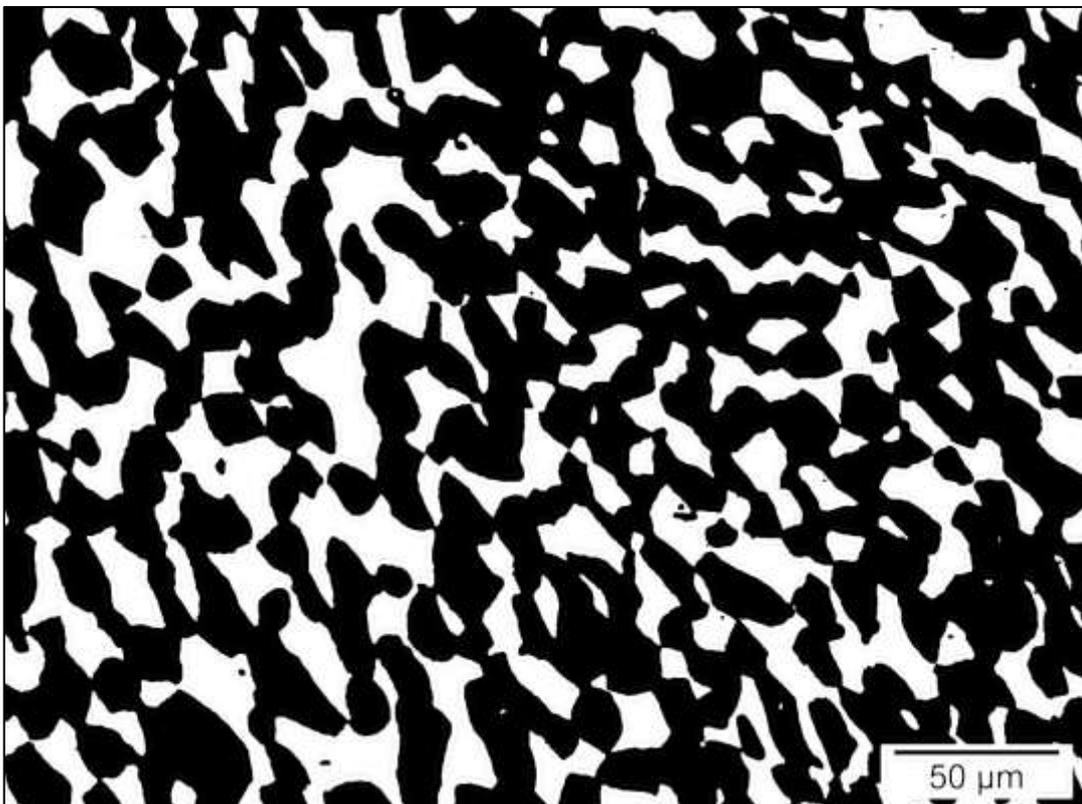


Figura 55: Amostra 11, 50% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

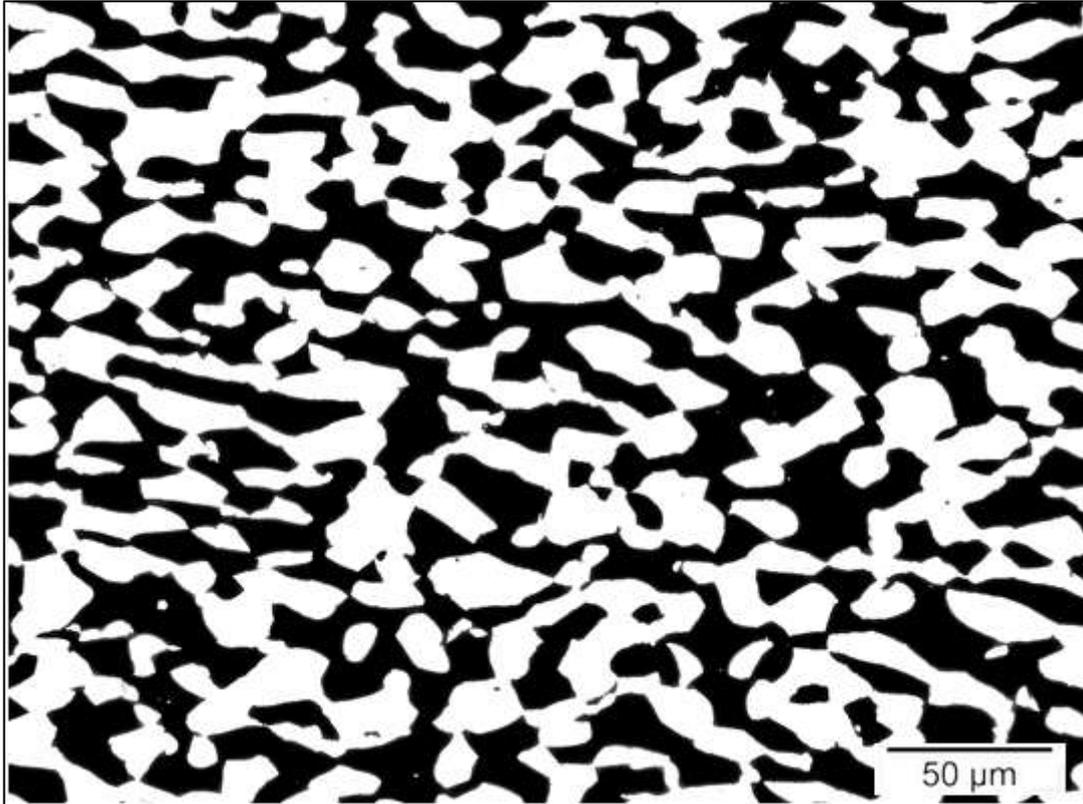


Figura 56: Amostra 12, 55% deformada, plano da chapa (longitudinal). Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

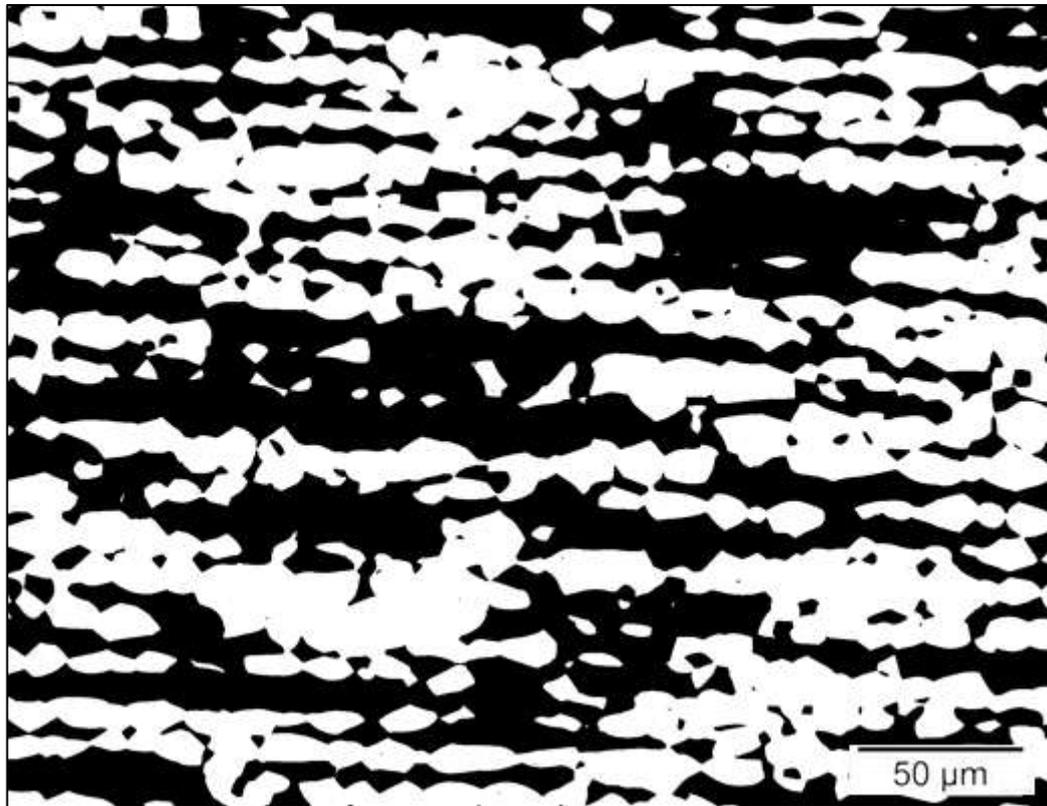


Figura 57: Amostra 1, 0% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

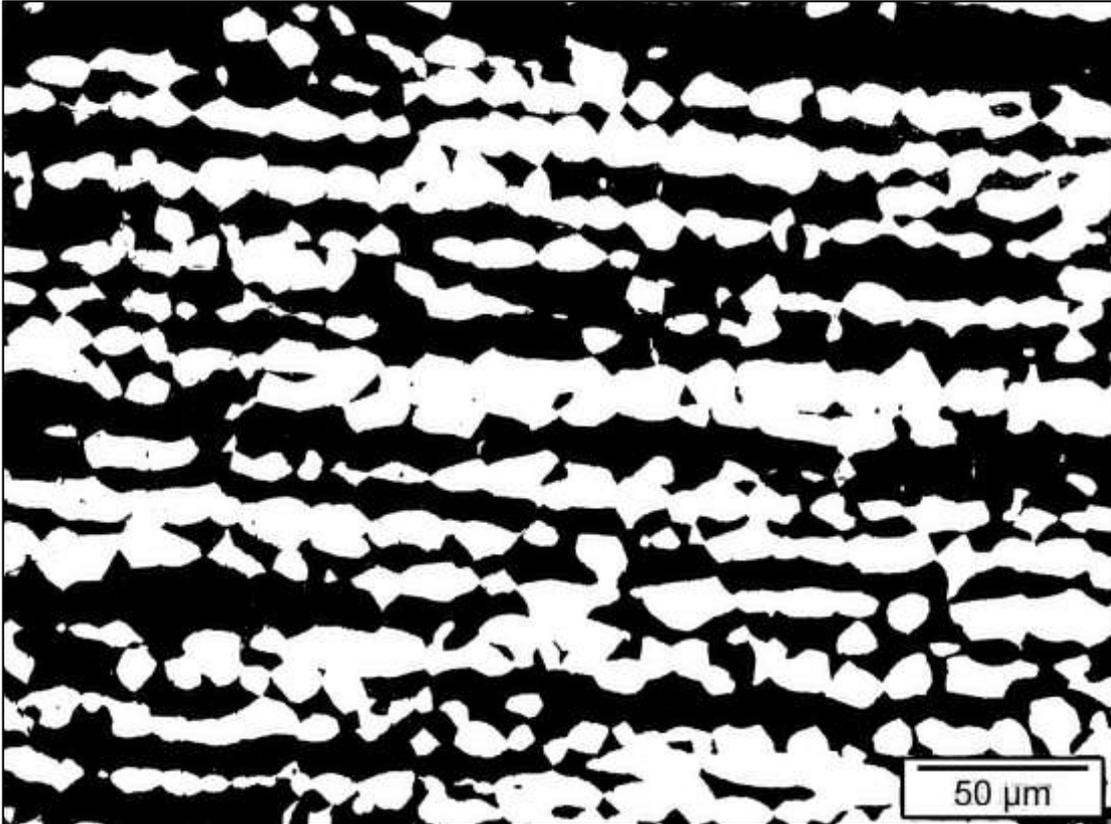


Figura 58: Amostra 2, 5% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

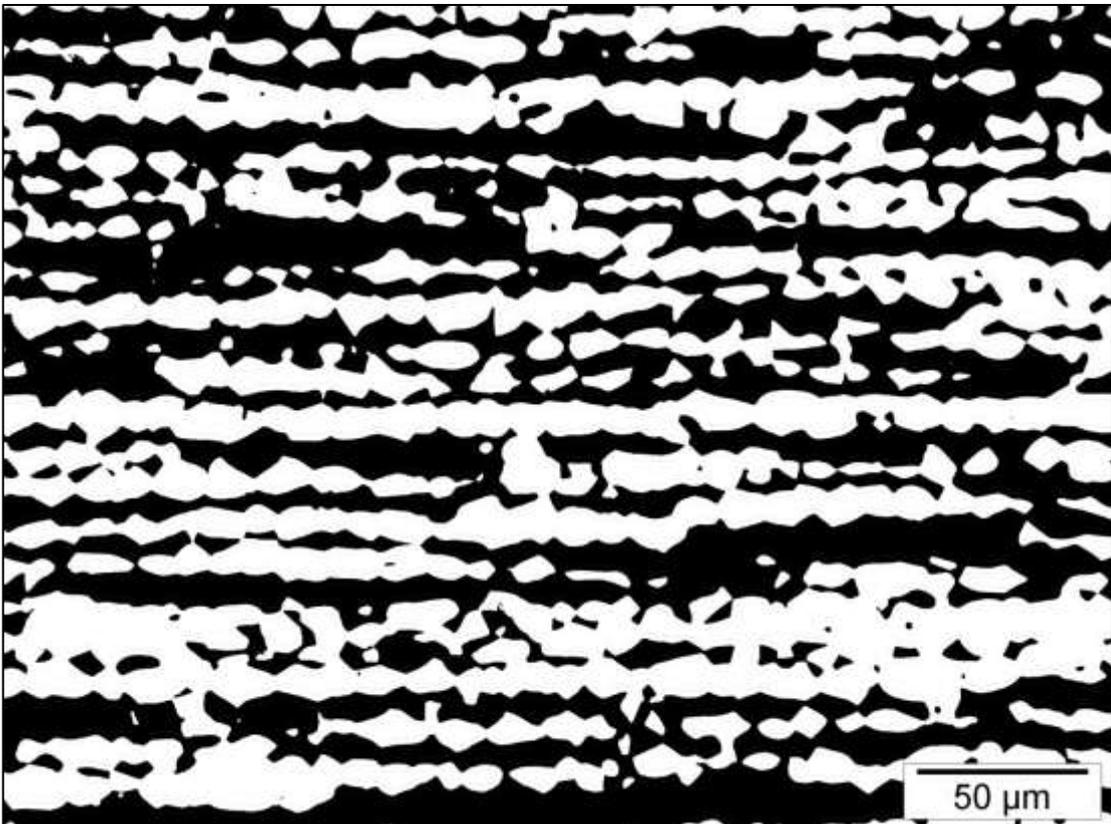


Figura 59: Amostra 3, 10% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

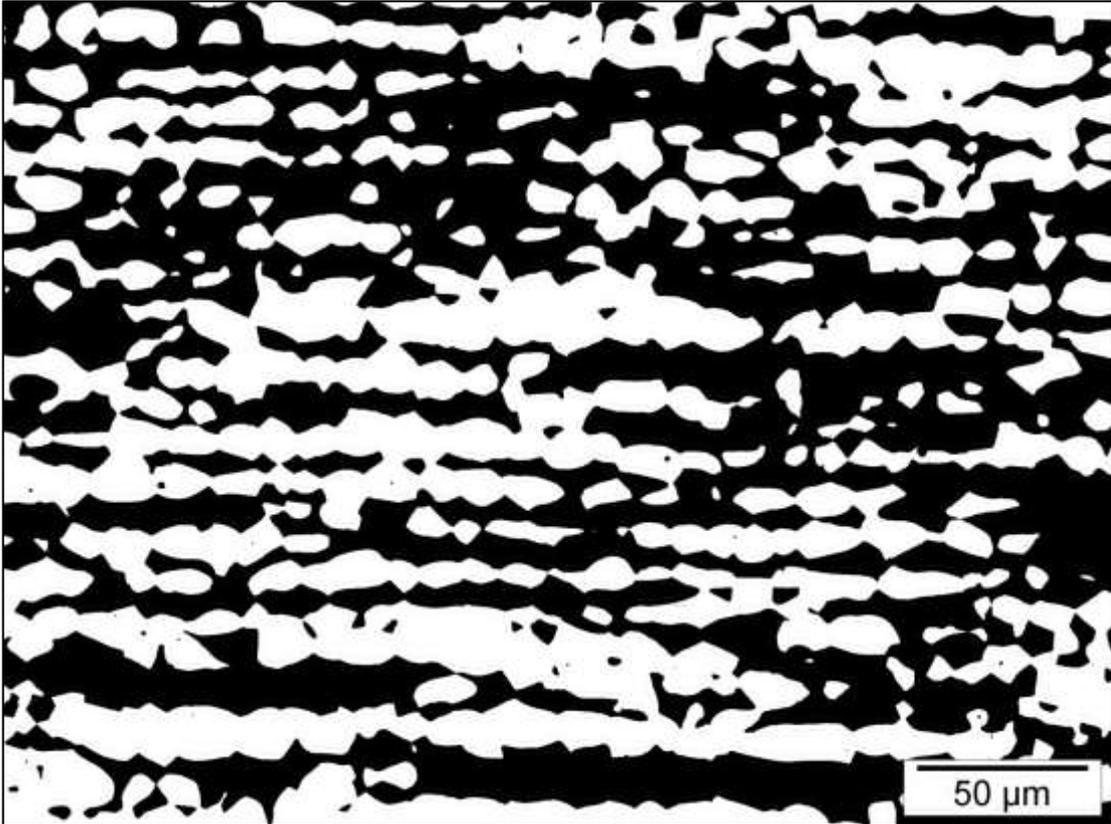


Figura 60: Amostra 4, 15% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

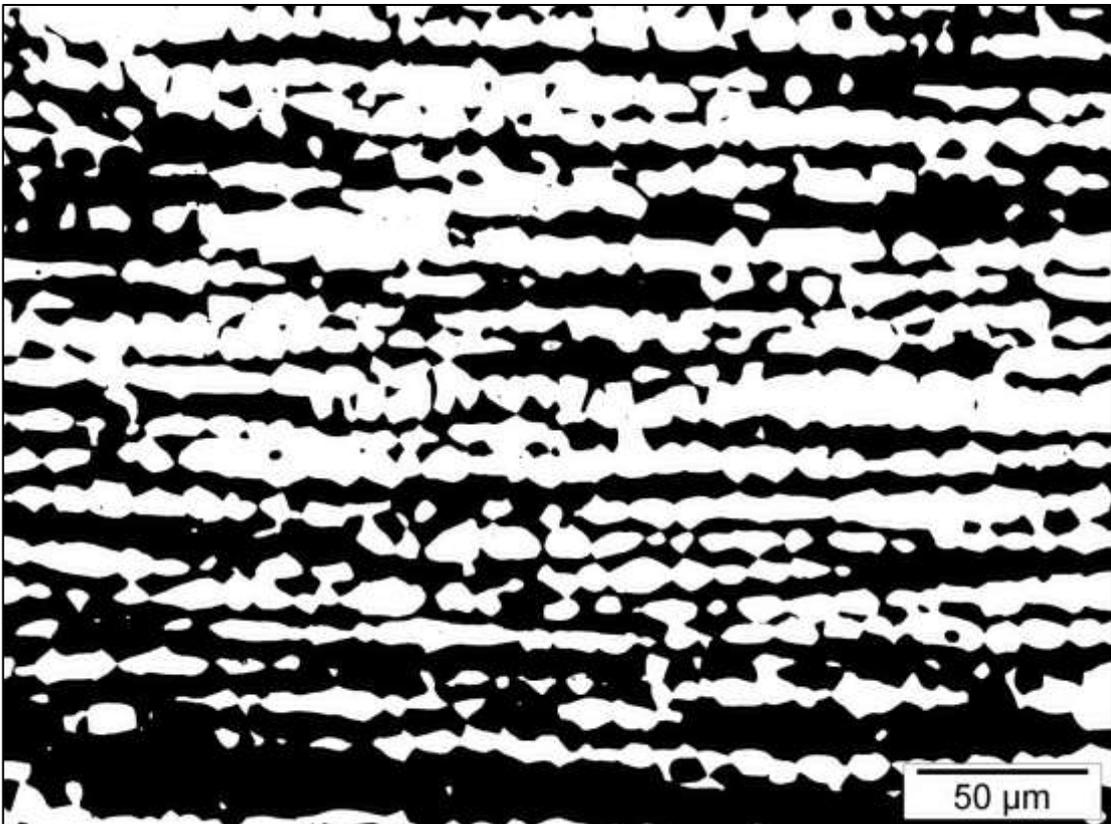


Figura 61: Amostra 5, 20% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

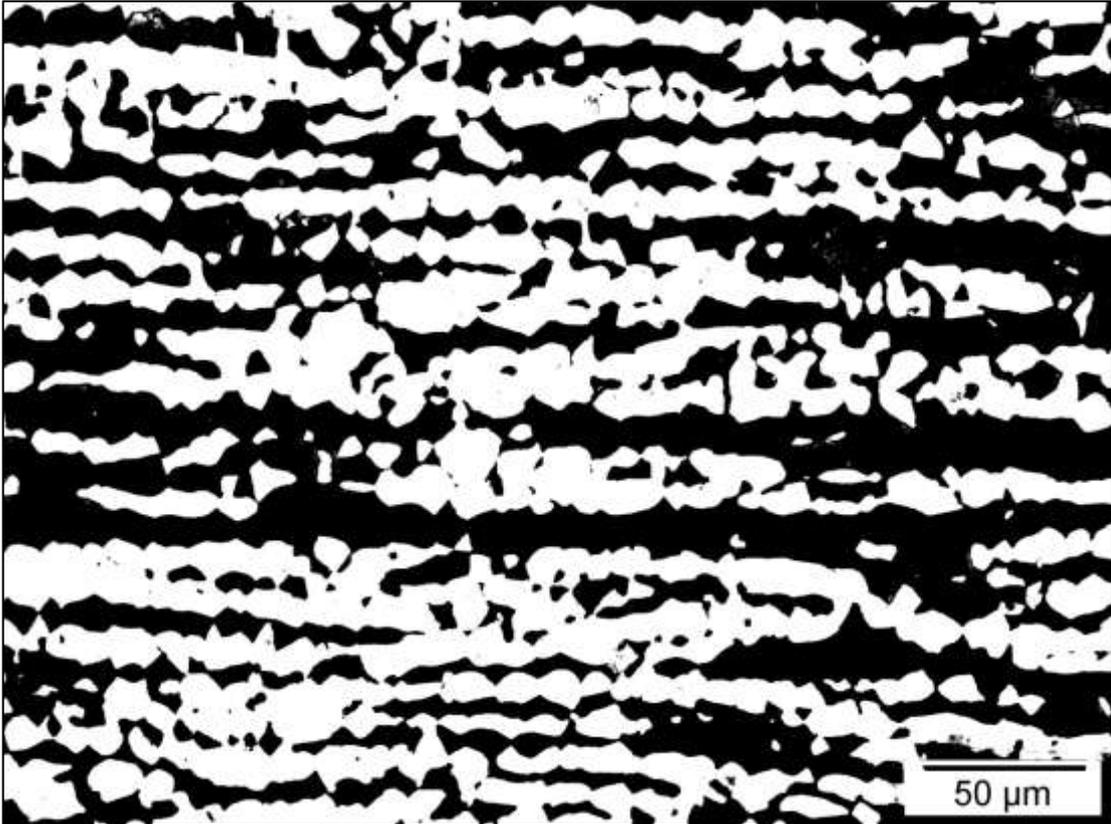


Figura 62: Amostra 7, 30% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

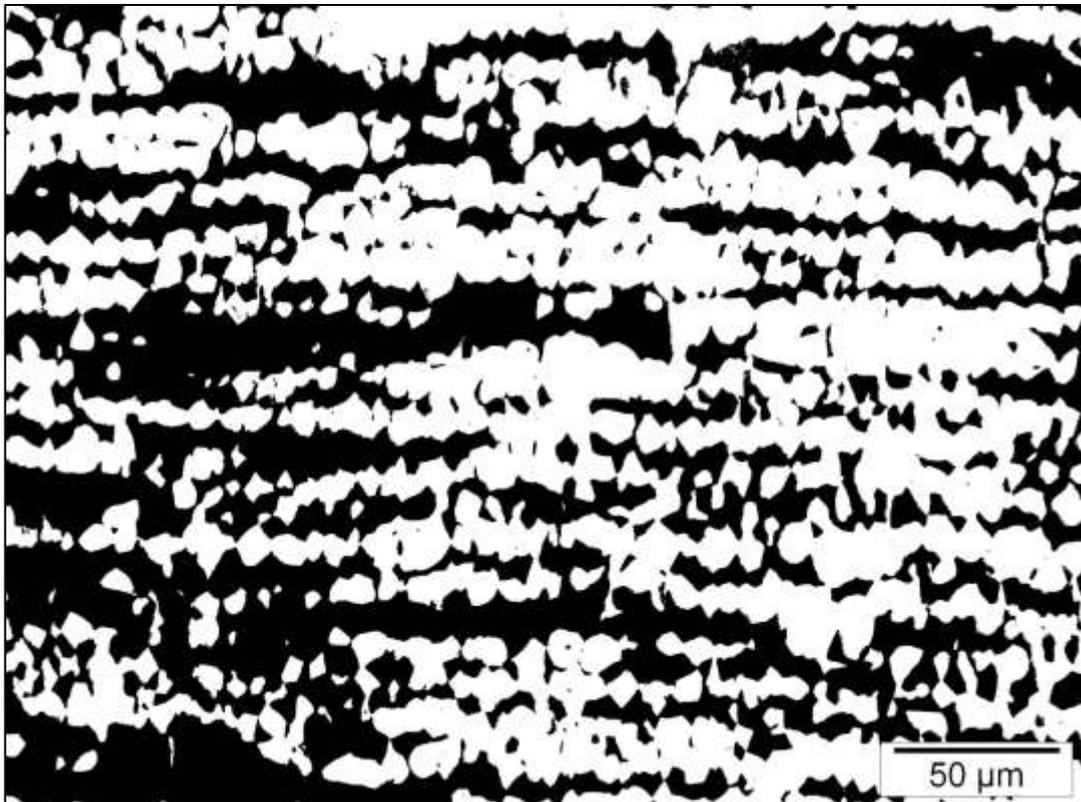


Figura 63: Amostra 9, 40% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.



Figura 64: Amostra12, 55% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Beraha. Aumento: 20x.

As micrografias mostradas a seguir (Figuras 65 a 86) foram realizadas no microscópio LEICA DMLM do CDMatM-FEI com objetiva de 50x de aumento e o ataque utilizado foi o oxálico (sendo a ferrita a região lisa e em alto relevo e austenita com maclas e baixo relevo). Tanto o plano longitudinal (Figuras 65 a 75) quanto o transversal (Figuras 76 a 86) foram analisados. É possível perceber mais uma vez que quanto mais trabalhado o material, mais refinada e preferencialmente orientada torna-se a estrutura. Outro detalhe relevante é que nas amostras mais deformadas existem regiões que apresentam “degraus” entre as fases ferrita e austenita, que podem ser indícios da transformação de ferrita em austenita induzida por deformação, num processo semelhante a uma transformação martensítica reversa induzida pelo trabalho mecânico a frio aplicado. Estas regiões estão destacadas na Figura 75.

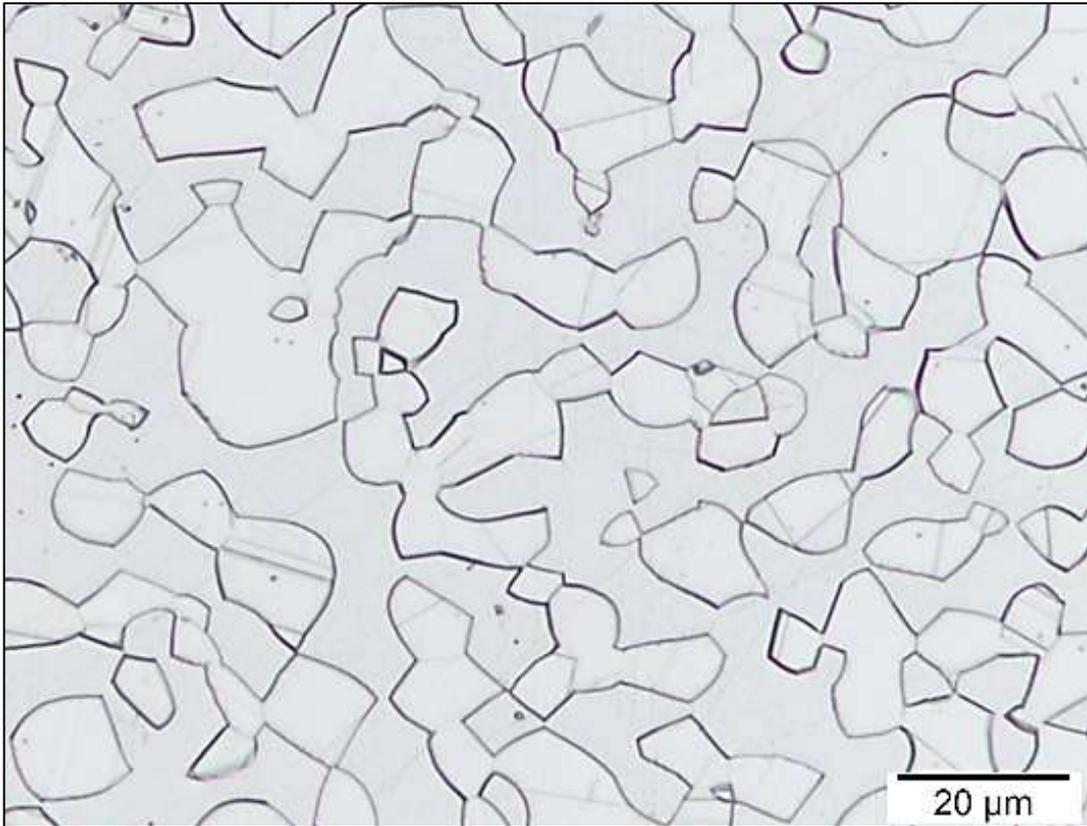


Figura 65: Amostra 1, original, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

