

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

GABRIELA AKSASCKI CAETANO

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO EM SOLDAS DO AÇO
INOXIDÁVEL *LEAN* DUPLEX UNS S32304 UTILIZANDO MODELOS DE
ENCRUAMENTO**

VITÓRIA

2023

GABRIELA AKSASCKI CAETANO

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO EM SOLDAS DO AÇO
INOXIDÁVEL LEAN DUPLEX UNS S32304 UTILIZANDO MODELOS DE
ENCRUAMENTO**

Tese apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do título de Doutora em Engenharia Mecânica, na área de concentração de Ciência e Engenharia dos Materiais.

Orientador: Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando.

VITÓRIA

2023

Ficha catalográfica disponibilizada pelo Sistema Integrado de Bibliotecas - SIBI/UFES e elaborada pelo autor

C127e Caetano, Gabriela Aksascki, 1991-
Estudo do comportamento mecânico em soldas do aço inoxidável lean duplex UNS S32304 utilizando modelos de encruamento / Gabriela Aksascki Caetano. - 2023.
132 f. : il.

Orientador: Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando.
Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico.

1. Aço inoxidável. 2. Soldagem. 3. Modelos matemáticos. 4. Feixes de laser. 5. Metalurgia do pó. I. Orlando, Marcos Tadeu D'Azeredo. II. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro Tecnológico. III. Título.

CDU: 621



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
CENTRO TECNOLÓGICO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO

ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO EM SOLDAS DO AÇO INOXIDÁVEL LEAN DUPLEX UNS S32304 UTILIZANDO MODELOS DE ENCRUAMENTO

GABRIELA AKSASCKI CAETANO

Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando
Orientador PPGEM/UFES

Prof. Dr. Carlos Augusto Cardoso Passos
Examinador Interno – PPGEM/UFES

Prof. Dr. Antônio Cesar Bozzi
Examinador Interno – PPGEM/UFES

Prof. Dr. Cristiano Stefano Mucsi
Examinador Externo – PPTN/USP

Prof. Dr. Estéfano Aparecido Vieira
Examinador Externo – PROPEMM/UFES
Prof. Dr. Vinicius Danilo Nonato Bezzon
Examinador Externo – PPGFIS-UFES

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Vitória (ES), 27 de janeiro de 2023.

A minha mãe, Maria da Penha, e a minha irmã, Isabela. Sem o apoio de vocês, nada disso seria possível.

AGRADECIMENTOS

A CAPES, pelo financiamento das bolsas de doutorado DS no PPGEM - UFES e PDSE (edital N° 19/2020) no exterior.

Ao Departamento de Engenharia Mecânica e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da UFES.

Ao meu orientador professor Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando, por acreditar em mim, me motivar, apoiar, compartilhar seu conhecimento e me impulsionar sempre.

Aos professores Dr. Antonio Cesar Bozzi, Dr. Carlos Augusto Cardoso Passos, Dr. Cristiano Stefano Mucsi, Dr. Estéfano Aparecido Vieira e Dr. Vinicius Danilo Nonato Bezzon por aceitarem o convite para participar desta banca deste doutorado.

Ao Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais – CNPEM, pela utilização do Laboratório Nacional de Nanotecnologia - LNNano (proposta: STC 22766) e do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron – LNLS (proposta: XTMS 20170659).

Ao ISF - *Institut für Schweißtechnik und Fügetechnik* (Instituto de juntas e soldagens da Universidade RWTH em Aachen, Alemanha), em nome do professor Dr. -Ing. Uwe Reisgen, por me supervisionar durante o período do doutorado sanduíche, e aos demais colegas do instituto, pelo auxílio na execução das soldagens, discussões e todo apoio.

Ao Instituto Federal do Espírito Santo (IFES), pelo apoio na utilização do microscópio eletrônico de varredura e do microdurômetro.

Ao professor Dr. José Luiz Passamai Júnior, pelo auxílio nos ensaios mecânicos e medidas de difração de raios X.

Ao MSc. Carlos Alberto Rosa Neto e técnico do Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais – TRICORRMAT – UFES, pelo suporte na caracterização metalográfica.

Ao MSc. Lucas Mirandola Coelho, pelo apoio na realização da soldagem.

Ao MSc. Tiago Bristt Gonoring, pelas discussões, colaborações e parceria durante todo o doutorado.

Aos colaboradores do Laboratório de Tecnologia Mecânica da UFES, pelo apoio na etapa de usinagem.

Aos meus amigos e familiares, em especial minha mãe e irmã, por estarem ao meu lado e me apoiar incansavelmente em todos os momentos e decisões da minha vida.

A Deus, por me dar forças e ser meu combustível diário.

RESUMO

Aços inoxidáveis duplex se caracterizam por apresentarem soldabilidade, resistência à corrosão e boas propriedades mecânicas, sendo as duas últimas consequência de sua microestrutura bifásica de ferrita e austenita. O foco principal desta pesquisa foi o estudo de curvas tensão-deformação utilizando modelos de encruamento do aço inoxidável *lean* duplex UNS S32304 de 1,8 mm de espessura soldado por processo TIG autógeno com posterior tratamento térmico em diferentes temperaturas. Também foram feitos estudos iniciais com o processo de soldagem a laser utilizando o pó atomizado do próprio aço duplex com dispersão de TiB_2 como material de adição. Para avaliação das amostras soldadas pelo processo TIG autógeno, foram realizados ensaios de microdureza, caracterização microestrutural através de estereoscopia, microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, ensaio de tração, e quantificação de fases por processamento e análise de imagens. A análise metalográfica indicou que os tratamentos térmicos pós-soldagem TIG promoveram um aumento no percentual da fase austenítica. A análise das curvas de tensão-deformação utilizando diferentes equações de encruamento revelou que os modelos de Voce e Hockett-Sherby apresentaram a melhor adequação aos dados experimentais. Além disso, foi demonstrado de forma inédita que os parâmetros de ambos os modelos estão correlacionados ao percentual de austenita presente na zona fundida. Adicionalmente, verificou-se que a soldagem a laser com pó, como material de adição, apresentou penetração completa da solda, fusão total do pó e da chapa e não foi visualizada porosidade. Foi comprovado através de medidas de indentação instrumentada a dispersão do TiB_2 e aumento da dureza e resistência mecânica da solda.

Palavras-chave: Aço inoxidável duplex. Soldagem TIG. Equações de encruamento. Soldagem a laser. Soldagem com pó.

ABSTRACT

Duplex stainless steels are characterized by their weldability, corrosion resistance, and good mechanical properties, the latter two properties being due to their biphasic microstructure of ferrite and austenite. The main focus of this research was to investigate the stress-strain behavior using work hardening models of the lean duplex stainless steel UNS S32304 with a thickness of 1.8 mm, welded by autogenous TIG process followed by heat treatment at different temperatures. In addition, initial investigations were carried out with laser beam welding using powder of duplex steel with TiB_2 dispersion as a filler material. Microhardness tests, metallographic characterization with stereoscopy, optical and scanning electron microscopy, tensile test, and phase quantification by image processing were performed to evaluate the specimens welded by autogenous TIG process. The metallographic analysis showed that the heat treatments after TIG welding promoted an increase in the austenite phase content. An analysis of the stress-strain curves using work hardening models showed that the Voce and Hockett-Sherby models presented goodness-of-fit with the experimental data. In addition to the research, it was demonstrated that the parameters of both models are correlated with the volumetric content of austenitic phase in the fusion zone. Furthermore, laser beam welding with powder as filler material showed complete penetration, complete melting of the powder and the sheet, and no porosity was detected. It was verified through instrumented indentation measurements the dispersion of TiB_2 and increased hardness and mechanical strength of the weld.

Keywords: Duplex stainless steel. TIG welding. Work hardening equations. Laser beam welding. Powder welding.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de Schaeffler ilustrando as posições das famílias de aços inoxidáveis.....	24
Figura 2 - Microestrutura típica de um aço inoxidável duplex na condição como recebido. A ferrita (α) é a região atacada (escura) e a austenita (γ) é a região clara, como destacado na imagem.	25
Figura 3 - Diagrama de fase ternário Fe-Cr-Ni a 68% de ferro para avaliação do comportamento metalúrgico dos aços inoxidáveis duplex.	27
Figura 4 - Comparação entre o limite de escoamento dos aços inoxidáveis duplex e austenítico tipo AISI 316L. A seta indica o aço estudado neste trabalho.	28
Figura 5 - Diagrama TTT esquemático de precipitações de fases que podem ocorrer em aços inoxidáveis duplex.....	30
Figura 6 - Diagrama de fase para o aço inoxidável duplex UNS S32304, onde a linha tracejada indica a composição da liga.....	33
Figura 7 - Curvas típicas de tensão-deformação para diferentes aços: (a) até 0,75% de deformação e (b) até a fratura.....	34
Figura 8 - Interpretação gráfica do critério de Considéré para o início da estricção (limite de resistência à tração).....	37
Figura 9 - (a) Esquema do processo de soldagem TIG. (b) Equipamento básico para soldagem TIG.....	40
Figura 10 - Efeito do nitrogênio na soldagem TIG do aço inoxidável duplex UNS S32205. A: possibilidade de faíscas e porosidade. B: metal de solda equilibrado. C: perda de nitrogênio e resistência ao pite reduzida.	42
Figura 11 - "Keyhole" formado na soldagem a laser.	43
Figura 12 - Efeito da pressão ambiente na profundidade de penetração a diferentes velocidades de soldagem a laser no aço carbono S355 (EN 10025-2).....	44

Figura 13 - Efeito da pressão ambiente e velocidade de soldagem na profundidade de penetração na soldagem a laser no aço inoxidável austenítico AISI 304.....	45
Figura 14 - Diagrama esquemático de mudanças microestruturais típicas na junta soldada de um aço inoxidável duplex.....	48
Figura 15 - Sistema de classificação morfológica de Dubé [71] aplicado a transformações de fases: (a) alotriomorfos, (b) placas laterais de Widmanstätten primárias e secundárias, (c) Widmanstätten em “dentes de serra”, (d) idiomorfos, (e) Widmanstätten intragranular.	50
Figura 16 - Ilustração do processo de metalurgia do pó.	51
Figura 17 - Representação esquemática de combinações de compósitos usuais. ...	53
Figura 18 - Estrutura cristalina hexagonal do TiB_2	56
Figura 19 - Diagrama pseudo-binário Fe- TiB_2	56
Figura 20 - Corpo de prova: (a) dimensões [mm] e (b) soldado por processo TIG. ..	60
Figura 21 – Dimensões [mm] do corpo de prova de acordo com a ASTM A370.....	60
Figura 22 - (a) Corpo de prova utilizado na soldagem a laser com pó e (b) dimensões [mm].	61
Figura 23 - Aparato experimental utilizado na soldagem TIG autógena.....	62
Figura 24 - Chapas do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas pelo processo TIG autógeno: (a) topo e (b) raiz da solda.	63
Figura 25 - Aparato experimental utilizado na soldagem a laser a vácuo (LaVa).....	64
Figura 26 - Corpos de prova do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldados a laser de forma autógena: (a) topo e (b) raiz da solda.	65
Figura 27 - Corpo de prova do aço UNS S32304 soldado com pó como material de adição pelo processo a laser a vácuo: (a) topo e (b) raiz da solda.	66
Figura 28 - Simulador termomecânico Gleeble® 3500.	68

Figura 29 - Curva de carregamento versus profundidade de penetração no ensaio de indentação instrumentada, onde P_{max} é a carga máxima aplicada, h_{max} o deslocamento do indentador para carga máxima, h_f é a profundidade final da impressão após descarga e S a rigidez inicial de descarga.....	70
Figura 30 - Metal base do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado por processo TIG: região escura ferrita e região clara austenita. Ataque Behara. Microscopia óptica.....	73
Figura 31 - Zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado por processo TIG: região escura ferrita e região clara austenita, destacando as morfologias da austenita. Ataque Behara. Microscopia óptica.	74
Figura 32 - Zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado por processo TIG com subsequente tratamento térmico a (a) e (b) 700 °C (Solda + 700), e (c) e (d) 750 °C (Solda + 750), destacando a austenita secundária (γ_2). Ataque Behara. Microscopia óptica.	75
Figura 33 - (a), (c) até (e) MEV da zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304, destacando a precipitação de nitretos de cromo (CrN) e austenita secundária (γ_2). (b) EBSD da amostra soldada sem tratamento térmico mostrando que os nitretos de cromo encontrados são do tipo CrN (amarelo).	76
Figura 34 - Representação esquemática do mecanismo de precipitação cooperativa de nitretos de cromo e austenita secundária na interface ferrita/austenita.	78
Figura 35 - Perfil de microdureza Vickers para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas por processo TIG autógeno. Carga de 1006 gf.	80
Figura 36 - Microdureza Vickers por fase para as diferentes condições estudadas do aço inoxidável duplex UNS S32304 no metal base (1 gf) e na zona fundida (2 gf)...	81
Figura 37 - Quantificação percentual das fases em cada condição estudada do aço inoxidável duplex UNS S32304, através do FIJI (ImageJ) e de ferritoscópio.	82

Figura 38 - Curvas tensão-deformação de engenharia das amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas por processo TIG autógeno e com subsequentes tratamentos térmicos.....	84
Figura 39 - Curvas tensão-deformação verdadeira do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado por processo TIG autógeno e com subsequentes tratamentos térmicos.....	85
Figura 40 - Gráficos de $\sigma \times \varepsilon$ e $(d\sigma/d\varepsilon) \times \varepsilon$ segundo critério de Considéré, das amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas por processo TIG autógeno, para obter os valores do limite de resistência à tração e deformação uniforme.	86
Figura 41 - Propriedades mecânicas em função dos tratamentos térmicos para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas pelo processo TIG autógeno.	87
Figura 42 - À esquerda, estereoscopia das amostras soldadas por processo TIG autógeno após o ensaio de tração, destacando o rompimento na zona fundida (parte mais escura). À direita, a região de transição entre o metal base e a zona fundida.	90
Figura 43 - Equações de encruamento ajustadas à curva de tensão-deformação verdadeira para amostra soldada do aço inoxidável duplex UNS S32304.....	92
Figura 44 - Equações de encruamento ajustadas à curva de tensão-deformação verdadeira para amostra soldada com tratamento térmico a 600 °C do aço inoxidável duplex UNS S32304.....	93
Figura 45 - Equações de encruamento ajustadas à curva de tensão-deformação verdadeira para amostra soldada com tratamento térmico a 650 °C do aço inoxidável duplex UNS S32304.....	94
Figura 46 - Equações de encruamento ajustadas à curva de tensão-deformação verdadeira para amostra soldada com tratamento térmico a 700 °C do aço inoxidável duplex UNS S32304.....	95

Figura 47 - Equações de encruamento ajustadas à curva de tensão-deformação verdadeira para amostra soldada com tratamento térmico a 750 °C do aço inoxidável duplex UNS S32304.....	96
Figura 48 - Correlação entre β da equação de Voce com a deformação e o percentual de austenita para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304.	101
Figura 49 - Correlação entre $a.p^{-5/2}$ da equação de Hockett-Sherby com a deformação e o percentual de austenita para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304.	103
Figura 50 - Percentual mássico do pó do aço inoxidável duplex UNS S32304 de acordo com a granulometria.....	105
Figura 51 - Difratoograma do aço inoxidável duplex UNS S32304.	105
Figura 52 - Quantificação de fases aço inoxidável duplex UNS S32304 a partir do difratograma.	106
Figura 53 - (a) Região soldada a laser a vácuo do aço inoxidável duplex UNS S32304 e (b) zona termicamente afetada. Ataque Behara. Microscopia óptica.	107
Figura 54 - Região soldada a laser a vácuo do aço inoxidável austenítico AISI 316L. Ataque V2A Beize. Microscopia óptica.....	108
Figura 55 - Região soldada a laser do aço inoxidável duplex UNS S32304 com (a) 100% pó do aço inoxidável duplex UNS S32304 como material de adição e dispersão de (b) 5% de TiB_2 e (c) 10% de TiB_2 . Ataque (a) V2A Beize e (b) e (c) Behara. Microscopia óptica.	109
Figura 56 - Zona termicamente afetada (ZAC) e zona fundida (ZF) do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado a laser com (a) e (b) pó 100% aço inoxidável duplex UNS S32304 como material de adição, (c) e (d) com dispersão de 5% de TiB_2 e (e) e (f) com dispersão de 10% de TiB_2 . Ataque Behara. Microscopia óptica.....	110
Figura 57 - Zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado a laser com pó 100% UNS S32304 como material de adição. Ataque Behara. Microscopia óptica.	111

Figura 58 - Zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado a laser com pó do UNS S32304 e dispersão de 5% de TiB ₂ como material de adição. Ataque Behara. Microscopia óptica.	112
Figura 59 - Zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado a laser com pó do UNS S32304 e dispersão de 10% de TiB ₂ como material de adição. Ataque Behara. Microscopia óptica.	112
Figura 60 - Curva de carregamento versus profundidade de penetração no ensaio de indentação instrumentada para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas a laser com pó como material de adição.....	113
Figura 61 - Perfil de dureza instrumentada para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas a laser com pó como material de adição. Força 1N.	114
Figura 62 - Marca da indentação na análise de microdureza da amostra do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldada com dispersão de 10% de TiB ₂	115
Figura 63 - Mapeamento da dureza nas amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas a laser com pó como material de adição.	116
Figura 64 - Interface do programa FIJI (ImageJ).....	126
Figura 65 - Atualização do programa para versão mais recente.....	126
Figura 66 - Etapas para remover o background da imagem: (a) Imagem original, (b) imagem com aplicação do filtro " <i>Gaussian Blur</i> " e (c) imagem final, sem o background.....	128
Figura 67 - Interface do <i>trainable weka segmentation</i> (TWS).	129
Figura 68 - Segmentação da imagem: (a) Resultado do treinamento do <i>trainable weka segmentation</i> , (b) imagem em 8-bit e (c) imagem binarizada.	130
Figura 69 - Opções disponíveis para medição na função " <i>measurements</i> ".	131

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Modelos de encruamento.....	38
Tabela 2 - Composição química do aço inoxidável duplex UNS S32304 (% massa).	58
Tabela 3 - Parâmetros utilizados na soldagem TIG autógena.....	62
Tabela 4 - Parâmetros utilizados na soldagem a laser autógena do aço UNS S32304.....	64
Tabela 5 - Parâmetros utilizados na soldagem a laser com material de adição para o aço AISI 316L.....	65
Tabela 6 - Identificação dos corpos de prova soldados a laser de acordo a dispersão de TiB ₂	66
Tabela 7 - Parâmetros utilizados na soldagem a laser com material de adição para o aço inoxidável duplex UNS S32304.	66
Tabela 8 - Identificação dos corpos de prova segundo as condições experimentais para soldagem TIG.....	67
Tabela 9 - Percentual médio da composição química por fase, para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas por processo TIG autógeno, obtido por EDS.....	79
Tabela 10 - Parâmetros das equações de Hollomon, Voce, Swift, Ludwigson e Hockett-Sherby ajustadas às curvas de tensão-deformação verdadeira.	97
Tabela 11 - Valores de χ^2 para o ajuste usando equações de encruamento.	98
Tabela 12 - Parâmetros utilizados na soldagem a laser das amostras do aço inoxidável austenítico AISI 316L exibidos na Figura 54.	108

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AID - Aço inoxidável duplex

ASTM - *American Society for Testing and Materials*

CCC - Cúbica de corpo centrado

CFC - Cúbica de face centrada

CP - Corpo de prova

CNEN - Comissão Nacional de Energia Nuclear

CNPEM - Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (Campinas - SP)

DEM - Departamento de Engenharia Mecânica da UFES

EBSD - *Electron BackScatter Diffraction*

FRX - Fluorescência de raios X

IFES - Instituto Federal do Espírito Santo

ISF - *Institut für Schweißtechnik und Fügetechnik* (Instituto de Juntas e Soldagens da Universidade RWTH)

LNLS - Laboratório Nacional de Luz Síncrotron

LNNano - Laboratório Nacional de Nanotecnologia

MB - Metal base

MEV - Microscópio eletrônico de varredura

MO - Microscópio óptico digital

PREN - *Pitting resistance equivalent number* (Índice de resistência à corrosão por pites)

PRESLAB - *High Pressure Laboratory* (Laboratório de altas pressões da UFES)

SAE - *Society of automotive engineers*

TIG - *Tungsten inert gas* (Soldagem com eletrodo de tungstênio e gás inerte)

TRICORRMAT - Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais da UFES

UFES - Universidade Federal do Espírito Santo

UNS - *Unified Numbering System*

ZAC - Zona afetada pelo calor

ZF - Zona fundida

LISTA DE SÍMBOLOS

α - Ferrita

γ - Austenita

δ - Ferrita delta

α' - Fase alfa linha

σ - Fase sigma

CrN e Cr₂N - Nitreto de cromo

γ_2 - Austenita secundária

χ - Fase chi

M₂₃C₆ e M₇C₃ - Carbonetos

σ - Tensão verdadeira

F - Carga aplicada

e - Deformação de engenharia

ε - Deformação verdadeira

A - Área da seção transversal

L - Comprimento da amostra

K - Coeficiente de resistência

n - Coeficiente ou expoente de encruamento

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	20
2	OBJETIVO	23
2.1	OBJETIVO GERAL.....	23
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	23
3	REVISÃO DA LITERATURA	24
3.1	AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX (AID).....	24
3.1.1	Precipitação nos aços inoxidáveis duplex.....	29
3.2	COMPORTAMENTO TENSÃO-DEFORMAÇÃO	33
3.2.1	Equações de encruamento	37
3.3	SOLDAGEM TIG	39
3.4	SOLDAGEM A LASER	42
3.5	MICROESTRUTURA DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX DURANTE A SOLDAGEM.....	47
3.6	METALURGIA DO PÓ - SINTERIZAÇÃO	50
3.7	MATERIAIS COMPÓSITOS	52
3.7.1	Compósito metal-cerâmico.....	53
3.7.2	Diboreto de titânio - TiB₂.....	55
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	58
4.1	MATERIAL.....	58
4.2	MÉTODOS	59
4.2.1	Preparação e usinagem dos corpos de prova	59

4.2.2	Soldagem TIG	61
4.2.3	Soldagem a laser	63
4.2.4	Tratamento térmico	67
4.2.5	Ensaio mecânico das amostras soldadas pelo processo TIG.....	67
4.2.6	Caracterização microestrutural	68
4.2.7	Quantificação de fases das amostras soldadas pelo processo TIG	70
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	72
5.1	AMOSTRAS SOLDADAS POR PROCESSO TIG	72
5.1.1	Microscopia.....	72
5.1.2	Microdureza Vickers.....	79
5.1.3	Processamento e análise de imagens	82
5.1.4	Ensaio mecânico	83
5.1.5	Equações de encruamento	91
5.2	AMOSTRAS SOLDADAS A LASER.....	104
5.2.1	Pó do aço inoxidável duplex UNS S32304.....	104
5.2.2	Microscopia.....	106
5.2.3	Indentação e dureza instrumentada.....	113
6	CONCLUSÃO	117
	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	119
	REFERÊNCIAS.....	120
	APÊNDICE - Tutorial ImageJ para quantificação de fase e tamanho de grão..	126
	ANEXO - Publicações	132

1 INTRODUÇÃO

Em outubro de 2022, Brasil e Rússia (Rosatom) assinaram um acordo de cooperação em áreas e atividades relacionadas à energia nuclear [1], que envolvem diversos setores como a área de geração de energia, produção de combustível e para medicina nuclear. O investimento em energia nuclear possibilita a resolução de problemas de segurança energética no país como também combater as mudanças climáticas [2]. O Brasil já vem investindo no setor nuclear, incluindo a medicina nuclear, com a construção do Reator Multipropósito Brasileiro (RMB).