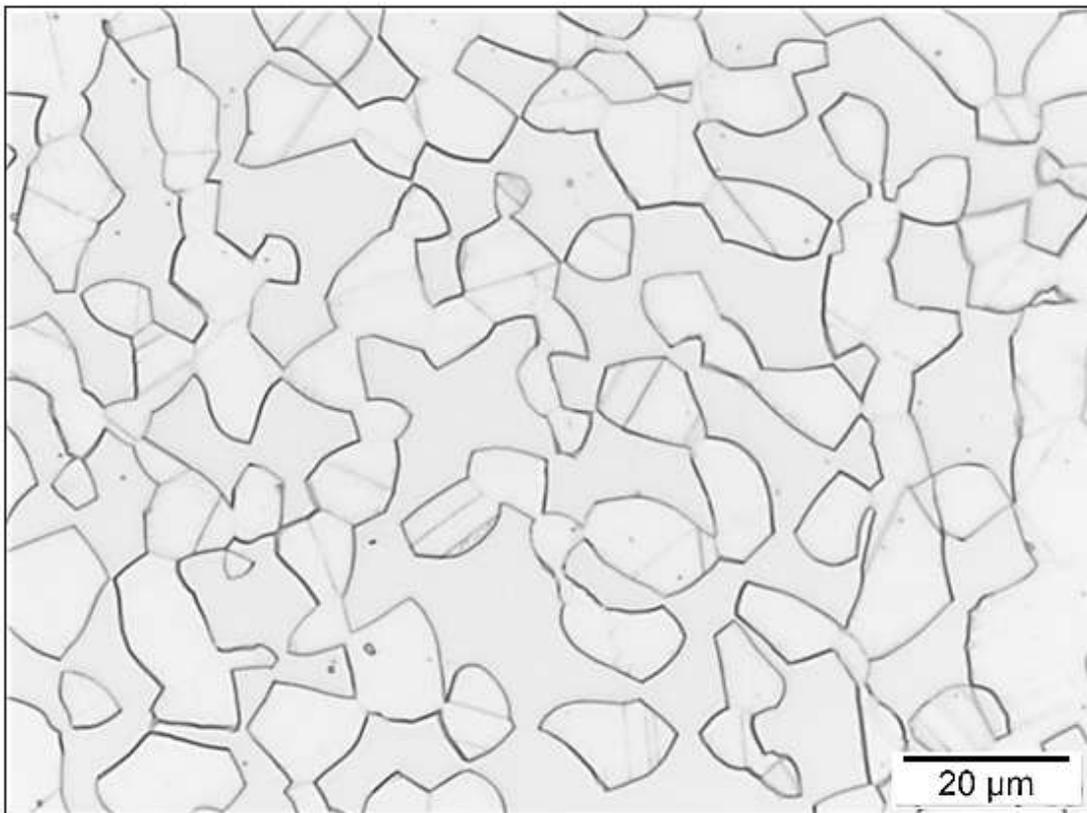


Figura 66: Amostra 2, 5% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

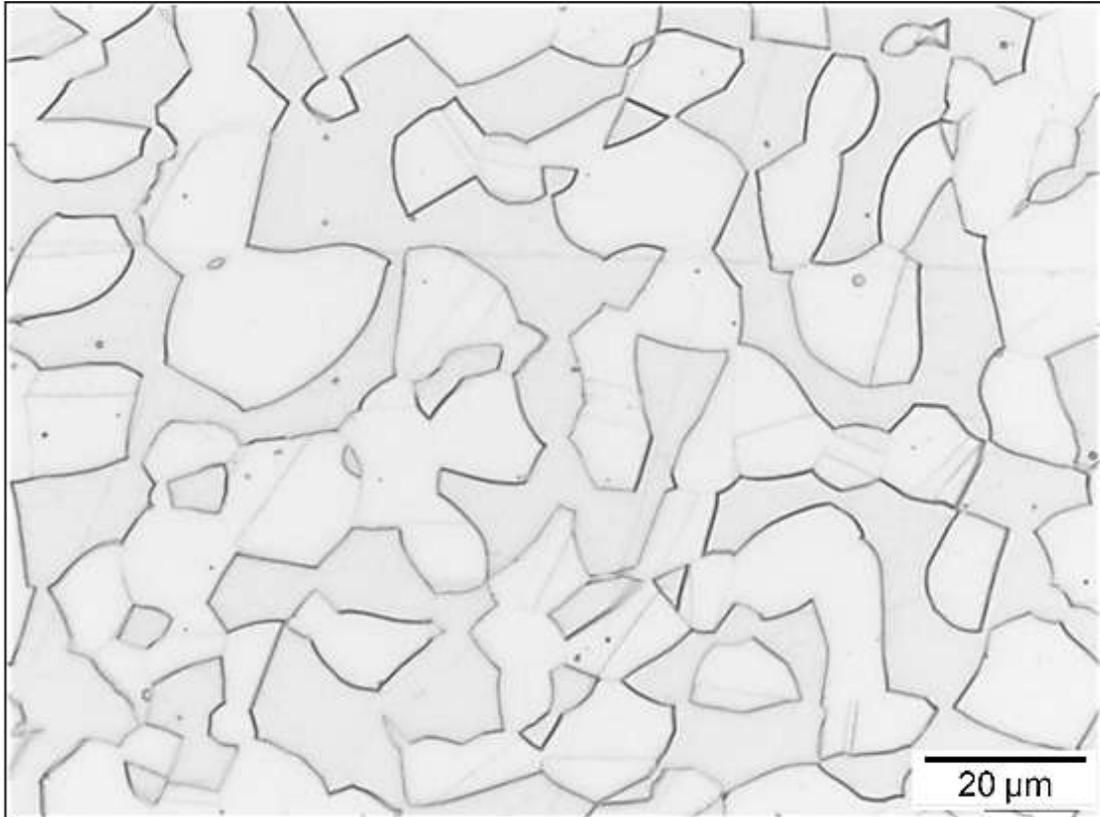


Figura 67: Amostra 4, 15% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

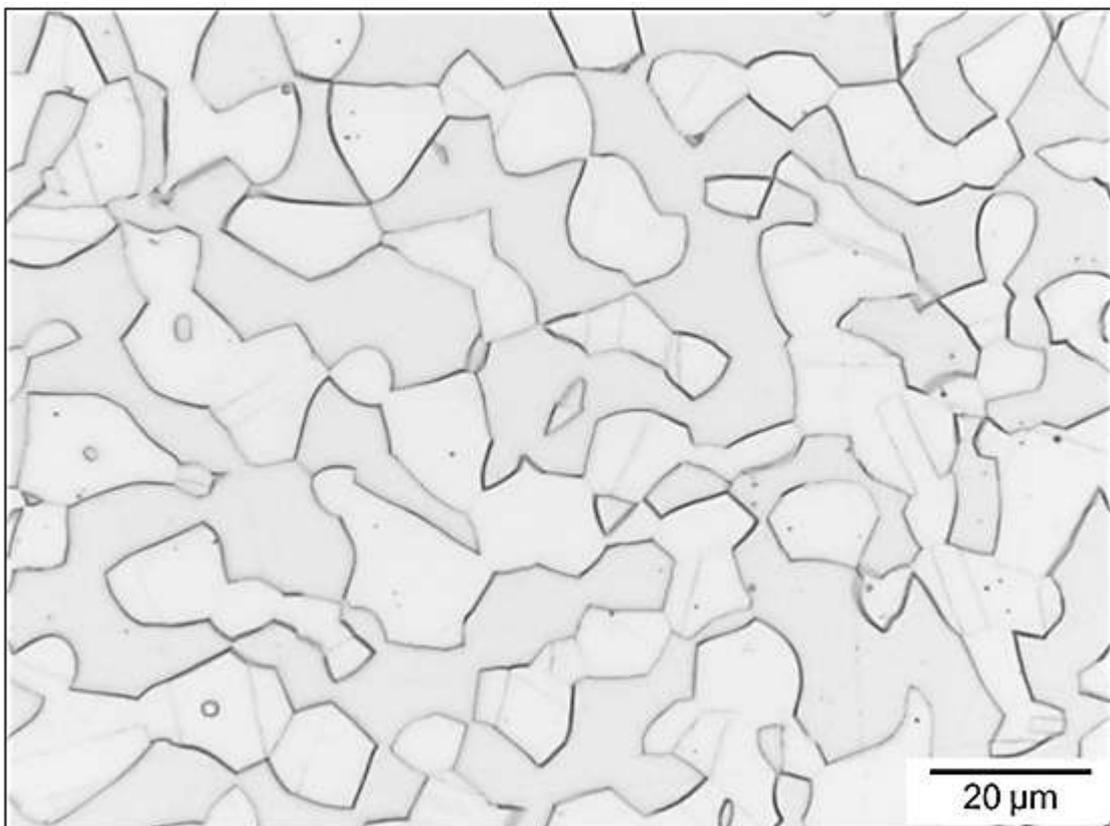


Figura 68: Amostra 5, 20% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

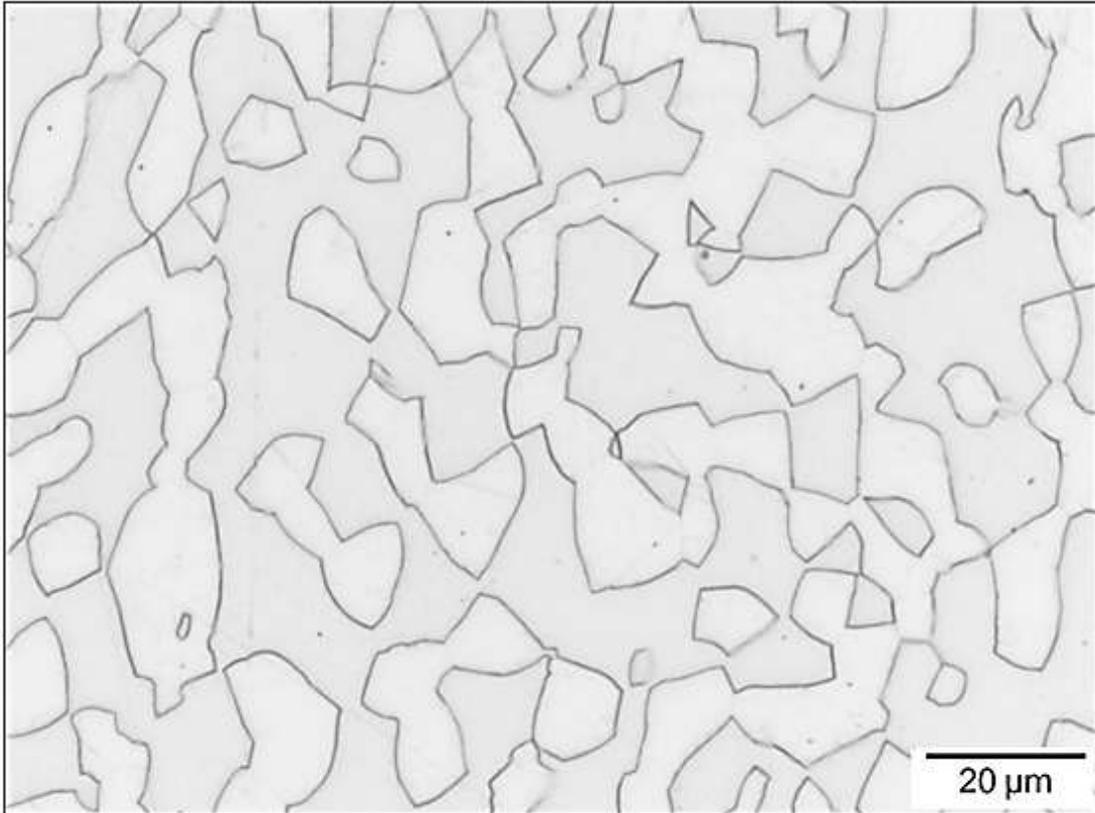


Figura 69: Amostra 6, 25% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

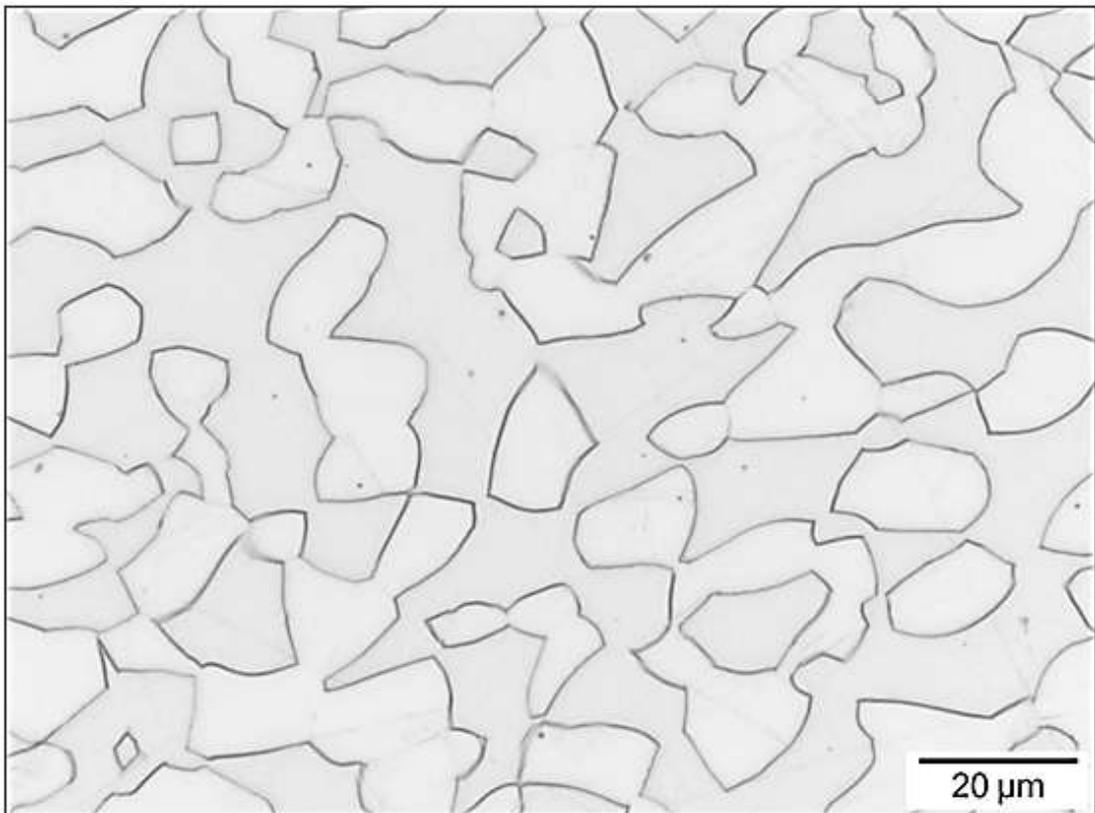


Figura 70: Amostra 7, 30% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

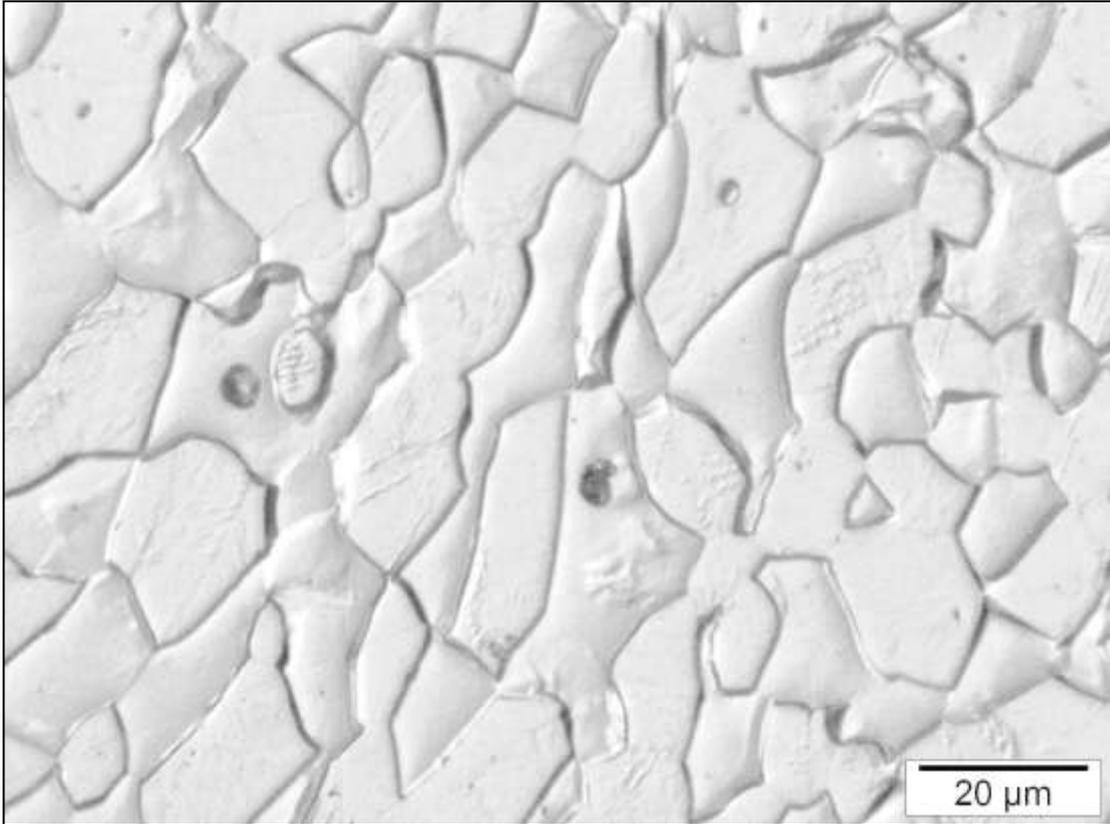


Figura 71: Amostra 8, 35% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

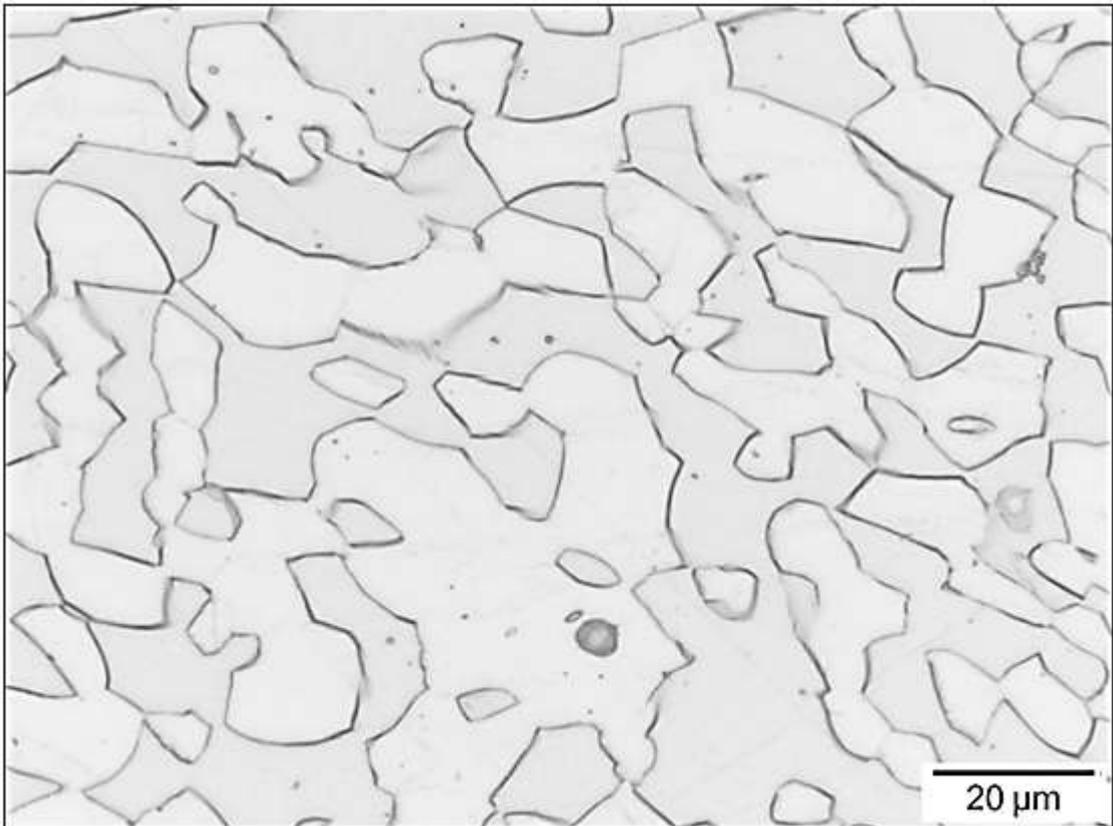


Figura 72: Amostra 9, 40% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

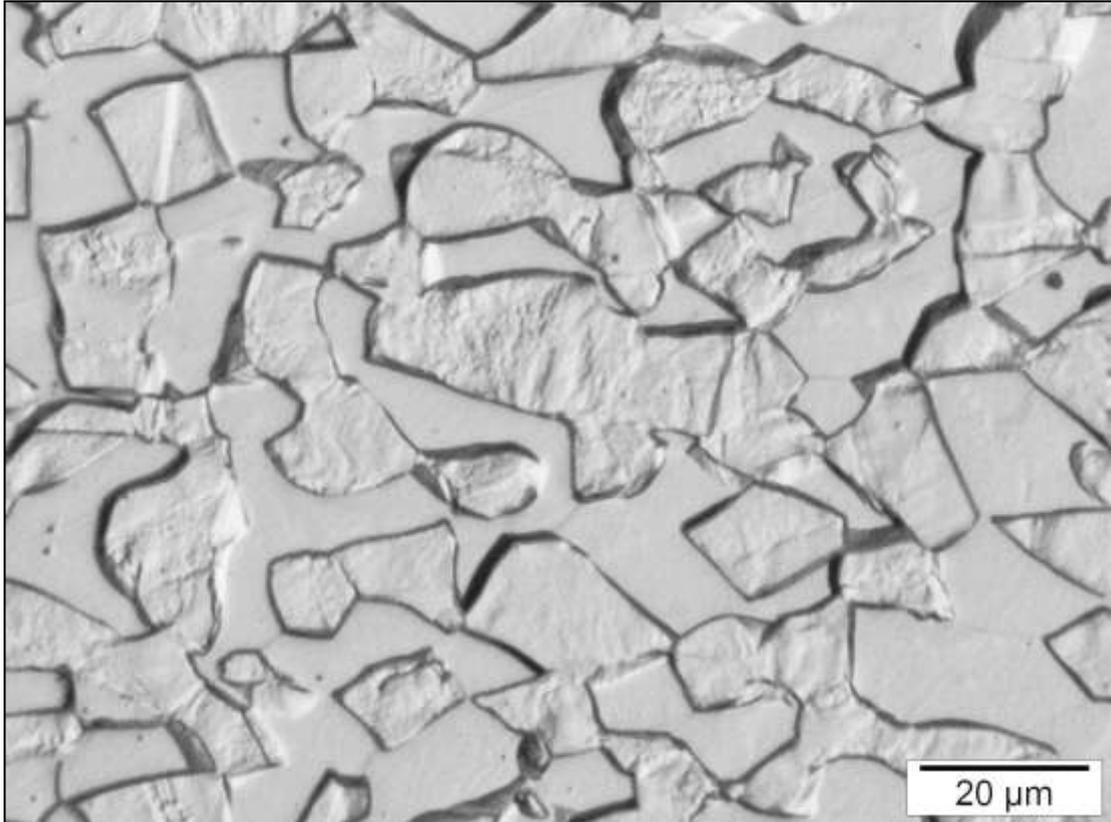


Figura 73: Amostra 10, 45% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

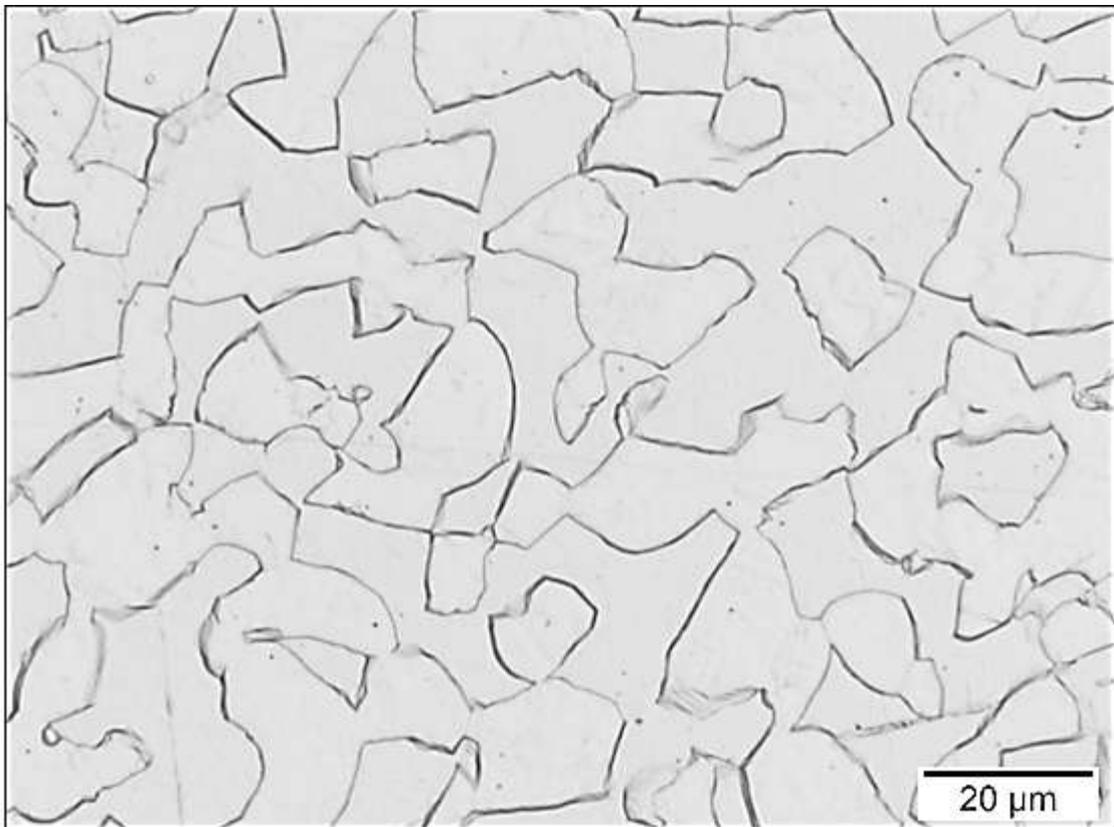


Figura 74: Amostra 11, 50% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

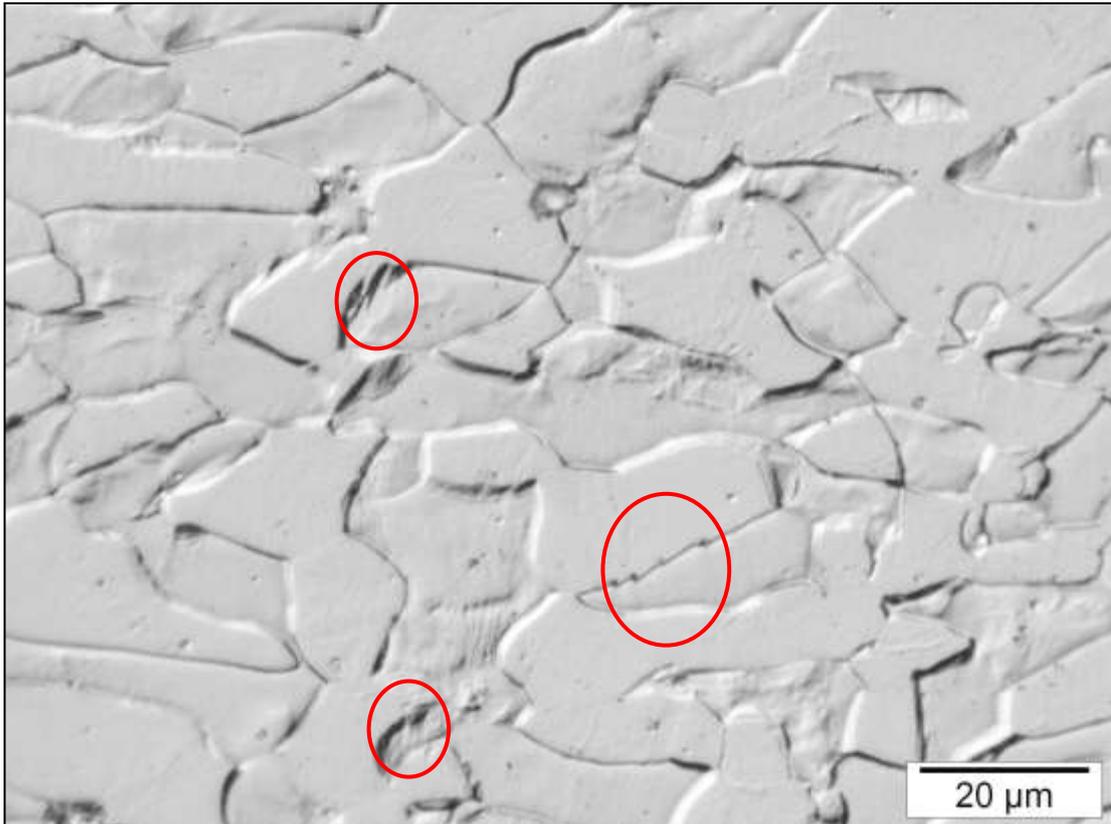


Figura 75: Amostra 12, 55% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

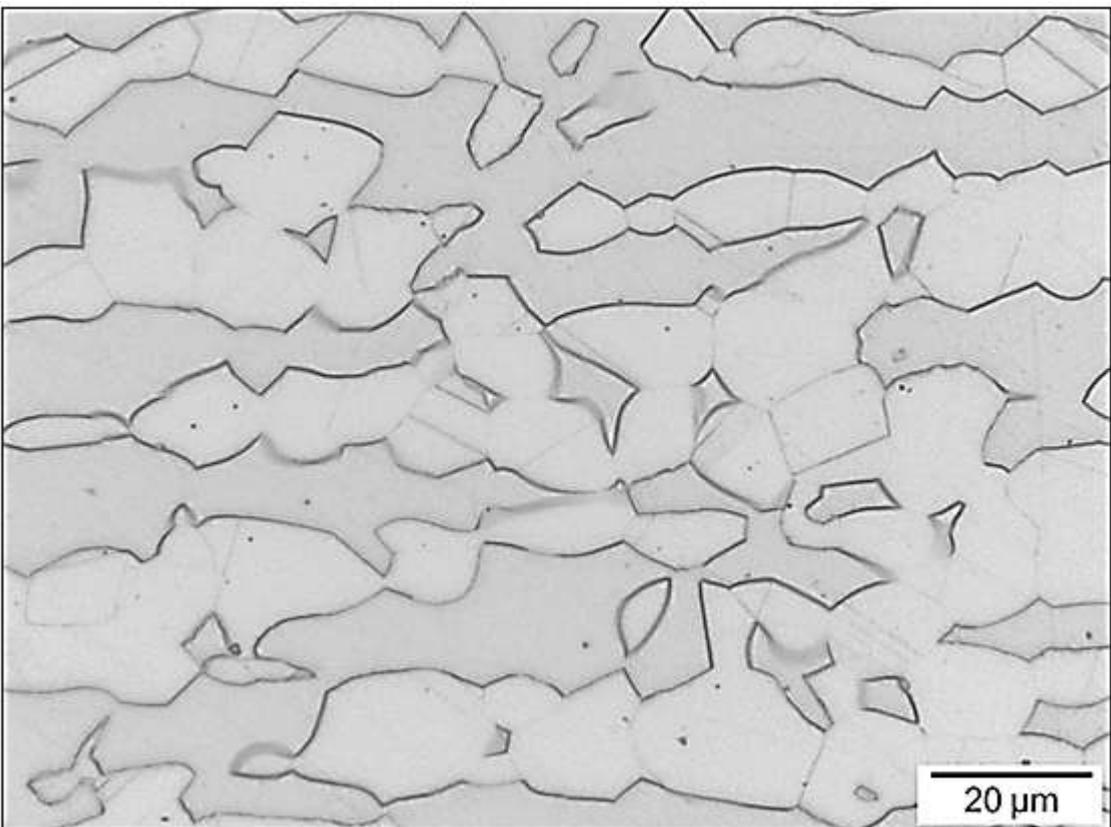


Figura 76: Amostra original, sem deformação aplicada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

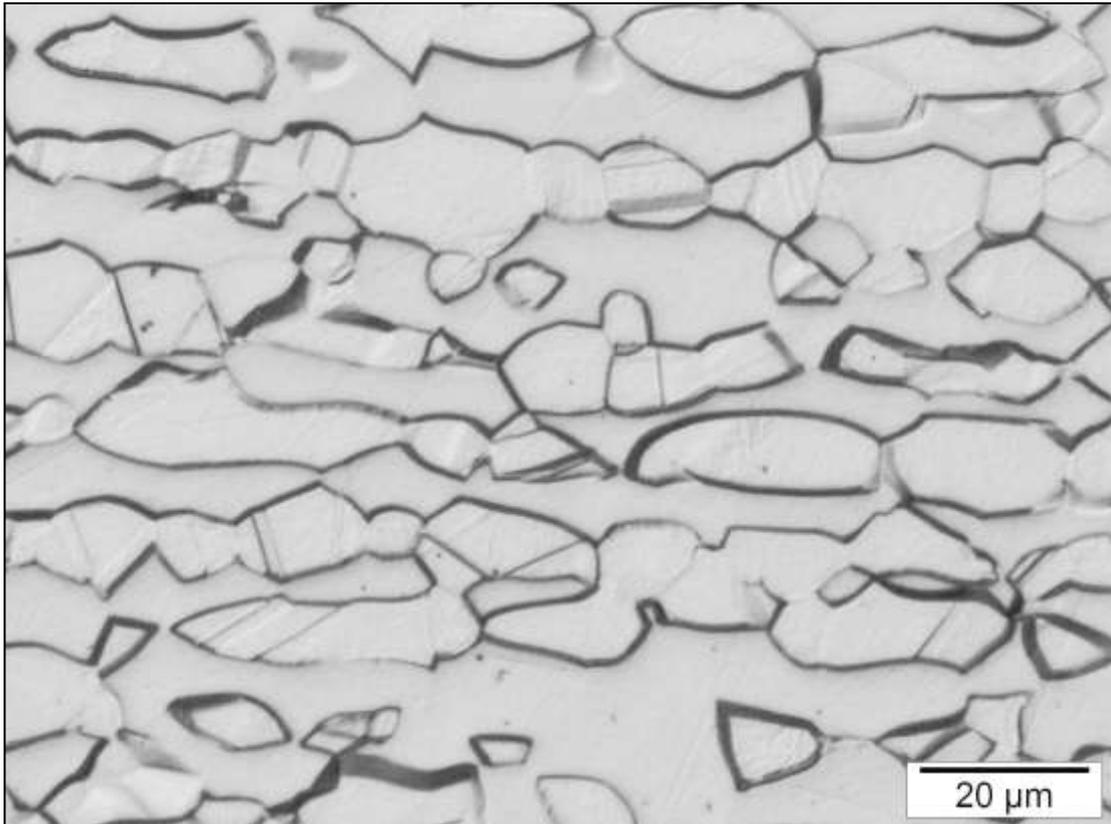


Figura 77: Amostra 2, 5% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

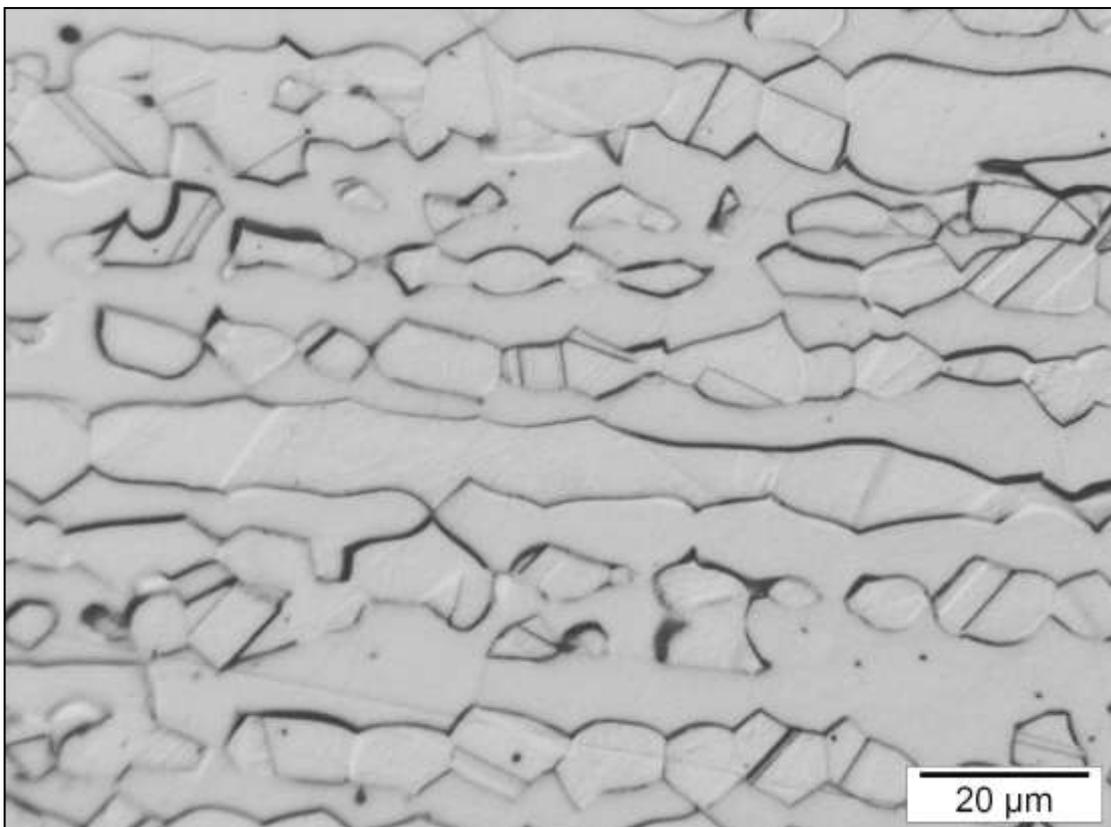


Figura 78: Amostra 3, 10% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

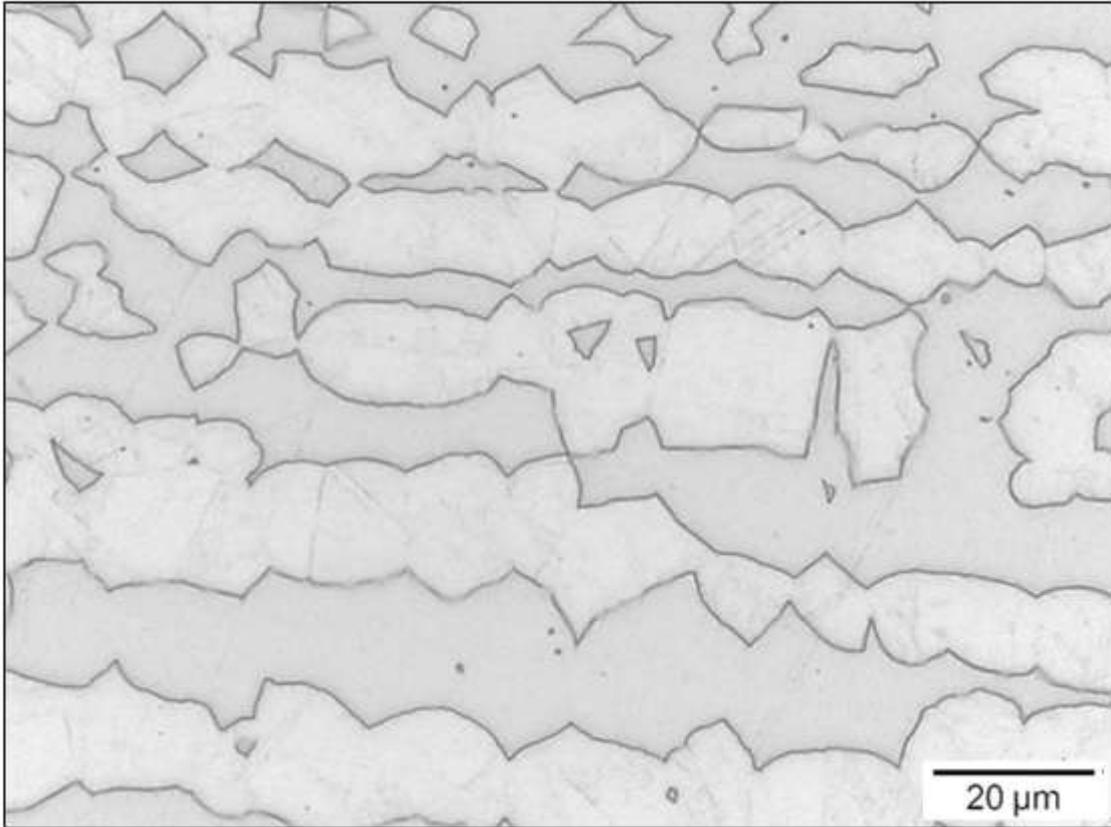


Figura 79: Amostra 4, 15% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

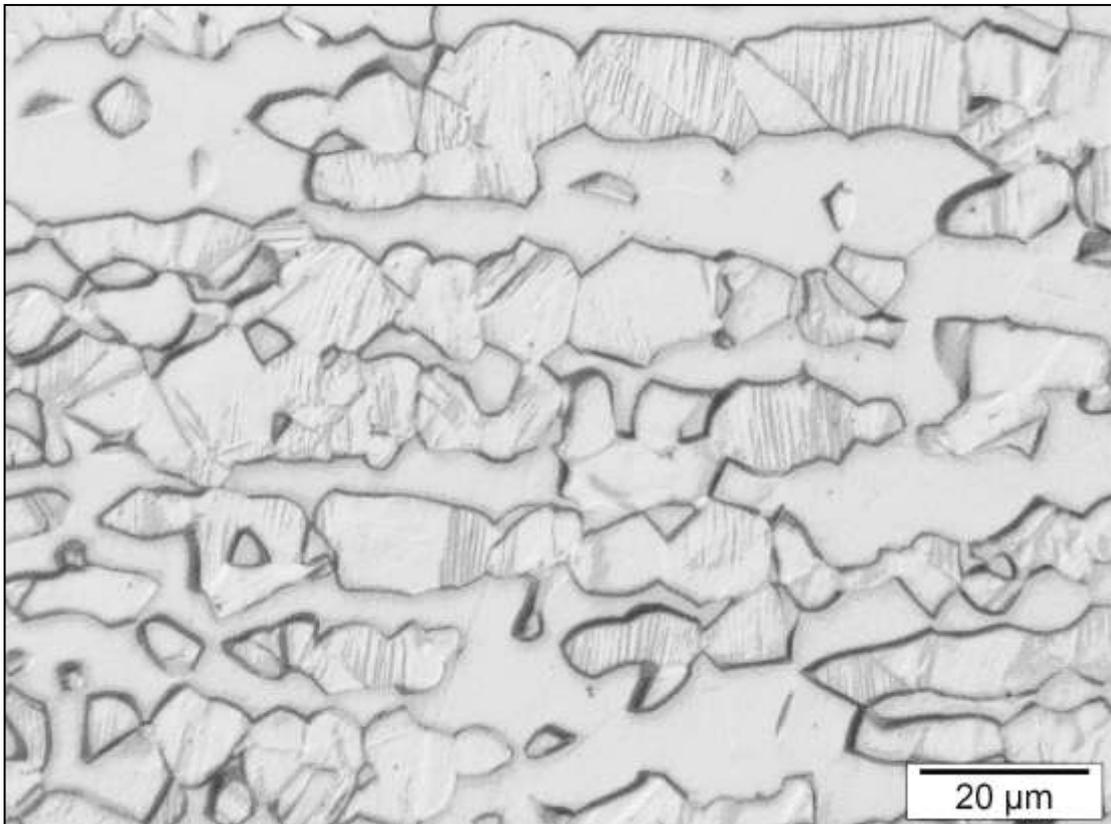


Figura 80: Amostra 5, 20% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

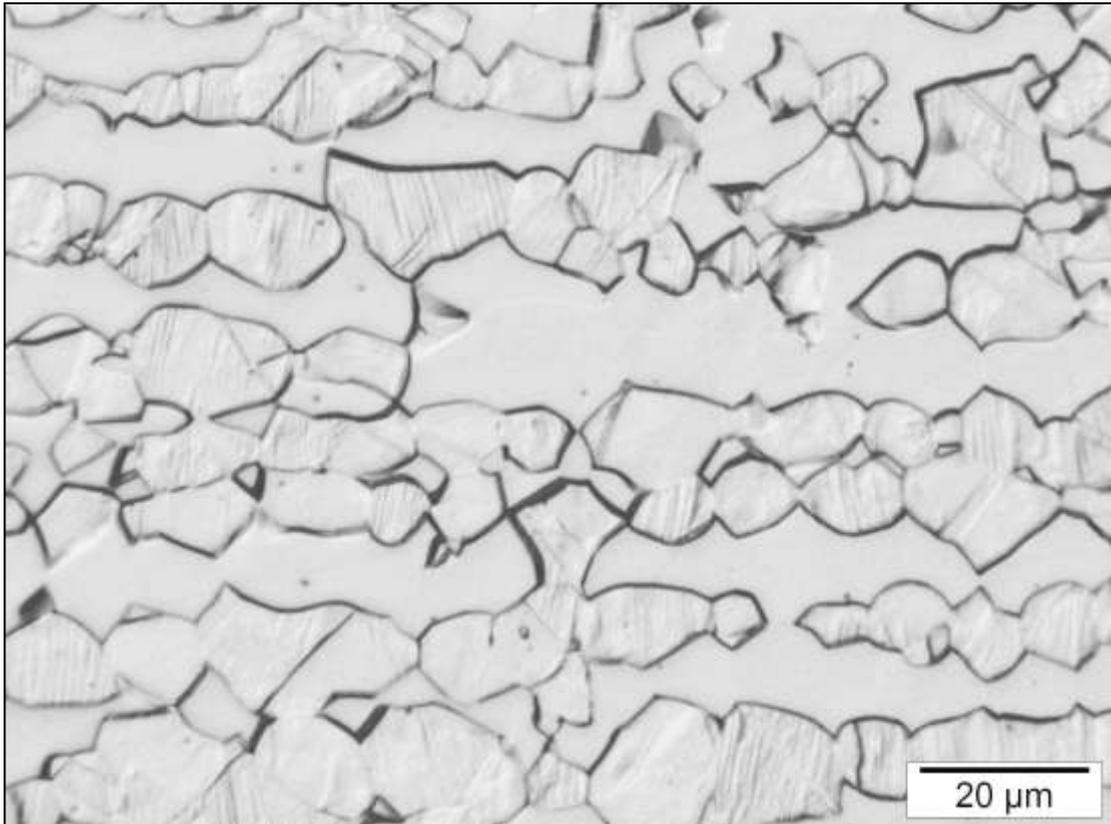


Figura 81: Amostra 6, 25% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

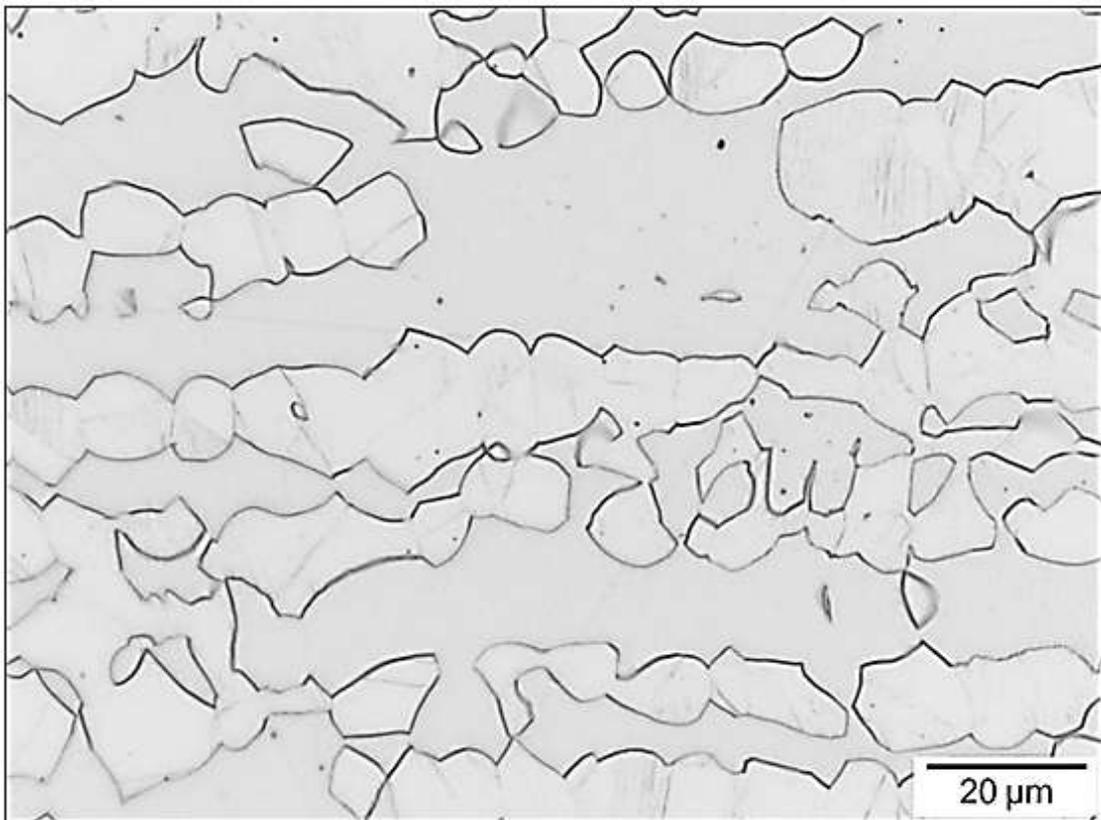


Figura 82: Amostra 7, 30% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

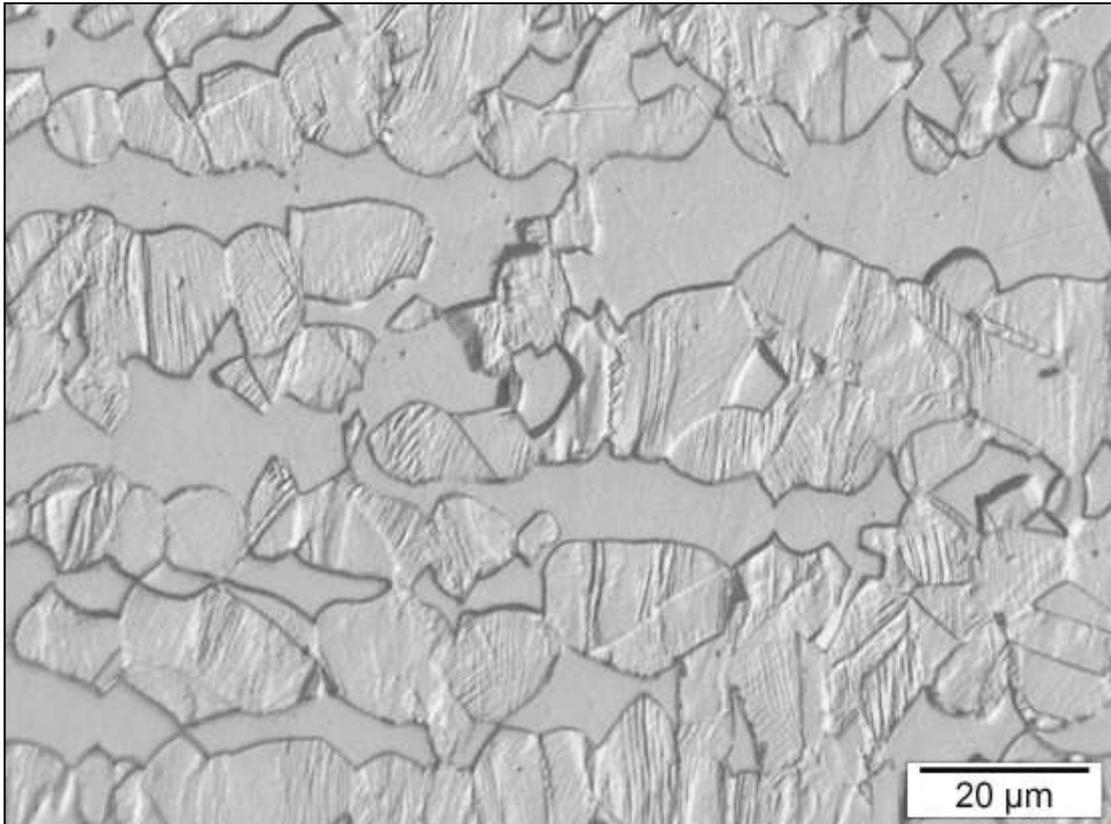


Figura 83: Amostra 8, 35% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

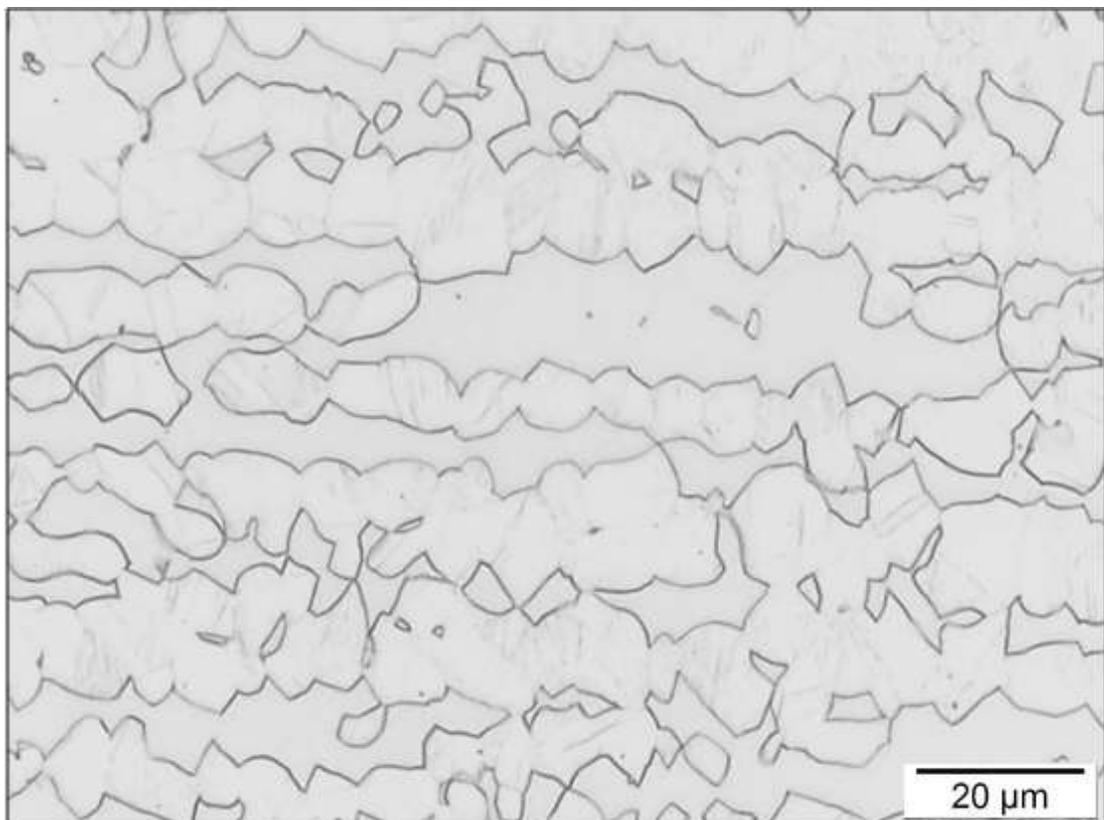


Figura 84: Amostra 9, 40% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

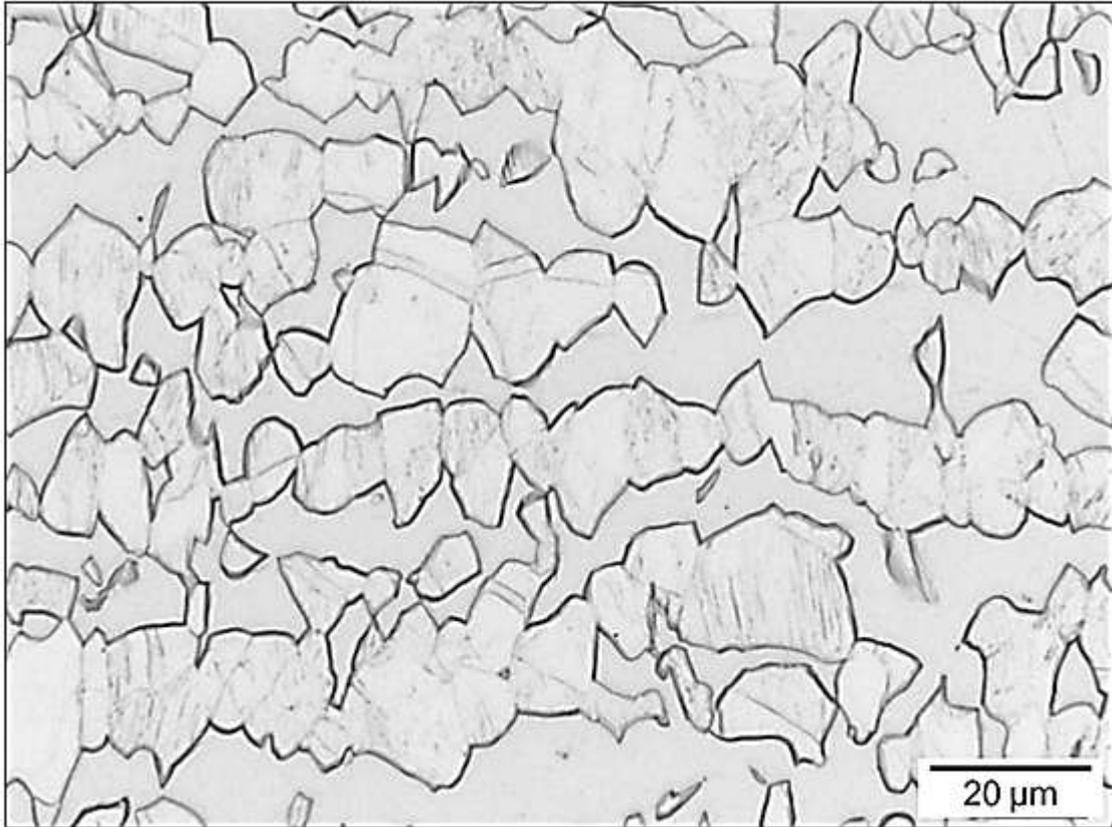


Figura 85: Amostra 11, 50% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x.

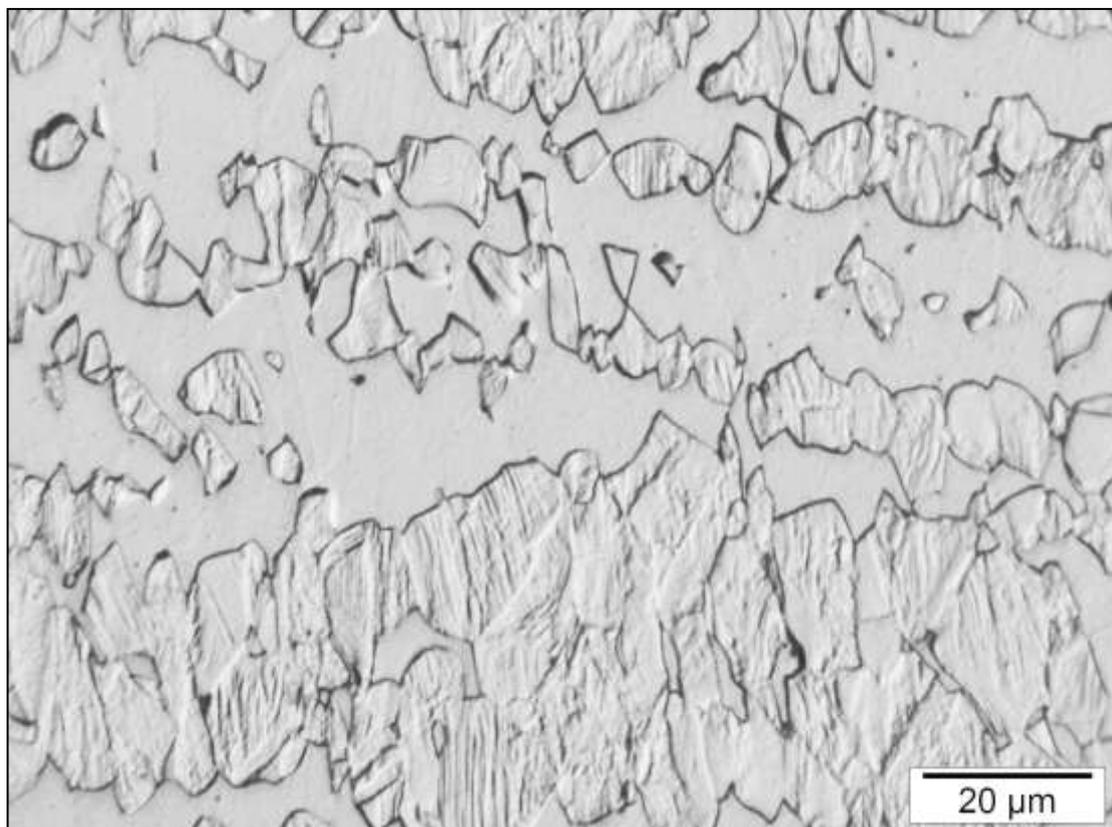


Figura 86: Amostra 12, 55% deformada, plano da seção transversal. Ataque: Oxálico. Aumento: 50x

4.4 Estereologia Quantitativa

As Figuras 87 e 88 mostram a fração de ferrita das seções longitudinais das amostras em função da deformação plástica e do trabalho aplicado, respectivamente. Como esperado o aumento da quantidade de deformação plástica provocou a diminuição da fração de ferrita, como quando se utilizou o ferritoscópio.

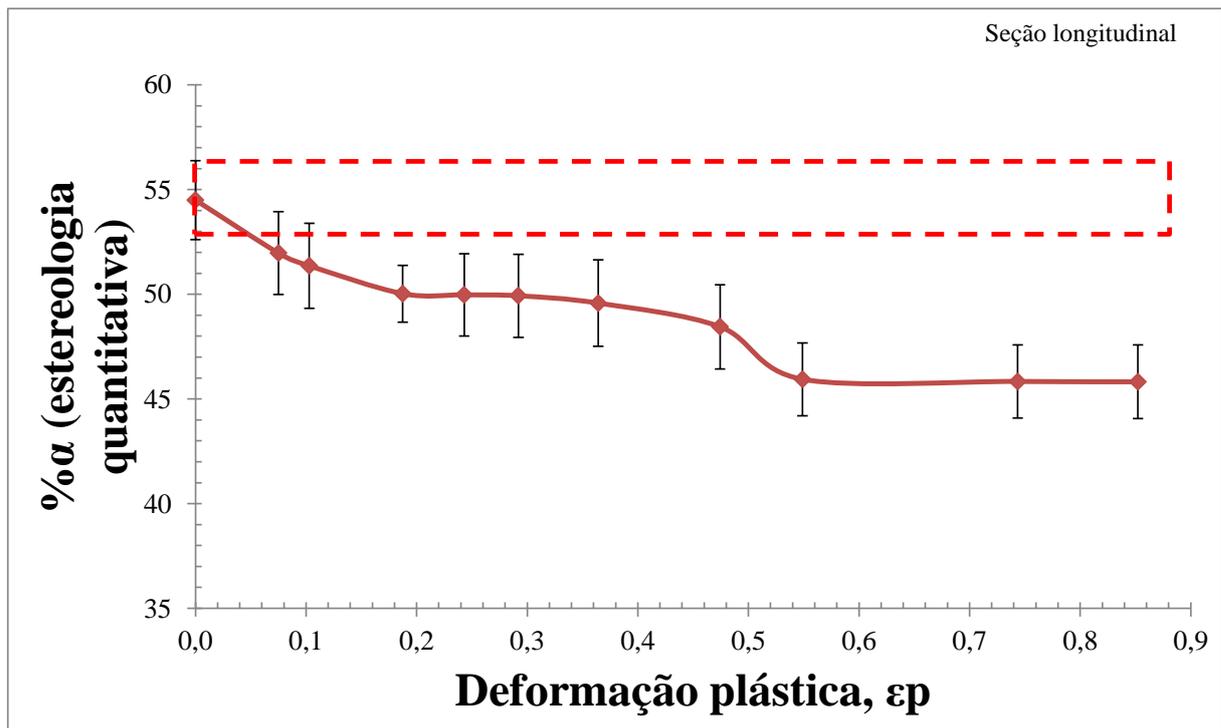


Figura 87: % α em função da deformação plástica aplicada.