O transporte de substâncias que são fontes de alta radioatividade, utilizados em medicina nuclear para diagnóstico e tratamento de doenças em recipientes de contenção é altamente estratégico. No caso específico do Brasil, objetivando atender futuras necessidades previstas com a construção do RMB, existe a necessidade do transporte do insumo ^{99}Mo em recipientes com características muito especiais, e que atendam a norma de segurança para transporte de substâncias radioativas (CNEN NE 5.01) [3], regulamentada pela Comissão Nacional de Energia Nuclear (CNEN).

Um estudo preliminar [4] definiu que os materiais candidatos ao revestimento externo desses recipientes estavam na família dos aços e ligas de níquel (Ni). Em relação a estes materiais, os aços inoxidáveis apresentam um preço significativamente reduzido quando comparados às ligas de Ni, mostrando vantagem econômica em sua escolha.

Entre os aços inoxidáveis, destacam-se os aços inoxidáveis duplex (AID), que se caracterizam por uma microestrutura bifásica de ferrita e austenita em quantidades aproximadamente iguais, o que resulta numa combinação de excelentes propriedades mecânicas e elevada resistência à corrosão [5-14]. Aliado a essas propriedades tem-se um menor custo de fabricação devido ao menor teor de elementos ligantes caros, como níquel e molibdênio, quando comparado aos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 316, por exemplo. Esses materiais também são muito atraentes do ponto de vista econômico e tecnológico, particularmente em

mercados críticos como o do petróleo e gás, indústria química, celulose e papel, sistemas de água, de dessalinização, e de controle de poluição [6,8,10,15].

Os AID têm sido desenvolvidos para terem uma excelente soldabilidade. Uma vez que grande parte das aplicações atuais desses aços envolve algum processo de soldagem [5,13,16]. Contudo, a exposição desse material a ciclos térmicos durante o processo de soldagem favorece a precipitação de fases deletérias e pode levar a um desbalanceamento no equilíbrio de fases, devido às elevadas taxas de resfriamento [6,10,16], modificando a microestrutura e as propriedades do aço [9,13,16] e levando ao desenvolvimento de tensões residuais na junta soldada, que podem gerar formação de trincas e maior propensão para a ocorrência de fadiga ou fratura frágil [17]. Tratamentos térmicos são realizados para que o material atinja determinadas propriedades mecânicas, que visam à remoção de tensões, aumento da resistência mecânica, melhora da ductilidade, usinabilidade e resistência ao desgaste [18].

Estudos mostram que diferentes reforços cerâmicos foram dispersos em aços inoxidáveis duplex, como óxidos [19,20], nitretos [21], e carbonetos [22]. Segundo Oke *et al.* [23], os boretos e as cerâmicas à base de carboneto são potenciais candidatos ao reforço de compósitos de matriz de aço inoxidável devido à sua excelente dureza e estabilidade com a matriz de aço, e a adição de cerâmicas de óxido e boretos ao aço inoxidável duplex foram relatados para ativar a sinterização e melhorar o processo de densificação, ajudando na redução percentual de poros residuais e aumentando a ductilidade.

Neste trabalho amostras do aço inoxidável *lean* duplex UNS S32304 foram soldadas por processo TIG autógeno com posterior tratamento térmico em diferentes temperaturas, considerando um possível cenário de incêndio e acidente durante o transporte, a fim de garantir que não haja depreciação das propriedades e que o material possa cumprir as exigências de segurança e proteção radiológica durante o transporte de substâncias radioativas regulamentadas pela CNEN NE 5.01. Foram realizados ensaios de tração a fim de avaliar as propriedades mecânicas do material após tratamento térmico, descrever o comportamento tensão-deformação através de modelos de encruamento e propor uma nova metodologia de avaliação direta da

influência do percentual volumétrico das fases do material nos modelos matemáticos ajustados aos dados experimentais das curvas de tensão-deformação.

Adicionalmente, foram iniciados estudos utilizando o processo de soldagem a laser com pó como material de adição. A proposta foi estudar a viabilidade da soldagem com o pó do UNS S32304 com dispersão de diferentes concentrações mássicas de TiB_2 como material de adição, a fim de manter a composição química, melhorar o equilíbrio de fases para manter boas propriedades do aço duplex, aumentar a resistência mecânica e a dureza, e reduzir a densidade do material.

2 OBJETIVO

2.1 OBJETIVO GERAL

Para aprovação da resistência mecânica e ductilidade em uma junta soldada, é comum a realização de ensaios mecânicos para avaliar seu desempenho. O foco principal deste trabalho é descrever o comportamento tensão-deformação através de modelos de encruamento e propor uma nova metodologia de avaliação direta da influência do percentual volumétrico das fases nos modelos de encruamento ajustados aos dados experimentais das curvas de tensão-deformação.

Adicionalmente, o estudo tem como objetivo verificar a viabilidade da produção de pó do aço duplex a partir de chapas de aço e sua utilização com dispersão de TiB_2 como material de enchimento na soldagem a laser.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar o efeito da soldagem TIG autógena com subsequentes tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas e microestrutura do aço inoxidável duplex UNS S32304;
- Descrever o comportamento tensão-deformação do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado por processo TIG autógeno através de diferentes modelos de encruamento;
- Aplicar técnicas de metalurgia do pó para produção de pó do aço inoxidável duplex UNS S32304 com dispersão de TiB_2 ;
- Verificar a viabilidade da soldagem com o pó (UNS S32304 + TiB_2) como material de adição.

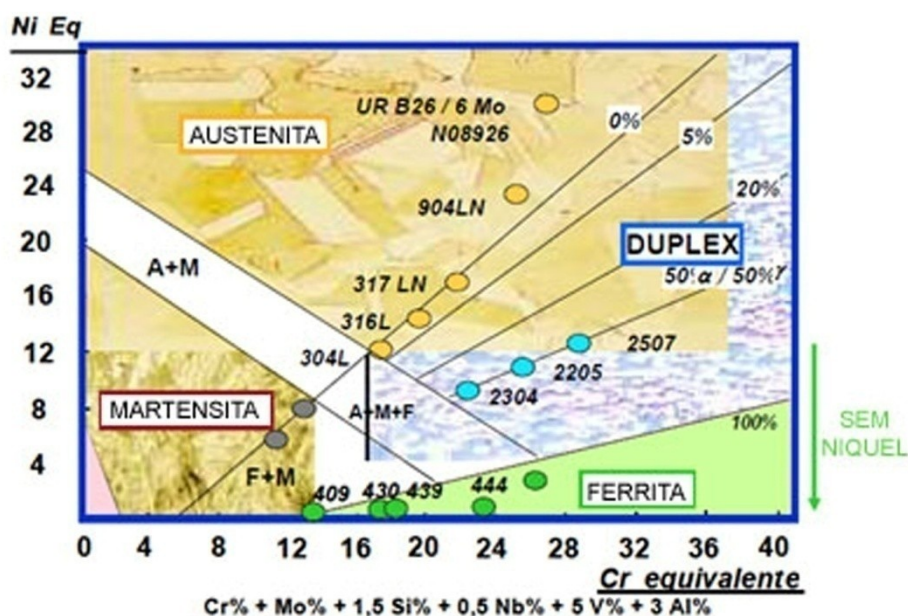
3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX (AID)

Os aços inoxidáveis são designados como aços a base de ferro com teor de cromo de no mínimo 12%, o que garante a esse grupo de materiais uma elevada resistência à corrosão. Adicionalmente, esses aços apresentam boas propriedades mecânicas a temperaturas elevadas e tenacidade, sendo de grande interesse para engenharia [24].

Para fins de classificação e discussão, os aços inoxidáveis são agrupados em cinco categorias: martensíticos, ferríticos, austeníticos, duplex e endurecidos por precipitação [24]. O diagrama de Schaeffler (Figura 1), usado frequentemente para ligas soldadas, é útil para ilustrar as áreas de estabilidade das diferentes microestruturas dos aços inoxidáveis. Entre as áreas austenítica e ferrítica, obtemos uma estrutura mista de ferrita e austenita: a área duplex.

Figura 1 - Diagrama de Schaeffler ilustrando as posições das famílias de aços inoxidáveis.

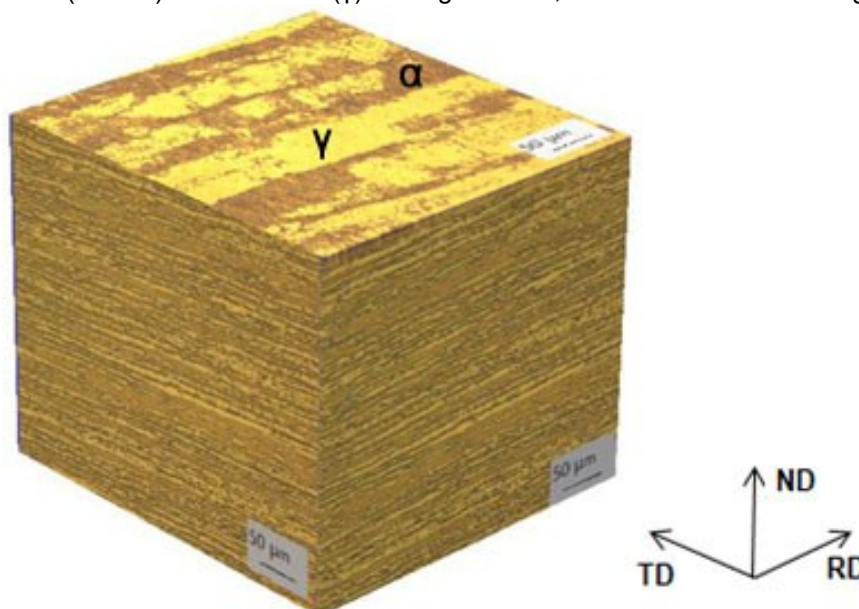


Fonte: Adaptado de [6]

A maioria dos aços inoxidáveis duplex industriais apresenta uma microestrutura bifásica composta por ilhas de austenita em uma matriz ferrítica (Figura 2) em

proporções aproximadamente iguais, sendo que comercialmente é aceito que o teor de ferrita varie de 30 a 70% [5,6,24,25].

Figura 2 - Microestrutura típica de um aço inoxidável duplex na condição como recebido. A ferrita (α) é a região atacada (escura) e a austenita (γ) é a região clara, como destacado na imagem.



Fonte: Adaptado de [26].

A classe dos aços inoxidáveis duplex pode ainda ser dividida em cinco grupos, que variam dependendo do teor da liga: Duplex padrão, como o 2205, responsável por mais de 80% do uso de duplex. *Lean duplex*, com baixas adições de Mo e Ni, que tem a estabilidade alcançada pela adição de manganês, e, além disso, também tem um maior teor de nitrogênio, elemento de baixo custo conhecido por melhorar a estabilidade da liga duplex em alta temperatura e a resistência à corrosão. Duplex alta liga, com 25% de cromo e índice de resistência à corrosão por pites (PREN) inferior a 40. Super duplex, com PREN entre 40 e 45 e maior quantidade de Mo e N comparado ao duplex alta liga. E hiperduplex, com PREN acima de 45, adições de Cr mais elevadas e adições de nitrogênio complementares [5,10].

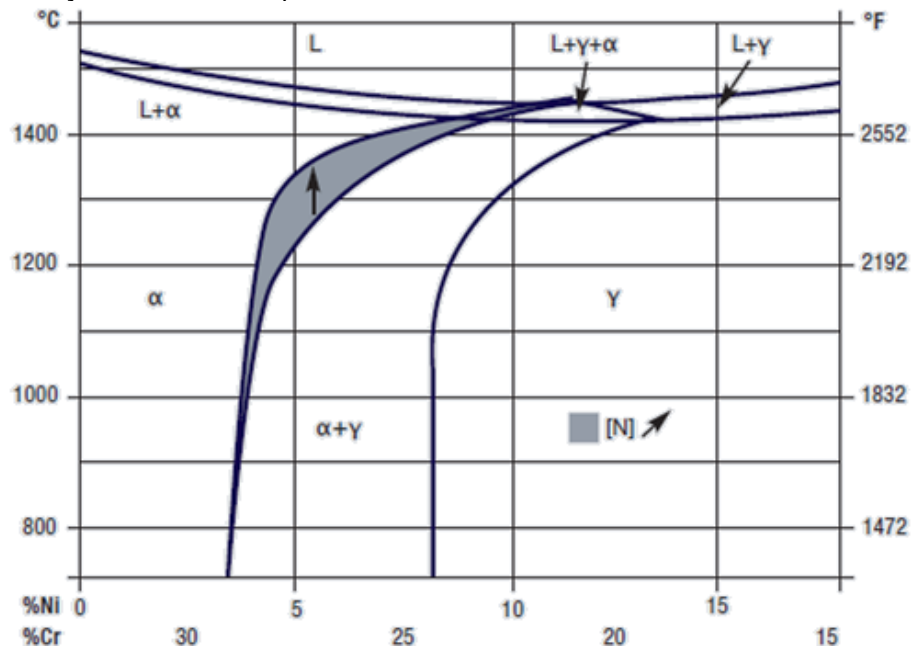
Os aços inoxidáveis podem ser referenciados através de várias normas internacionais ou utilizando-se de especificações internas de fabricantes. Uma das designações mais utilizadas é a UNS (*Unified Numbering System*), classificação da ASTM (*American Society for Testing and Materials*) e SAE (*Society of Automotive Engineers*), onde o grupo dos aços é composto de uma letra, que identifica a classe, seguida de cinco algarismos. Como norma, os aços inoxidáveis são identificados

pela letra “S”, e os aços inoxidáveis duplex comumente referidos em função de sua composição química, como por exemplo, UNS S32304, (aproximadamente 23% de cromo e 4% de níquel), recebem a identificação de UNS S32304. Comercialmente esse material é conhecido como 2304 ou SAF 2304 [7], ou identificado pelo grau 1.4362, de acordo com o sistema de classificação Europeu - EN 1088 [27].

O AID UNS S32304, pertence ao grupo dos *lean* duplex, por conter baixa adição de Mo. O teor da liga inferior, em particular de Mo, do que o AID padrão S31803 ou S32205 gera uma menor resistência à corrosão por pite, apesar disso apresenta menor custo de produção para obter uma combinação de melhor resistência à corrosão e elevadas propriedades mecânicas quando comparado às ligas totalmente austeníticas AISI 304 e 306 e as ligas austeníticas de alta produção AISI 304L e 316L [5,6,15].

A microestrutura tem efeito dominante sobre o desempenho dos aços inoxidáveis e depende diretamente da composição química e tratamento térmico realizado [24]. A maioria dos duplex se solidifica em ferrita e sofre uma transformação parcial para austenita por resfriamento. As frações volumétricas das duas fases dependem do controle simultâneo da composição química e da temperatura de recozimento [5,6,10]. O equilíbrio das fases pode ser avaliado usando o diagrama de fase ternário Fe-Cr-Ni (Figura 3). O nitrogênio atua aumentando a temperatura de transformação de ferrita para austenita, garantindo a estabilização do material em altas temperaturas, através da redução do excesso de ferrita [10].

Figura 3 - Diagrama de fase ternário Fe-Cr-Ni a 68% de ferro para avaliação do comportamento metalúrgico dos aços inoxidáveis duplex.



Fonte: [10].

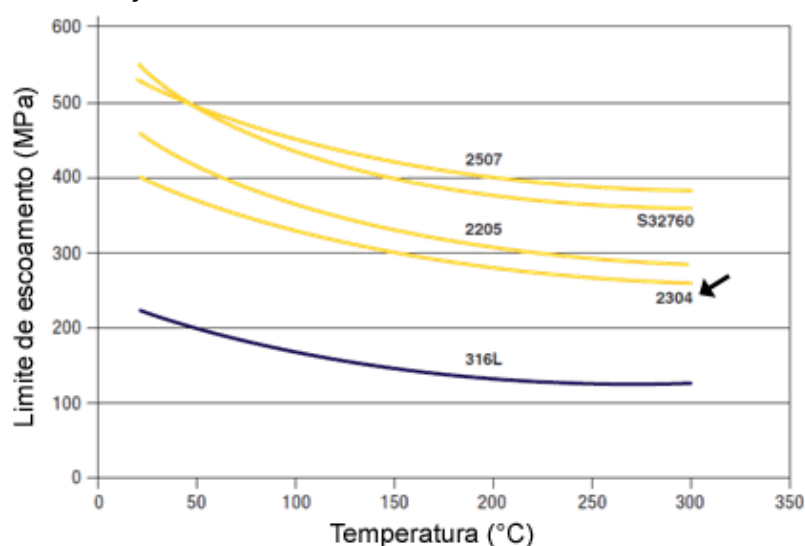
A partir do diagrama de fase (Figura 3) ainda é possível observar que a composição de um aço inoxidável duplex típico cai no campo das fases $\alpha + \gamma$ (ferrita + austenita, respectivamente). Para muitas composições de aço inoxidável, a fase austenítica é expandida de modo que a fase ferrítica seja separada em ferrita de baixa e alta temperatura, embora tenham a mesma estrutura cristalina. O que levou à prática de denotar ferrita delta (δ) para alta temperatura (maior que 1394 °C) e ferrita alfa (α) para baixa temperatura (até 912 °C), que se forma pela transformação da austenita. É evidente, a partir da Figura 3, que a ferrita existe continuamente desde a solidificação até a temperatura ambiente para os aços inoxidáveis duplex, e por isso, toda a ferrita é denotada como ferrita α . Como os limites de fase $\alpha/(\alpha + \gamma)$ e $(\alpha + \gamma)/\gamma$ não são verticais, a proporção exata de ferrita para austenita depende da composição exata, bem como do processamento termomecânico [28,29].

Portanto, a microestrutura final formada depende da composição química, do tratamento termomecânico e das condições de resfriamento. Contudo, é difícil prever a microestrutura de uma liga duplex devido à presença de alguns elementos de liga, que podem influenciar no balanço final das fases ferrítica e austenítica, além de levarem à formação de segundas fases. Alguns desses elementos são chamados de ferritizantes, pois ampliam o campo ferrítico, como cromo, molibdênio, tungstênio e

silício. Outros elementos são denominados austenitizantes, porque ampliam o campo austenítico, como o níquel, carbono, nitrogênio e cobre. Os elementos influenciam as propriedades mecânicas, físicas e de corrosão dos AID [5,10, 25].

Os AID também apresentam propriedades mecânicas excepcionais. Seu limite de escoamento em temperatura ambiente é mais que o dobro dos aços inoxidáveis austeníticos sem nitrogênio (Figura 4), exigindo maiores forças para deformação [10].

Figura 4 - Comparação entre o limite de escoamento dos aços inoxidáveis duplex e austenítico tipo AISI 316L. A seta indica o aço estudado neste trabalho.



Fonte: Adaptado de [10].

Apesar da alta resistência dos AID, eles também apresentam boa ductilidade e tenacidade. Quando comparados ao aço carbono ou aos aços inoxidáveis ferríticos, a transição dúctil-frágil é gradual, por isso mantêm boa tenacidade mesmo em temperaturas baixas, por exemplo $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$. Entretanto, a ductilidade e tenacidade dos AID são em geral menores que as dos aços inoxidáveis austeníticos, que normalmente não apresentam transição dúctil-frágil [10]. Ainda assim, os aços inoxidáveis podem absorver impactos consideráveis sem fraturar devido a sua boa ductilidade e suas características de encruamento por tensão [27].

Wang, Ma e Li [30] afirmaram que os AID apresentam alta tenacidade ao impacto e melhor resistência à propagação de trincas devido à estrutura bifásica e distribuição uniforme dos grãos.

Devido à grande quantidade de elementos de liga, os AID apresentam um comportamento de precipitação bastante complexo que geram efeitos sobre as propriedades mecânicas e corrosivas [15]. Confirma-se que para as classes 2205 e 2507 algumas porcentagens da fase sigma (1 a 2%) já reduzem drasticamente a tenacidade, mesmo que as propriedades de tração sejam menos afetadas [6].

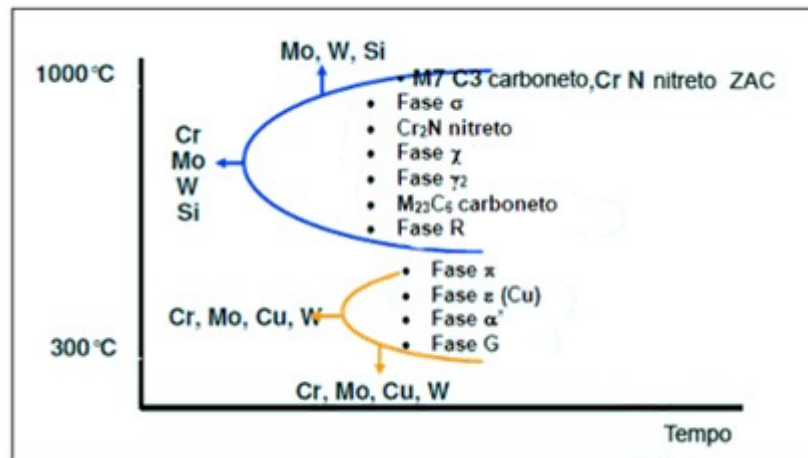
Badji *et al.* [31] estudaram as transformações de fase e o comportamento mecânico durante a soldagem e diferentes tratamentos térmicos do AID UNS S32205. Eles comprovaram que transformações de fases, que resultaram em precipitações de fases intermetálicas e aumento do teor de ferrita, alteraram fortemente a tenacidade, resistência à tração e alongamento da zona fundida e do metal base deste material.

Pohl, Storz e Glogowski [15] estudaram o efeito de precipitações intermetálicas nas propriedades de AID no intervalo de temperatura de 650 °C a 950 °C, e confirmaram que a formação de fases intermetálicas entre 750 °C e 950 °C leva a uma perda desastrosa de tenacidade levando a uma perda prejudicial dos valores de impacto. Contudo, notaram que as resistências à tração e ao escoamento aumentaram com a precipitação de fases intermetálicas nas amostras recozidas a 750 °C e 850 °C.

3.1.1 Precipitação nos aços inoxidáveis duplex

As precipitações de fase nos AID ocorrem numa faixa de temperatura de 300 °C a 1000 °C (Figura 5), como resultado de condições de serviço, ciclos térmicos de soldagem ou tratamentos térmicos, e estão relacionadas principalmente às adições de Mo, Cr, Ni e N. Porém estas adições tornam mais propensas à transformação da fase ferrítica em compostos intermetálicos (sigma, chi), nitretos, carbonetos ou mesmo a fase alfa linha (α') em temperaturas mais baixas [6,10,25]. Evitar a precipitação destes compostos é um desafio importante, especialmente em procedimentos de soldagem para estes materiais [32].

Figura 5 - Diagrama TTT esquemático de precipitações de fases que podem ocorrer em aços inoxidáveis duplex.



Fonte: Adaptado de [6].

A seguir estão listadas algumas informações sobre as principais fases deletérias e suas consequências para os aços inoxidáveis duplex:

- Fase α' : Ocorre entre 300 °C e 525 °C no interior da ferrita e é a principal causa do endurecimento e fragilização a 475 °C dos aços inoxidáveis, que causa perda de tenacidade e de resistência à corrosão [5,10]. Sua formação pode ocorrer por nucleação e crescimento quando o teor de cromo na ferrita é baixo ou por decomposição espinodal da ferrita em ferrita δ , que é rica em ferro, quando o teor de cromo nesta fase é alto [5].
- Fase sigma (σ): Fase rica em cromo e molibdênio, que reduz tanto a ductilidade a quente quanto a ductilidade à temperatura ambiente do material. Geralmente ocorre nos contornos de fase ferrita-austenita. No trabalho a quente, a deformação em temperaturas entre 800 °C e 900 °C aumenta a formação desta fase [7]. Pode ser formada na faixa de temperatura de 600 °C a 900 °C e está associada à redução da resistência ao impacto, fragilidade e redução da resistência à corrosão [5,7]. Altos teores de cromo, molibdênio e níquel em ligas duplex aceleram a cinética de formação desta fase [10].
- Nitreto de cromo (CrN e Cr_2N): O nitrogênio é adicionado às ligas duplex para estabilizar a austenita e para melhorar a resistência mecânica e a resistência à corrosão por pite. Sua solubilidade é consideravelmente maior na austenita

do que na ferrita. Contudo, acima dos 1040 °C, a solubilidade do nitrogênio na ferrita é alta, mas, ao resfriar, a solubilidade cai e a ferrita se torna supersaturada em nitrogênio, levando à precipitação intragranular de nitretos, especialmente em resfriamentos rápidos, onde são formadas partículas intragranulares, tipo agulha. Já os tratamentos isotérmicos na faixa de 700 °C a 900 °C geralmente resultam na precipitação intergranular, nos contornos de fase ferrita-austenita [5,7,25,33,]. Em ligas de aço inoxidável que não contêm elementos fortes de formação de nitretos, como Ti, Nb ou V, o limite de solubilidade do nitrogênio é determinado pelo equilíbrio entre a matriz e os nitretos. Quando a concentração de nitrogênio está acima deste limite, a liga é suscetível à precipitação de nitreto, especialmente entre temperaturas de aproximadamente 600 °C a 1050 °C [33]. Esta fase pode reduzir a resistência à corrosão por pite do AID [7].

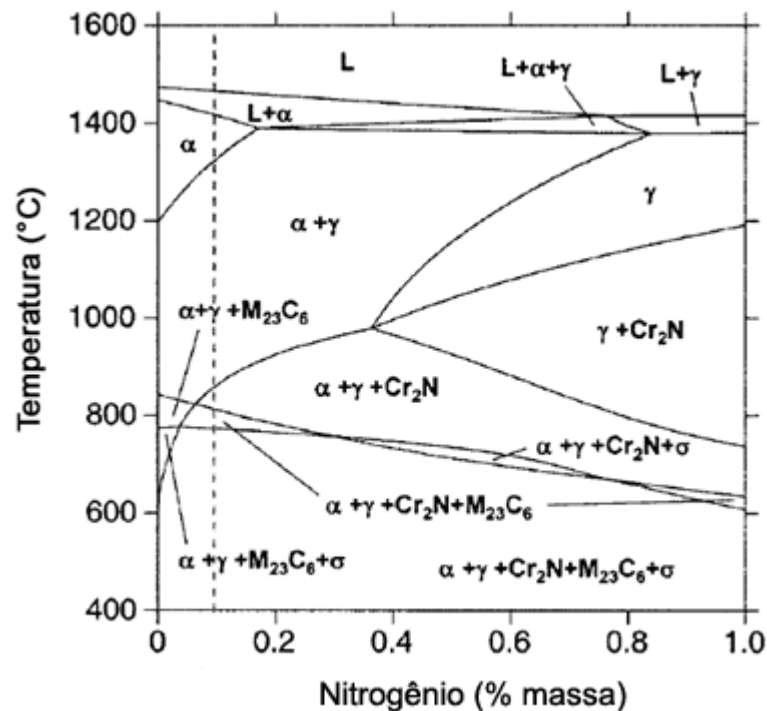
- Austenita secundária (γ_2): Pode se formar relativamente rápido e por três mecanismos diferentes, dependendo da temperatura. Abaixo de aproximadamente 650 °C tem uma composição semelhante à ferrita, sugerindo uma transformação sem difusão, com características similares à formação de martensita. Em temperaturas acima de 650 °C, onde a difusão é mais rápida, pode se precipitar com a morfologia de austenita Widmanstätten. Nessa faixa de temperatura sua formação envolve difusão, tornando-se enriquecida em Ni em comparação com a matriz ferrítica. Os teores de Cr e N são inferiores aos da austenita primária. Na faixa de temperatura 700 °C a 900 °C, a austenita secundária pode ser formada por reação eutetóide ($\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$). A γ_2 formada absorve Ni e rejeita Cr e Mo, incentivando a formação de precipitados ricos em Cr e Mo. A γ_2 que se forma nos contornos das fases ferrita-austenita é pobre em Cr, particularmente quando o CrN se precipita cooperativamente. Qualquer uma dessas reações controladas por difusão pode reduzir a resistência à corrosão por pite [5,7].
- Fase chi (χ): É comumente encontrada na faixa de temperatura de 700 °C a 900 °C e tem efeito similar ao da fase σ na tenacidade e corrosão, entretanto

está presente em quantidades muito menores. Devido à sua menor fração volumétrica, é menos importante que a fase σ , mas seu efeito nem sempre pode ser ignorado. A precipitação desta fase é em parte responsável pela redução da resistência por pite, porque consome Cr e Mo e a austenita secundária formada simultaneamente torna-se pobre nesses elementos [5,7].

- Carbonetos ($M_{23}C_6$ e M_7C_3): M_7C_3 precipita-se na faixa entre 950 °C e 1050 °C, enquanto $M_{23}C_6$ precipita-se abaixo de 950 °C. Ambos os tipos de carbonetos são observados predominantemente nos contornos de fase α/γ , mas a precipitação nos contornos α/α e γ/γ também pode ser observada [5,7]. A formação de M_7C_3 leva em torno de 10 minutos, portanto pode ser evitada por técnicas normais de resfriamento. Além disso, como as classes duplex modernas contêm menos de 0,02% de C, ambos os tipos de carbonetos são raramente observados. Em classes de duplex com níveis de carbono moderadamente altos, cerca de 0,03%, o carboneto $M_{23}C_6$ precipita-se rapidamente entre 650 °C e 950 °C, levando menos de um minuto para se formar à 800 °C [5]. A precipitação de carbonetos causa um empobrecimento de cromo em regiões ao seu entorno ou até mesmo na própria matriz do material, resultando na perda de resistência à corrosão [34].

Como pode ser visto na Figura 6, a solidificação da liga UNS S32304 é ferrítica, e a taxa de resfriamento determina a quantidade de ferrita que pode se transformar em austenita, influenciando no equilíbrio das fases. Resfriamentos rápidos favorecem a ferrita, resultando em uma quantidade acima do equilíbrio [10,16].

Figura 6 - Diagrama de fase para o aço inoxidável duplex UNS S32304, onde a linha tracejada indica a composição da liga.



Fonte: Adaptado de [16].

O nitrogênio aumenta a temperatura na qual a austenita começa a se formar a partir da ferrita, aumentando a velocidade de transformação de ferrita em austenita, fazendo com que o nível de equilíbrio da austenita possa quase ser atingido mesmo em velocidades relativamente rápidas de resfriamento [10].

Contudo o uso do nitrogênio como elemento de liga nos AID resulta em nitretos de cromo nos contornos do grão α/α , nos contornos das fases α/γ e na zona afetada pelo calor das soldas. Como o aumento do nível de nitrogênio também promove a formação da austenita, pois esta apresenta uma alta solubilidade para o nitrogênio em relação à ferrita, à medida que a microestrutura resfria, há uma competição entre a formação de austenita e a precipitação de nitreto de cromo [5,6,16,33].

3.2 COMPORTAMENTO TENSÃO-DEFORMAÇÃO

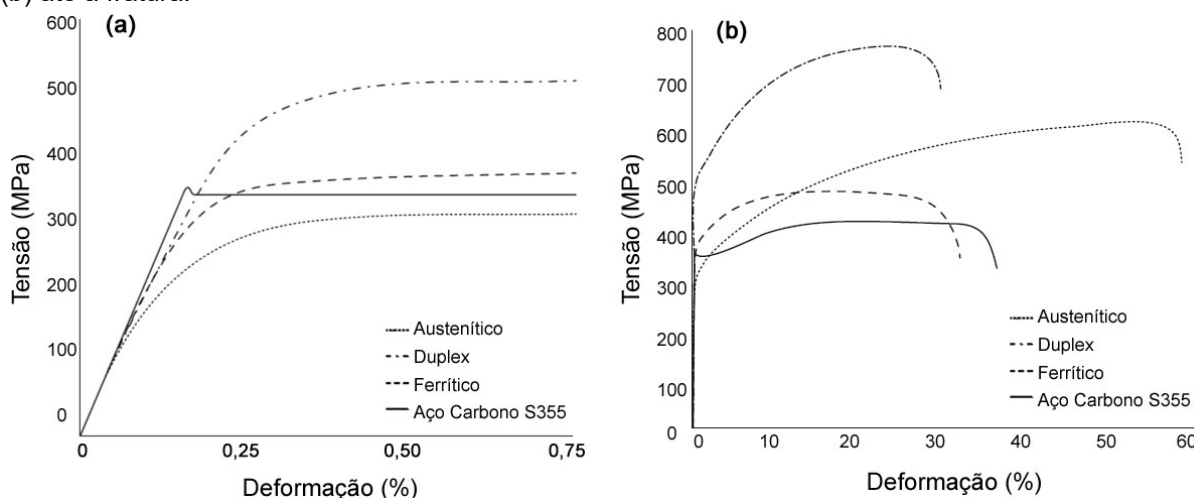
Especificações de materiais geralmente incluem propriedades mínimas de tração para garantir a qualidade. Ensaio de tração devem ser feitos para garantir que os

materiais atendam essas especificações. As propriedades de tração são usadas na seleção de materiais para várias aplicações e também são usadas em pesquisa e desenvolvimento para comparar novos materiais ou processos [35].

As curvas tensão-deformação por tração podem ser usadas para prever o comportamento dos materiais submetidos a diferentes cargas uniaxiais [35].

O comportamento tensão-deformação dos aços inoxidáveis difere do aço carbono, em alguns aspectos. A diferença mais importante deve-se a não linearidade, ou seja, a forma da curva tensão-deformação. Na Figura 7(a) é apresentada a comparação de curvas típicas de diferentes aços inoxidáveis e aço carbono até uma deformação de 0,75%, enquanto a Figura 7(b) apresenta curvas típicas de tensão-deformação até a fratura [27].

Figura 7 - Curvas típicas de tensão-deformação para diferentes aços: (a) até 0,75% de deformação e (b) até a fratura.



Fonte: Adaptado de [27].

Enquanto o aço carbono exibe tipicamente um comportamento elástico linear até a tensão de escoamento e uma curvatura antes da deformação plástica, o aço inoxidável tem uma resposta mais suave, sem tensão de escoamento bem definida. Logo, tensões de escoamento dos aços inoxidáveis são geralmente citadas em termos de uma deformação permanente, convencionalmente a 0,2% [27,36]. A tensão de escoamento é encontrada através da construção de uma linha reta paralela à porção elástica a partir da deformação de 0,002 [35].

Normalmente, os resultados dos ensaios de tração dos metais são apresentados em gráficos onde é plotado a carga dividida pela área original (tensão) em função do alongamento percentual medido em algum comprimento especificado [37]. Entretanto, a curva de tensão-deformação de engenharia não fornece uma indicação verdadeira das características de deformação de um metal, porque se baseia inteiramente nas dimensões originais da amostra, e essas dimensões mudam continuamente durante o ensaio [36]. Descrições matemáticas, que são necessárias para análises de engenharia que envolvem deformação plástica, se baseiam nas curvas de tensão-deformação verdadeira [35].

Com início da estricção (formação do pescoço) a área da seção transversal da amostra diminui rapidamente e a carga necessária para continuar a deformação é reduzida. A tensão média baseada na área original também diminui, e isso produz a queda da tensão na curva tensão-deformação além do ponto de carga máxima. Na verdade, o metal continua a endurecer completamente até a fratura, de modo que a tensão necessária para produzir mais deformação deve aumentar [36].

A tensão verdadeira (σ) é baseada na área real da seção transversal da amostra e aumenta continuamente até a fratura. É a carga em qualquer instante (F) dividida pela área da seção transversal da amostra naquele mesmo instante (A). σ é calculada de acordo com a equação (1) [36,37].

$$\sigma = \frac{F}{A}(e+1), \quad (1)$$

onde e é a deformação de engenharia naquele mesmo instante. A intensidade da força no ponto é definida como a tensão de engenharia (F/A). Além disso, a deformação verdadeira (\mathcal{E}) pode ser calculada a partir da deformação de engenharia:

$$\mathcal{E} = \ln (e+1). \quad (2)$$

Para as curvas de tensão-deformação verdadeira normalmente é extraída a deformação verdadeira uniforme, que é baseada somente na deformação até a carga máxima [36].

À medida que uma amostra é tracionada, o valor da tensão verdadeira (σ) aumenta, mas a área da seção transversal (A) que suporta a carga diminui [35]. A carga máxima é atingida quando $dF = 0$. Como $F = \sigma A$:

$$A d\sigma + \sigma dA = 0. \quad (3)$$

Considerando o volume (AL) da amostra constante, $dA/A = -d\varepsilon$, onde L é o comprimento da amostra. Reorganizando,

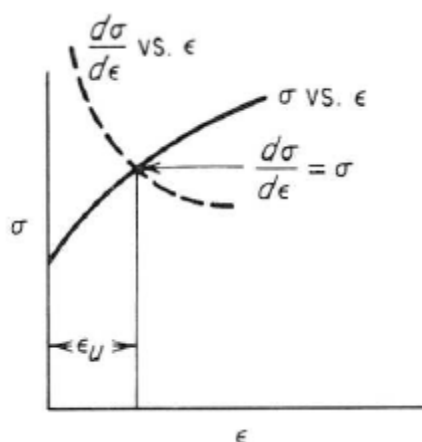
$$d\sigma = -\sigma \frac{dA}{A} = \sigma d\varepsilon, \quad (4)$$

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \sigma. \quad (5)$$

A equação (5) afirma que a carga máxima é atingida quando a taxa de encruamento é numericamente igual à tensão [35]. E a tensão verdadeira na carga máxima corresponde ao limite de resistência à tração verdadeira, onde, para a maioria dos materiais geralmente se inicia a formação do pescoço. A deformação localizada começa na carga máxima, onde o aumento da tensão, devido à diminuição da área da seção reta transversal do corpo de prova, se torna maior que o aumento da capacidade do metal suportar o carregamento devido ao encruamento [36].

Quando a condição da equação (5) é satisfeita, conhecida como “Critério de Considère”, o ponto onde a deformação uniforme termina e tem início a estricção, pode ser obtido na curva tensão-deformação verdadeira ($\sigma \times \varepsilon$) onde a taxa de encruamento se iguala à tensão, conforme é apresentado na Figura 8 [36].

Figura 8 - Interpretação gráfica do critério de Considère para o início da estricção (limite de resistência à tração).



Fonte: [36].

3.2.1 Equações de encruamento

O ensaio de tração uniaxial é o método mais usual e amplamente aceito para caracterizar o comportamento plástico dos metais (encruamento). No entanto, os níveis de deformação alcançados durante este ensaio são bem inferiores aos alcançados nas etapas de conformação dos metais (laminação, extrusão, estampagem, etc.). O comportamento de encruamento é uma consideração importante na evolução da deformação plástica dos materiais. A capacidade de encruamento está intimamente relacionada com a deformabilidade, ductilidade e dureza dos materiais [38].

A descrição e predição do comportamento mecânico (endurecimento) de diversas ligas requerem modelos matemáticos. Estes modelos são geralmente baseados em equações constitutivas para descrever o encruamento durante o trabalho mecânico, cujos parâmetros são determinados a partir de dados experimentais de ensaios de tração uniaxial, e outros tais como cisalhamento, torção e biaxial simétrico [39]. Diversos modelos de equações de encruamento foram propostos. A Tabela 1 mostra alguns dos modelos que descrevem o comportamento rígido-plástico [40,41].

Tabela 1 - Modelos de encruamento.

Autor	Equações de encruamento
Hollomon (1945) [37]	$\sigma = K \cdot \varepsilon^n$ (6)
Voce (1948) [42]	$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_i) \cdot e^{-\beta \varepsilon}$ (7)
Swift (1952) [43]	$\sigma = K_s \cdot (\varepsilon + \varepsilon_0)^{n_s}$ (8)
Ludwigson (1971) [44]	$\sigma = K_1 \cdot \varepsilon_{pl}^{n_1} + e^{(K_2 + n_2 \cdot \varepsilon_{pl})}$ (9)
Hockett-Sherby (1975) [45]	$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_i) \cdot e^{-a \varepsilon^p}$ (10)

Fonte: [Autor].

A equação (6) de Hollomon [37] é a expressão mais comum para ajustar a curva tensão-deformação verdadeira a uma expressão matemática, que também é utilizada para investigar os mecanismos e as mudanças na microestrutura que ocorrem durante a deformação [36,46]. σ é a tensão verdadeira, ε é a deformação verdadeira, K é o coeficiente de resistência e n é o coeficiente ou expoente de encruamento. A equação (6) é válida somente a partir do início do regime plástico até a tensão máxima, onde inicia a estricção. Um gráfico logarítmico de tensão-deformação verdadeira até a carga máxima dará uma linha reta se a equação de Hollomon for satisfeita. A inclinação linear desta reta é n e, K é a tensão verdadeira quando a deformação for extrapolada a 1.

Como uma boa aproximação é restrita apenas à área de deformação plástica, a equação de Hollomon é muito simplista para descrever o comportamento total de alguns metais [47]. Swift [43] propôs outra equação (8) introduzindo um parâmetro ε_0 , que representa uma possível pré-deformação. n_s é o expoente de encruamento e K_s o coeficiente de força.

As equações de Hollomon e Swift seguem uma lei de potência, enquanto Voce [42] propôs uma relação exponencial, equação (7), que é fundamentalmente diferente dos modelos de lei de potência. Onde σ_s é a tensão de saturação, σ_i é a tensão de escoamento e β é a taxa na qual a tensão tende a atingir o estado estacionário. Um dos ganhos importantes da equação de Voce é a previsão de parâmetros de encruamento, tais como tensões iniciais e de saturação e sua equivalência com os respectivos valores de resistência medidos a partir de um ensaio de tração [48].

Uma limitação das equações constitutivas mencionadas anteriormente é a incapacidade de descrever com precisão o comportamento linear-elástico [40].

A equação de Ludwigson [44] foi sugerida para descrever alguns materiais que não mostram relação de lei de potência, como por exemplo, os aços inoxidáveis austeníticos que mostram um comportamento de encruamento linear [49]. Ele demonstrou que o comportamento de tensão-deformação verdadeira de muitos metais e ligas cúbicas de face centradas (CFC) com baixa energia de falha de empilhamento não podem ser descritos pela equação de Hollomon devido ao grande desvio de tensão positiva em baixas deformações [48]. Ludwigson [44] propôs uma equação (9) em que o desvio positivo de tensão para baixas deformações pode ser compensado. K_1 e n_1 são os mesmos parâmetros que os descritos na equação de Hollomon (6), e K_2 e n_2 são constantes adicionais. Na equação (9) o segundo termo do lado direito corresponde ao modo de deformação dominado pelo deslizamento planar (*planar slip*) a baixas deformações, enquanto o primeiro termo corresponde ao deslizamento cruzado (*cross slip*) e conseqüentemente a formação celular para altas deformações [50].