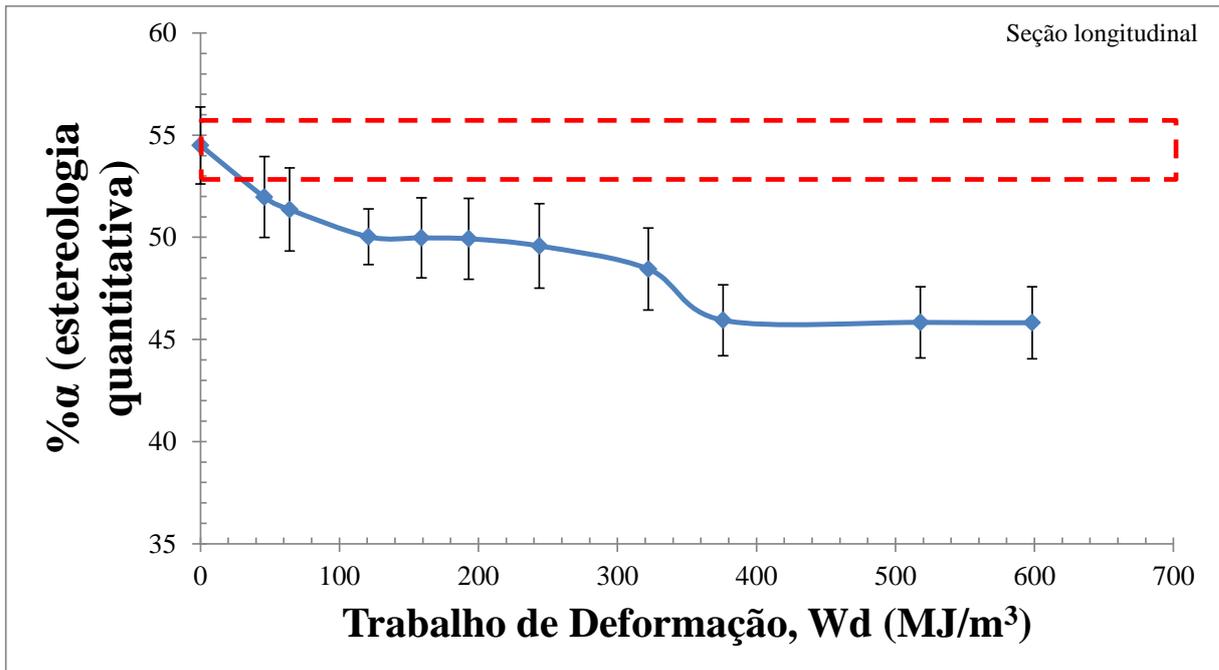


Figura 88: % α em função do trabalho de deformação aplicado.

Já as Figuras 89 e 90 mostram a fração de ferrita das seções transversais das amostras em função da deformação plástica e do trabalho aplicado, respectivamente. Neste caso, a redução de ferrita em função do aumento de quantidade de trabalho mecânico a frio aplicado torna-se mais clara.

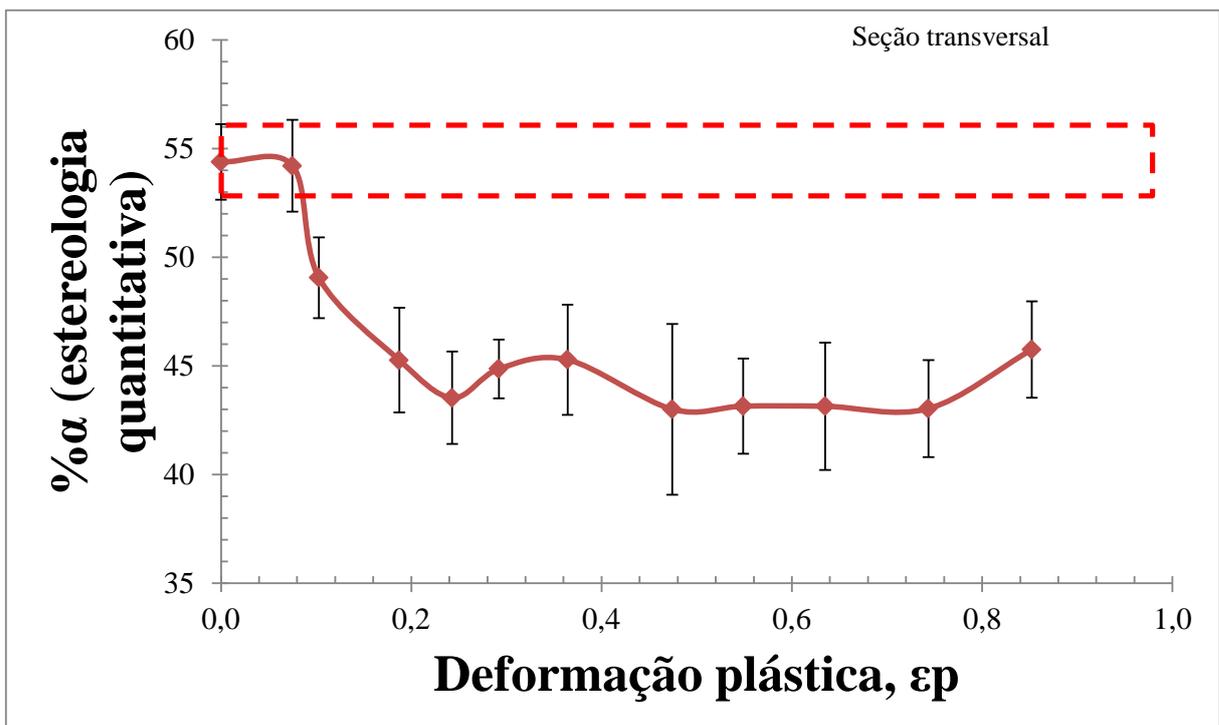


Figura 89: % α em função da deformação plástica aplicada.

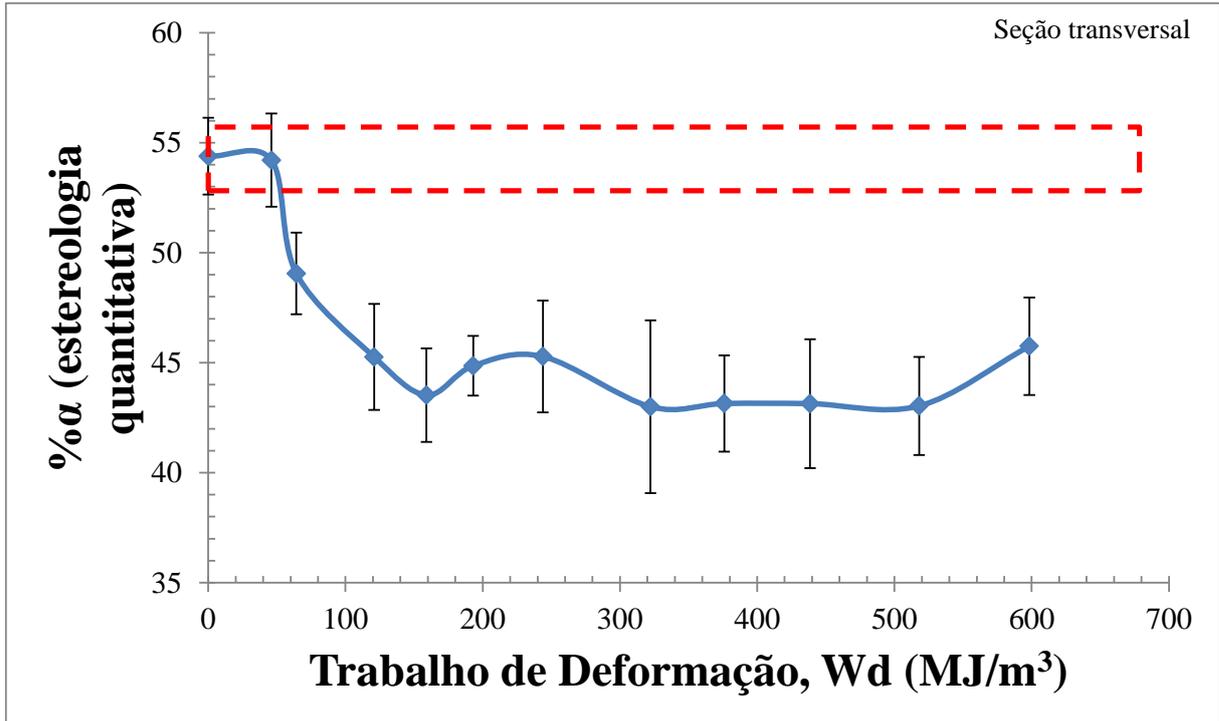


Figura 90: % α em função da deformação plástica aplicada.

4.5 Densidade

Os resultados obtidos pelas três técnicas utilizadas para avaliar a variação da densidade estão representados abaixo.

4.5.1 Medição volumétrica direta

Esta pode ser uma técnica relativamente ultrapassada e apresenta mais variáveis dentre as discutidas neste trabalho, porque tem influência da pessoa que efetuou a medida, do próprio equipamento de medida – no caso, o micrômetro e a balança utilizados. Entretanto não deixa de ser uma técnica que permite a avaliação da mudança de densidade e, portanto, é válida para o estudo. Contudo, por ser extremamente trabalhosa, dado o pequeno tamanho das amostras, mediu-se apenas a amostra original e a mais deformada plasticamente para verificar se o comportamento esperado também ocorria. Os resultados encontrados também comprovam a teoria de que a transformação de fase em estudo promoveria um acréscimo na densidade do material original, como mostrado na Tabela 4.

Tabela 4 – Resultados encontrados através da medição volumétrica direta.

Deformação plástica, ϵ_p	Trabalho de deformação, W (MJ/m ³)	Densidade média (g/cm ³)	Desvio padrão
0	0	7,45	0,03
0,635	438,53	7,56	0,01
0,852	598,31	7,61	0,01

4.5.2 Densímetro

Abaixo estão representados os pontos médios de densidade – para cinco medidas e amostras cortadas) – em função da deformação plástica efetiva e do trabalho mecânico aplicado, conforme Figuras 91 e 92.

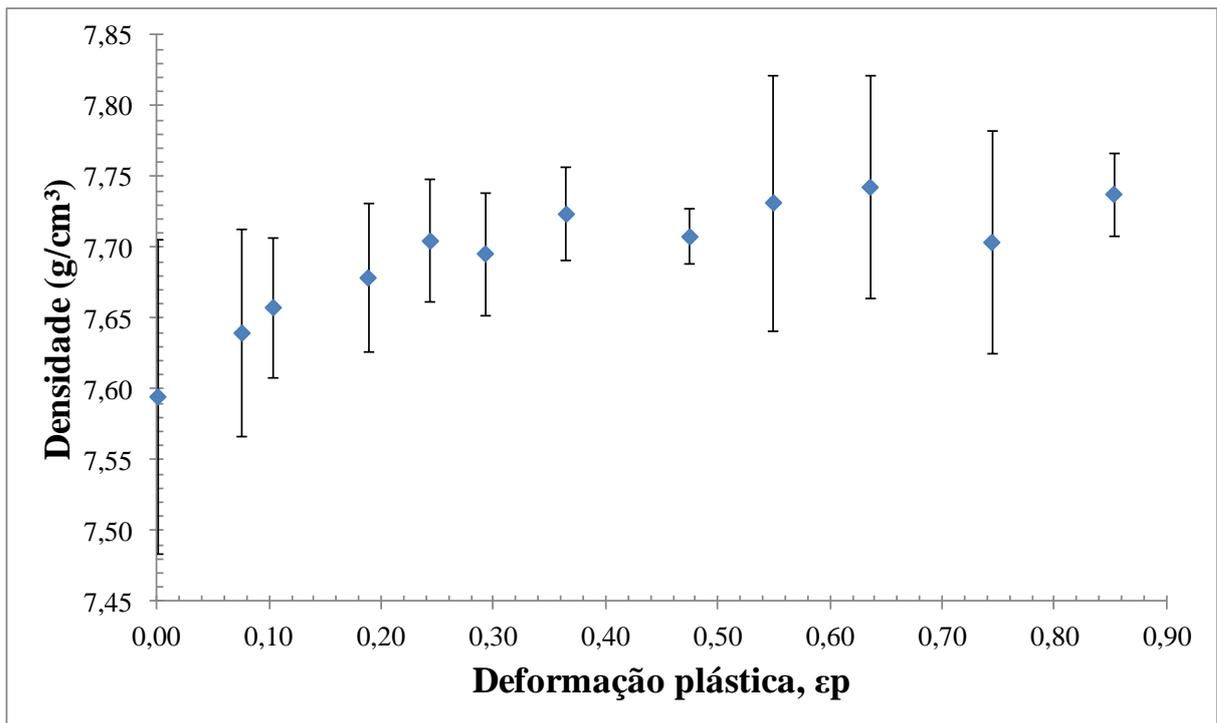


Figura 91: Densidade em função da deformação plástica efetiva.

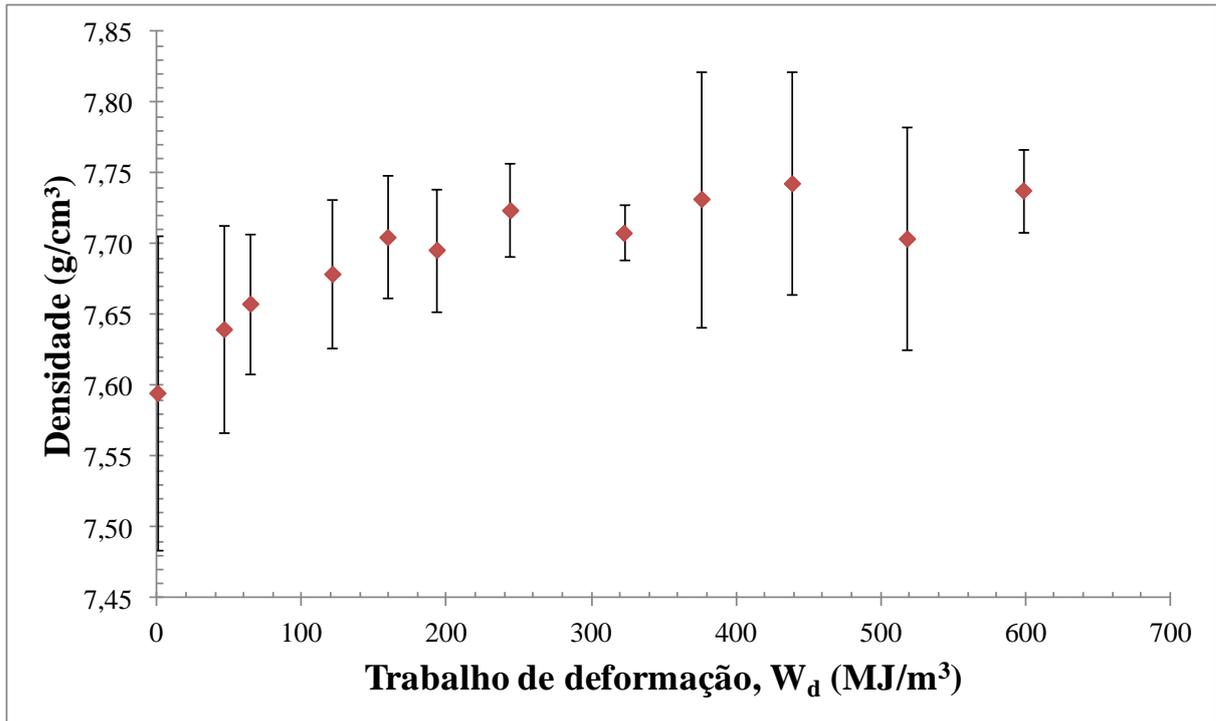


Figura 92: Densidade em função do trabalho mecânico aplicado.

4.6 Microscopia eletrônica de varredura

As análises das micrografias assim como da composição química das fases presentes foram realizadas através do uso do MEV. Entretanto, é válido ressaltar que a composição química é efetuada num ponto, mas existe um volume no qual os raios-X são gerados, cuja representação no plano da micrografia é representada pelos círculos amarelos e azuis da Figura 93. Nesta mesma Figura mostra-se o espectro que identifica os elementos presentes na região em estudo. Caso a transformação de fase em estudo esteja acontecendo, provavelmente a austenita proveniente da ferrita terá composição química distinta da austenita original. As Tabelas 5 a 9 relacionam as composições químicas encontradas nas regiões em destaque das Figuras 94 a 96. A Figura 97 caracteriza a microestrutura da amostra mais deformada plasticamente, nesta Figura está destacada a região que possivelmente corresponde à transformação de fases em estudo.

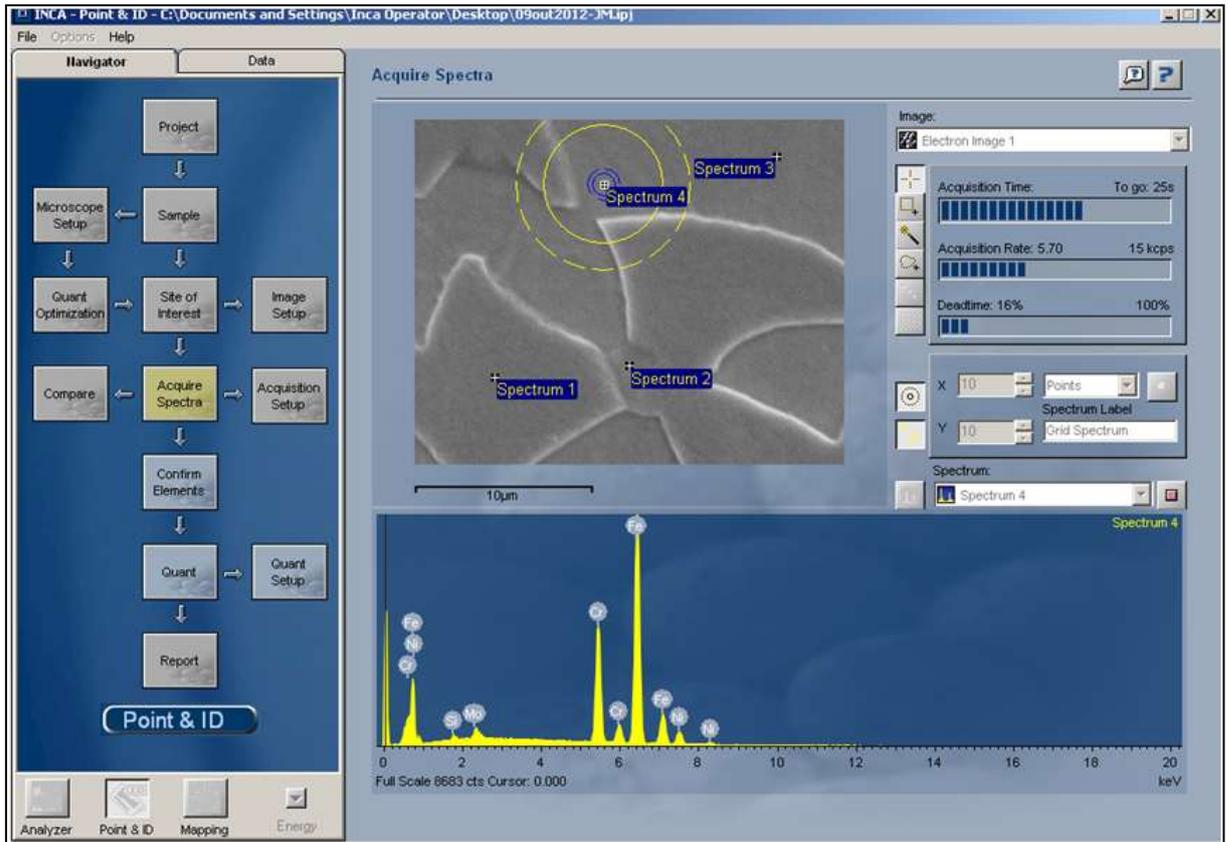


Figura 93: Demonstração da análise de composição química efetuada.

As Figuras 94 a 97 demonstram as micrografias com as indicações (“Spectrum”) dos locais em que foram executadas as análises de composição química.

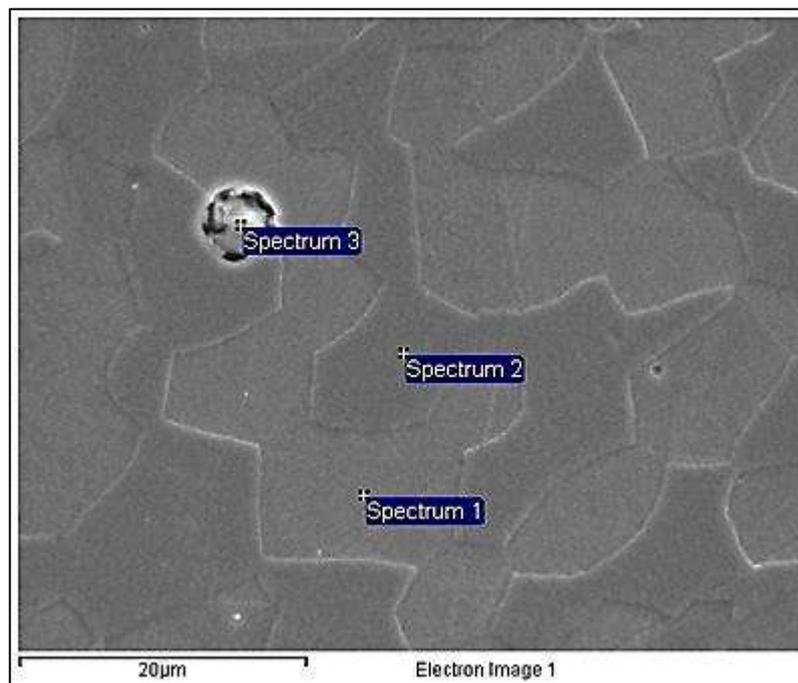


Figura 94: Micrografia da amostra original indicando os pontos de determinação da composição química.

Tabela 5 – Resultados da composição química das fases ferrita e austenita da amostra original (Figura 94).

Elemeto	Spectrum 1 - Spectrum 2 -	
	Austenita	Ferrita
	% Mássica	% Mássica
Si	0,48	0,61
Cr	21,54	24,78
Mn	0,88	0,82
Fe	67,75	65,54
Ni	6,54	4,00
Mo	2,82	4,24

Tabela 6 – Resultados da composição química da inclusão encontrada na amostra original (Figura 94).

Spectrum 3 - Inclusão	
Elemeto	% Mássica
O	49,99
Mg	5,61
Al	41,28
Ca	0,34
Cr	0,94
Mn	0,21
Fe	1,62

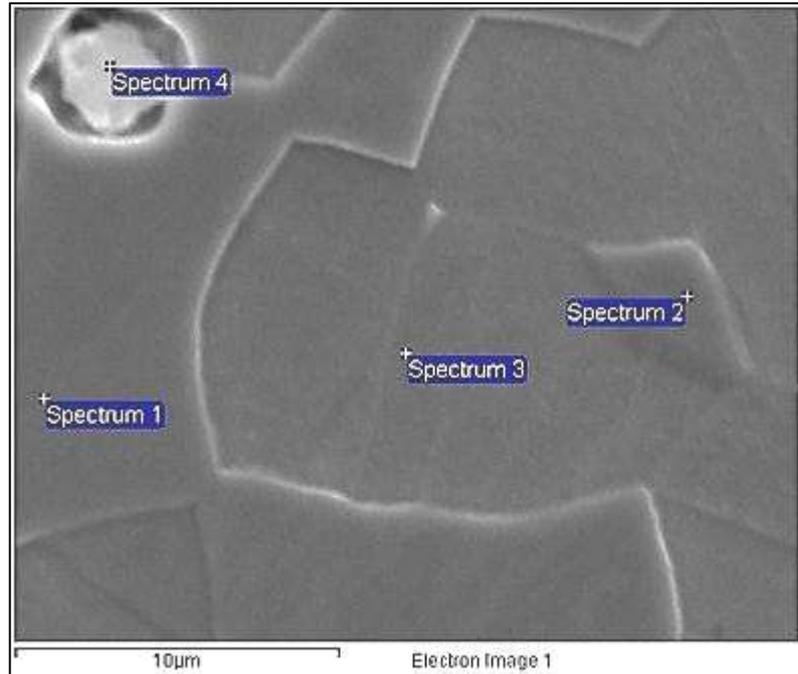


Figura 95: Micrografia da amostra 2 (com 5% de deformação) indicando os pontos de determinação da composição química.

Tabela 7 – Resultados da composição química das fases ferrita e austenita da amostra 2 (com 5% de deformação, Figura 95).

	Spectrum 1 - Ferrita	Spectrum 2 - Ferrita deformada	Spectrum 3 - Austenita
Elemeto	% Mássica	% Mássica	% Mássica
Si	0,60	0,63	0,56
Cr	24,97	24,92	21,63
Mn	0,89	0,94	0,87
Fe	65,41	65,32	67,45
Ni	3,93	3,69	6,64
Mo	4,22	4,51	2,84

Tabela 8 – Resultados da composição química da inclusão encontrada na amostra 2 (com 5% de deformação, Figura 95).

Spectrum 4	
Elemeto	% Mássica
O	44,86
Mg	3,66
Al	34,30
Si	0,38
Ca	1,42
Cr	4,32
Fe	9,46
Ni	0,56
Mo	1,03

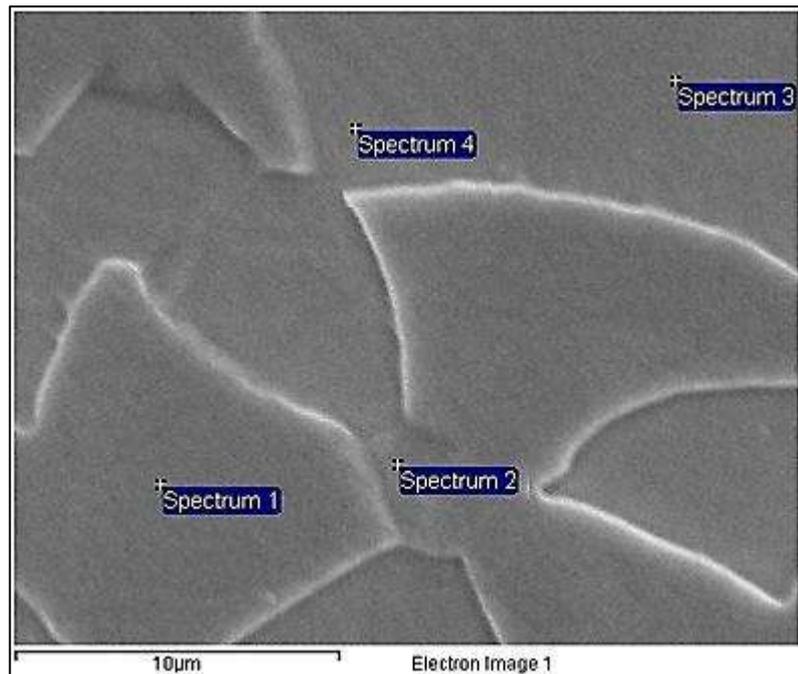


Figura 96: Micrografia da amostra 4 (com 15% de deformação) indicando os pontos de determinação da composição química.

Tabela 9 – Resultados da composição química das fases ferrita e austenita da amostra 4 (com 15% de deformação, Figura 96).

	Spectrum 1 - Ferrita	Spectrum 2 - Degrau entre regiões ferríticas	Spectrum 3 - Austenita	Spectrum 4 - Austenita deformada
Elemeto	% Mássica	% Mássica	% Mássica	% Mássica
Si	0,60	0,61	0,52	0,49
Cr	25,07	25,33	21,61	21,80
Mn	-	0,73	0,78	0,78
Fe	66,25	65,86	68,15	68,03
Ni	3,88	3,34	6,45	6,48
Mo	4,19	4,14	2,49	2,42

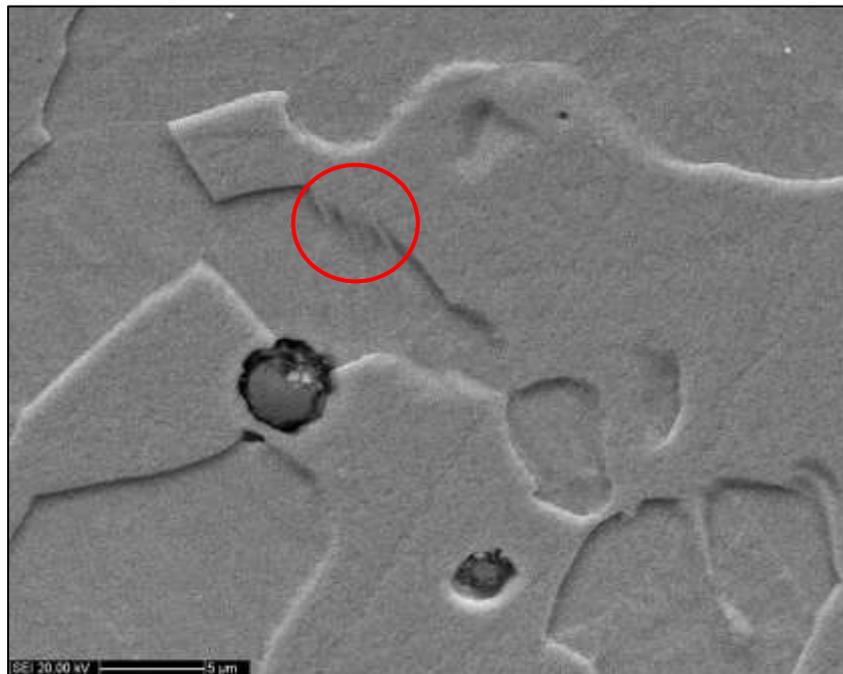


Figura 97: Micrografia da amostra 12 (com 55% de deformação).

A partir dos resultados apresentados neste item é possível notar que tanto as fases ferrita quanto austenita apresentaram suas composições típicas. A composição química do degrau entre as fases ferríticas é muito semelhante à ferrita, entretanto, este degrau apresenta-se em baixo relevo o que não é característico desta fase, logo pode ser um indício da transformação de fase em estudo. Foi possível notar a presença de inclusões e também que estas são constituídas basicamente de alumínio e oxigênio. Além disto, a região indicada por “Spectrum 2” na Figura 96, pode ser um indício da transformação de fases em estudo, pois tanto a ferrita quanto a austenita possuem relevos bem definidos em todas as micrografias

apresentadas, entretanto esta região parece estar num relevo intermediário entre estas duas fases e apresenta composição química extremamente semelhante à da ferrita. Caso esta transformação de fases realmente ocorra, a austenita proveniente da ferrita teria composição química semelhante a fase original. Contudo, exige-se estudo mais detalhado e preciso nestas regiões da microestrutura, pois a identificação de fases utilizada no MEV (via análise por EDS) inviabiliza a análise de uma área pequena e precisa como já comentado e mostrado na Figura 93.

5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Tendo a composição química do aço em estudo é possível calcular os valores de cromo e níquel equivalentes para a teoria proposta por DeLong como mostra a Tabela 10.

Tabela 10 – Valores de cromo e níquel equivalentes para o SAF 2205.

	% Ni equivalente	% Cr equivalente
DeLong	11,57	26,04

Tendo estes valores é possível traçar as retas paralelas as “*tielines*” no ternário representado na Figura 6, simulando a condição deste material tratado termicamente a 1100°C. Ao efetuar este procedimento, obtém-se a Figura 98, e como esperado, é possível perceber que as únicas fases presentes no material em estudo, são austenita e ferrita, e através da regra das alavancas pode-se calcular o valor percentual de cada fase, este seria cerca de 50% de cada uma.