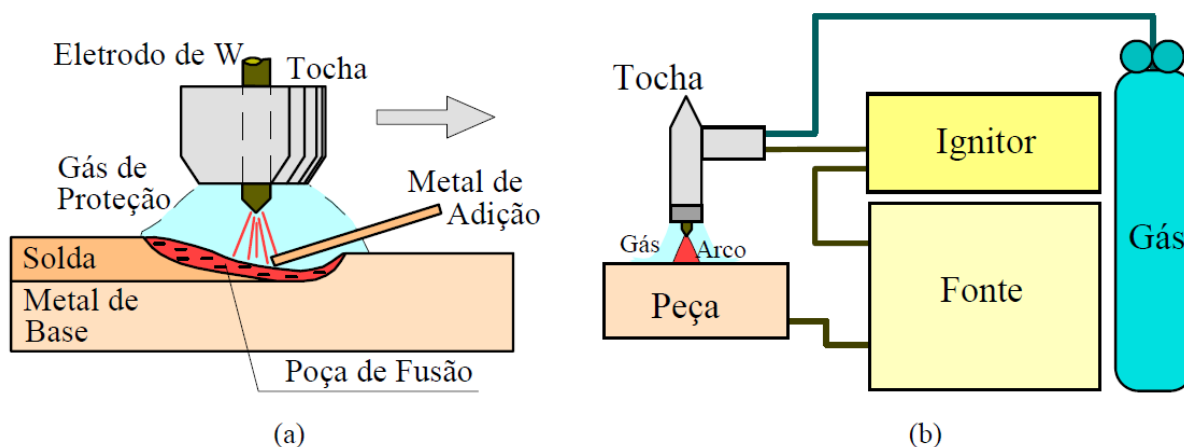
Hockett e Sherby [45] propuseram uma equação generalizada, modificando a equação de Voce [42], onde seu expoente pode ser ajustado flexivelmente de acordo com a natureza do material, enquanto no modelo de Voce o expoente é fixo em 1. À medida que o valor do expoente aumenta, a curva torna-se mais assintótica; inversamente, à medida que o expoente diminui, a propriedade assintótica torna-se mais fraca, resultando de forma semelhante em uma curva de lei de potência. Isto significa que o modelo Hockett-Sherby é mais flexível do que outros modelos, e assim pode expressar vários tipos de curvas [51]. A equação (10) descreve a relação tensão-deformação verdadeira em uma grande região de deformação. O termo equivalente à tensão de saturação (σ_s) a uma elevada deformação foi adicionado para melhorar a descrição das curvas de tensão-deformação de metais CFC [52]. σ_1 é a tensão de escoamento, e a e p são coeficientes do material.

3.3 SOLDAGEM TIG

Quase todos os processos de soldagem comuns foram aplicados aos AID com graus variados de sucesso [5,10]. Entre os processos mais frequentes está o processo de soldagem TIG [5], que utiliza como fonte de calor um arco elétrico mantido entre um

eletrodo não consumível de tungstênio e a peça a ser soldada. A proteção da região de solda é feita por um fluxo de gás inerte, normalmente o argônio, ou uma mistura de gases inertes. A soldagem pode ser com ou sem metal de adição, manual ou automática [17,53]. A Figura 9 exemplifica o processo de soldagem TIG com metal de adição. Para o processo autógeno, a diferença é a ausência do metal de adição.

Figura 9 - (a) Esquema do processo de soldagem TIG. (b) Equipamento básico para soldagem TIG.



Fonte: Adaptado de [17].

Geralmente a composição química de metais de adição para soldagem TIG tem limites de tolerância muito inferiores aos do metal base do mesmo tipo e custo bem mais elevado. Como a soldagem TIG utiliza eletrodo não consumível, possibilita a soldagem sem metal de adição (autógena), o que pode ser interessante na soldagem de chapas finas [17]. A soldagem autógena é comum para pequenas espessuras em que a penetração pode ser facilmente alcançada, podendo ser aplicada em altas velocidades e com uma quantidade mínima de preparação das juntas [25]. Procedimentos autógenos têm sido utilizados para chapas finas e graus de liga mais baixa, como por exemplo, nos AID S31803 e S32304 [5,17].

O processo TIG apresenta um excelente controle de energia transferida para a peça, devido ao controle independente da fonte de calor, permitindo assim uma execução de soldas de alta qualidade e excelente acabamento, particularmente em juntas de espessura inferior a 10 mm e mais comumente entre 0,2 e 3 mm [17].

Wang, Ma e Li [30] investigaram a influência na caracterização microestrutural nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão, de diferentes tipos de

processos de soldagem na junção do aço inoxidável duplex UNS S32205 com outro aço, e concluíram que o processo TIG é o mais adequado.

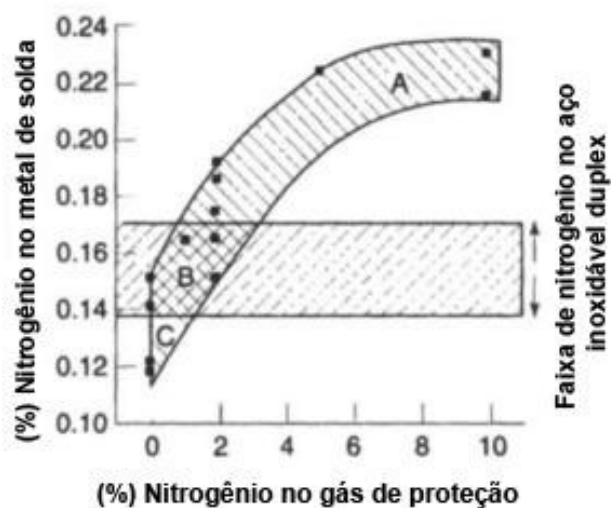
O processo TIG oferece um alto grau de controle e geralmente fornece um perfil de raiz de boa qualidade com propriedades mecânicas e de corrosão próximas dos materiais de base. Além disso, garante pouca formação de escória durante a soldagem, o que elimina locais para corrosão [5,10,17,54].

Na soldagem TIG é essencial que a poça de fusão seja protegida contra a oxidação e contaminação atmosféricas [10]. No caso específico do aço inoxidável duplex, durante o processo de soldagem, a obtenção do equilíbrio de fases entre ferrita e austenita está relacionada ao controle da taxa de resfriamento da solda e ao gás de proteção utilizado [54]. Esta proteção é frequentemente alcançada com gás inerte, por exemplo, argônio [10].

Contudo, a utilização de argônio puro para proteger as juntas soldadas resulta em perda de nitrogênio da poça de fusão. Esse efeito ocorre devido à diferença na pressão parcial entre o nitrogênio dissolvido na poça de fusão e o gás diretamente acima da poça. A perda de nitrogênio pode gerar um metal de solda rico em ferrita, com resistência à corrosão inferior ao metal original. Por isso, adições parciais de nitrogênio ao gás de proteção são recomendadas para resultar em um aumento no teor de nitrogênio do metal de solda [5,10,25,26,54,55]. Entretanto, se a proporção de nitrogênio no gás de proteção exceder os valores recomendados (Figura 10), a pressão parcial de nitrogênio no gás de proteção excederá a pressão na poça de fusão, e o nível de nitrogênio da poça de fusão aumentará, resultando em um metal de solda rico em austenita. Ademais, o excesso de nitrogênio no gás de proteção pode levar a porosidade no metal de solda, centelhas na poça de fusão e alteração no modo de solidificação [5,54].

Zhang *et al.* [55] estudaram os efeitos da adição de 2% de nitrogênio no gás de proteção contendo argônio puro, na evolução da microestrutura e no comportamento de corrosão localizada das soldas no AID S31803. Eles comprovaram que a adição de nitrogênio facilitou a formação de austenita, suprimiu a precipitação de CrN na raiz da solda e aumentou a microdureza do metal de solda.

Figura 10 - Efeito do nitrogênio na soldagem TIG do aço inoxidável duplex UNS S32205. A: possibilidade de faíscas e porosidade. B: metal de solda equilibrado. C: perda de nitrogênio e resistência ao pite reduzida.



Fonte: Adaptado de [5].

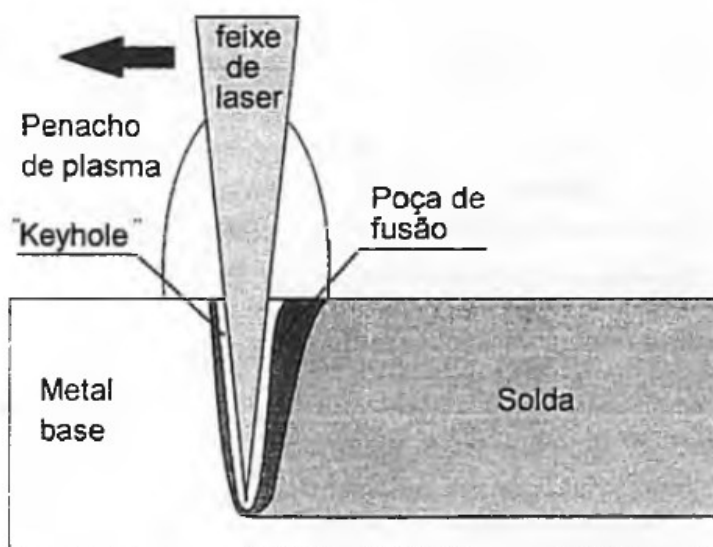
3.4 SOLDAGEM A LASER

O processo de soldagem designado pela sigla LASER vem de "*light amplification by stimulated emission of radiation*" (amplificação da luz por emissão estimulada de radiação), tipo de luz caracterizado por Einstein em 1917, como o terceiro processo de integração da matéria. A radiação laser surge quando os átomos de uma estrutura recebem energia externa, levando-os a um estado excitado. Para voltar ao estado fundamental, a estrutura libera energia na forma de fótons. Esse processo se repete e os fótons podem ser refletidos dentro de um tubo, resultando numa cadeia de emissão fotônica, numa amplificação da emissão inicial [17].

A soldagem a laser é considerada um dos métodos mais avançados de soldagem, devido às vantagens da alta qualidade, alta precisão, alta eficiência, alto desempenho, alta flexibilidade, alta velocidade, baixa distorção e baixa deformação, além do reconhecimento de aplicações fáceis e amplas devido à utilização de um robô [56,57]. É amplamente utilizada em muitas aplicações, incluindo aeroespacial, automotiva, construção naval, eletrônica, eletrodomésticos, etc., devido a sua vantagem de entrada de calor muito baixa, resultando em distorção mínima e a capacidade de soldar materiais sensíveis ao calor [58].

O processo de soldagem a laser é caracterizado pela fusão localizada da junta através de seu bombardeamento por feixe de luz concentrada, de alta intensidade, capaz de fundir e até mesmo vaporizar parcialmente o material da junta no ponto de incidência, causando um furo ("keyhole"), que penetra profundamente no metal base [17]. Os componentes e a formação do "keyhole" no processo de soldagem a laser são apresentados na Figura 11.

Figura 11 - "Keyhole" formado na soldagem a laser.



Fonte: [17].

A soldagem a laser é um processo de alta velocidade, e como a energia é fornecida de forma concentrada, os volumes de material afetados pelo calor da soldagem são reduzidos, bem como a energia total necessária para produzir a solda [17].

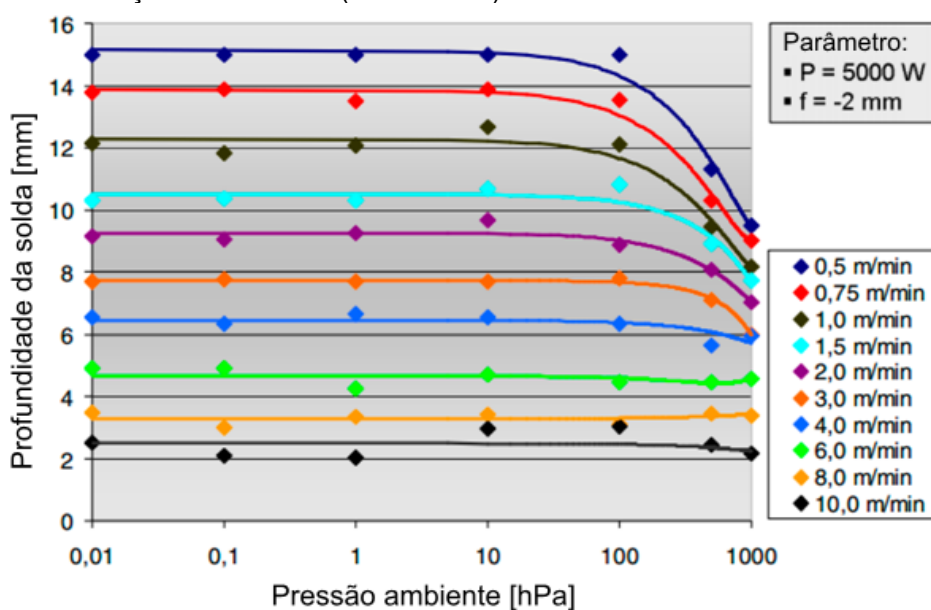
A soldagem a laser é amplamente utilizada na indústria. E a fim de ampliar ainda mais sua aplicabilidade, foi introduzida a tecnologia de soldagem a laser a vácuo (*laser beam welding in vacuum* - LaVa). A combinação de laser de alta potência e baixa pressão ambiente proporciona um excelente desempenho e qualidade de soldagem [56]. Esse é um dos métodos mais promissores de soldagem, pois resulta em aumento da profundidade de penetração e mudança na geometria da solda, confirmado por diversos trabalhos [59-63], que comprovaram o aumento da profundidade de penetração com a diminuição da pressão ambiente.

A soldagem a laser pode produzir cordão de solda com penetração profunda comparável à solda por feixe de elétrons. Além disso, espera-se que as soldas de

penetração profunda possam ser produzidas sob vácuo [64]. Contudo, existe um limiar crítico de pressão ambiente. Isso significa que a penetração não aumenta mais, e às vezes até mesmo diminui quando a pressão ambiente é menor do que o limiar crítico. Devido às diferentes máquinas e às diferentes condições experimentais, as pressões críticas não são consistentes, e podem variar na faixa de 0,1 kPa a 10 kPa [59-63]. A pressão ambiente, a velocidade de soldagem e a distância focal são os principais parâmetros que controlam a aparência da solda e a profundidade de penetração durante a soldagem a laser a vácuo [56].

Börner *et al.* [60] investigaram a influência da pressão ambiente na solda a laser do aço carbono de alta resistência e baixa liga S355 (EN 10025-2). A Figura 12 apresenta a relação da velocidade de soldagem com a profundidade e pressão encontrada pelos autores. Um aumento notável da profundidade de penetração ocorre em velocidades baixas a médias (até aproximadamente 3 m/min). Quando a velocidade de soldagem é superior a 4 m/min, a pressão ambiente não tem quase nenhum impacto sobre a profundidade de penetração. Também é possível ver que existe um limite na pressão que proporciona o aumento da profundidade. Além disso, quanto menor for a velocidade de soldagem, maior será o efeito da pressão ambiente sobre a profundidade de penetração.

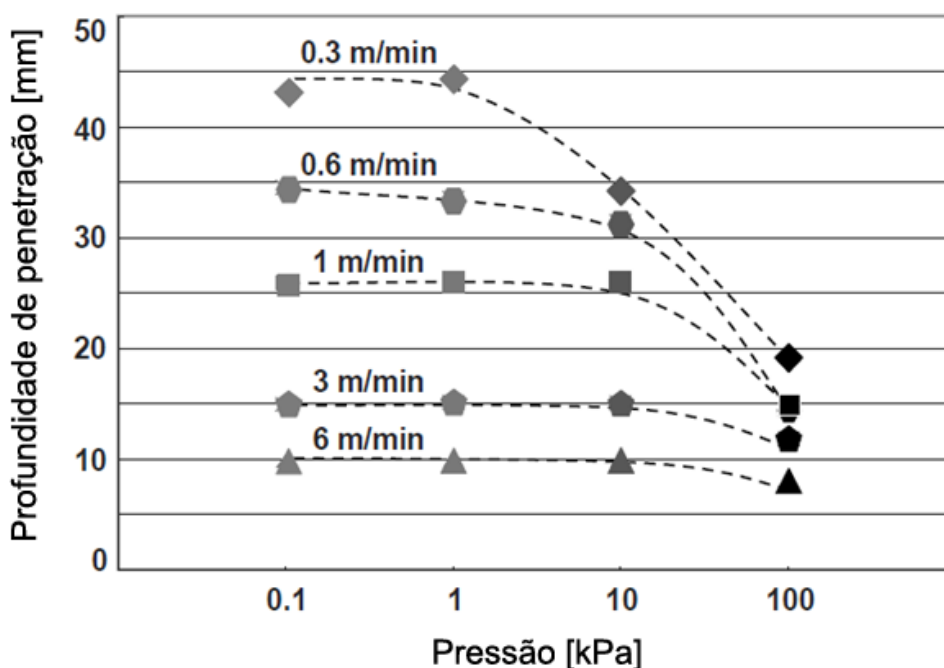
Figura 12 - Efeito da pressão ambiente na profundidade de penetração a diferentes velocidades de soldagem a laser no aço carbono S355 (EN 10025-2).



Fonte: Adaptado de [60].

Katayama *et al.* [64] desenvolveram uma nova câmara para soldagem a laser sob condições de baixo vácuo, e investigaram a influência da pressão ambiente e da velocidade de soldagem no aço inoxidável austenítico AISI 304 e na liga de alumínio A5052. Os resultados exibidos na Figura 13 revelaram o aumento da profundidade e a diminuição da largura da solda com a diminuição da pressão ambiente e baixa velocidade. Isso significa que a geometria da solda em relação ao vácuo e a pressão atmosférica eram totalmente diferentes. Em comparação com a soldagem a laser convencional à pressão atmosférica, uma solda profunda, que é semelhante à soldagem por feixe de elétrons, foi obtida durante a soldagem a laser a vácuo.

Figura 13 - Efeito da pressão ambiente e velocidade de soldagem na profundidade de penetração na soldagem a laser no aço inoxidável austenítico AISI 304.



Fonte: Adaptado de [64].

A soldagem a laser tem sido amplamente utilizada em diversas aplicações, no entanto, é usada principalmente na estrutura de chapas com pequenas espessuras, pois pode atingir rápidas velocidades de deslocamento [5,56].

A experiência da soldagem a laser e da soldagem por feixe de elétrons, aplicada aos aços inoxidáveis duplex, tem sido positiva. Pois esses processos de soldagem produzem zonas afetadas pelo calor limitadas e resfriamentos rápidos que impedem a formação de fases intermetálicas [10].

Ghosh *et al.* [58] realizaram uma investigação experimental na soldagem a laser do AID UNS S32205, com objetivo de estudar os efeitos da velocidade de soldagem e outros parâmetros como a potência do laser e a largura do pulso na qualidade da solda. O estudo revelou que a resistência da solda aumentou com a velocidade até certo nível, e a partir daí começou a diminuir. Também se observou que a profundidade de penetração e a largura da solda diminuíram com o aumento da velocidade. Além disso, todas as amostras soldadas continham um teor de ferrita relativamente maior e, conseqüentemente, um teor de austenita menor devido à maior taxa de resfriamento. Entretanto, foi demonstrado que a alta entrada de calor durante a soldagem a laser poderia contribuir para uma granulometria grosseira e alto conteúdo de austenita. Os resultados também mostraram que a microdureza diminuiu continuamente da zona de fusão para o metal base devido às mudanças metalúrgicas que ocorreram como consequência da alta taxa de resfriamento.

Pekkarinen e Kujanpää [65] sugeriram que as microestruturas do aço inoxidável duplex são muito dependentes da taxa de resfriamento. Além disso, sugeriram que a microestrutura da relação proporcional de ferrita e austenita pode ser obtida utilizando parâmetros adequados na soldagem a laser, e até mesmo sem o material de enchimento. O conteúdo de ferrita diminui com o aumento da entrada de calor. A microestrutura, entretanto, depende também da composição e, portanto, os parâmetros adequados de soldagem devem ser ajustados.

Soltysiak *et al.* [66] estudaram o efeito da potência da soldagem a laser sobre as propriedades das juntas soldadas do AID UNS S32205. Seus resultados mostraram que um aumento na potência de soldagem aumentou a área da zona soldada. E uma maior entrada de calor na soldagem e menor taxa de resfriamento após a soldagem resultaram em uma maior quantidade de austenita na zona fundida.

Batahgy *et al.* [67] investigaram os efeitos de parâmetros do processo de soldagem a laser, no AID UNS S32205 de 6,4 mm de espessura, sobre tamanho e microestrutura da zona fundida, propriedades mecânicas e de corrosão. Os resultados obtidos revelaram que os parâmetros de soldagem desempenham um papel importante na obtenção de propriedades satisfatórias da junta soldada. O uso de nitrogênio como gás de proteção resultou na melhoria das propriedades

mecânicas e de corrosão das juntas em comparação com a proteção de argônio. Os autores concluíram que a potência do laser, a velocidade de soldagem, a distância focal e o tipo de combinação de gás de proteção devem ser otimizados para obter juntas soldadas com perfil aceitável, bem como propriedades mecânicas e de corrosão.

3.5 MICROESTRUTURA DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX DURANTE A SOLDAGEM

Os AID modernos podem ser soldados para atenderem requisitos de projeto e serviço, mas também é mostrado que procedimentos de solda podem levar à falha do componente, por isso a escolha do processo de soldagem depende da espessura do material, geometria da junta, custos de fabricação e outros fatores de projeto [5].