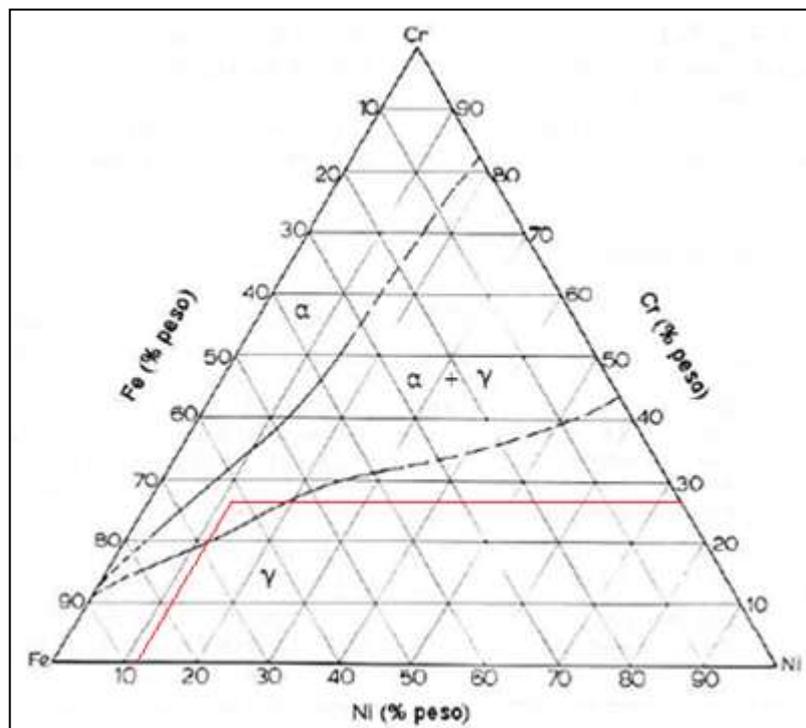


Figura 98: Seção isotérmica a 1100°C do ternário Fe-Cr-Ni, mostrando as “*tielines*”, referentes ao aço em estudo, cruzando-se no campo $\alpha + \gamma$, como esperado.

Fonte: Autor “adaptado de” RAYNOR e RIVLIN, 1988

O intervalo de temperatura no qual existem ambas as fases em estudo simultaneamente compreende desde 1000 a 1300°C. Com o auxílio do software Thermo-Calc® foi possível

simular as diferentes frações volumétricas de ferrita presente neste aço em função da variação de temperatura. A Figura 99 mostra o resultado obtido através do Thermo-Calc®, além de quatro outros pontos que representam a fração volumétrica de ferrita antes e após a aplicação mais intensa de trabalho mecânico a frio, mensurada com o auxílio do ferritoscópio e através de estereologia quantitativa. Estes dois valores foram propositalmente plotados na temperatura 1100°C, pois foi a temperatura de solubilização utilizada no processamento prévio da amostra.

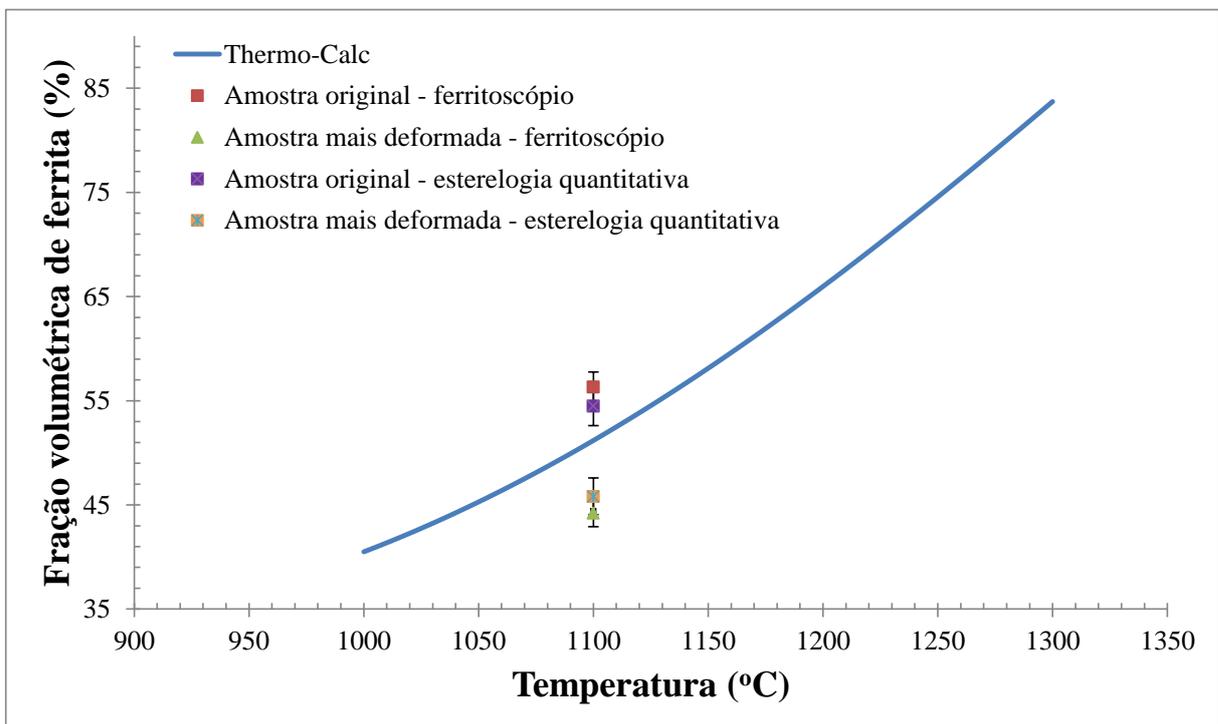


Figura 99: Frações volumétricas de ferrita (%) – mensurada através do ferritoscópio – *versus* temperatura.

O ponto interessante a ser ressaltado é que para uma mesma temperatura de 1100°C ambos os valores de ferrita encontrados através do uso do ferritoscópio divergem com o valor fornecido pelo Thermo-Calc, como já relatado em outro trabalho do mesmo grupo de pesquisa (SPOMBERG, 2011).

As difrações de raios-X da amostra original e das onze amostras depois de deformadas plasticamente foram feitas varrendo-se ângulos de difração $35^\circ < 2\theta < 95^\circ$ (Figuras 35 a 46). Todas as curvas de intensidade em função do ângulo de difração apresentaram o mesmo comportamento, mostrado na Figura 100, que representa os valores das condições mais relevantes ao estudo, sem deformação plástica, com um valor intermediário de deformação plástica e com o máximo de deformação plástica aplicada. Os picos apresentados são relativos apenas às fases ferrita e austenita, descartando-se a presença de outras fases nas

microestruturas. É possível notar que quanto maior a deformação os picos tendem a ser ligeiramente deslocados para menores ângulos, a causa potencial para a existência deste efeito pode ser a própria deformação imposta como um efeito de textura (como discutido no Apêndice A).

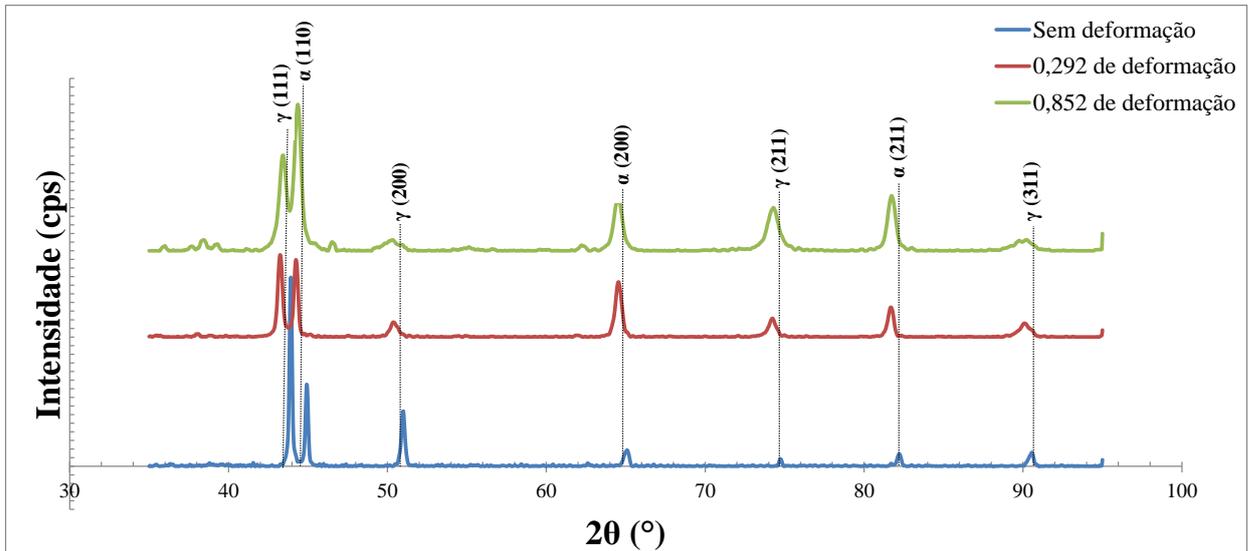


Figura 100: Comparação dos difratograma raios-X em função da deformação plástica aplicada.

Através dos resultados obtidos por medições magnéticas, foi possível analisar a redução da porcentagem da fase de ferrita presente em função do aumento de deformação plástica a frio aplicada para a primeira técnica.

Uma observação interessante é que em dada deformação plástica (ou após determinado trabalho de deformação) a fração da fase ferrítica medida pelo ferritoscópio passa a não decrescer mais com o aumento da deformação e é estabilizada. Então, existe a possibilidade de existir um mínimo de ferrita presente no material em estudo, como mostram as Figuras 101 e 102, de modo que mesmo introduzindo mais energia neste aço inoxidável dúplex a transformação de fases induzida por deformação passa a não ocorrer. Este limite é de aproximadamente 0,2 de deformação plástica efetiva ou de 100 MJ/m³ de energia absorvida na deformação plástica (reta verde das Figuras 101 e 102).

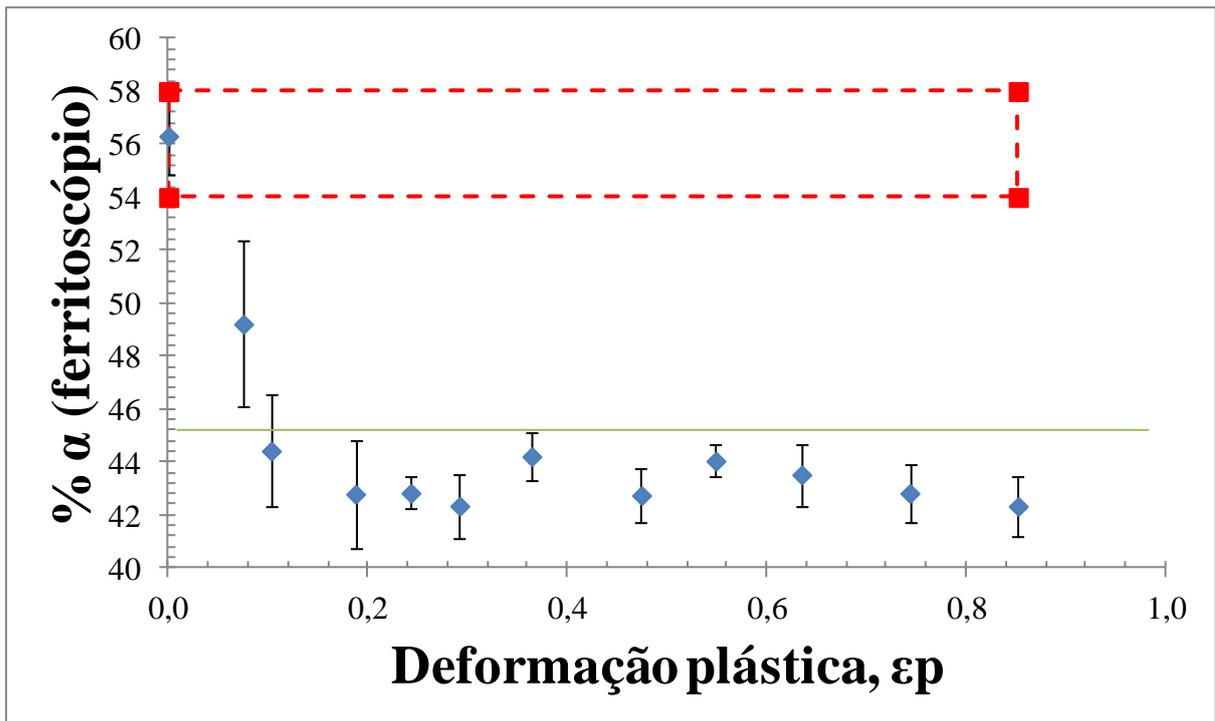


Figura 101: Demonstração da estabilização da % α em função da deformação plástica.

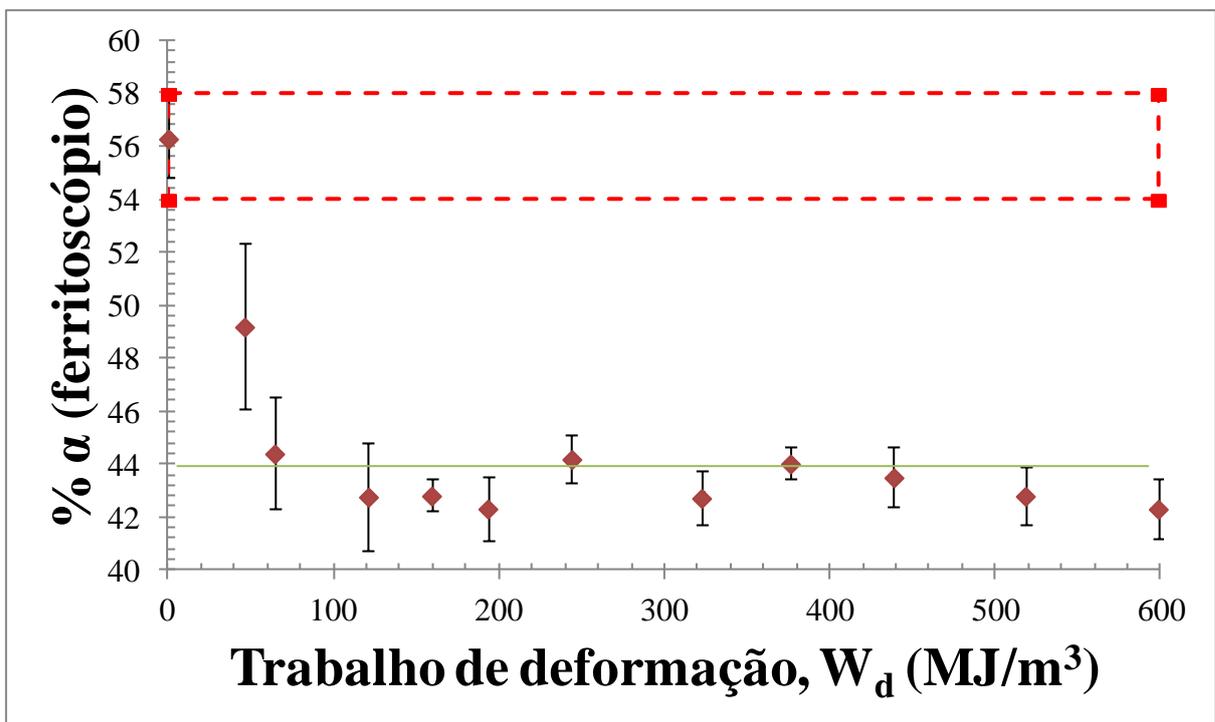


Figura 102: Demonstração da estabilização da % α em função do trabalho de deformação.

Nas micrografias da superfície do plano do disco e de sua seção transversal (Figuras 103 e 104, respectivamente) apresentam-se as fases ferrita (escura) e austenita (clara) nas condições mais relevantes ao estudo, sem deformação plástica, com dois valores

intermediários de deformação plástica e com o máximo de deformação plástica aplicada. Analisando as micrografias é perceptível a existência de apenas ferrita e austenita e a deformação dos grãos em graus diferentes.

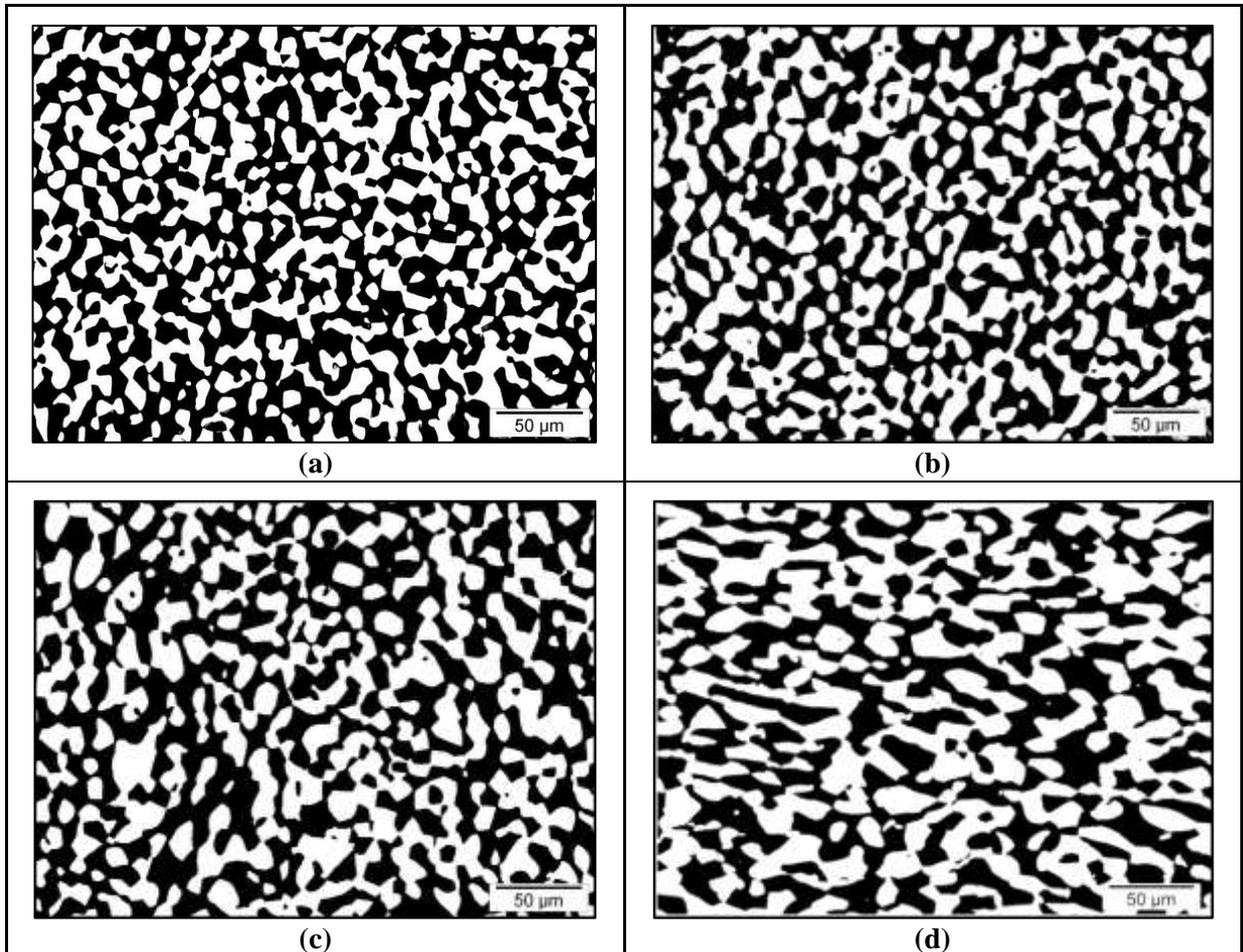


Figura 103: Micrografias com aumento de 20x e ataque Beraha da seção longitudinal, sendo as regiões pretas correspondentes à fase ferrita e as brancas à fase austenita. (a) Amostra original (b) 5% deformada (0,075 de deformação) (c) 15% deformada (0,187 de deformação) e (d) 55% deformada (0,852 de deformação).

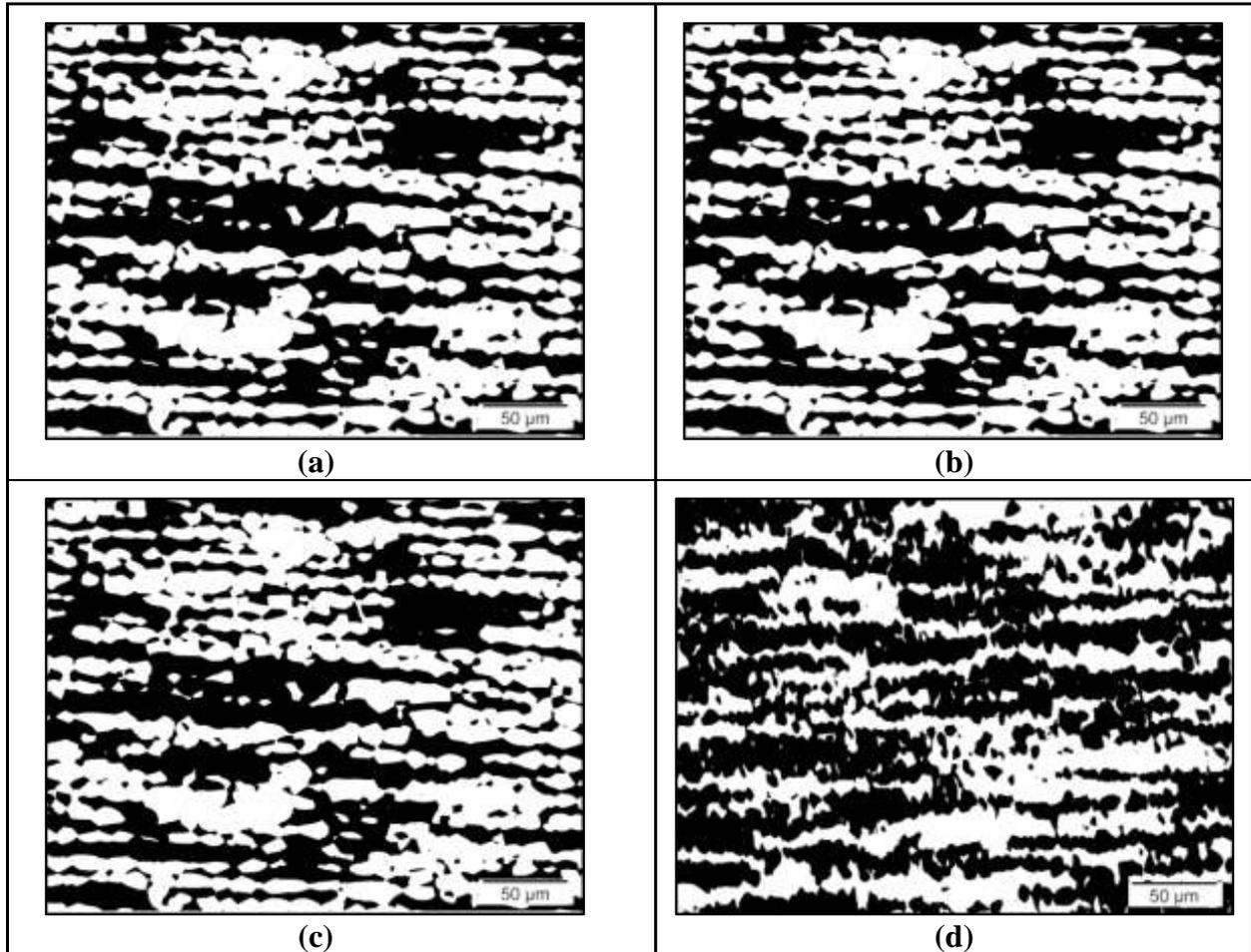


Figura 104: Micrografias com aumento de 20x e ataque Beraha da seção transversal, sendo as regiões pretas correspondentes à fase ferrita e as brancas à fase austenita. (a) Amostra original (b) 5% deformada (0,075 de deformação) (c) 15% deformada (0,187 de deformação) e (d) 55% deformada (0,852 de deformação).

Nas micrografias da superfície do plano do disco e de sua seção transversal (Figuras 105 e 106, respectivamente) apresentam-se as fases ferrita (lisa e em alto relevo) e austenita (com maclas e baixo relevo) nas condições mais relevantes ao estudo, sem deformação plástica, com dois valores intermediários de deformação plástica e com o máximo de deformação plástica aplicada. Principalmente nas amostras mais deformadas plasticamente observa-se a presença de “degraus” entre as fases ferrita e austenita, representados por círculos vermelhos. Estes podem ser indícios da transformação de fase induzida pelo trabalho mecânico a frio aplicado similar a uma transformação martensítica reversa.

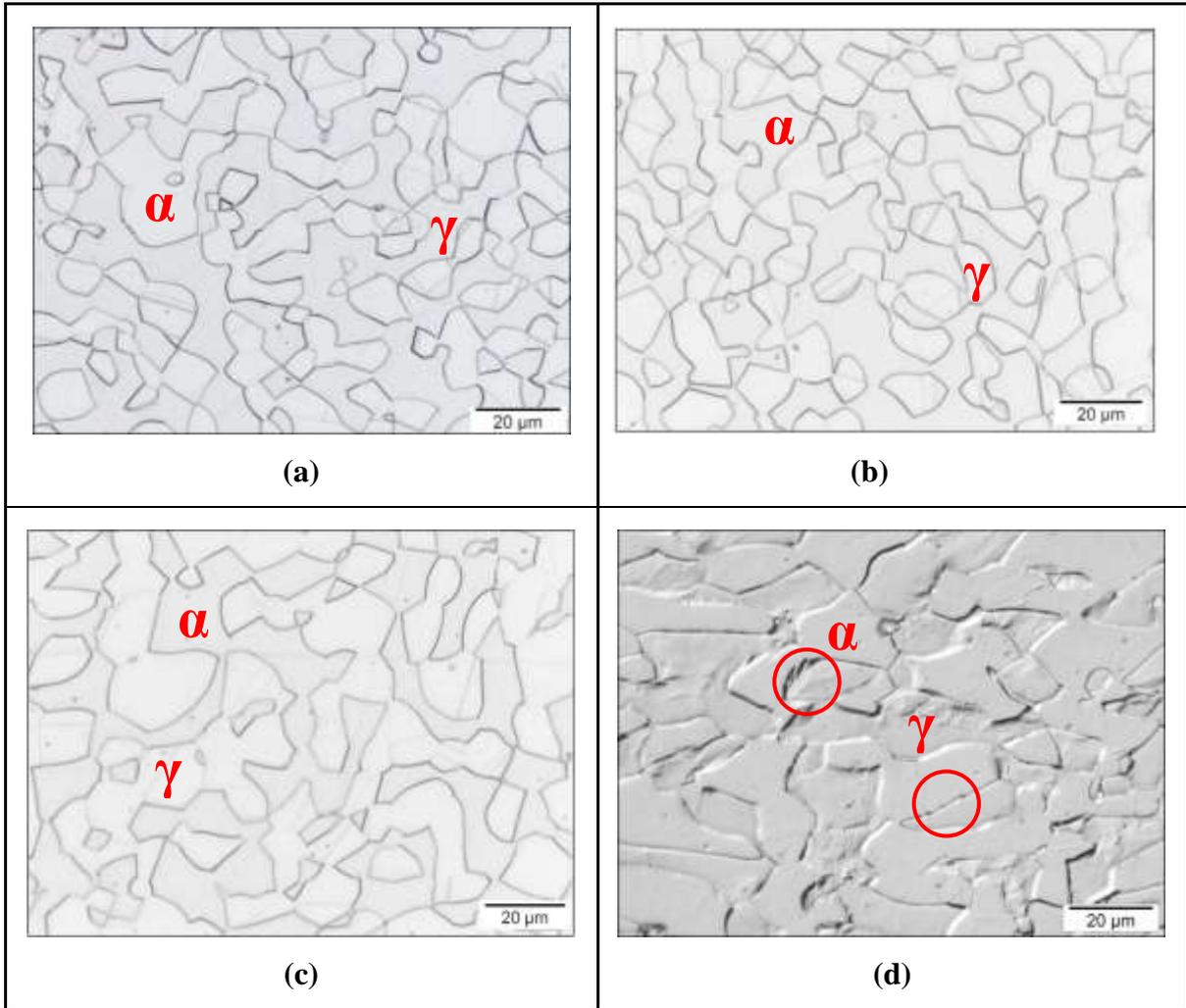


Figura 105: Micrografias com aumento de 50x e ataque com ácido oxálico na seção longitudinal. (a) Amostra original (b) 15% deformada (0,187 de deformação) (c) 40% deformada (0,549 de deformação) e (d) 55% deformada (0,852 de deformação).

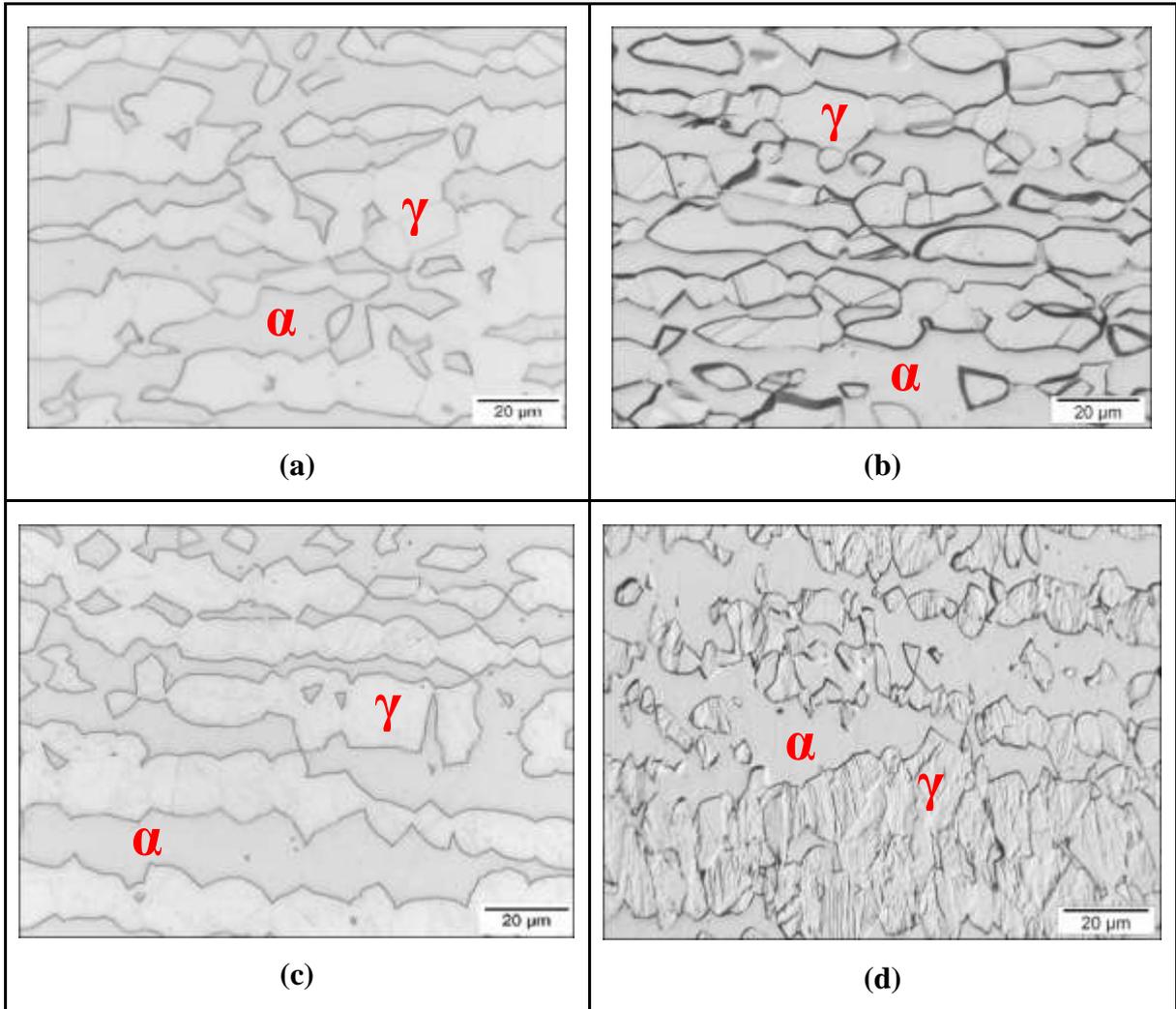


Figura 106: Micrografias com aumento de 50x e ataque com ácido oxálico na seção transversal. (a) Amostra original (b) 15% deformada (0,187 de deformação) (c) 40% deformada (0,549 de deformação) e (d) 55% deformada (0,852 de deformação).

Como dito anteriormente, estas regiões destacadas por círculos vermelhos podem ser sinais da transformação de fase induzida por deformação em estudo no presente trabalho. Estas regiões foram analisadas com maior detalhe na micrografia da seção longitudinal da amostra com 40% de deformação plástica aplicada (Figura 107).

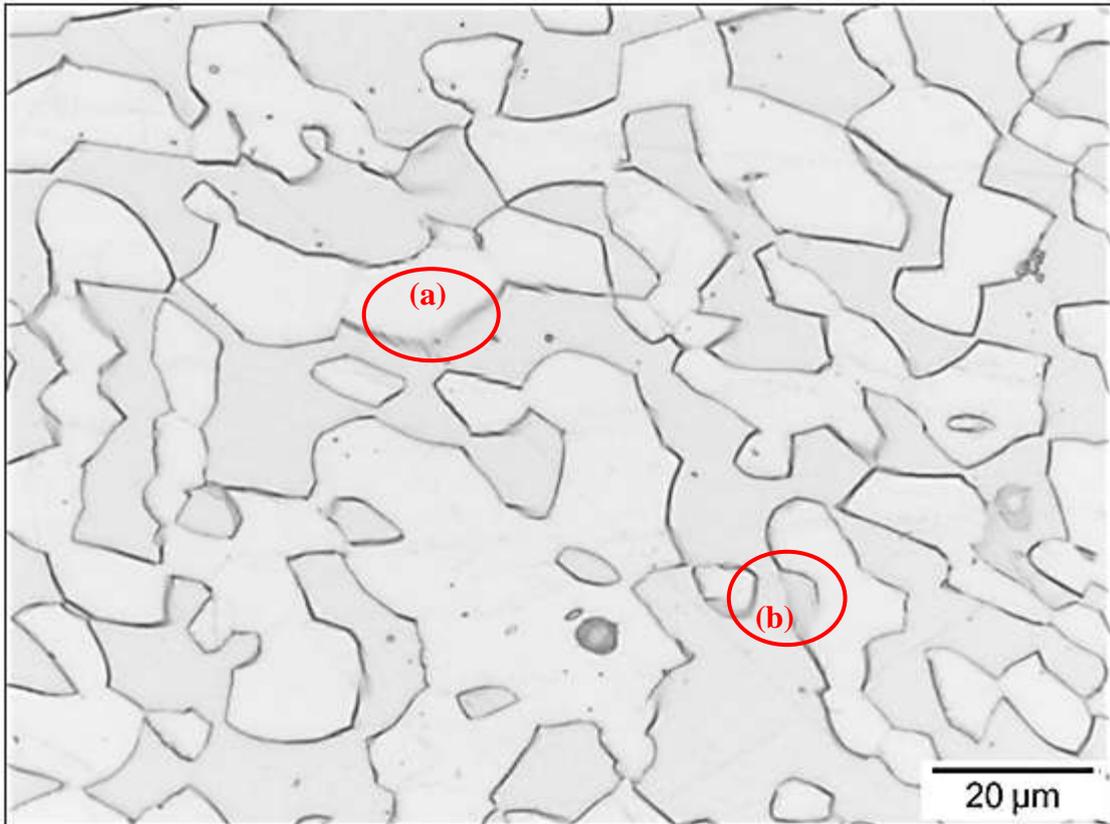


Figura 107: Amostra 9, 40% deformada, plano da seção longitudinal. Ataque: Oxálico.

Para melhor análise das regiões destacadas na Figura 107 tem-se micrografias destes locais em maior aumento na Figura 108, e estas exibem uma perceptível alteração de relevo gradativa entre no contorno de grão das fases, uma espécie de degrau, que pode indicar a possível transformação da fase ferrítica (alto relevo) na fase austenítica (baixo relevo) em estudo.

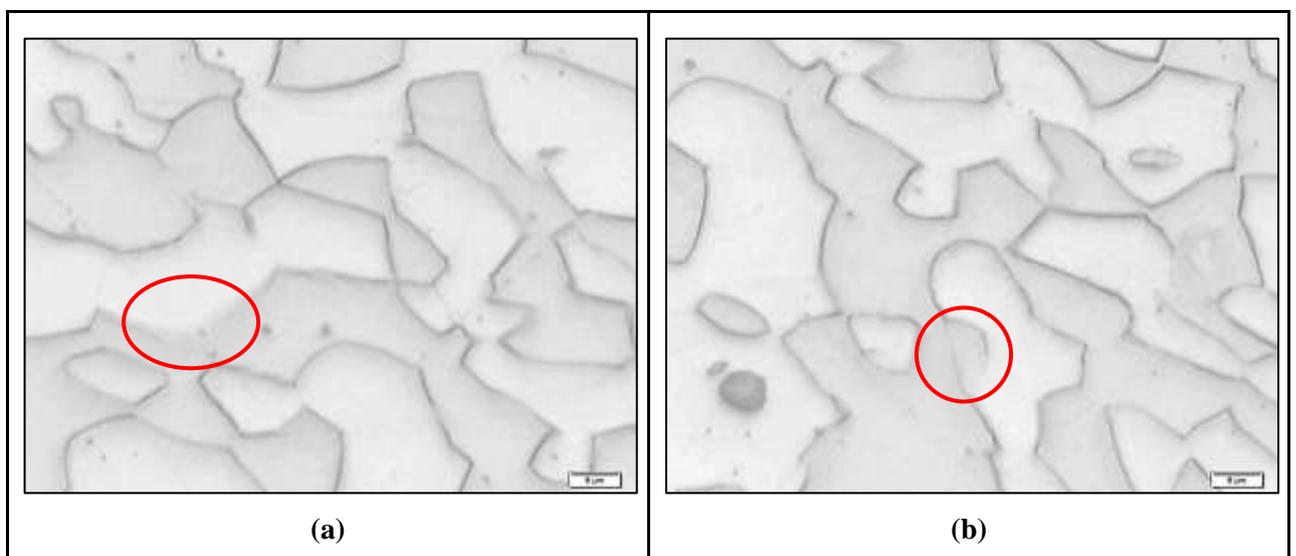


Figura 108: Aumento das regiões destacadas e identificadas na Figura 107. Aumento: 100x.

Na Figura 109 são rerepresentadas as micrografias obtidas pelo MEV, nas condições mais relevantes do estudo, nestas é possível perceber que existe apenas as fases ferrita e austenita, além de inclusões que são compostas basicamente por alumínio e oxigênio.

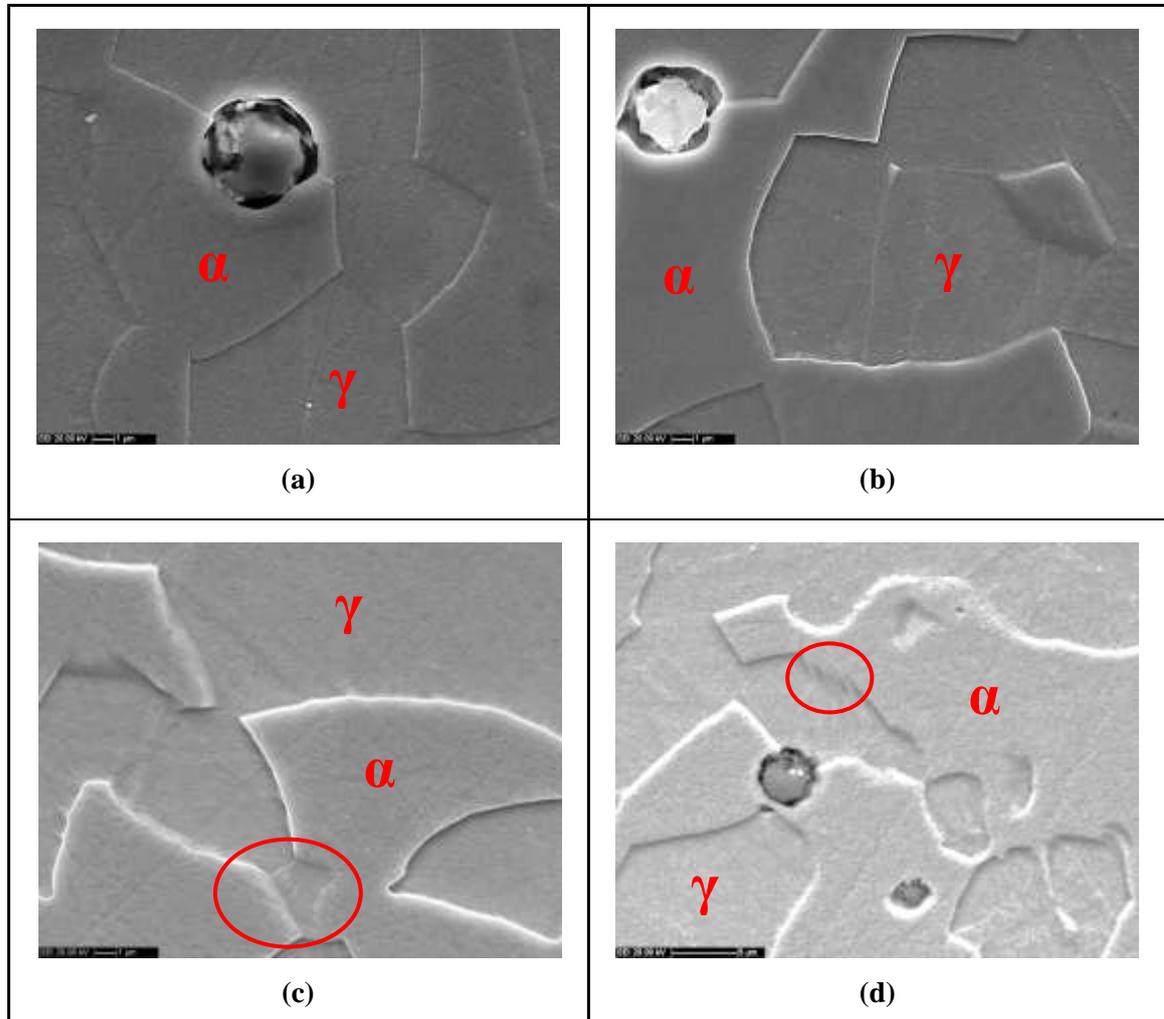


Figura 109: Micrografias com aumento de 5000x e ataque com ácido oxálico na seção longitudinal. (a) Amostra original (b) 5% deformada (c) 15% deformada e (d) 55% deformada.

Os resultados obtidos pelo MEV mostram que as composições químicas da ferrita e da austenita são compatíveis com o esperado, além disso, o degrau apresentado em destaque na Figura 109 (c) apresenta a composição química extremamente próxima da fase ferrítica e está em baixo relevo, o que pode ser um indício da transformação de fase em estudo, outra evidência é o degrau em destaque na Figura 109 (d) e ampliado na Figura 110.



Figura 110: Micrografia com aumento da região da Figura 97 da amostra 12 (com 55% de deformação).

As Figuras 111 e 112 representam a fração volumétrica de ferrita mensurada por estereologia quantitativa nas seções longitudinal e transversal. É possível notar que em ambas seções a fração de ferrita presente reduz ao aumentar-se a deformação plástica/trabalho de deformação impostos ao sistema. Além disto, as frações iniciais e finais nas duas seções apresentam valores extremamente próximos.

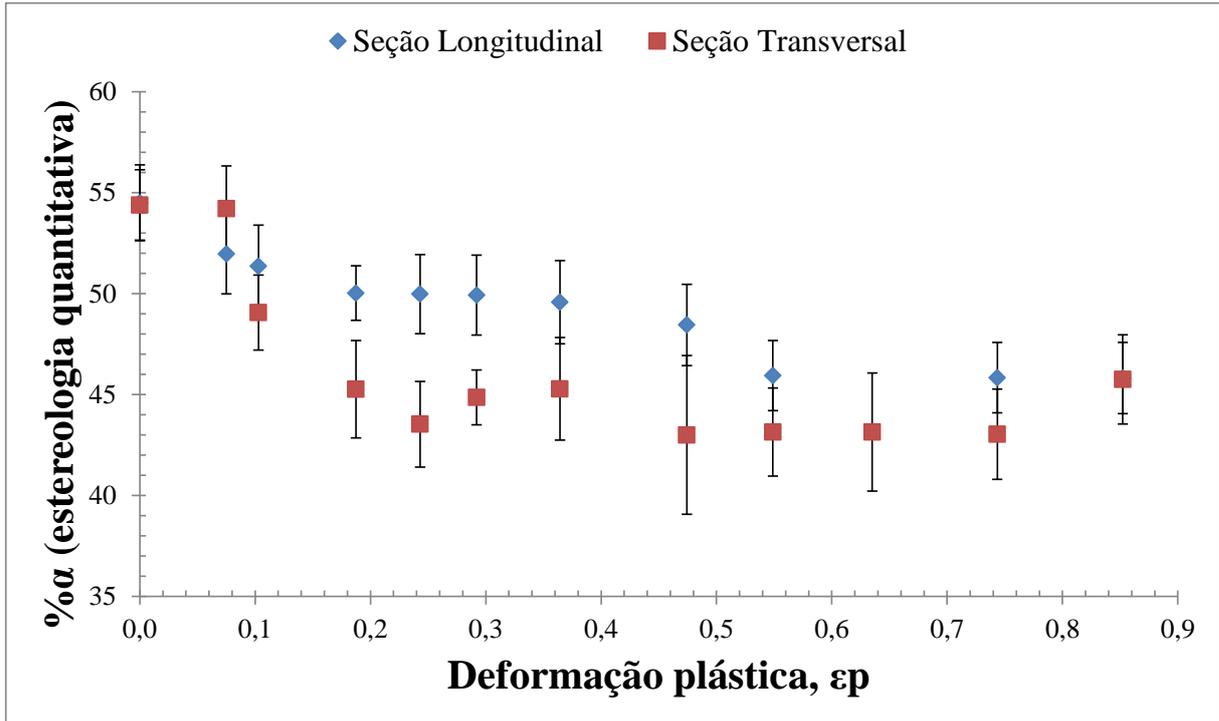


Figura 111: Fração volumétrica de ferrita mensura por estereologia quantitativa em função da deformação plástica.

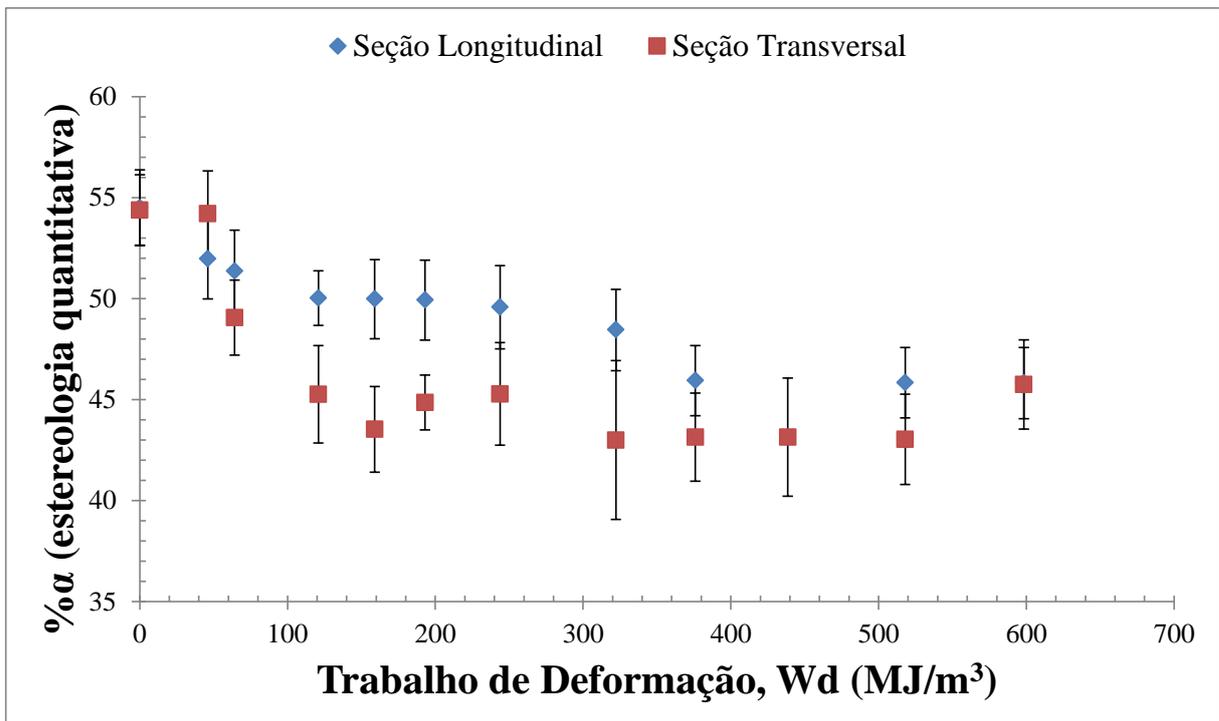


Figura 112: Fração volumétrica de ferrita mensurada por estereologia quantitativa em função da deformação plástica.

Todas as técnicas utilizadas para avaliar a variação da densidade em função do acréscimo de deformação plástica aplicada, apresentaram o mesmo comportamento: o aumento de densidade ocorre como resultado da redução da fração de ferrita presente, a

Figura 113 permite melhor observação deste comportamento relacionando os dados obtidos com o densímetro. Este mesmo método de avaliação permite a percepção de que existe uma tendência da densidade aumentar com a redução da ferrita, ou seja, aumento de energia de deformação imposta no sistema, e embora o desvio padrão desta técnica seja ligeiramente alto para a variação de densidade em estudo, a tendência existe, como mostra a reta vermelha nas Figuras 114 e 115.

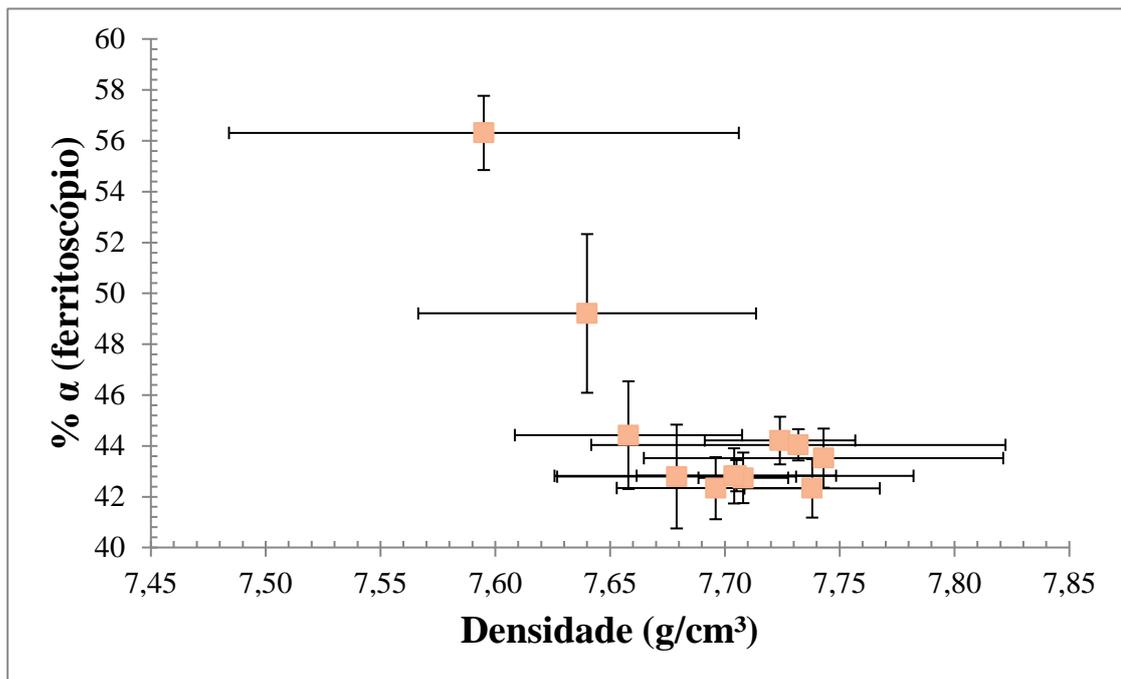


Figura 113: Fração volumétrica de ferrita (obtida pelo ferritoscópio) em função da densidade obtida pelo densímetro.

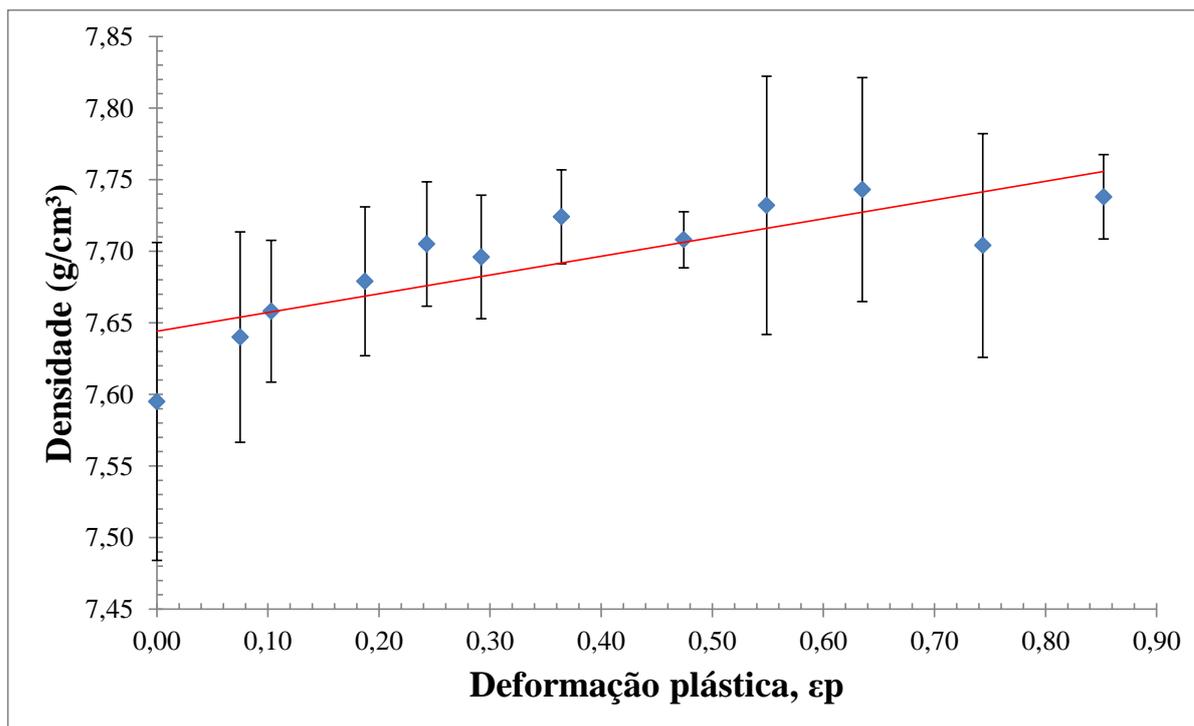


Figura 114: Densidade obtida com auxílio do densímetro em função da deformação plástica efetiva.

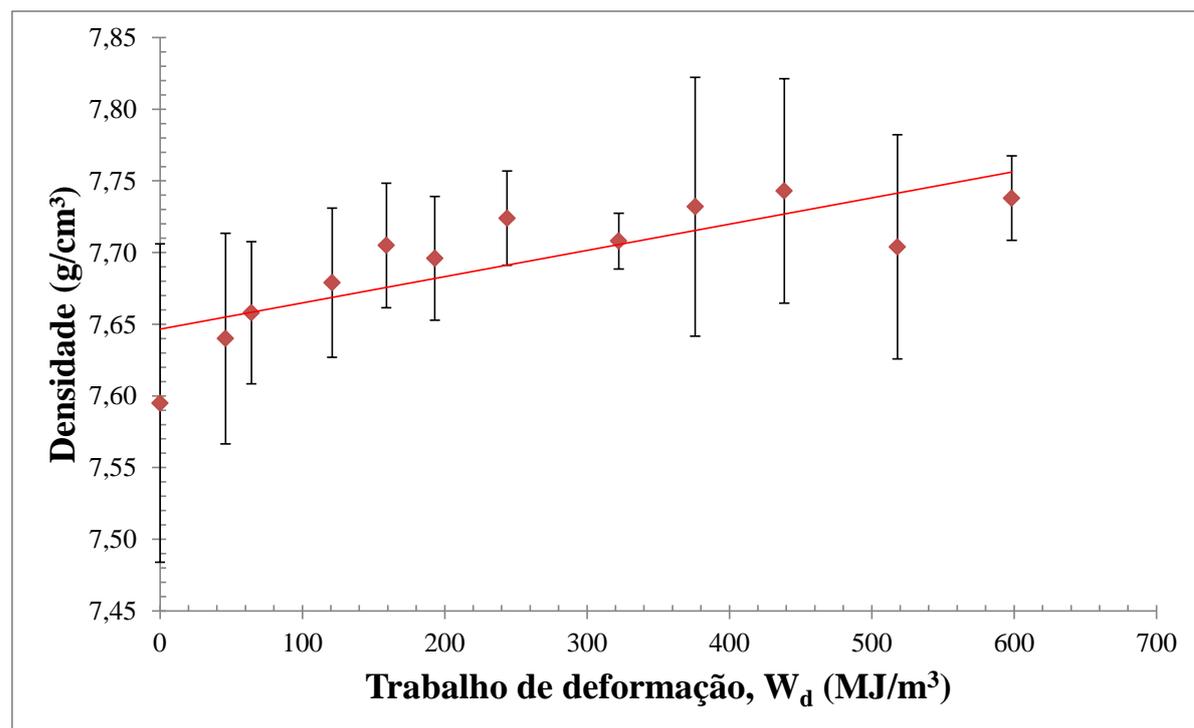


Figura 115: Densidade obtida com auxílio do densímetro obtida com auxílio do densímetro em função do trabalho mecânico aplicado.

O acréscimo de densidade (medida com auxílio do densímetro) – calculado a partir da amostra original, conforme equação 19 – em função da deformação plástica verdadeira e do trabalho de deformação aplicado – Figuras 116 e 117, respectivamente – foi analisado com o objetivo de verificar se haveria estabilização desta propriedade num determinado valor de

deformação e trabalho mecânico. Esta avaliação foi inspirada no fato de ocorrer a estabilização da ferrita mensurada com o ferritoscópio em torno de 0,2 de deformação e 100 MJ/m³ (Figuras 116 e 117), ou seja, o aumento da deformação efetiva passa a não reduzir a fração de fase ferrítica presente. Contudo, este comportamento não foi observado.

$$\%A. D. = \left[\frac{D_i - D_1}{D_1} \right] \times 100 \quad (19)$$

Onde: D_1 é a densidade da amostra original;

D_i das demais amostras para cada cálculo.

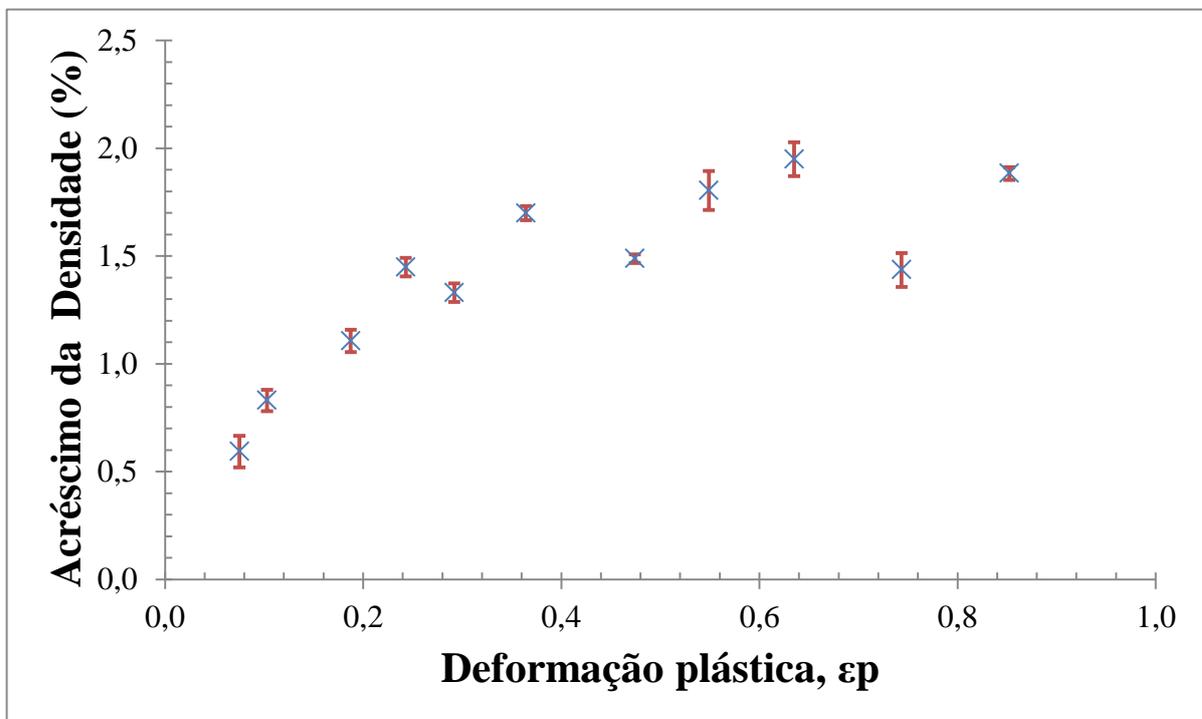


Figura 116: Gráfico do acréscimo da densidade em função da deformação plástica efetiva.

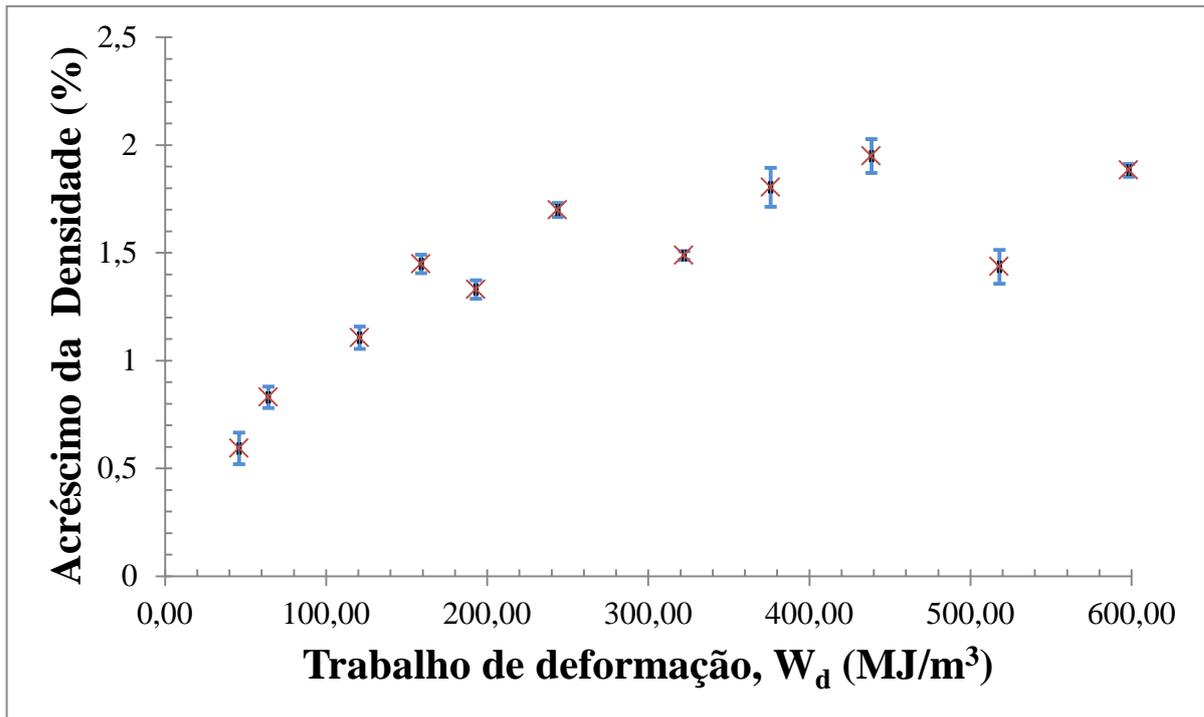


Figura 117: Gráfico do acréscimo da densidade em função do trabalho de deformação.