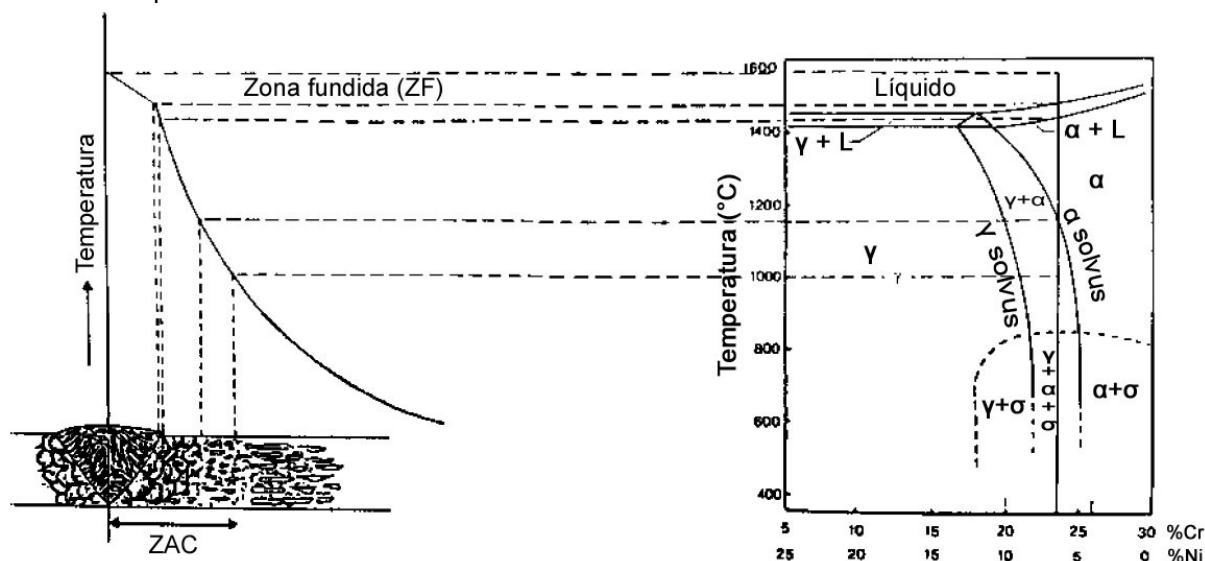
A ocorrência de trincas é raramente observada em soldas de AID, devido ao alto teor de ferrita. Problemas de perda de resistência à corrosão e tenacidade ou trincas pós-soldagem geralmente estão associados à zona afetada pelo calor (ZAC) desses materiais [10]. Entretanto, o principal problema do processo de soldagem em um AID é manter a relação ferrita/austenita próxima a 50:50. Efeitos de resfriamento rápido associados aos ciclos térmicos, muitas vezes resultam em um teor de ferrita no metal de solda superior a 50%, ocasionando perda de resistência e aumento da suscetibilidade à corrosão intergranular [5,28]. Para reduzir a quantidade de ferrita na zona fundida (ZF), seria necessário estabelecer um controle da taxa de resfriamento [68], além do uso de uma mistura Ar-N₂ como gás de proteção, já que o nitrogênio é um elemento de liga estabilizador da fase austenítica, como citado anteriormente.

O controle no tempo de resfriamento durante o processo de soldagem garante a manutenção das propriedades desejáveis no AID, já que taxas elevadas de resfriamento retardam a transformação de ferrita para austenita, aumentando o teor de ferrita e promovendo a precipitação de carbonetos e nitretos de cromo na ZAC e na ZF, o que prejudica a tenacidade e a resistência à corrosão da solda. Por outro lado, um resfriamento muito lento e submetido por longo tempo às temperaturas

entre cerca de 600 °C e 1000 °C pode levar a precipitação de compostos intermetálicos, prejudicando também as propriedades mecânicas e químicas da solda [25].

São exibidas na Figura 14 as modificações microestruturais que ocorrem numa junta soldada de um aço inoxidável duplex. Durante a soldagem eles se solidificam como ferrita e são totalmente ferríticos ao final da solidificação. A austenita só pode nuclear e crescer abaixo da linha *solvus* da ferrita (linha de solubilidade máxima no estado sólido), onde a austenita e a ferrita podem coexistir em equilíbrio. A proporção final de ferrita e austenita depende do controle de temperatura de processamento e do controle da taxa de resfriamento. A sequência de transformações para os AID é: Líquido → Líquido + Ferrita → Ferrita → Ferrita + Austenita [25].

Figura 14 - Diagrama esquemático de mudanças microestruturais típicas na junta soldada de um aço inoxidável duplex.



Fonte: Adaptado de [69].

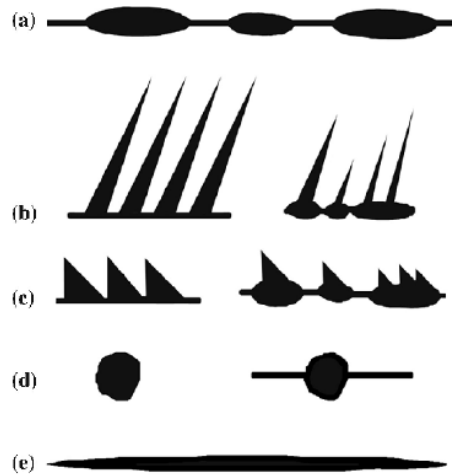
A ferrita é estável no estado sólido a uma temperatura elevada. Quando a transformação da austenita começa, austenitas primárias (ou alotriomórficas) são formadas preferencialmente ao longo dos contornos de grãos ferríticos. Isto ocorre por um processo de nucleação e o crescimento geralmente resulta na cobertura completa dos contornos de grãos ferríticos por austenita. À medida que a temperatura diminui, os contornos de grãos ficam saturados favorecendo a formação da austenita em direção ao interior dos grãos, a austenita de Widmanstätten, que

pode se formar como placas laterais fora do contorno de grão austenítico ou intragranular dentro dos grãos de ferrita [25,69,70].

As morfologias da austenita foram relatadas em diversos trabalhos [13,69,70], e foram descritas há mais de 50 anos, por Dubé [71], para classificação morfológica de precipitados de ferrita em aços, sendo sugerido que é geralmente aplicável a outros produtos de transformações de fase [71]. Este sistema de classificação, modificado posteriormente por Aaronson *apud* [72], é apresentado na Figura 15 e suas características foram resumidas, de acordo Chen e Yang [70] e Thewlis [73]:

- Austenita alotriomórfica: ocorre durante o resfriamento do ciclo térmico, e é geralmente a primeira a ser nucleada de forma heterogênea nos limites de grãos da ferrita, que rapidamente ficam saturados de grãos de austenita.
- Austenita de Widmanstätten: é nucleada após a formação da austenita alotriomórfica, nos limites de grão da ferrita (vista geralmente em colônias), ou a partir de idiomorfos intragranulares da austenita, e cresce ao longo de planos específicos da matriz com formato de placas ou agulhas finas.
- Austenita idiomórfica: em alguma temperatura mais baixa, tende a nuclear em inclusões dentro dos grãos ferríticos, e não possui orientação preferencial.
- Austenita intragranular de Widmanstätten: placas ou agulhas que nucleiam no interior dos grãos de ferrita supersaturada em temperaturas relativamente baixas.

Figura 15 - Sistema de classificação morfológica de Dubé [71] aplicado a transformações de fases: (a) alotriomorfos, (b) placas laterais de Widmanstätten primárias e secundárias, (c) Widmanstätten em “dentes de serra”, (d) idiomorfos, (e) Widmanstätten intragranular.



Fonte: [72].

3.6 METALURGIA DO PÓ - SINTERIZAÇÃO

A metalurgia do pó é um processo de fabricação que consiste na produção e utilização de pós metálicos, que são definidos como partículas que geralmente têm menos de 1000 nm de tamanho [74]. O processo de fabricação consiste na compactação de uma mistura de pós, previamente homogeneizada, e aquecimento durante a etapa de sinterização, com o intuito de melhorar a coesão entre as partículas e melhorar a resistência.

As tecnologias de pó são interessantes para engenharia porque as opções de processamento permitem a inserção seletiva de fases ou poros para fabricar o componente de acordo com a aplicação. O processo de metalurgia do pó é energeticamente eficiente em comparação com outras tecnologias de formação de metal, já que possibilita a fabricação de peças de forma complexa e minimiza a necessidade de usinagem, por exemplo. Além disso, uma ampla gama de materiais de engenharia está disponível, e através da seleção apropriada do material e do processo, a microestrutura necessária pode ser desenvolvida no material [74].

O processo da metalurgia do pó, ilustrado na Figura 16, é dividido nas etapas de fabricação dos pós, mistura dos pós, compactação e sinterização [74]. Os aspectos

relevantes que concernem à obtenção do pó são o tamanho médio das partículas do pó, a morfologia e composição química das referidas partículas e as microestruturas obtidas. Após a obtenção dos pós, esses são misturados, o que consiste em juntar os componentes devidamente balanceados na forma de pós metálicos e/ou cerâmicos e homogeneizar através de ação mecânica de mistura. Forças de impacto, atrito, cisalhamento e compressão atuam sobre as partículas metálicas maiores, promovendo a quebra destas, por processos como microforjamento, fratura, aglomeração e desaglomeração, diminuindo o tamanho médio de partículas. Em seguida, são compactados, baseados no pó contido no interior de uma matriz rígida ou de um molde flexível através da aplicação de pressão. A compactação é uma etapa importantíssima na metalurgia do pó, contudo, a etapa seguinte, de sinterização, é determinante nas propriedades do material, uma vez que é através desta que são determinadas a forma e resistência do material [75].

Figura 16 - Ilustração do processo de metalurgia do pó.



Fonte: Adaptado de [76].

Na sinterização as partículas do pó são unidas formando agregados de alta resistência mecânica, diminuindo assim a porosidade da peça e aumentando a densificação. A força motriz para a sinterização é a redução da área superficial (e da energia superficial) obtida pela substituição de um pó solto, cujas superfícies têm alta energia, por um sólido ligado, cujos contornos de grão apresentam energia mais baixa [75].

O processo de sinterização consiste em unir partículas de pó, por meio de mecanismos de difusão (transporte de massa) em nível atômico, formando uma estrutura rígida e sólida [77]. E foi definida por Thümmler e Thomma [78] como o tratamento térmico, abaixo da temperatura de fusão, de um sistema de partículas

individuais ou de um corpo poroso, com ou sem aplicação de pressão externa, no qual algumas ou todas as propriedades do sistema são alteradas com a redução da entalpia livre na direção daquelas do sistema livre de porosidade. Resultando em quantidade suficiente de fases sólidas para garantir a estabilidade da forma.

3.7 MATERIAIS COMPÓSITOS

Ao longo da história, a humanidade tem usado materiais compósitos para alcançar combinações de propriedades que não poderiam ser alcançadas com materiais individuais [35]. A palavra compósito no termo “material compósito” significa que dois ou mais materiais são combinados em uma escala macroscópica para formar um terceiro material útil. Diferentes materiais podem ser combinados em uma escala microscópica, como em metais de liga, mas, neste caso, o material resultante é macroscopicamente homogêneo [79].

Sendo assim, um material compósito pode ser definido como uma combinação de dois ou mais materiais que resulta em outro material com melhores propriedades do que as dos componentes individuais utilizados isoladamente [80].

A vantagem dos materiais compósitos é que, se bem projetados, eles geralmente exibem as melhores qualidades de seus componentes ou constituintes e muitas vezes algumas qualidades que nenhum dos constituintes possui individualmente [79]. De forma global, as principais vantagens encontradas nesses materiais são sua alta resistência e rigidez, combinadas com baixa densidade [80].

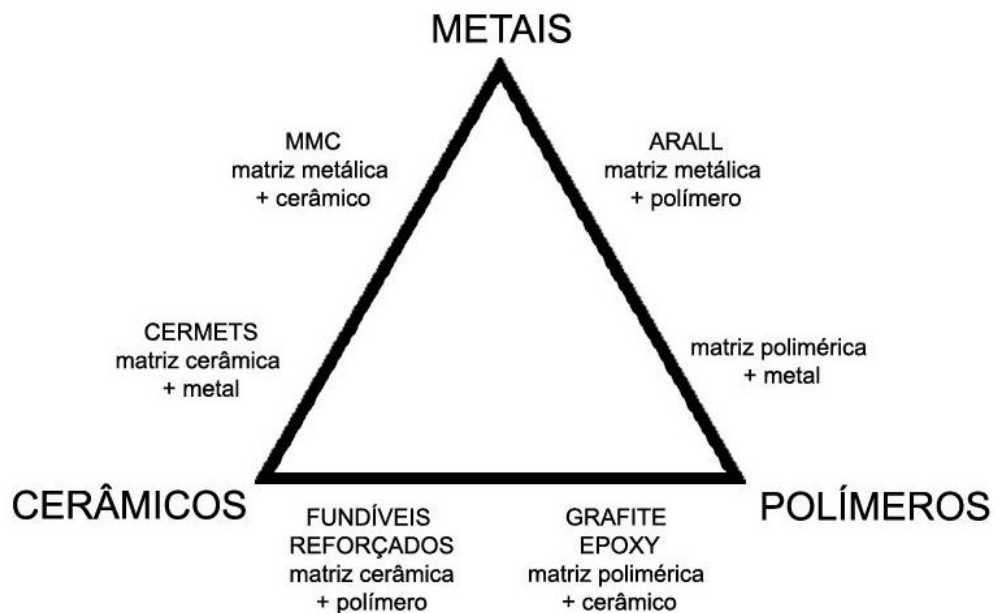
Um material compósito possui dois constituintes, que são o reforço e a matriz. A fase de reforço fornece a resistência e a rigidez. Na maioria dos casos, o reforço é mais duro, mais forte e mais rígido do que a matriz. O reforço é geralmente uma fibra ou uma partícula. A fase contínua é a matriz, que é um polímero, metal ou cerâmica. Os polímeros têm baixa resistência e rigidez, os metais têm resistência e rigidez intermediárias, mas alta ductilidade, e a cerâmica tem alta resistência e rigidez, mas são frágeis. A matriz desempenha várias funções críticas, incluindo manter as fibras na orientação e espaçamento adequados e protegê-las da abrasão e do meio ambiente [80].

De acordo Jones [79], quatro são os tipos mais comuns de materiais compósitos:

1. Materiais compósitos fibrosos, que consistem de fibras em uma matriz.
2. Materiais compósitos laminados, que consistem em camadas de vários materiais.
3. Materiais compósitos particulados, que são compostos de partículas em uma matriz.
4. Combinações de algum ou de todos os três primeiros tipos.

Os materiais compósitos ainda podem ser classificados de acordo com seus constituintes, ou seja, quanto a sua natureza química, como ilustra a Figura 17.

Figura 17 - Representação esquemática de combinações de compósitos usuais.



Fonte: Adaptado de [29].

3.7.1 Compósito metal-cerâmico

Compósitos de matriz metálica (MMC) consistem em um metal reforçado com materiais cerâmicos dispersos. Esses materiais combinam propriedades metálicas, como ductilidade e tenacidade, com propriedades cerâmicas, como alta resistência e alto módulo de elasticidade, resultando em uma maior resistência ao cisalhamento e compressão, maior capacidade de temperatura de serviço, além de alto módulo de elasticidade e resistência [81].

Em geral, os compósitos de matriz metálica são materiais multifásicos nos quais partículas relativamente duras de cerâmica/óxido são adicionadas na matriz metálica, para melhorar o módulo de elasticidade e a tensão de escoamento da matriz. As partículas duras são o componente que suporta a carga na estrutura, e a matriz metálica tem a função de manter a estrutura unida e fornecer a tenacidade do material. Uma ampla gama de materiais, incluindo alumínio, titânio, cobre, níquel e ferro, têm sido utilizados como matriz, enquanto boretos, carbonetos, nitretos, óxidos e suas misturas, têm sido utilizados como materiais de reforço [82].

MMC são normalmente mais caros, pois exigem altas temperaturas e às vezes altas pressões para seu processamento. Entretanto, eles têm melhor estabilidade térmica, um requisito em aplicações onde o material é exposto a altas temperaturas [80].

Um dos maiores desafios ao se trabalhar com aços está em aumentar a resistência mecânica e reduzir a densidade. Compósitos de matriz metálica à base de ferro (Fe) e ligas como alumínio (Al), magnésio (Mg) e titânio (Ti), estão sendo estudadas como potencial projeto de materiais leves, pois permitem misturar fases leves e rígidas com matrizes de aço fortes, dúcteis e resistentes [83].

Os aços inoxidáveis duplex são membros de destaque da família dos aços inoxidáveis, pois combinam as propriedades das fases austenítica e ferrítica, apresentando assim alta resistência à corrosão, boa resistência mecânica e ductilidade [23]. Entretanto, é relatado que as ligas convencionais de AID possuem resistência inferior ao desgaste e sofrem considerável perda de resistência mecânica em altas temperaturas, portanto a adição de uma fase de endurecimento à matriz deste aço pode melhorar significativamente seu desempenho ao formar um novo material com propriedades físicas e mecânicas aprimoradas [23,84].

Uma abordagem promissora para melhorar as propriedades em altas temperaturas, bem como as propriedades mecânicas, de desgaste e corrosão do AID é reforçá-lo com partículas de cerâmica [23].

O crescente uso de aço inoxidável como matriz no processamento de materiais compósitos é resultado de suas excelentes propriedades, incluindo alto módulo de elasticidade, estabilidade térmica, resistência mecânica e resistência ao desgaste

[84]. A capacidade de serem aprimorados pela adição de partículas de reforços pode expandir suas aplicações para as indústrias aeroespacial, biomédica e outras de alta tecnologia. Os reforços mais comuns para matriz de aço inoxidável incluem carbonetos (SiC, TiC, WC) [22], nitretos (TaN, TiN) [21], boretos (TiB, TiB₂, WB), óxidos metálicos (Al₂O₃) [19,20] e fibras de carbono [84].

Segundo Oke *et al.* [23], cerâmicas à base de boretos e de carbonetos são candidatos potenciais para o reforço em compósitos de matriz de aço inoxidável devido à sua excelente dureza e estabilidade com a matriz de aço, além disso, a adição de óxidos e boretos ao aço inoxidável duplex foram utilizados para ativar a sinterização e melhorar o processo de densificação do compósito, auxiliando no fechamento de poros residuais e aumentando a ductilidade.

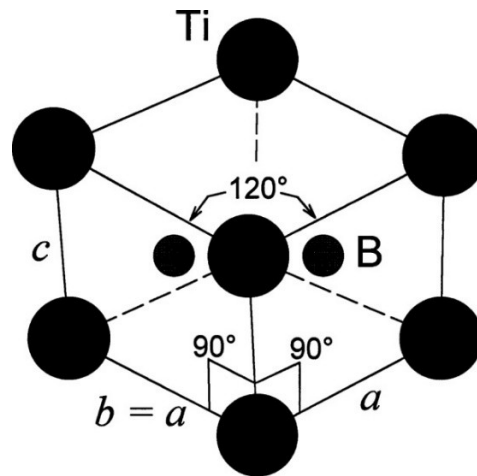
Oke *et al.* [21] estudaram a influência da temperatura e do tempo de sinterização por plasma na microestrutura, corrosão e desgaste do aço inoxidável duplex UNS S32205 reforçado com 5% de TiN de tamanho nanométrico. O estudo revelou que a densidade e a dureza aumentaram e o percentual de fase austenítica diminuiu com aumento da temperatura e tempo de sinterização. Também foi possível detectar a presença de nitretos de cromo.

Reforços como o TiN, TiB₂ e c-BN são atraentes devido a suas propriedades incomuns como alta dureza, alta resistência a temperaturas elevadas, boa estabilidade termodinâmica com aço e boa condutividade térmica, tornando possível seu uso em diversas aplicações a altas temperaturas [23].

3.7.2 Diboreto de titânio - TiB₂

O diboreto de titânio (TiB₂) é conhecido como um material cerâmico de alta dureza, alto ponto de fusão, boa condutividade térmica, estabilidade química e alta resistência ao desgaste [85,86]. Além disso, possui alto módulo de elasticidade (565 GPa), baixa densidade (4,25 g/cm³) e estrutura hexagonal (Figura 18), que promove uma forte coesão interfacial entre as partículas de Fe e TiB₂ [83,87].

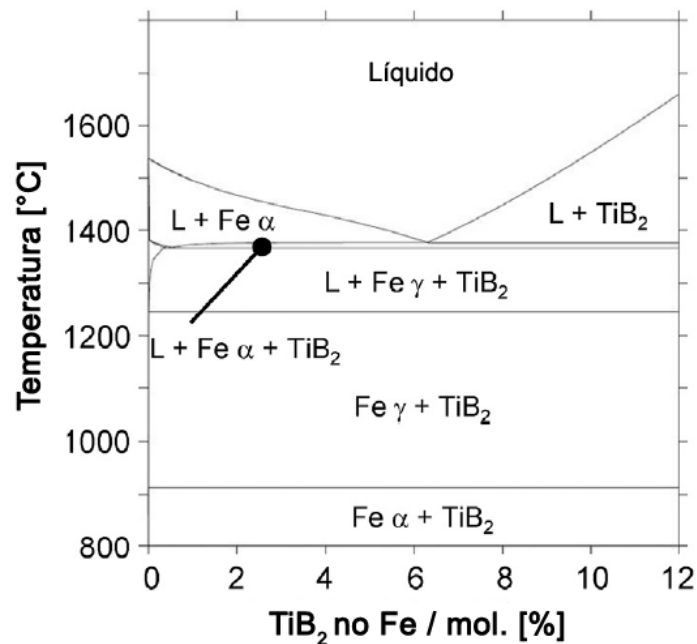
Figura 18 - Estrutura cristalina hexagonal do TiB_2 .



Fonte: [87].

É apresentado na Figura 19 o diagrama de fases calculado para o sistema pseudo-binário Fe- TiB_2 . É possível obter tanto ligas hipoeutéticas como hipereutéticas.

Figura 19 - Diagrama pseudo-binário Fe- TiB_2 .



Fonte: Adaptado de [83].

Tjong e Lau [88] estudaram compósitos com matriz do aço AISI 304L reforçado com partículas de TiB_2 (5 - 20 vol%). Eles relataram que a adição de partículas de TiB_2 melhora a resistência mecânica, resistência ao desgaste, dureza e a tenacidade do composto dos aços inoxidáveis sinterizados. A tensão de escoamento e a dureza do compósito aumentou com o aumento do volume de TiB_2 .

Li *et al.* [89] utilizaram a técnica *spark plasma sintering* (SPS) para síntese do compósito de matriz de aço inoxidável austenítico reforçado com TiB_2 , e relataram uma densidade relativa máxima de 98,6% após a sinterização por 5 min a 1050 °C.

Sulima *et al.* [90] estudaram a microestrutura de um compósito de aço inoxidável AISI 316L reforçado com TiB_2 fabricados por sinterização SPS e HP-HT (*high pressure - high temperature*), e constataram que as diferentes técnicas de sinterização têm efeito importante sobre as mudanças na microestrutura dos compósitos, resultando na presença de diferentes fases, de diferentes tamanhos e morfologia. Além disso, os materiais apresentaram alto grau de consolidação e uma distribuição homogênea de TiB_2 na matriz de aço. Foi observada uma fase de cromo-ferro-níquel nas amostras sinterizadas por HP-HT, e a presença de boretos complexos e fase de cromo-ferro nos compósitos sinterizados por SPS.

AlMangour *et al.* [84] analisaram o efeito do tratamento pós processamento da liga $\text{TiB}_2/316\text{L}$ preparada através de manufatura aditiva por fusão seletiva a laser. Foi constatado que as peças fabricadas continham partículas de TiB_2 uniformemente dispersas dentro da matriz, e o pós-tratamento eliminou efetivamente as rachaduras principais e a alta porosidade interna. Os mesmos autores também confirmaram em outro trabalho [91] a excelente resistência ao escoamento em temperatura ambiente e em alta temperatura para o mesmo compósito.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

Foram utilizadas tiras do aço inoxidável *lean* duplex UNS S32304 com espessura de 1,8 mm e 72,0 mm de largura. As tiras foram produzidas pelo processo de laminação a quente seguido de tratamento térmico a 1050 °C e resfriamento ao ar.

Na Tabela 2 é apresentada a composição química do material, obtida através de fluorescência de raios X (FRX) em um espectroscópio Shimadzu, modelo EDX-720, pertencente ao laboratório de Engenharia Ambiental da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). Foi utilizado padrão interno e realizada a calibração da máquina antes das medidas.

Tabela 2 - Composição química do aço inoxidável duplex UNS S32304 (% massa).

Cr	Ni	Mn	Cu	Mo
22,9 (7)	3,6 (1)	1,38 (2)	0,37 (5)	0,24 (2)

Nota: 22,9 (7) representa 22,9% ± 0,7%

Fonte: [Autor].

Para fabricação do pó do duplex foi utilizada a tecnologia *top-down*, que corresponde ao uso de ferramentas de fabricação controladas por parâmetros experimentais externos para criar estruturas com formas e características desejadas, partindo de dimensões maiores e reduzindo-as aos valores requeridos [92].

Neste trabalho foi utilizado o desbaste mecânico da chapa de aço, com uma fresa diamantada de raio submicrométrico, pressão de contato de 8×10^4 Pa em uma área de 10 mm², realizado no laboratório de Nanometria Fotônica, do Departamento de Engenharia Mecânica (DEM) da UFES. O pó produzido foi peneirado em peneiras de tela de aço inoxidável de abertura de 100, 53 e 38 µm, e pesado em balança de alta precisão (10^{-4} g) Sartorius® modelo TE214S, no *High Pressure Laboratory* (PRESLAB) do Departamento de Física da UFES.

Foi realizada uma análise qualitativa, por difração de raios X, do pó fabricado a partir da chapa do AID, a fim de identificar se ambas as fases, ferrita (α) e austenita (γ), se mantiveram presentes no pó. Foi utilizado um difratômetro de raios X da marca

Rigaku, numa geometria Bragg-Brentano e radiação Mo ($\lambda = 0,070930$ nm), com tensão de 40 kV e corrente de 20 mA, pertencente ao DEM, UFES.

O TiB₂ em pó utilizado neste trabalho, foi comprado junto à Sigma-Aldrich, possui um tamanho médio de partícula de 10 microns e 99% de pureza.

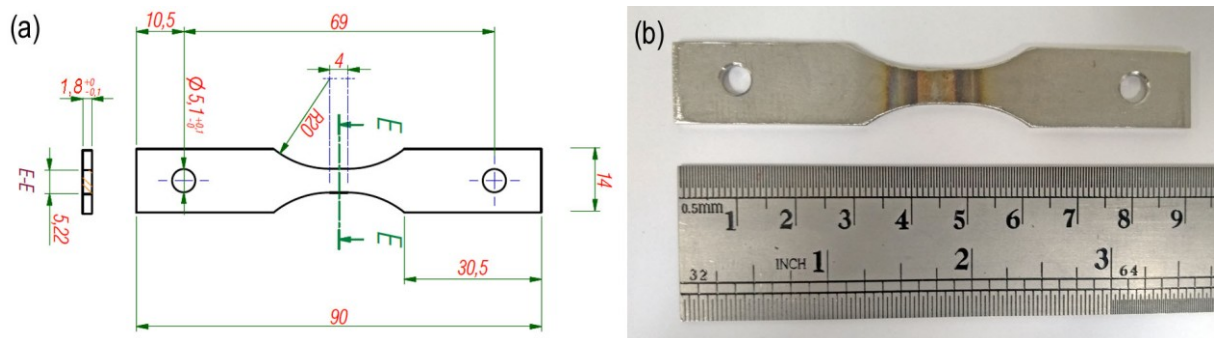
4.2 MÉTODOS

Este trabalho envolveu diferentes processos de soldagem, sendo o foco principal no estudo das amostras soldadas por processo TIG autógeno, e a fabricação do pó do aço UNS S32304 com dispersão de TiB₂. As diferentes etapas foram realizadas em laboratórios da Universidade Federal do Espírito (UFES), no Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM) em Campinas - SP, e no Instituto de Juntas e Soldagens (ISF) da Universidade RWTH em Aachen na Alemanha.

4.2.1 Preparação e usinagem dos corpos de prova

Os corpos de prova (CP) foram confeccionados de diferentes maneiras. Os que seriam soldados pelo processo TIG, foram cortados na dimensão de 50 x 72 mm, e após a soldagem foram enviados juntos com as demais chapas para serem usinados para atender às especificações do simulador termomecânico Gleeble[®]. As chapas já soldadas, com 100 x 72 mm, foram desbastadas lateralmente para atingir a dimensão de 90 x 14 mm em um centro de usinagem da marca Romi, modelo D600, os furos foram realizados em furadeira de coluna manual da marca Kone, modelo KM32, e o raio foi usinado em uma fresadora ferramenteira da marca WMW. O corte, usinagem e furação dos CP foram realizadas no Laboratório de Tecnologia Mecânica do DEM, UFES. A Figura 20 exhibe as dimensões e um CP soldado por processo TIG já usinado. Esta geometria do corpo de prova assegura que as falhas ocorram na seção de teste (área reduzida), e garante o alinhamento adequado do corpo de prova durante o ensaio de tração através de pinos [93].

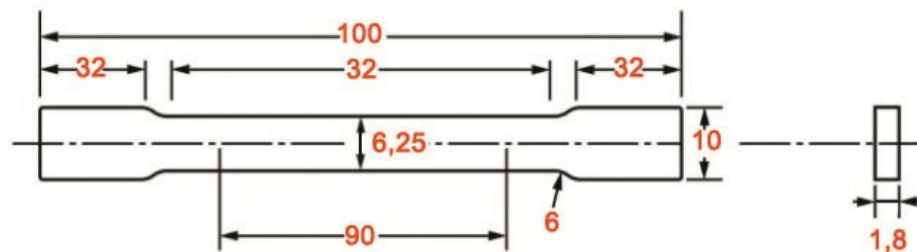
Figura 20 - Corpo de prova: (a) dimensões [mm] e (b) soldado por processo TIG.



Fonte: [Autor].

Os corpos de prova utilizados na soldagem a laser foram usinados de acordo com a norma ASTM A370 “*Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products*” [94]. Eles seguiram as dimensões “*subsize*” das amostras de ensaio de tensão retangular (Figura 21).

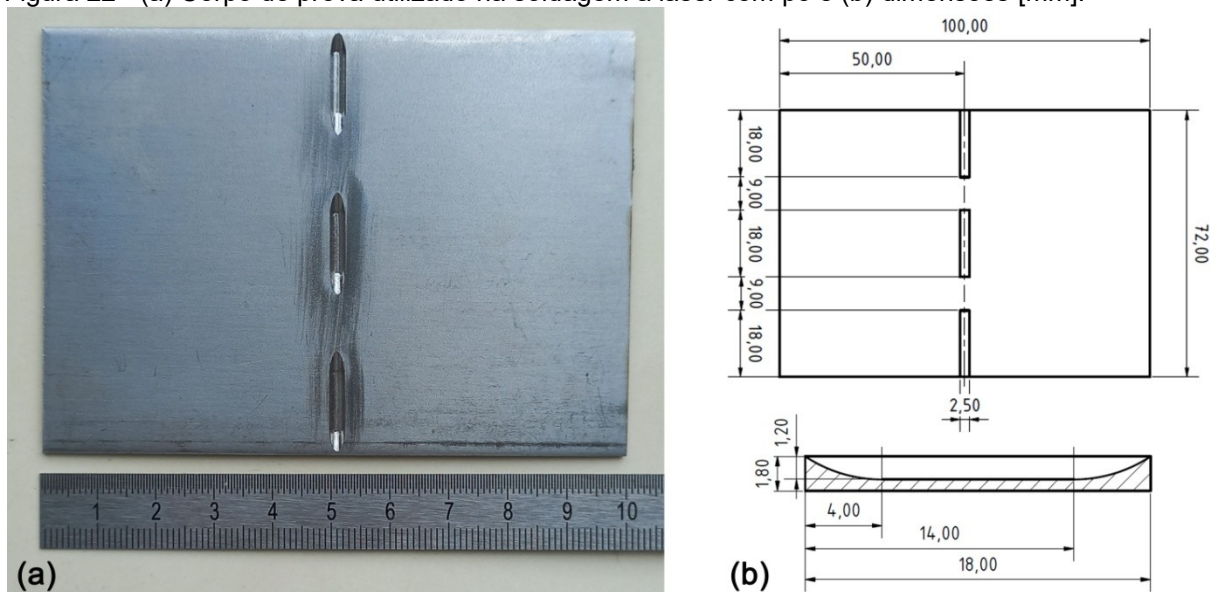
Figura 21 – Dimensões [mm] do corpo de prova de acordo com a ASTM A370.



Fonte: Modificado de [94].

Chapas cortadas com dimensões de 100 x 72 mm² foram utilizadas para soldagem com material de adição. Nelas foram usinados os chanfros utilizados para deposição do pó na soldagem a laser, no centro de usinagem do Instituto de Juntas e Soldagens (ISF) da Universidade RWTH em Aachen, na Alemanha. A Figura 22 apresenta a chapa usinada com três chanfros de dimensões 2,5 x 18 x 1,2 mm³.

Figura 22 - (a) Corpo de prova utilizado na soldagem a laser com pó e (b) dimensões [mm].



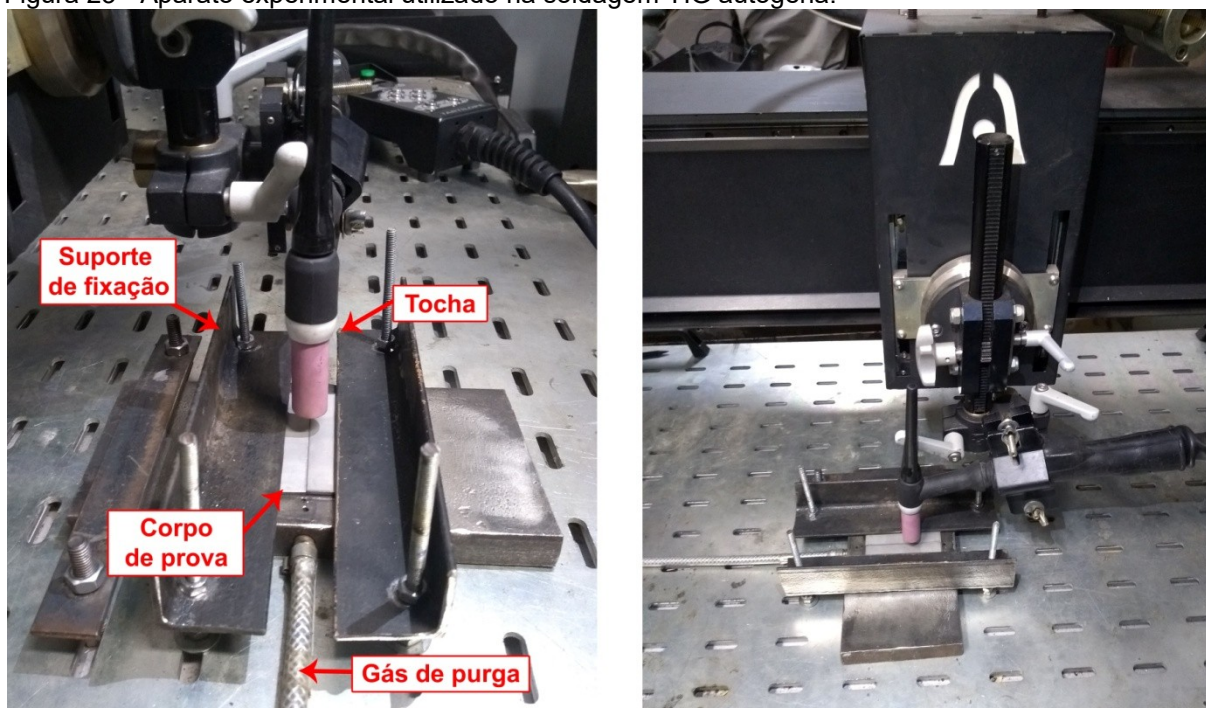
Fonte: [Autor].

4.2.2 Soldagem TIG

A soldagem TIG das chapas foi do tipo união de topo através do processo autógeno, realizadas no laboratório de soldagem do DEM da UFES, com utilização da máquina de solda Digiplus A7 da IMC Soldagem. Um sistema da SPS - Sistemas e Processos de Soldagem, modelo MCS 2000, permitiu o suporte e a movimentação da tocha, com controle automático de altura do arco (AVC) através do monitoramento da tensão de soldagem, referenciado por valor pré-estabelecido. Foi utilizado um sistema de aquisição dos sinais de soldagem da IMC Soldagem que possibilita o acompanhamento em tempo real da soldagem e, através da aquisição desses sinais, uma avaliação das condições e/ou instabilidades do ensaio realizado.

As chapas soldadas foram retiradas do suporte de fixação somente após atingirem a temperatura ambiente, para evitar variação da taxa de resfriamento de um corpo de prova para outro, o que poderia interferir no balanço microestrutural do aço. As temperaturas foram coletadas por um pirômetro Fluke 574 - 3V. O aparato experimental utilizado na soldagem TIG se encontra na Figura 23.

Figura 23 - Aparato experimental utilizado na soldagem TIG autógena.



Fonte: [Autor].

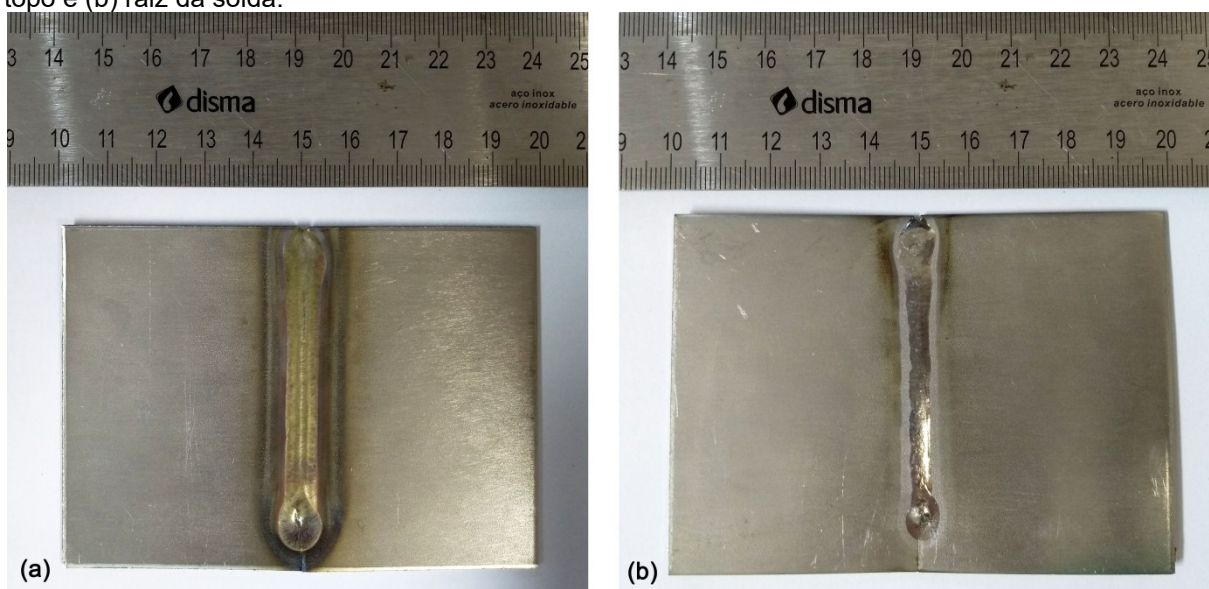
Utilizou-se corrente pulsada com polaridade direta, gás de proteção com uma mistura de argônio (Ar) e 2% de nitrogênio (N₂) com vazão de 10 L/min e gás de purga com uma mistura de Ar e 10% de N₂ com mesma vazão, com o intuito de proteger a poça de fusão contra oxidação e evitar as perdas de N₂ na raiz da solda. O eletrodo utilizado foi de tungstênio dopado com 2% de tório e afiado a 60°. Os demais parâmetros utilizados na soldagem TIG estão expostos na Tabela 3. A dimensão final dos corpos de prova soldados foi de 100 x 72 mm² (Figura 24).

Tabela 3 - Parâmetros utilizados na soldagem TIG autógena.

Corrente média	143 A
Corrente de base	106 A
Corrente de pico	180 A
Tensão média	13 V
Velocidade	37 cm/min
Tempo de pico	8,3 ms
Tempo de base	8,3 ms

Fonte: [Autor].

Figura 24 - Chapas do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas pelo processo TIG autógeno: (a) topo e (b) raiz da solda.



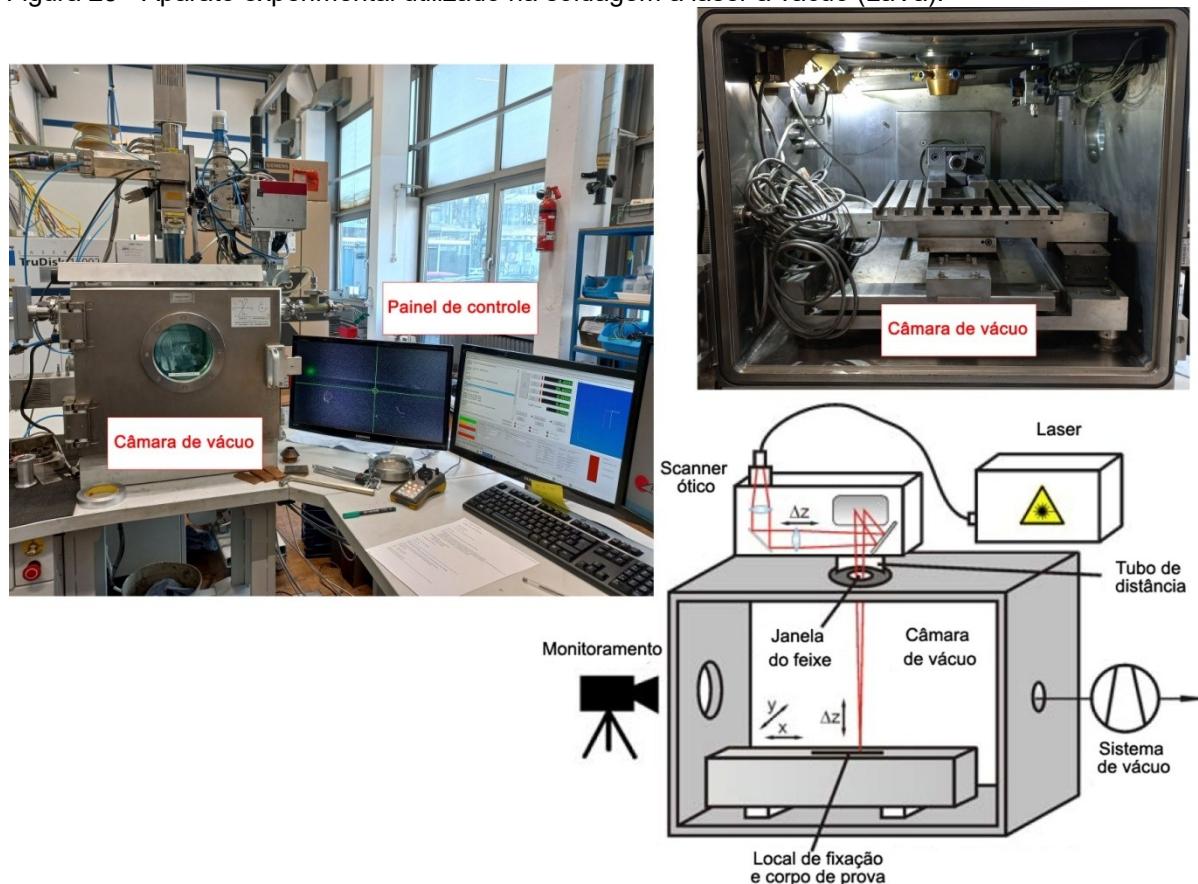
Fonte: [Autor].

4.2.3 Soldagem a laser

O processo a laser foi utilizado na soldagem autógena das chapas do UNS S32304 e na soldagem da mesma chapa com pó como material de adição. Essa etapa foi realizada no ISF, RWTH na Alemanha.

Foi utilizada a máquina de soldagem a laser a vácuo FOCUS LaVa L95, com sistema CNC com programação por código G, câmara de vácuo 500 x 500 x 400 mm³ e regulagem de pressão de 1 mbar a 100 mbar. Como gerador de feixe, foi utilizado o laser Multimodo da Trumpf, modelo TruDisk 16002, que possui comprimento de onda de 1030 nm, potência máxima disponível de 16000 W e diâmetro de fibra de 200 µm. A máquina possui um colimador óptico IPG modelo D50 de 200 mm, com comprimento do foco de 400 mm e diâmetro resultante de 400 µm. A proteção da janela é realizada através do sistema OptiShield, que foi desenvolvido no ISF. O aparato experimental utilizado está exibido na Figura 25.