6 CONCLUSÕES

Através da análise dos resultados obtidos e da base teórica desenvolvida é possível concluir que:

1. Tanto inicialmente quanto mesmo depois de deformada a microestrutura do aço SAF 2205 não apresenta qualquer outra fase senão ferrita e austenita. Isto foi comprovado pelos resultados de DRX e micrografias obtidas. Logo, é possível descartar a presença de outras fases nas microestruturas que possam participar da transformação de fases.

2. Através da análise quantitativa dos resultados obtidos por medições magnéticas, é notável a queda da fração volumétrica de ferrita em função do acréscimo de deformação plástica aplicada.

3. Os dados obtidos pelo ferritoscópio indicam a possibilidade de existir um mínimo de ferrita presente no material em estudo, de modo que mesmo introduzindo mais energia neste aço inoxidável dúplex a transformação de ferrita em austenita induzida por deformação passa a não ocorrer, este limite equivale a aproximadamente 0,2 de deformação plástica efetiva ou de 100 MJ/m³ de energia absorvida na deformação plástica.

4. Com relação às micrografias atacadas com ácido oxálico e obtidas pelo microscópio ótico e pelo MEV é possível perceber que existem “degraus” entre as fases ferrita e austenita, que podem ser indícios da transformação de ferrita em austenita induzida por deformação, num processo semelhante a uma transformação martensítica reversa induzida pelo trabalho mecânico a frio aplicado.

5. As micrografias nas quais foi utilizado o ataque de Beraha possibilitaram a observação da existência apenas das fases ferrita e austenita. Além disso, a estereologia quantitativa comprovou que o acréscimo de trabalho mecânico aplicado reduz a fração de ferrita presente neste aço.

6. Houve um acréscimo da densidade em função da redução de ferrita, o que era esperado, pois a fase austenítica possui maior densidade do que a ferrítica. Este fato foi comprovado por duas das três técnicas utilizadas no presente trabalho: medida volumétrica direta os resultados obtidos com o auxílio do densímetro.

7 CONGRESSOS E SEMINÁRIOS

Os resultados parciais deste trabalho de final de curso foram apresentados no 67º Congresso Anual da ABM - Internacional (Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração) sob o código 20988 e sessão de “Iniciação Científico-Tecnológica”, realizado entre 31 de Julho e 03 de Agosto de 2012, em Rio de Janeiro - RJ. p. 898 a 905.

MARANGONI, J.; MAGNABOSCO, R. Investigação da transformação de ferrita em austenita induzida por deformação em aço inoxidável dúplex. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DA ABM, 67., 2012, Rio de Janeiro.

Os resultados finais deste trabalho de final de curso serão apresentados no 68º Congresso Anual da ABM - Internacional (Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração) sob o código 22864 e tema “Transformações de fase”, realizado entre 30 de Julho e 02 de Agosto de 2013, em Belo Horizonte - MG.

MARANGONI, J.; MAGNABOSCO, R. Avaliação da transformação de ferrita em austenita induzida por deformação em aço inoxidável dúplex através de medidas de densidade. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DA ABM, 68., 2013, Belo Horizonte. **Anais...**

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, A.; LANDGRAF, F.; MAGNABOSCO, R.; GOLDENSTEIN, H.
Monitoramento da Transformação de Fase Induzida por Deformação em Aços para Gasodutos Classe API 5L X80 por Medidas Magnéticas. In: 67º Congresso da ABM, 2012.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS INTERNATIONAL.; AGGEN, G. et al. **ASM handbook: Material Characterization.** 9th ed., vol. 10. USA: ASM International, 1986.

Autor não identificado. **Métodos de energia.** Disponível em:
<<http://www.mea.pucminas.br/perrin/solidos/texto02-metodosdeenergia.pdf>>. Acesso: 04 de outubro de 2011.

Autor não identificado. **Princípio dos trabalhos virtuais.** Disponível em:
<http://www.dec.fct.unl.pt/seccoes/S_Estruturas/Mecanica_Meios_Continuos/upgrade/cap7_s.pdf>. Acesso: 04 de outubro de 2011.

BORBA, R. **Comparativo de técnicas de determinação de fase ferrita no aço UNS S31803.** Relatório final de Iniciação Científica - Centro Universitário da FEI, 2009, http://fei.edu.br/~rodrmag/PROJETOS_IC/2009/RMB_2009-final.pdf, consultado em 15.jul.2011.

CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução.** 7 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

COLPAERT, Hubertus. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns.** 4. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2008.

CULLITY, B. D. **Elements of X-ray diffraction.** 3rd. ed. New York, USA: Prentice-Hall, 2001.

DIETER, George Ellwood. **Metalurgia mecânica.** 2. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, c1981. 45-47 p.

DONATO, G. , MAGNABOSCO, R., **Previsão da vida em fadiga de aços inoxidáveis duplex SAF 2205 e SAF 2507.** 11º Simpósio Internacional de Iniciação Científica da USP – SIICUSP, de 05 a 07 de novembro de 2003, São Carlos, SP.

DOWLING, Norman E. **Mechanical behavior of materials: engineering methods for deformation, fracture, and fatigue.** Upper Saddle River, New Jersey: Prentice-Hall, c1999. 254p.

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.

FANICA, A., PASSOT, G., LHENRY, L. **Forming and stress relieving of welded superduplex.** . In: 7th European Stainless Steel Conference - Science and Market, 2011, Como. 7th European Stainless Steel Conference - Science and Market: Proceedings. Milão: AIM, 2011.

HORNBOGEN, E. **The Effect of Variables on Martensitic Transformation Temperatures.** Acta Metall. v. 33 1985 p.595-601.

LATAPIE, A.; FARKAS, D. **Molecular dynamics simulations of stress-induced phase transformations and grain nucleation at crack tips in Fe.** Modell. Simul. Mater. Sci. Eng. v. 11 2003 p. 745-753.

LUO, H., SIETSMA, J., ZWAAG, S. **A novel observation of strain-induced ferrite-to-austenite retransformation after intercritical deformation of C-Mn steel.** Metallurgical and Materials Transactions A, v. 35A, set. 2004, p. 2789-2797.

MACLAREN, I., IVANOSENKO, Y., VALIEV, R. Z., FECHT, H. J. **Reverse martensitic transformation of ferrite to austenite under severe plastic deformation.** Journal of Physics: Conference Series. 26 (2006) p. 335-338.

MAGNABOSCO, R., AVILA, C. C., RABECHINI, F. M. **Influência do encruamento na cinética de formação de fase sigma em aço inoxidável duplex.** In: Congresso Internacional Anual da ABM 66, 2011, São Paulo. **Anais eletrônicos.** São Paulo: ABM, 2011a.

MAGNABOSCO, R.; SANTOS, D. C.; MELO, E. **Relation between microstructure and selective corrosion of duplex stainless steel submitted to heated chloridric acid.** In: EUROCORR 2009, Nice. EUROCORR 2009. Paris : CEFRACOR, 2009. (mídia eletrônica).

MAGNABOSCO, R., SPOMBERG, S. **Comparative study of ferrite quantification methods applied to duplex stainless steels.** In: 7th European Stainless Steel Conference - Science and Market, 2011, Como. 7th European Stainless Steel Conference - Science and Market: Proceedings. Milão: AIM, 2011b.

MAGNABOSCO, R., TAVARES, D., FORGAS, A., MOURA, C. **Ferrite-to-austenite transformation during cold working of a duplex stainless steel.** In: 7th European Stainless Steel Conference Science and Market – 21 to 23 september 2011 – Italy.

MELO, E. B., MAGNABOSCO, R. **Transformações de fase a 475°C e a 650°C do aço UNS S31803 e sua influência no potencial de pite em solução 0,6M NaCl.** In: 65 Congresso Anual da ABM - Internacional, 2010, Rio de Janeiro. p. 316-327.

NILSSON, J. O. **Super duplex stainless steels.** Materials science and technology Ago. 1992 v. 8 p. 685-700.

PADILHA, A. F.; JR. F. S. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura.** 2 ed. São Paulo: ABM, 1996. 158 p.

PANDI, R.; YUE, S. **Dynamic Transformation of Austenite to Ferrite in Low Carbon Steel.** ISIJ International, v. 34 1994, p, 270-279.

PORTER, David A.; EASTERLING, Kenneth E. **Phase transformations in metals and alloys.** 2nd. ed. Flórida: CRC, 2004. 514 p.

POTGIETER, J. H. et alli **Duplex: complex or simplex.** FWP journal v. 31 jan. 1991 p. 17-29.

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.

PUGH, J. W.; NISBET, J. D. **A study of the iron-chromium-nickel ternary system.** JOM v. 188 fev. 1950 p. 268-76.

RAYNOR, G. V. RIVLIN, V. G. **Phase equilibria in iron ternary alloys.** The Institute of Metals, London, 1985 p. 316-32.

SALERNO, G. **MR7210-01.** Disponível em:

<<http://elearning.fe.i.edu.br/moodle/mod/resource/view.php?inpopup=true&id=24439>>.

Acesso: 09 de outubro de 2011.

SANTOS, D. C., MAGNABOSCO, R. **Influência da formação de sigma no potencial de pite do aço inoxidável duplex UNS S31803 em solução 0,6 M NaCl envelhecido a 850 e 900°C.** In: 65 Congresso da ABM - Internacional, 2010, Rio de Janeiro. p. 216-227.

SANTOS, Rezende Gomes dos. **Transformações de fases em materiais metálicos.** Campinas: Ed. da Unicamp, 2006. 429 p.

SEDRIKS, A. J. **Corrosion of stainless steels.** 2 ed. New York; Chichester; Brisbane: John Wiley, 1996.

Sociedade Brasileira de Física. **Espectro eletromagnético.** Disponível em: <<http://pion.sbfisica.org.br/pdc/index.php/por/Multimedia/Imagens/Eletromagnetismo/Espectro-eletromagnetico>>. Acesso: 28 de agosto de 2011.

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.

SOUTHWICK, P.; HONEYCOMBE, R. **Decomposition of ferrite to austenite in 26% Cr-5%Ni stainless steel.** Metal Science, July 1980, p. 253-261.

WAYMAN, C.M.; BADESHIA, H.K.D.H.. **Phase Transformations, Nondiffusive.** In: CAHN, R.W.; HAASEN, P. Physical Metallurgy. Amsterdam: Elsevier Science B.V., 1996, v.3, p.1508-1537.

APÊNDICE A – Quantificação de Fases por DRX

As difrações de raios-X da amostra original e das onze amostras depois de deformadas plasticamente foram feitas também varrendo-se ângulos de difração $42^\circ < 2\theta < 46^\circ$ e estão representadas das Figuras 118 a 129.

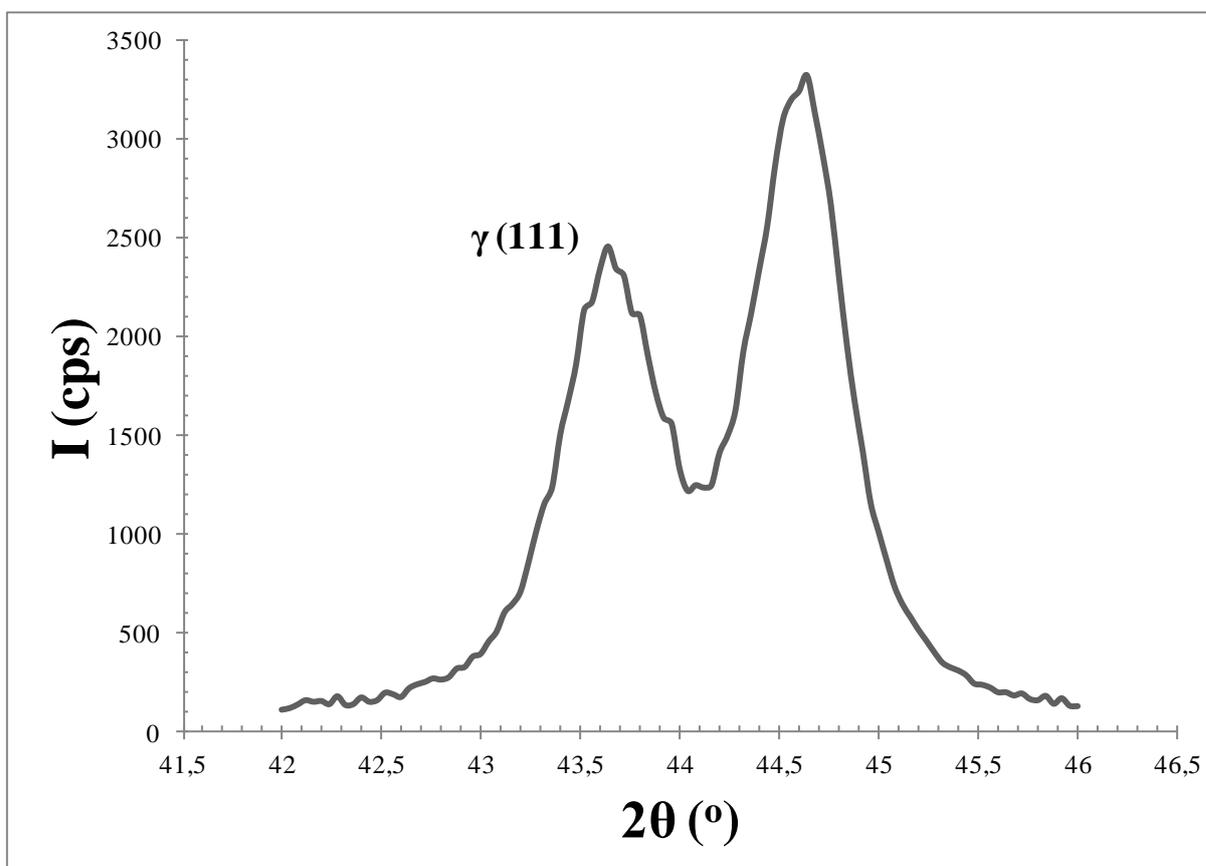


Figura 118: Difratograma raios-X da sem deformação, agora compreendendo ângulos de difração $42^\circ < 2\theta < 46^\circ$.

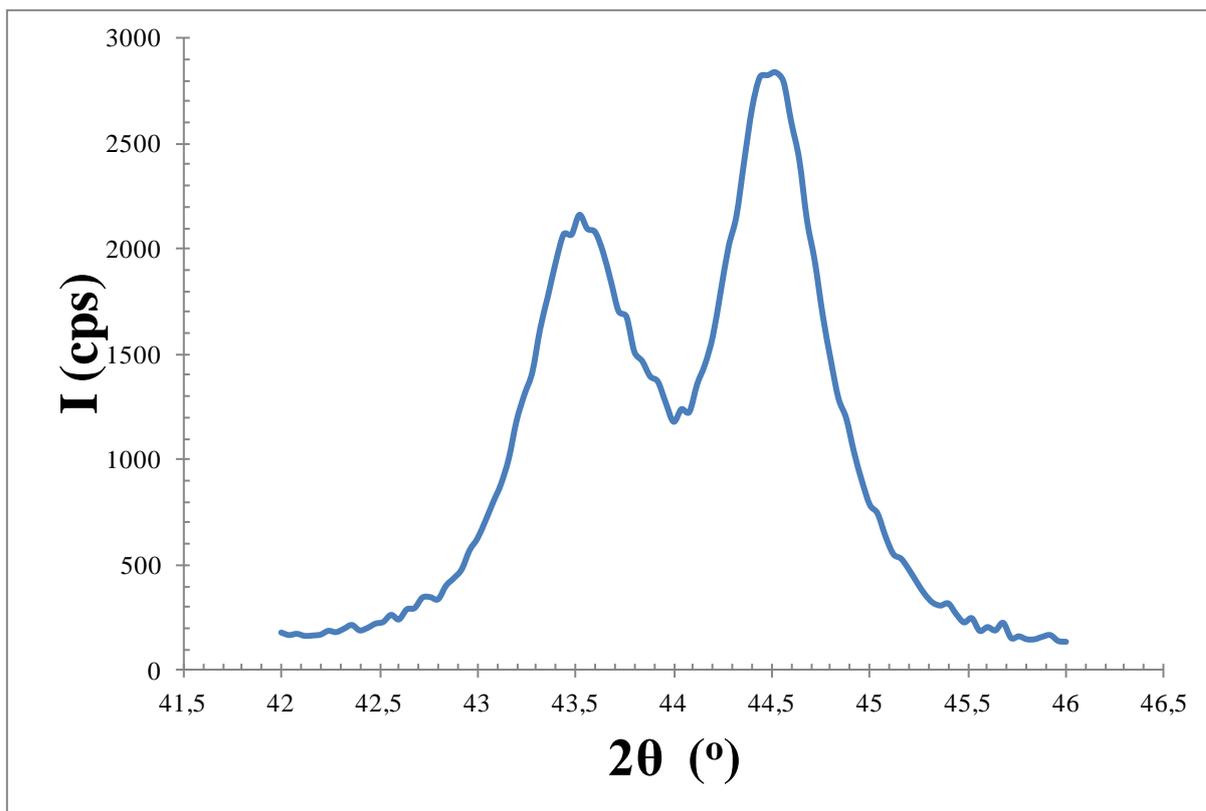


Figura 119: Difratoograma raios-X da amostra 2 (5% deformada).

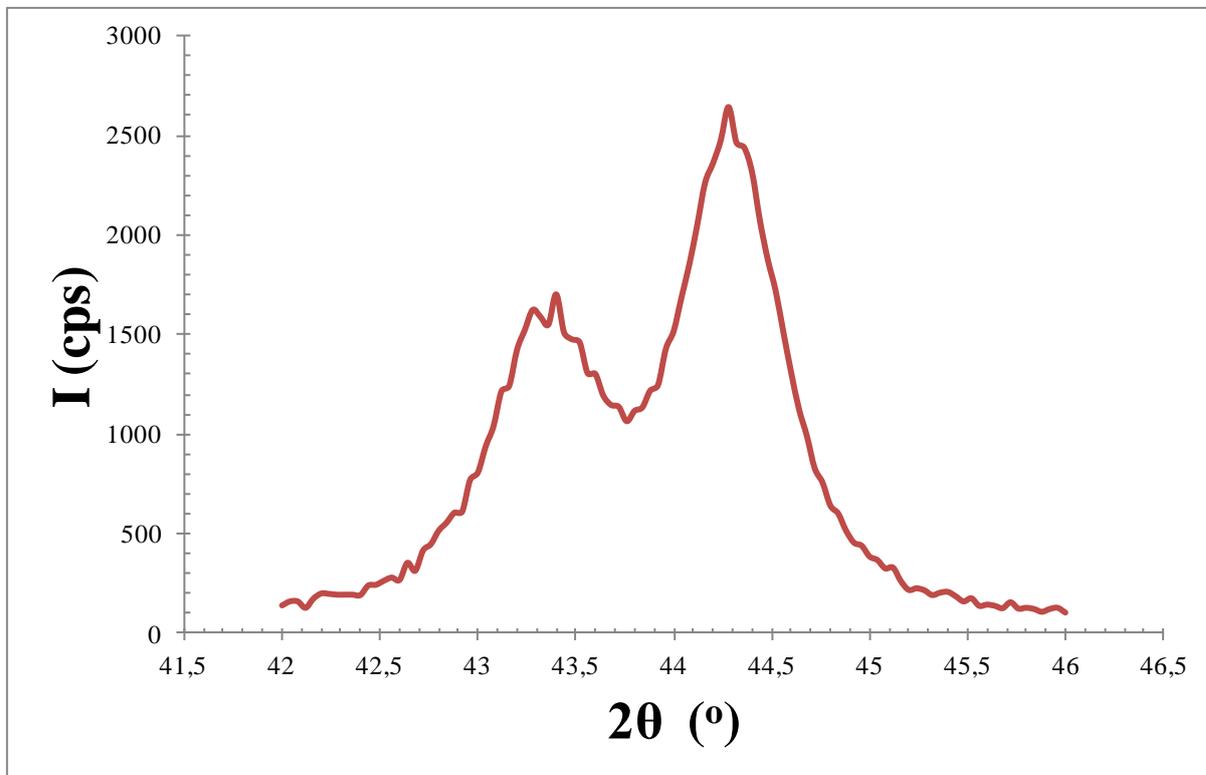


Figura 120: Difratoograma raios-X da amostra 3 (10% deformada).

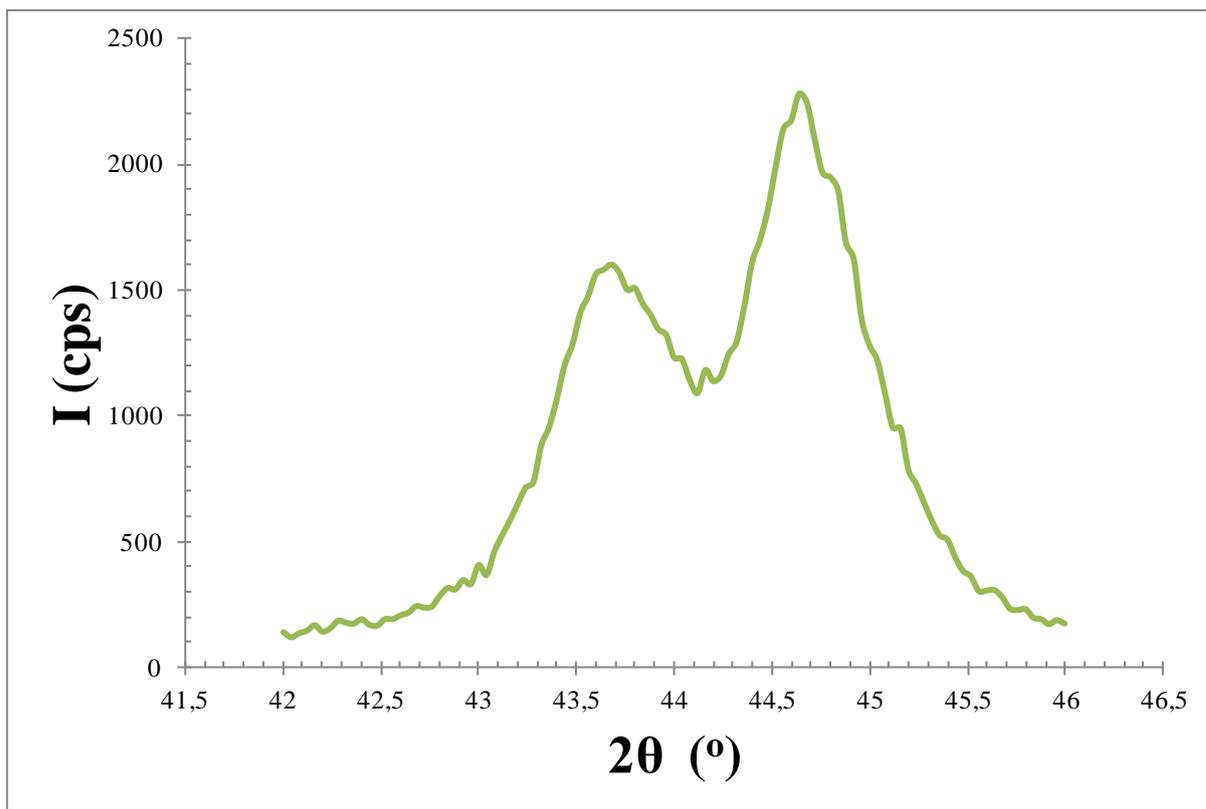


Figura 121: Difratoograma raios-X da amostra 4 (15% deformada).

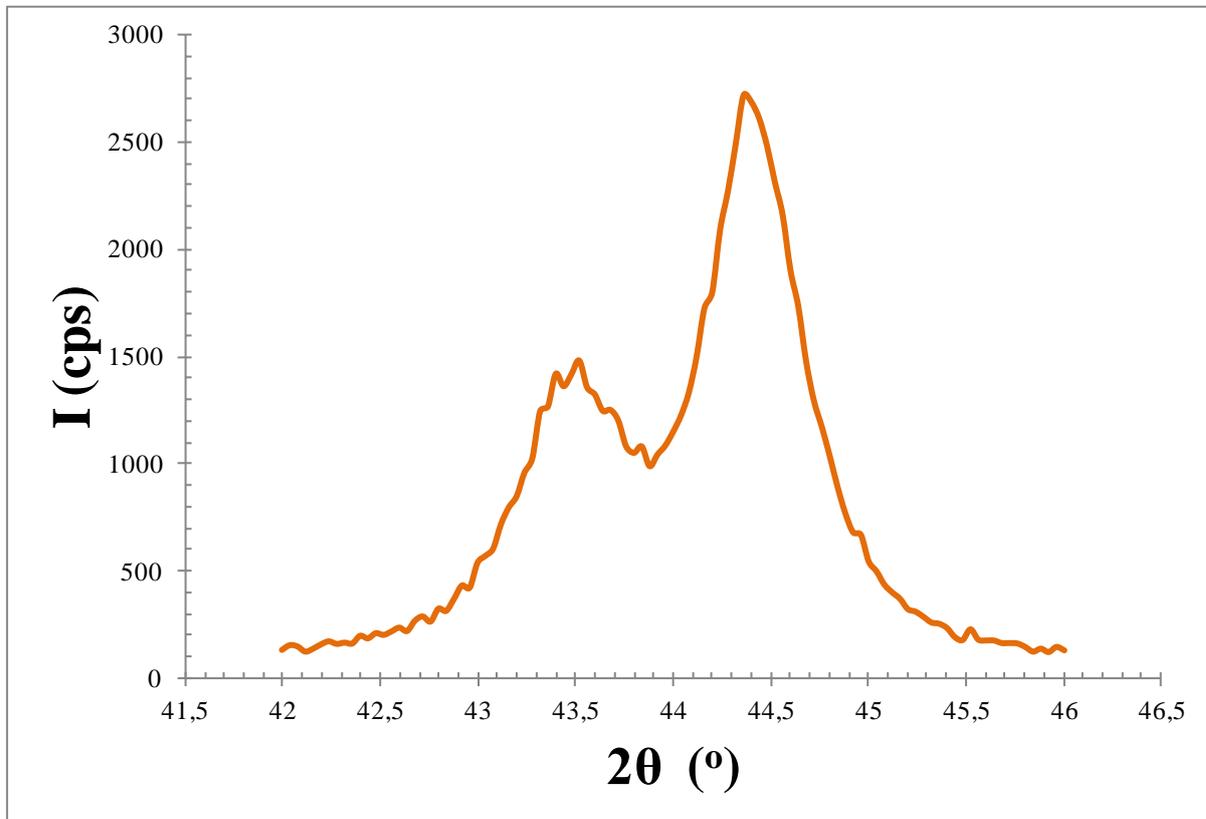


Figura 122: Difratoograma raios-X da amostra 5 (20% deformada).

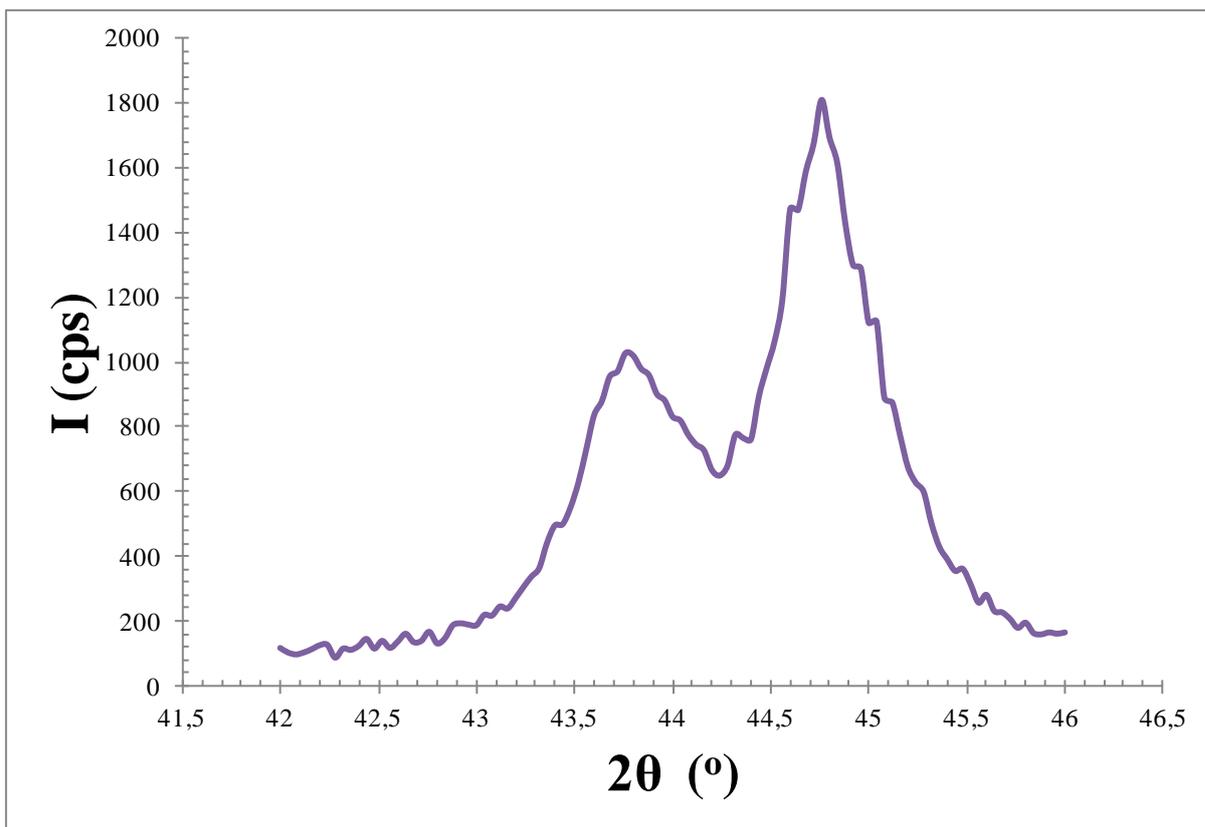


Figura 123: Difratoograma raios-X da amostra 6 (25% deformada).

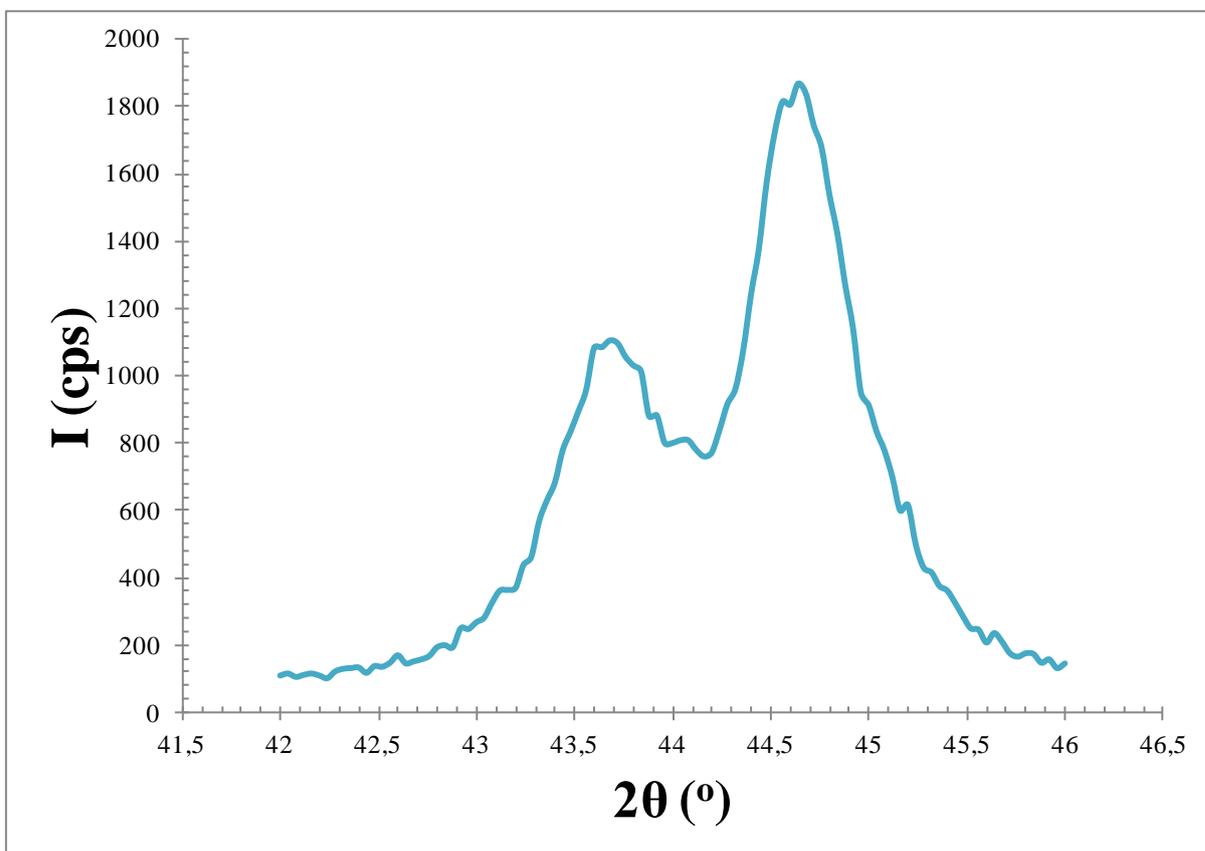


Figura 124: Difratoograma raios-X da amostra 7 (30% deformada).

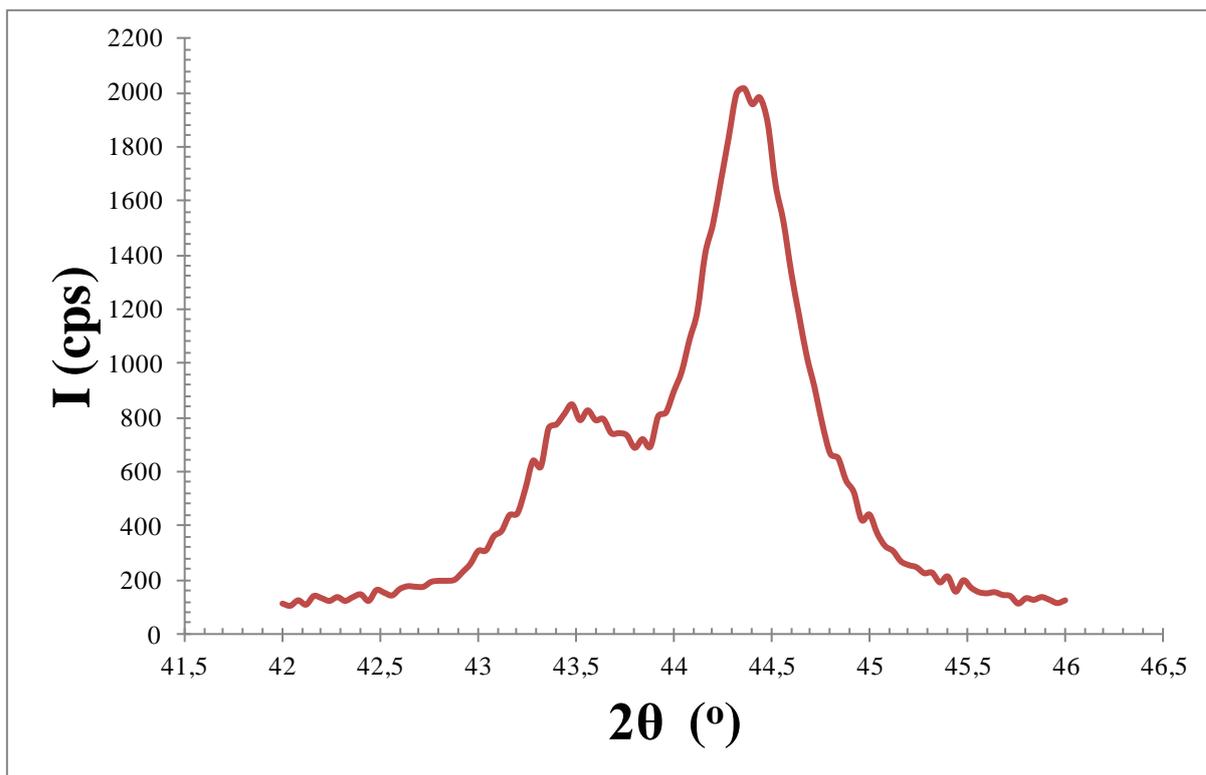


Figura 125: Difratoograma raios-X da amostra 8 (35% deformada).

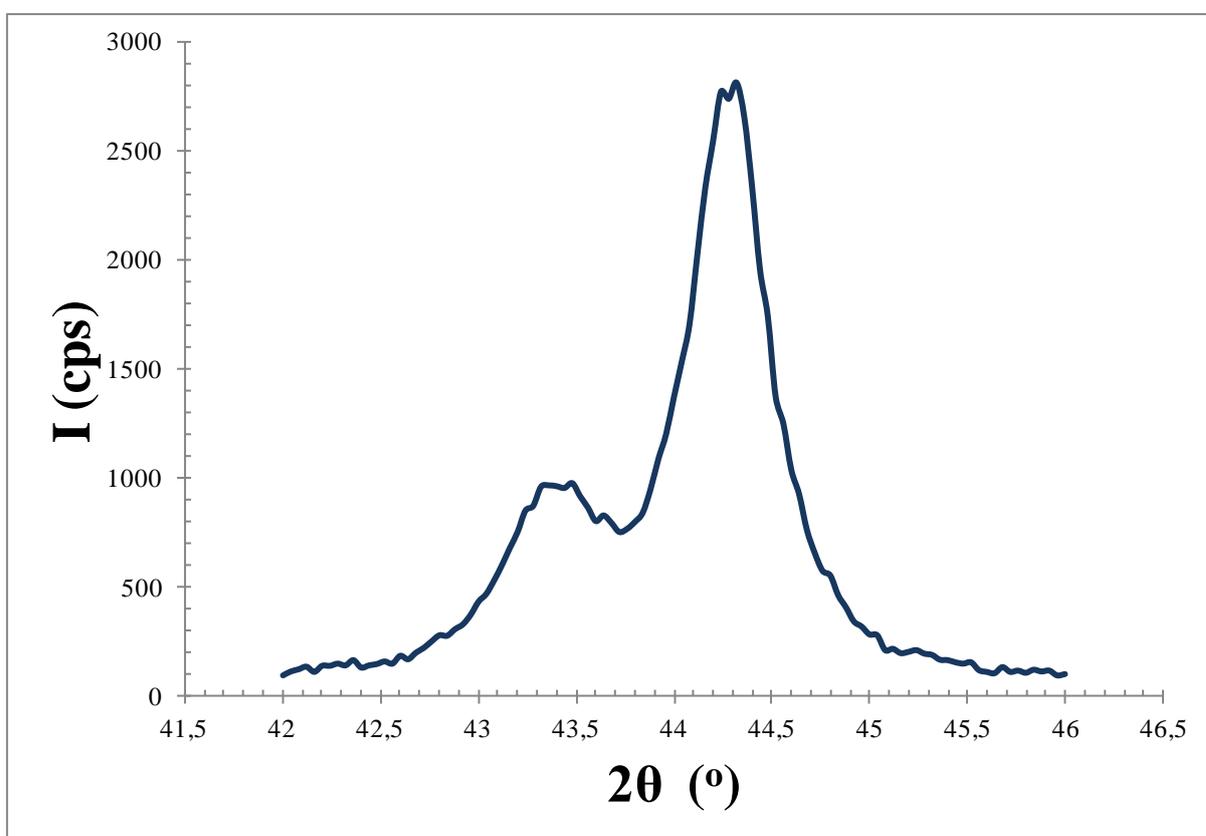


Figura 126: Difratoograma raios-X da amostra 9 (40% deformada).

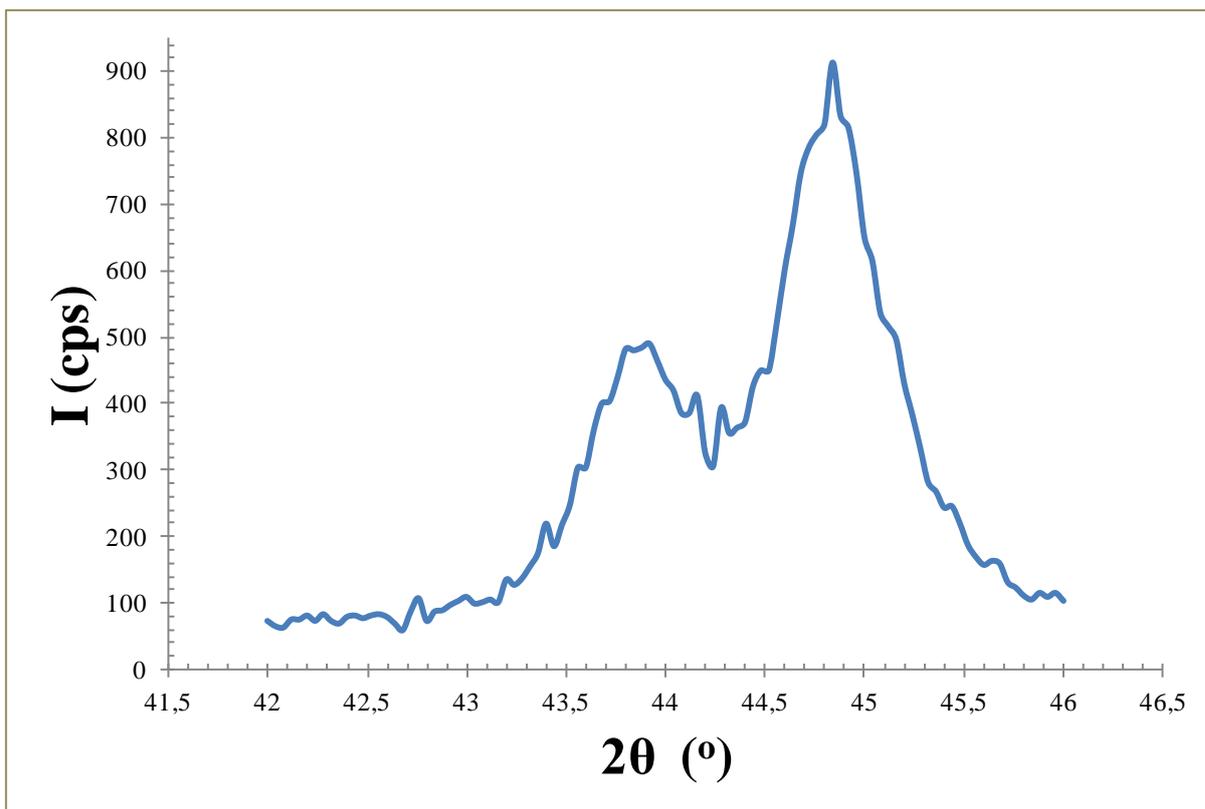


Figura 127: Difratoograma raios-X da amostra 10 (45% deformada).

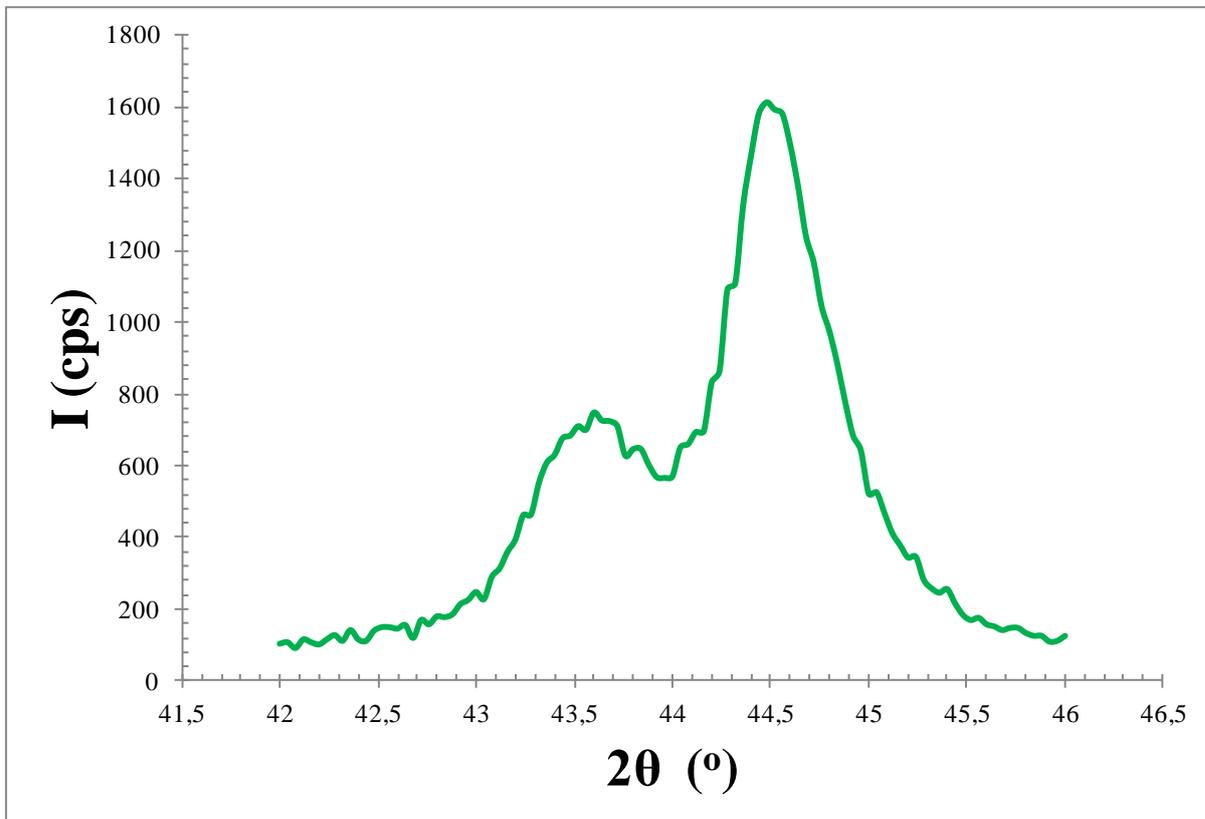


Figura 128: Difratoograma raios-X da amostra 11 (50% deformada).

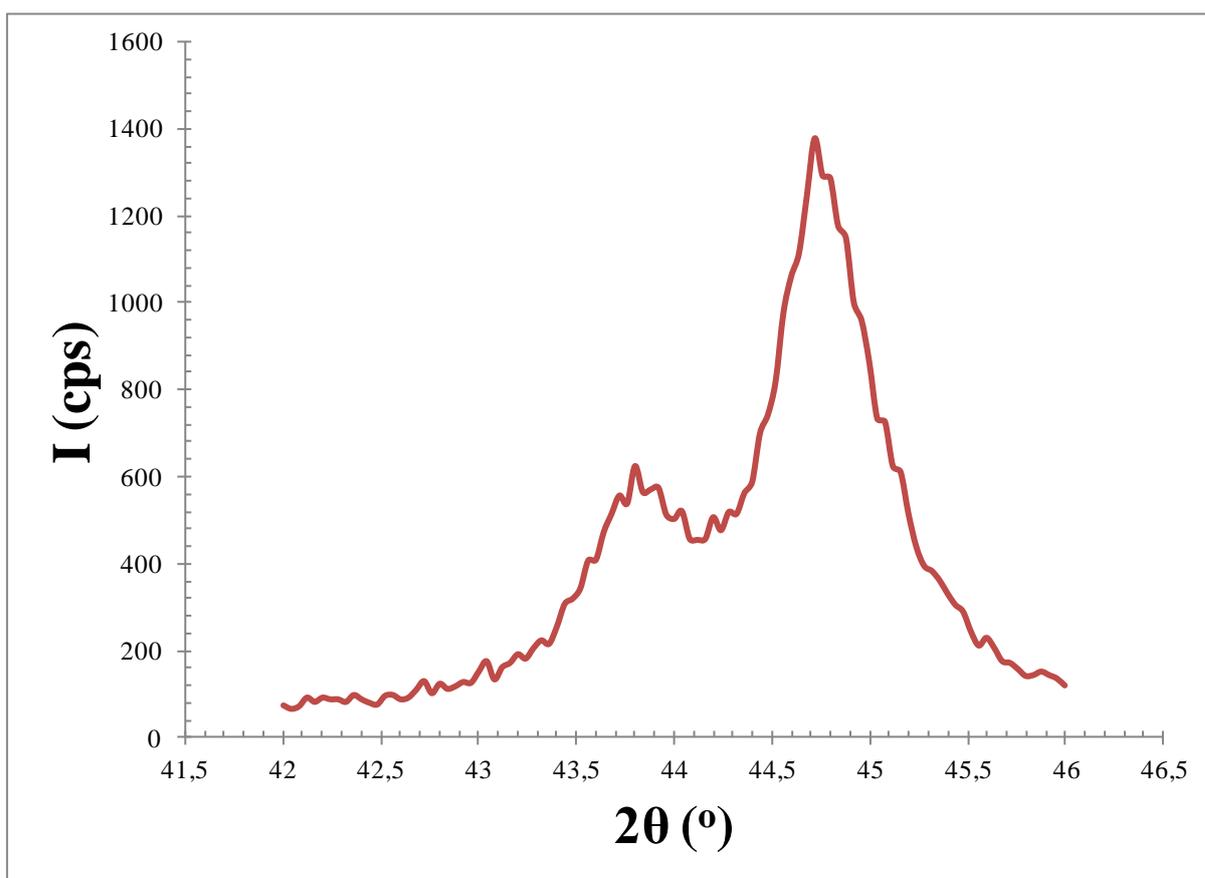


Figura 129: Difratograma raios-X da amostra 12 (55% deformada).

Usando metodologia já testada em outro trabalho de iniciação científica deste grupo (MAGNABOSCO; SPOMBERG, 2011), tentou-se avaliar a fração de ferrita através da difração de raios-X, para comparação com as outras técnicas tradicionais empregadas. Esta avaliação seria feita através da equação (20):

$$\% \alpha = \left[\frac{I_{\alpha}}{(I_{\alpha} + I_{\gamma})} \right] \times 100 \quad (20)$$

Entretanto, como mostra a Figura 130 apesar de existir uma tendência de aumento da fração volumétrica de ferrita em função do acréscimo de deformação plástica imposta no sistema, esta observação pode não ser conclusiva, como explicado adiante.

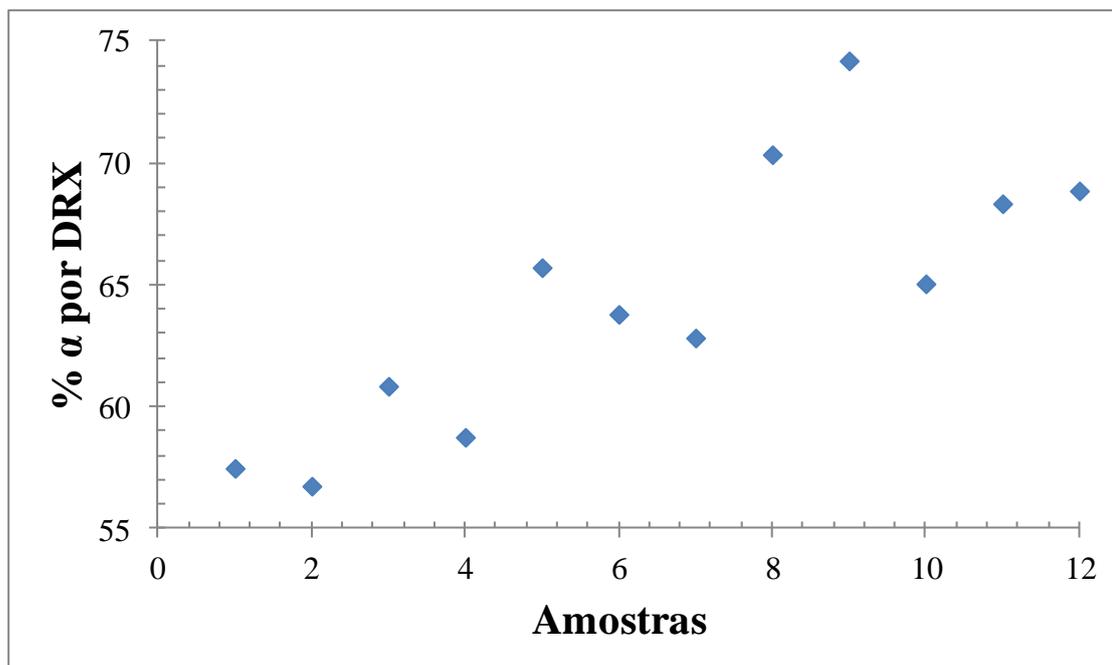


Figura 130: Tentativa de quantificação de fases por DRX.

Uma possível causa deste comportamento é a presença de textura nas amostras em estudo causada pela laminação que foi feita para transformá-las em barras cilíndricas. Para estudar este fato efetuou-se a difração de raios-X na seção transversal da amostra original em duas diferentes direções, como mostra a Figura 131 e assim obteve-se o difratograma da Figura 132.

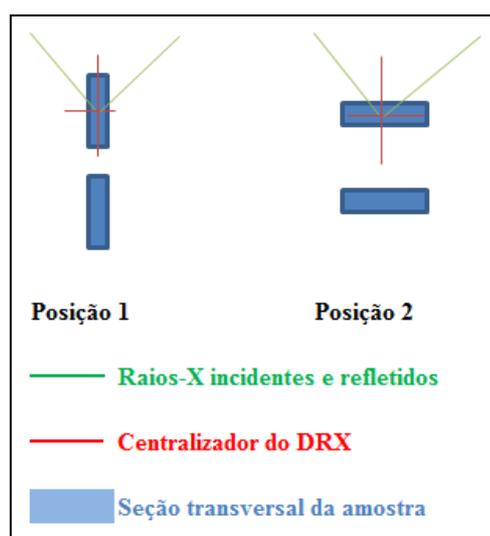


Figura 131: Demonstração das posições utilizadas na DRX.

Fonte: Autor

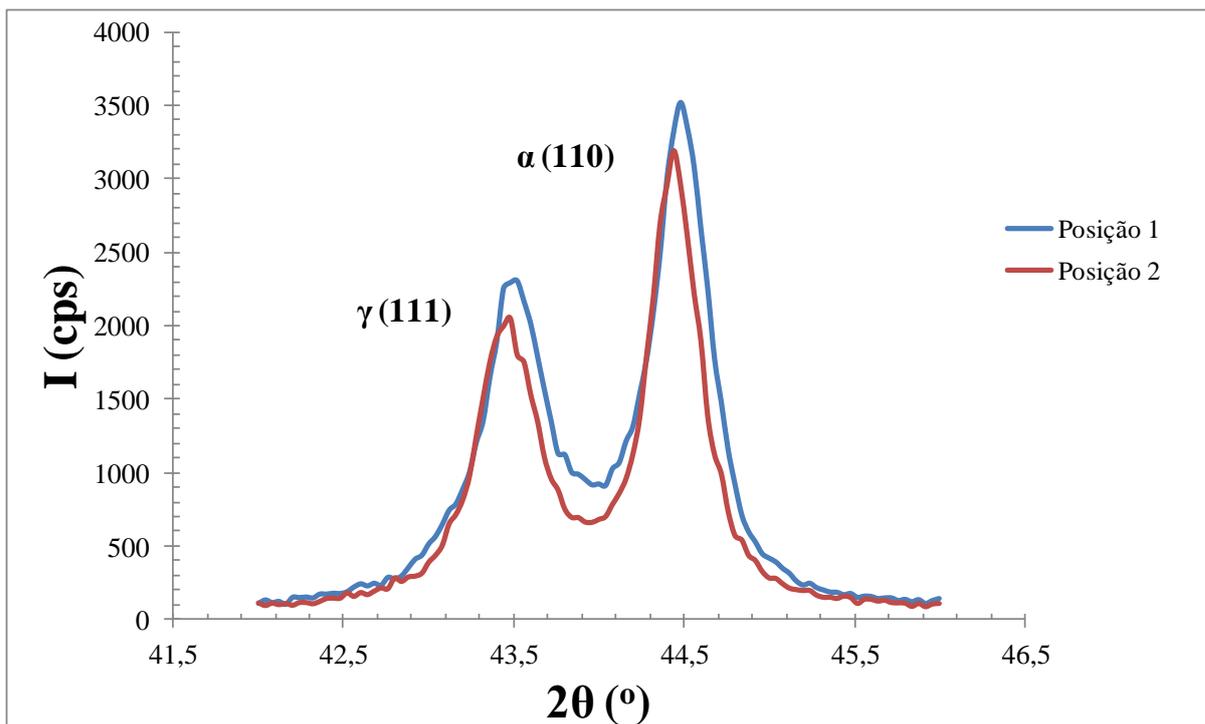


Figura 132: Difratograma das diferentes posições representadas na Figura 131.

As quantificações foram efetuadas nas duas posições pela equação 20 e estão representadas na Tabela 11. Observando-se estes resultados percebe-se relativa disparidade entre os valores, levando à conclusão de possível presença de textura de deformação.

Tabela 11 – Fração volumétrica de ferrita em ambas posições.

	Posição 1	Posição 2
% α	60,97	62,35

Ou seja, a deformação plástica promove deslizamentos de determinados planos cristalinos, fazendo com que o reticulado cristalino sofra uma rotação por deslizamento de planos ou por maclação, formando deste modo orientações preferenciais (PADILHA; JR., 1996). Este fenômeno dificulta a quantificação de fases por DRX, pois através desta técnica obtêm-se os planos cristalinos presentes na amostra e, neste caso, estes planos foram orientados preferencialmente podendo levar a resultados com dispersões.

ANEXO A – Cartão-referência do ICDD para Austenita

00-033-0397

Out 9, 2012 5:05 PM (XRD-7000)

Status Primary QM: Star (S) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: Fe Cr0.29 Ni0.16 C0.06
 Weight %: C0.89 Cr18.61 Fe68.92 Ni11.59 Atomic %: C3.97 Cr19.21 Fe66.23 Ni10.60
 Compound Name: Chromium Iron Nickel Carbon Common Name: 304-stainless steel, austenite

Radiation: CuK α : 1.5419Å d-Spacing: Diff. Intensity: Diffractometer
 Reference: Pfoertsch, Ruud, Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA. ICDD Grant-in-Aid (1982).

SYS: Cubic SPGR: Fm-3m (225) AuthCellVol: 46.31 Z: 4.00
 Author's Cell [AuthCell-a: 3.5911(1)Å AuthCellVol: 46.31Å³] Dcalc: 11.623g/cm³
 SS/FOM: F(6) = 56.1(0.0178, 6) Reference: Ibid.

Space Group: Fm-3m (225) Z: 4.00 Molecular Weight: 81.04
 Crystal Data [XtlCell-a: 3.591Å XtlCell-b: 3.591Å XtlCell-c: 3.591Å XtlCell.: 90.00° XtlCell.: 90.00°
 XtlCell.: 90.00° XtlCellVol: 46.31Å³]
 Reduced Cell [RedCell-a: 2.539Å RedCell-b: 2.539Å RedCell-c: 2.539Å RedCell.: 60.00°
 RedCell.: 60.00° RedCell.: 60.00° RedCellVol: 11.58Å³]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

Pearson: cF6.04 Prototype Structure: Cu Prototype Structure (Alpha Order): Cu
 Subfile(s): Inorganic, Metals & Alloys, Primary Pattern Entry Date: 12/08/1982
 Last Modification Date: 01/29/2008

Database Comments: Analysis: Quantitative analysis by Atomic Absorption Spectroscopy: chromium 17.9%, nickel 11.4%, molybdenum <0.01%, silicon 0.88%, analysis incomplete. Color: Black. General Comments: Austenitic steel. Synthetic taenite is "Ni"-Fe rich analog.

00-033-0397 (Fixed Slit Intensity) - Cu K1 1.54056Å

2	d(Å)	l	h	k	l	*	2	d(Å)	l	h	k	l	*	2	d(Å)	l	h	k	l	*
43.5817	2.075000	100	1	1	1		74.6971	1.269700	26	2	2	0		95.9647	1.036800	12	2	2	2	
50.7908	1.796100	45	2	0	0		90.6941	1.082800	30	3	1	1		118.1560	0.897900	3	4	0	0	

ANEXO B – Cartão-referência do ICDD para Ferrita

00-054-0331

Out 9, 2012 5:05 PM (XRD-7000)

Status Primary QM: Low-Precision (O) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: Fe - Cr
 Weight %: Cr10.23 Fe89.77 Atomic %: Cr10.90 Fe89.10 Compound Name: Iron Chromium
 Common Name: 410-L Stainless Steel, ferrite

Radiation: CuK α : 1.5418Å d-Spacing: Diff. Intensity: Diffractometer I/c: 0.71
 Reference: Pfoertsch et al., Penn State Univ., University Park, PA, USA. ICDD Grant-in-Aid (1983).

SYS: Cubic SPGR: Im-3m (229) AuthCellVol: 23.65 Z: 2.00
 Author's Cell [AuthCell-a: 2.8705(1)Å AuthCellVol: 23.65Å³] Dcalc: 7.783g/cm³
 SS/FOM: F(6) = 62.5(0.0160, 6) Reference: Ibid.

Space Group: Im-3m (229) Z: 2.00 Molecular Weight: 55.43
 Crystal Data [XtlCell-a: 2.870Å XtlCell-b: 2.870Å XtlCell-c: 2.870Å XtlCell.: 90.00° XtlCell.: 90.00°
 XtlCell.: 90.00° XtlCellVol: 23.65Å³]
 Reduced Cell [RedCell-a: 2.486Å RedCell-b: 2.486Å RedCell-c: 2.486Å RedCell.: 109.47°
 RedCell.: 109.47° RedCell.: 109.47° RedCellVol: 11.83Å³]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

Pearson: cI2.00 Prototype Structure: W Prototype Structure (Alpha Order): W
 Subfile(s): Inorganic, Metals & Alloys, Primary Pattern Entry Date: 09/28/1983
 Last Modification Date: 01/29/2008

Database Comments: Analysis: Spectroscopic Analysis (wt.%): Fe 80.80, Cr 9.22, Si 0.84, Mn 0.40, Ag <0.01, Mo <0.01, Ni 0.21, P <0.01, plus other trace elements. Color: Black.

00-054-0331 (Fixed Slit Intensity) - Cu K1 1.54056Å

2 θ	d(Å)	l	h	k	l	*	2 θ	d(Å)	l	h	k	l	*	2 θ	d(Å)	l	h	k	l	*
44.6222	2.029000	100	1	1	0		82.1788	1.172000	50	2	1	1		116.0800	0.907900	35	3	1	0	
64.9196	1.435200	20	2	0	0		98.7338	1.015000	20	2	2	0		136.7500	0.828600	14	2	2	2	