Figura 25 - Aparato experimental utilizado na soldagem a laser a vácuo (LaVa).



Fonte: [Autor].

Para todos os processos realizados com a soldagem a laser a pressão da câmara foi de 1 mbar, o gás de proteção utilizado foi argônio com vazão de 0,5 l/min, e a soldagem foi realizada sem oscilação. Os parâmetros utilizados na soldagem a laser autógena do aço UNS S32304 estão descritos na Tabela 4.

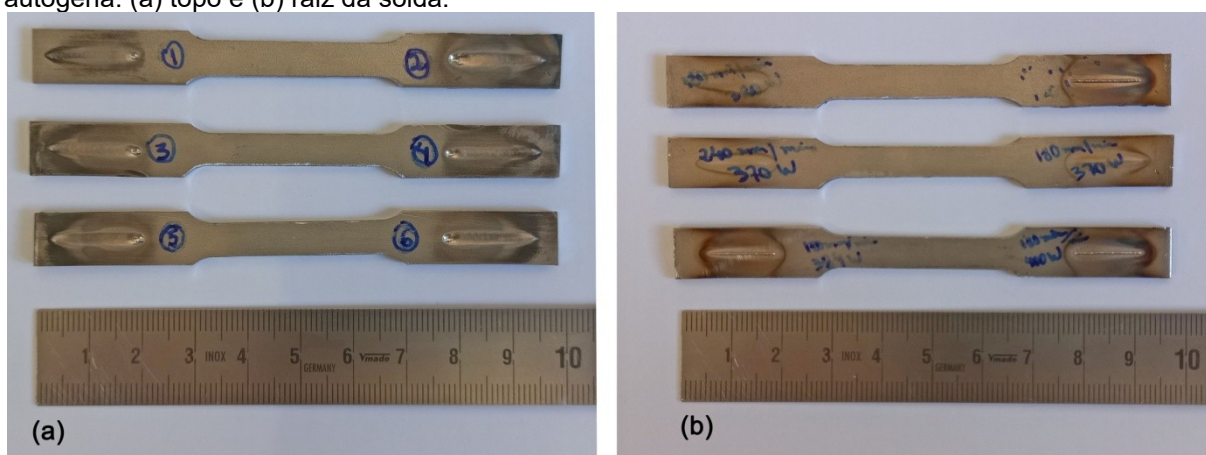
Tabela 4 - Parâmetros utilizados na soldagem a laser autógena do aço UNS S32304.

Pressão da câmara	1 mbar
Potência	420 W
Velocidade	300 mm/min
Distância focal do feixe	0

Fonte: [Autor].

Chapas do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado pelo processo laser a vácuo autógeno são exibidos na Figura 26.

Figura 26 - Corpos de prova do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldados a laser de forma autógena: (a) topo e (b) raiz da solda.



Fonte: [Autor].

Devido à limitação de chapas e pó para soldagem com material de adição, inicialmente foram realizados testes utilizando o aço inoxidável austenítico AISI 316L. Esses testes foram importantes para verificar a real viabilidade da soldagem com o pó, bem como realizar um estudo da influência dos parâmetros na qualidade da solda. Para este material, o processo envolveu três etapas de *baking* e posteriormente a soldagem (fusão completa do material). A etapa de *baking* consiste em um preaquecimento indireto do material, ou seja, com uma determinada distância focal de incidência entre o feixe e a peça, de modo que o calor atinja indiretamente a peça e provoque o derretimento do material de enchimento, neste caso o pó. Apenas na etapa de soldagem é que ocorre a incidência direta do calor sobre a peça, e, portanto, a fusão completa do material de enchimento e da chapa.

Os parâmetros utilizados nas soldagens do aço AISI 316L estão descritos na Tabela 5. Além disso, foi adotado um *slope* de 2 mm no início e final de cada etapa do processo, de modo que a potência do feixe do laser aumentasse e diminuísse gradualmente, atingindo a profundidade total do chanfro de forma mais suave, e conseqüentemente uma melhor qualidade da solda.

Tabela 5 - Parâmetros utilizados na soldagem a laser com material de adição para o aço AISI 316L.

	Baking	Soldagem
Pressão da câmara	1 mbar	1 mbar
Potência	320 W	420 - 700 W
Velocidade	450 mm/min	180 - 300 mm/min
Distância focal do feixe	25 mm	0

Fonte: [Autor].

Após o estudo e constatação da viabilidade do processo de soldagem a laser a vácuo na soldagem com pó como material de adição utilizando o AISI 316L, foram realizadas as soldagens com o aço UNS S32304 como metal base, e como material de adição os pós 100% de UNS S32304, UNS S32304 + 5% TiB₂ e UNS S32304 + 10% TiB₂ (Tabela 6).

Tabela 6 - Identificação dos corpos de prova soldados a laser de acordo a dispersão de TiB₂.

Identificação	Condição experimental
0% TiB ₂	Soldada com pó 100% UNS S32304
5% TiB ₂	Soldada com pó UNS S32304 + 5% TiB ₂
10% TiB ₂	Soldada com pó UNS S32304 + 10% TiB ₂

Fonte: [Autor].

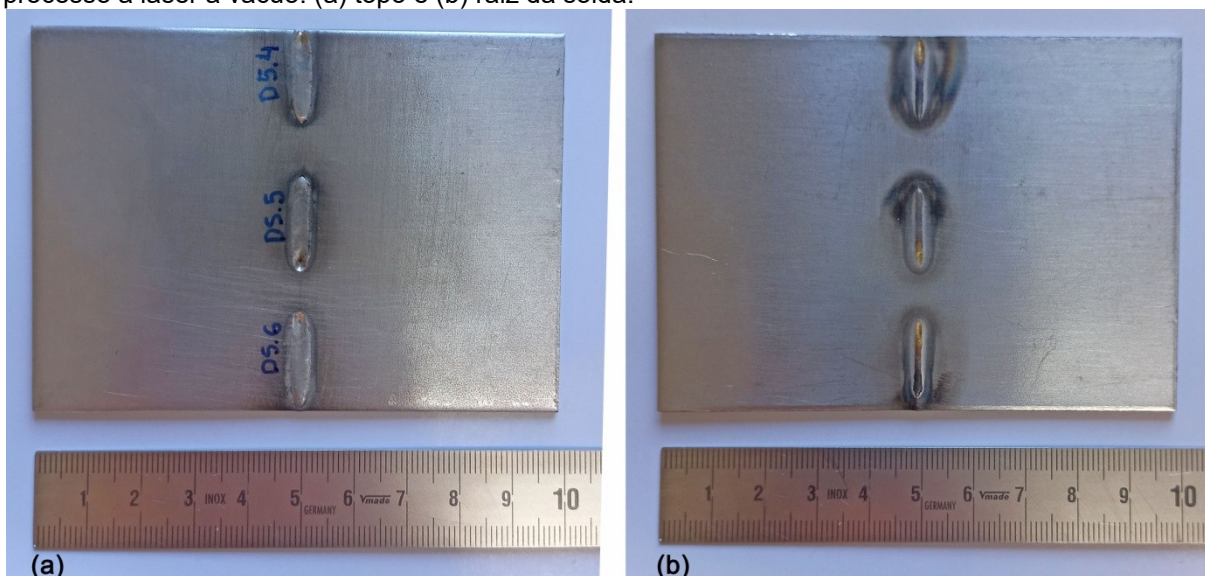
Para o AID, foram necessárias seis etapas sequenciais de *baking* e uma etapa final de soldagem. Os parâmetros utilizados estão na Tabela 7. Neste caso, também foi utilizado o *slope* de 2 mm no início e final de cada etapa da soldagem. São apresentadas na Figura 27 as chapas soldadas com esses parâmetros.

Tabela 7 - Parâmetros utilizados na soldagem a laser com material de adição para o aço inoxidável duplex UNS S32304.

	<i>Baking</i>	Soldagem
Pressão da câmara	1 mbar	1 mbar
Potência	320 W	550 W
Velocidade	300 mm/min	180 mm/min
Distância focal do feixe	25 mm	0

Fonte: [Autor].

Figura 27 - Corpo de prova do aço UNS S32304 soldado com pó como material de adição pelo processo a laser a vácuo: (a) topo e (b) raiz da solda.



Fonte: [Autor].

4.2.4 Tratamento térmico

Tratamentos isotérmicos foram realizados a fim de recuperar algumas características perdidas nas amostras submetidas ao processo de soldagem TIG autógeno. Os tratamentos ocorreram em forno tipo mufla programável, na região de gradiente de ± 2 °C, com precisão de ± 5 °C, todos com duração de 8 horas com subsequente resfriamento em ar, no PRESLAB na UFES. Os tratamentos térmicos foram realizados nas temperaturas de 600 °C, 650 °C, 700 °C e 750 °C [95]. A Tabela 8 apresenta as condições de tratamento térmico e nomenclatura utilizadas neste trabalho para cada condição soldada pelo processo TIG autógeno.

Tabela 8 - Identificação dos corpos de prova segundo as condições experimentais para soldagem TIG

Identificação	Condição experimental
Solda	Apenas soldada
Solda + 600	Soldada e tratada a 600 °C
Solda + 650	Soldada e tratada a 650 °C
Solda + 700	Soldada e tratada a 700 °C
Solda + 750	Soldada e tratada a 750 °C

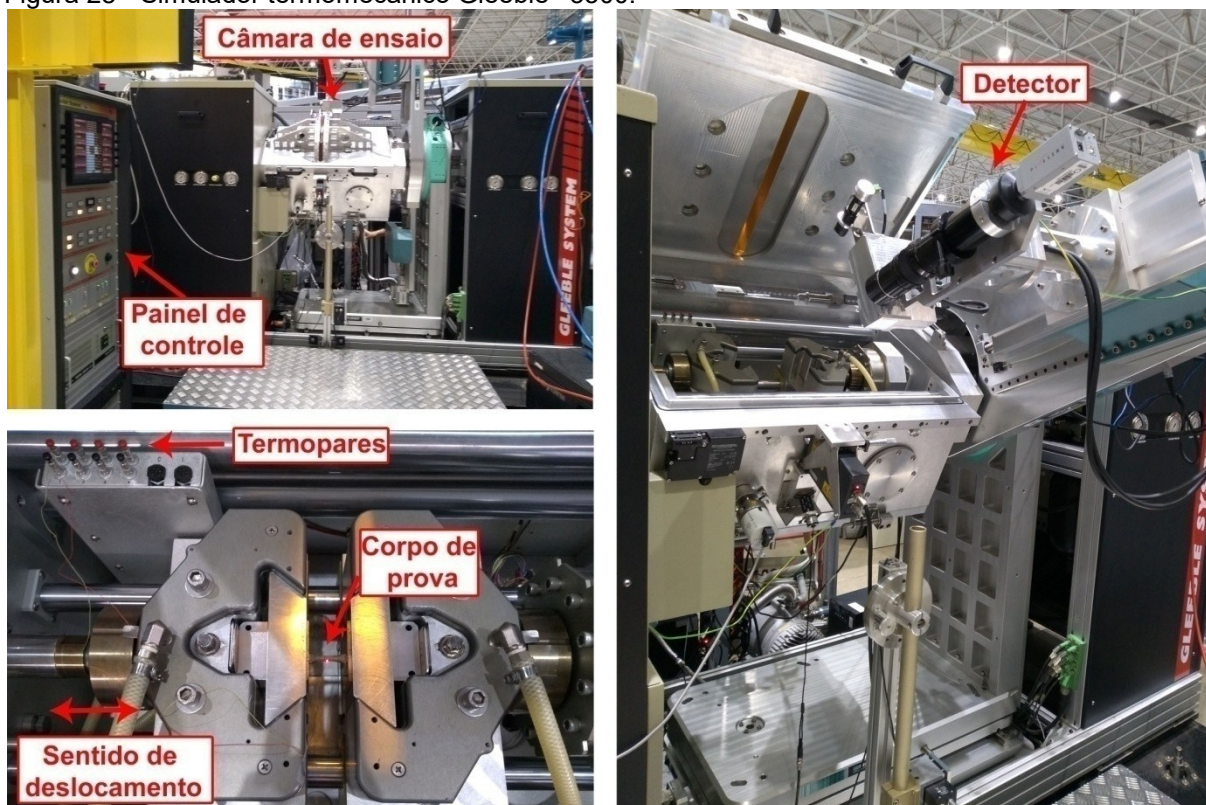
Fonte: [Autor].

4.2.5 Ensaio mecânico das amostras soldadas pelo processo TIG

Simulações físicas são capazes de replicar condições reais em laboratório através da combinação de ciclos mecânicos e térmicos, permitindo simular condições de processamento de materiais. As amostras soldadas pelo processo TIG autógeno foram ensaiadas em um simulador termomecânico Gleeble[®] modelo 3500 instalado na linha XTMS do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) no CNPEM.

Os corpos de prova foram montados dentro da câmara de ensaio bombeada a vácuo, com pressão mínima de 10^{-2} Torr. O simulador possui sistema hidráulico com capacidade de carga de 100 kN em tração com resolução de 0,1 kN. A tração foi aplicada ao longo da direção de laminação com uma taxa de deformação de 10^{-4} s⁻¹. O aparato experimental utilizado está exibido na Figura 28.

Figura 28 - Simulador termomecânico Gleeble® 3500.



Fonte: [Autor].

4.2.6 Caracterização microestrutural

As amostras encaminhadas para caracterização microestrutural foram preparadas no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) do DEM, UFES.

Os corpos de provas foram cortados em cortadeira de precisão Minitom da marca Struers e embutidos em baquelite em embutidora metalográfica Arotec, modelo PRE 30Mi, para deixar as superfícies da amostra planas e paralelas, evitar abaulamento e facilitar o manejo durante o polimento e as análises seguintes.

O procedimento de preparação das amostras envolveu as etapas de lixamento, com lixas de granulometrias de 180, 220, 320, 500, 800 e 1200 mesh, polimento com alumina de 1 μ m e de ataque químico por imersão com Behara (HCl + H₂O + metabissulfito de potássio) por 15 minutos. As amostras analisadas no laboratório de metalografia do ISF, RWTH, foram atacadas com reagente V2A-Beize (H₂O + HCL + HNO₃ + Vogels Sparbeize) seguido de cozimento.

Para analisar as regiões soldadas, antes e após o ensaio de tração, foram obtidas imagens com o microscópio estéreo Zeiss, modelo Discovery V12, pertencente ao Laboratório de Caracterização de Superfícies de Materiais do DEM, UFES.

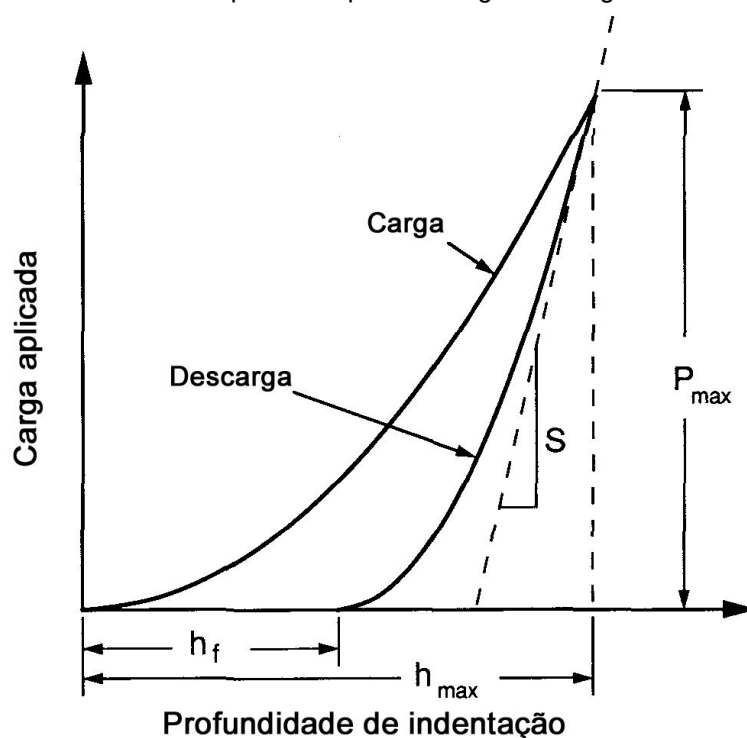
Para caracterização metalográfica, foi utilizado microscópio óptico digital (MO), pertencente ao TRICORRMAT, microscópio eletrônico de varredura (MEV) Zeiss Evo, com detector EDS Oxford X-Man^N, pertencente ao Instituto Federal do Espírito Santo (IFES), microscópio Keyence laser confocal VK-X1000 pertencente ao ISF, RWTH, e microscópio eletrônico de varredura FEI[®], modelo Quanta 650FEG, pertencente ao Laboratório Nacional de Nanotecnologia - LNNano (CNPEM), usado para realizar a análise de difração de elétrons retroespalhados (*Electron BackScatter Diffraction - EBSD*), com o sistema Oxford. Os mapeamentos foram obtidos com uma área de 1500 x 1500 μm^2 e um tamanho de passo de 0,1 μm . A preparação das amostras foi realizada por técnicas padrão e o pós-processamento foi feito utilizando o *software* HKL Oxford.

Para as amostras soldadas pelo processo TIG autógeno, foram realizadas medidas do perfil de microdureza em um microdurômetro Pantec, modelo HXD - 1000TM pertencente ao TRICORRMAT, segundo a norma NM ISO 6507:2008, com carga de 1006 gf (10 N), partindo do centro da zona fundida (ZF) em direção ao metal base (MB). Também foram realizadas medidas de microdureza em cada fase individualmente (ferrita e austenita) utilizando microscópio *Dynamic Ultra Micro Hardness Tester* da Shimadzu, modelo DUH-211S pertencente ao IFES, com carga de 1 gf (0,01 N) no MB e 2 gf (0,02 N) na ZF e com 10 indentações distribuídas aleatoriamente ao longo de cada fase.

Para as amostras soldadas a laser com material de adição, foram realizados ensaios de indentação instrumentada com a finalidade de avaliar a influência do TiB_2 no comportamento mecânico do material. No ensaio de indentação instrumentada é utilizada uma carga dinâmica que aumenta linearmente com o tempo, o que permite acompanhar de forma simultânea a força aplicada e a profundidade de penetração na amostra, resultando no estudo das propriedades mecânicas superficiais em função do tempo. O resultado dos ensaios é exibido a partir das curvas de carga aplicada versus profundidade de penetração (Figura 29), e a partir destas curvas é

calculada a dureza utilizando o modelo de Oliver e Pharr [96], com os penetradores de pontas piramidais, determinando-se as áreas de contato sem necessidade de medida ótica, como nas medidas de dureza convencional. A dureza (H) é calculada a partir da equação (11), onde P_{max} é a carga máxima de indentação e A é a área projetada da impressão do indentedor no material. Foi utilizado um medidor de indentação instrumentado, Anton Paar, modelo Step 700 - *Surface Testing Platform*, com indentador Vickers com ponta de diamante e carga de 1 N, pertencente ao Centro de Pesquisa, Inovação e Desenvolvimento (CPID).

Figura 29 - Curva de carregamento versus profundidade de penetração no ensaio de indentação instrumentada, onde P_{max} é a carga máxima aplicada, h_{max} o deslocamento do indentedor para carga máxima, h_f é a profundidade final da impressão após descarga e S a rigidez inicial de descarga.



Fonte: Adaptado de [96].

$$H = \frac{P_{max}}{A}. \quad (11)$$

4.2.7 Quantificação de fases das amostras soldadas pelo processo TIG

Uma forma simples, que não requer domínio do operador e é não destrutiva, para quantificar fases pode ser desenvolvida por meio do processamento digital de

imagens. A área da metalografia quantitativa aplicada às ciências dos materiais utiliza essa técnica para caracterização de frações de fases, tamanho de grãos, determinação de distribuição de inclusões, entre outros parâmetros que influenciam nas propriedades dos materiais [97]. A utilização de programas computacionais minimiza erros relacionados à determinação manual e diminui o tempo de análise. Neste trabalho foi utilizado o programa ImageJ para desenvolver um processamento digital das imagens obtidas pelos microscópios.

O ImageJ é um programa de processamento de imagens de domínio público desenvolvido pelo *National Institute of Health* (NIH - EUA). Possui código aberto, possibilitando que a comunidade de usuários desenvolva complementos e modificações de acordo com suas necessidades. Pode calcular estatísticas de área e pixel de seleções definidas pelo usuário [98].

Foi utilizado o FIJI para quantificar o percentual de fases, que é um pacote de processamento de imagens do ImageJ, que reúne plugins que facilitam a análise científica de imagens, incluindo o plugin *Trainable Weka Segmentation* (TWS).

Para utilização do TWS, foi atualizado o programa para versão mais recente, e adicionado os bancos de dados do “*BioVoxxel*” e “*ImageScience*” para ativar filtros “*Sobel Filter, Hessian, Gabor, Structure e Neighbors*”. Foi retirado o background das imagens para melhorar o contraste entre as fases, através da função “*Image calculator*” depois de aplicar o “*Gaussian Blur*” em uma imagem duplicada da original. Foram feitas análises de 4 imagens para cada condição estudada e calculada a média e o desvio padrão. Toda a metodologia desenvolvida e utilizada neste trabalho para quantificação de fases através no *software* ImageJ está descrita no APÊNDICE - Tutorial ImageJ para quantificação de fase e tamanho de grão.

Além disso, para quantificação de fases, também foram realizadas medidas de permeabilidade magnética, utilizando um ferritoscópio Fischer modelo FMP30 calibrado, a fim de confirmar a quantificação da fase ferrítica.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 AMOSTRAS SOLDADAS POR PROCESSO TIG

5.1.1 Microscopia

A Figura 30 apresenta a microscopia óptica do metal base (MB) das amostras soldadas por processo TIG autógeno do AID UNS S32304: sem tratamento térmico (Solda) e com subsequentes tratamentos térmicos a 600 °C (Solda + 600), 650 °C (Solda + 650), 700 °C (Solda + 700) e 750 °C (Solda + 750). A microestrutura dos aços inoxidáveis duplex é bem definida, apresentando os grãos alongados na direção de laminação e intercalados entre a ferrita e a austenita. Os grãos mais escuros correspondem à matriz ferrítica e os mais claros à fase austenítica. Não foi possível perceber alteração microestrutural nem a presença de fases deletérias com aumento da temperatura de tratamento térmico através das imagens de MO.

Figura 30 - Metal base do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado por processo TIG: região escura ferrita e região clara austenita. Ataque Behara. Microscopia óptica.

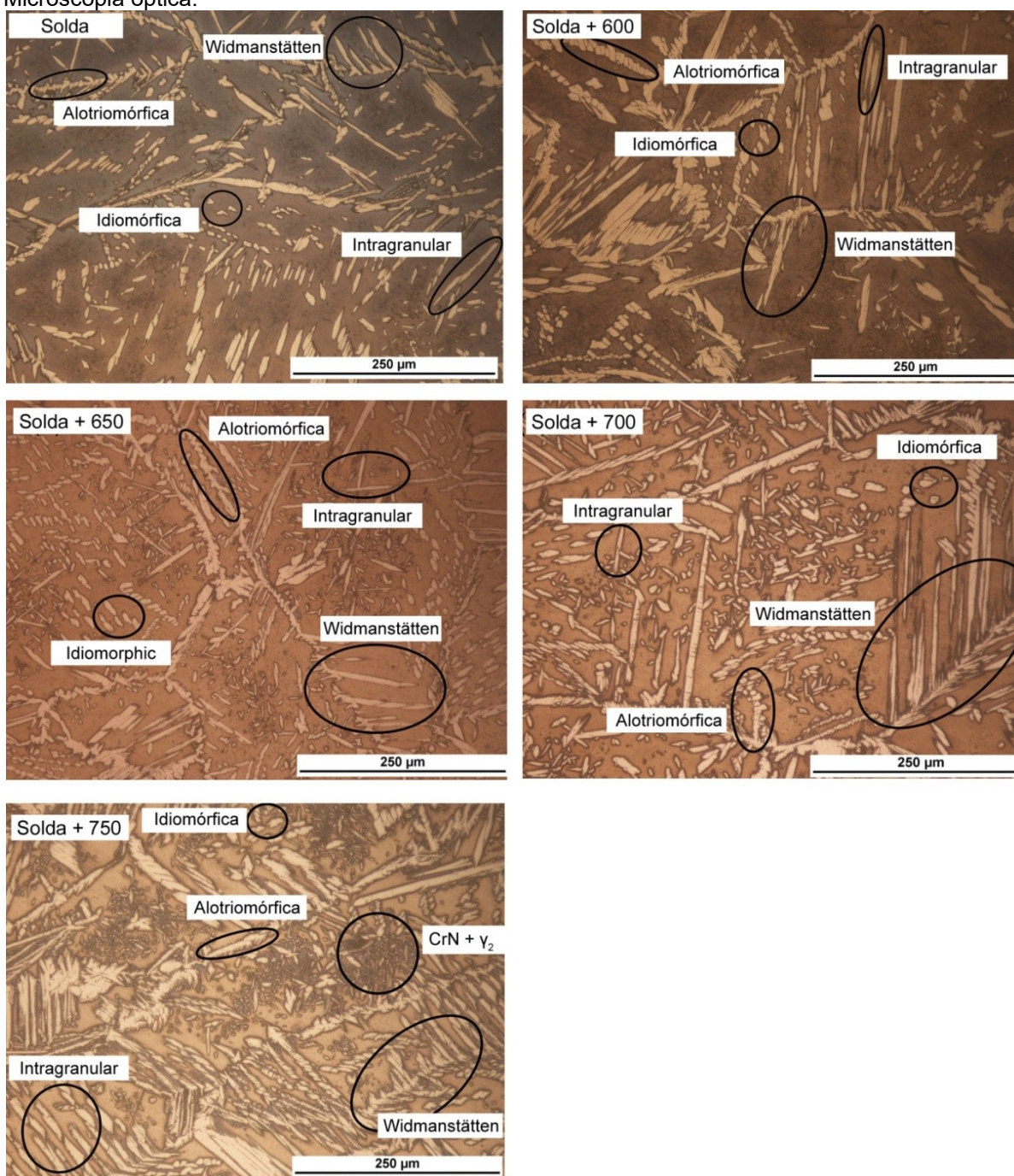


Fonte: [Autor].

A Figura 31 apresenta a zona fundida (ZF) das amostras soldadas por processo TIG autógeno do AID UNS S32304. É possível observar a evolução das microestruturas com o aumento da temperatura de tratamento térmico. A ZF difere do MB devido às altas taxas de resfriamento do processo de soldagem, que favorece o aparecimento das diferentes morfologias da austenita [25], destacadas na imagem. E ainda é possível avaliar qualitativamente que o aumento da temperatura promoveu o

crescimento e a junção dos grãos austeníticos (grãos mais claros), particularmente para a temperatura de 750 °C, o que condiz com o diagrama Fe-C. Essa modificação afeta as propriedades mecânicas do AID, pois o tamanho e a forma dos grãos têm um impacto direto nos mecanismos dinâmicos de movimentos das discordâncias [99], que modifica a curva de encruamento do material.

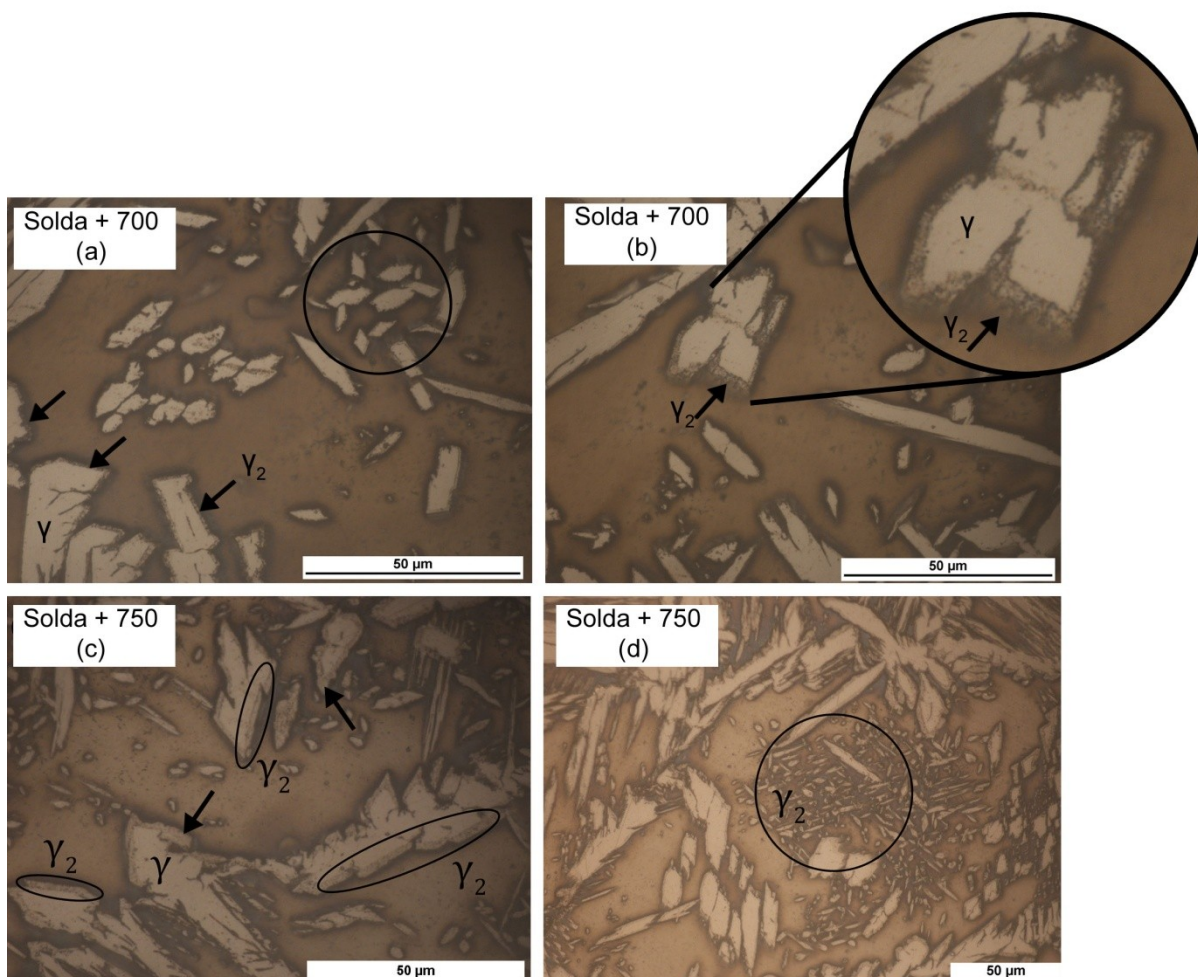
Figura 31 - Zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado por processo TIG: região escura ferrita e região clara austenita, destacando as morfologias da austenita. Ataque Behara. Microscopia óptica.



Fonte: [Autor].

Um nível significativo de austenita secundária (γ_2) foi encontrado nas amostras tratadas termicamente a 700 °C e 750 °C, Figura 32. A austenita secundária não foi observada nas amostras tratadas termicamente a 600 °C e 650 °C.

Figura 32 - Zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado por processo TIG com subsequente tratamento térmico a (a) e (b) 700 °C (Solda + 700), e (c) e (d) 750 °C (Solda + 750), destacando a austenita secundária (γ_2). Ataque Behara. Microscopia óptica.

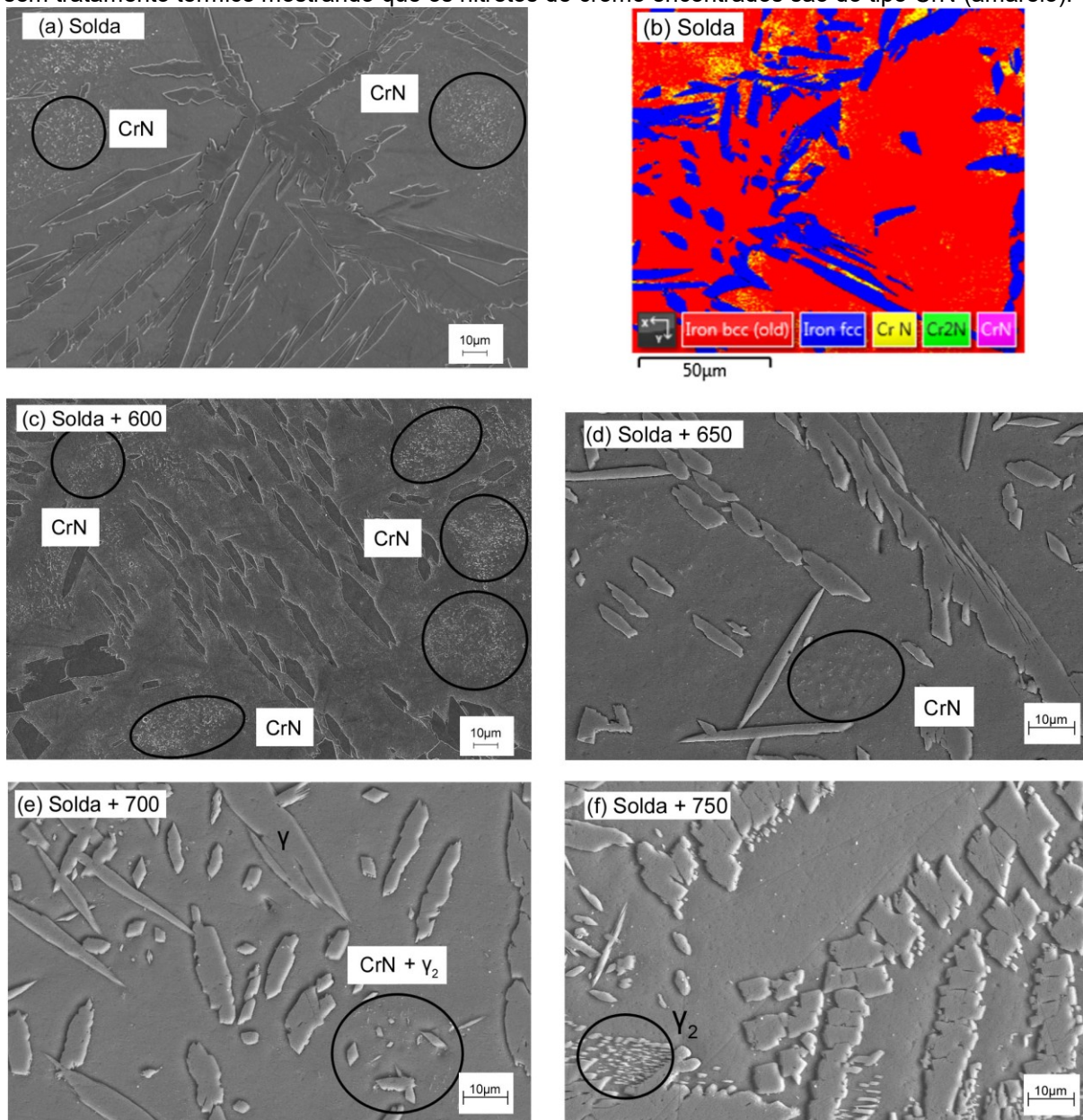


Fonte: [Autor].

A γ_2 observada é formada por dois mecanismos diferentes: no interior dos grãos ferríticos, associados aos nitretos de cromo intragranulares pré-existentes, e formadas a partir de austenitas pré-existentes (γ) na interface ferrita/austenita [13]. Os dois tipos de austenita foram possíveis de ser identificadas devido à coloração diferente que apresentam após o ataque químico, e devido à formação de um degrau entre a γ e a γ_2 (destacado na Figura 32 com uma seta), conforme reportado na literatura [16]. Assim, foi possível identificar quando as austenitas intragranulares eram primárias ou secundárias, como destacado na figura.

Imagens obtidas através de microscopia eletrônica, Figura 33, mostraram a presença de precipitados na matriz ferrítica. Esses precipitados são consequência do processo de soldagem autógena, onde o aumento da temperatura seguido de resfriamento relativamente rápido provoca: uma elevada quantidade de ferrita; modificação da quantidade de austenita formada, que se distancia do valor de equilíbrio; e modificação no conteúdo de nitrogênio, que não consegue chegar até a austenita, se precipitando na ferrita como nitreto de cromo [16,25].

Figura 33 - (a), (c) até (e) MEV da zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304, destacando a precipitação de nitretos de cromo (CrN) e austenita secundária (γ_2). (b) EBSD da amostra soldada sem tratamento térmico mostrando que os nitretos de cromo encontrados são do tipo CrN (amarelo).



Fonte: [Autor].

Durante o resfriamento a partir do campo ferrítico, ocorre uma competição entre a formação da austenita e a precipitação do nitreto de cromo. Se a quantidade de austenita formada for próxima do valor de equilíbrio, praticamente todo o nitrogênio está dissolvido nela, portanto, a quantidade de nitreto de cromo na ferrita é praticamente nula. No entanto, se a precipitação da austenita for retardada ou impedida, como por exemplo, com as altas taxas de resfriamento do processo de soldagem, a ferrita torna-se supersaturada em nitrogênio, precipitando como nitreto de cromo [13]. Por serem ricos em Cr, os nitretos podem provocar um empobrecimento desse elemento ao redor da sua região de precipitação, reduzindo a resistência à corrosão desses locais [25].

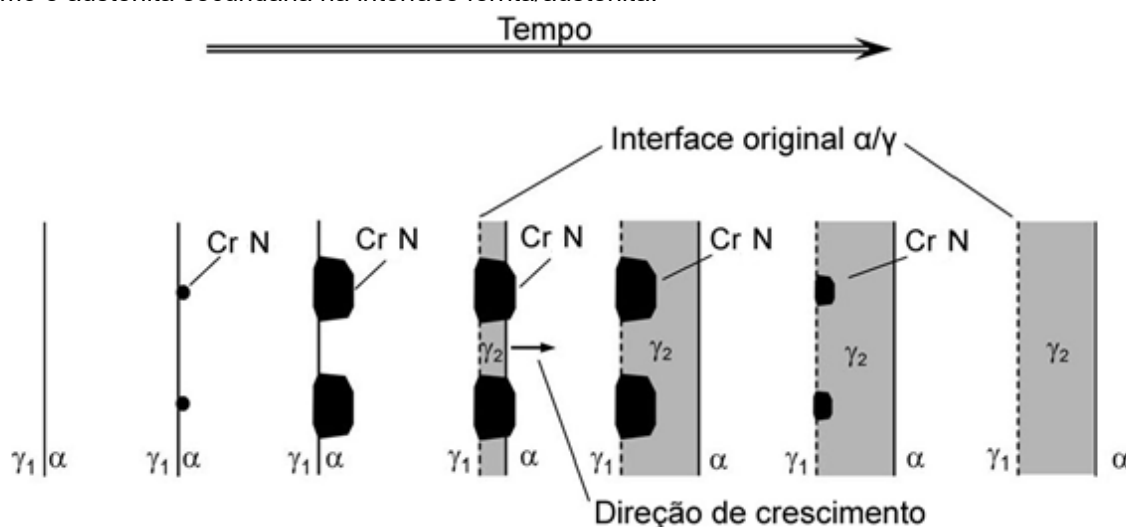
A análise de EBSD realizada para a ZF da amostra soldada sem tratamento térmico, Figura 33(b), confirmou a ocorrência e o tipo de nitreto de cromo encontrado, que foi observado anteriormente usando MO e MEV. A análise indicou que os nitretos de cromo são do tipo CrN (ICSD #53146), e quantificou o conteúdo desses nitretos em $(4 \pm 2)\%$. Em comparação com o conteúdo de N no MB (aproximadamente 0,1% em massa), foi observado um incremento de CrN na ZF como consequência do gás de proteção utilizado na soldagem TIG autógena, que continha 2% de N_2 e do gás de purga, com 10% de N_2 .

A partir da temperatura de tratamento térmico de 650 °C a precipitação de CrN começou a reduzir, possivelmente os precipitados começaram a se dissolver. E para as temperaturas de 700 °C (Solda + 700) e 750 °C (Solda + 750) foi possível perceber que as colônias de CrN diminuíram ou sumiram em relação às demais condições. Isto pode ser justificado pelo aumento na formação da γ_2 , conforme destacado na Figura 32.

O mecanismo de formação da γ_2 a partir da precipitação de CrN é explicado na literatura [16]. Os autores propõem um mecanismo de precipitação cooperativa entre CrN e γ_2 nas interfaces α/γ , conforme é exibido na Figura 34. De acordo com esse mecanismo, durante a exposição a altas temperaturas tem-se a precipitação de CrN na interface α/γ , que cresce para dentro da ferrita empobrecendo a vizinhança em Cr, Mo e V (elementos estabilizadores da ferrita). Devido à difusividade do N, o seu suprimento para formação destes precipitados tem origem na formação da ferrita.

Assim, a ferrita ao redor dos nitretos fica empobrecida em elementos ferritizantes e enriquecida em elementos austenitizantes. Com o suprimento do N, elemento fortemente estabilizador da austenita, tem-se as condições favoráveis para o crescimento da austenita, na forma de austenita secundária (γ_2). Após algum tempo os CrN deixam de crescer e a γ_2 continua a crescer sozinha [16].

Figura 34 - Representação esquemática do mecanismo de precipitação cooperativa de nitretos de cromo e austenita secundária na interface ferrita/austenita.



Fonte: Adaptado de [16].

Contudo, nem todos os CrN darão origem a partículas de γ_2 , muitos se dissolverão antes que isso aconteça, e essa dissolução garante o suprimento de N que será empregado na precipitação da γ_2 intragranular conforme destacado na Figura 32.

Na literatura [100] foi confirmado que a γ_2 tem uma concentração significativamente menor de Cr, Mo e N em comparação a austenita primária. Sendo assim, embora esta fase contribua para um aumento da ductilidade do material [6], a presença da γ_2 por si só pode ser responsável por reduzir o índice de resistência à corrosão por pites (PREN) do AID, reduzindo as propriedades de resistência à corrosão [6,13,100], conforme explicado no item 3.1.1. Adiciona-se aqui que, quando o CrN se precipita cooperativamente, o efeito deletério é ainda maior [5,6,7,100].

Apesar dos precipitados (γ_2 e CrN) terem sido revelados através da MO, MEV e EBSD, a análise realizada através do EDS não mostrou variações percentuais significativas na composição química de nenhuma condição estudada. Foram feitas

5 medidas por ponto (*spot*) para cada fase, calculado a média e o desvio padrão. Os valores encontrados estão expostos na Tabela 9.

Tabela 9 - Percentual médio da composição química por fase, para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas por processo TIG autógeno, obtido por EDS.

Condição	Fase	% Fe	% Cr	% Ni	% Mn	% Si	% Cu
Solda	Austenita	70,3 (1)	23,1 (3)	3,9 (3)	1,6 (2)	0,5 (1)	0,6 (1)
	Ferrita	70,2 (3)	23,3 (3)	3,9 (3)	1,4 (1)	0,5 (1)	0,6 (1)
Solda + 600	Austenita	70,6 (2)	23,2 (3)	3,8 (3)	1,5 (2)	0,4 (1)	0,4 (1)
	Ferrita	70,1 (3)	23,4 (4)	3,8 (3)	1,6 (2)	0,4 (1)	0,7 (1)
Solda + 650	Austenita	70,5 (2)	23,4 (4)	3,8 (3)	1,6 (2)	0,4 (1)	0,4 (1)
	Ferrita	70,3 (3)	23,3 (3)	3,8 (3)	1,6 (2)	0,4 (1)	0,7 (1)
Solda + 700	Austenita	70,0 (5)	23,5 (5)	3,9 (3)	1,6 (2)	0,5 (1)	0,6 (2)
	Ferrita	70,5 (4)	23,4 (4)	3,6 (2)	1,5 (1)	0,5 (1)	0,6 (1)
Solda + 750	Austenita	70,4 (4)	23,0 (3)	4,2 (6)	1,6 (2)	0,5 (1)	0,4 (1)
	Ferrita	70,2 (2)	23,6 (6)	3,8 (2)	1,5 (1)	0,4 (1)	0,6 (1)

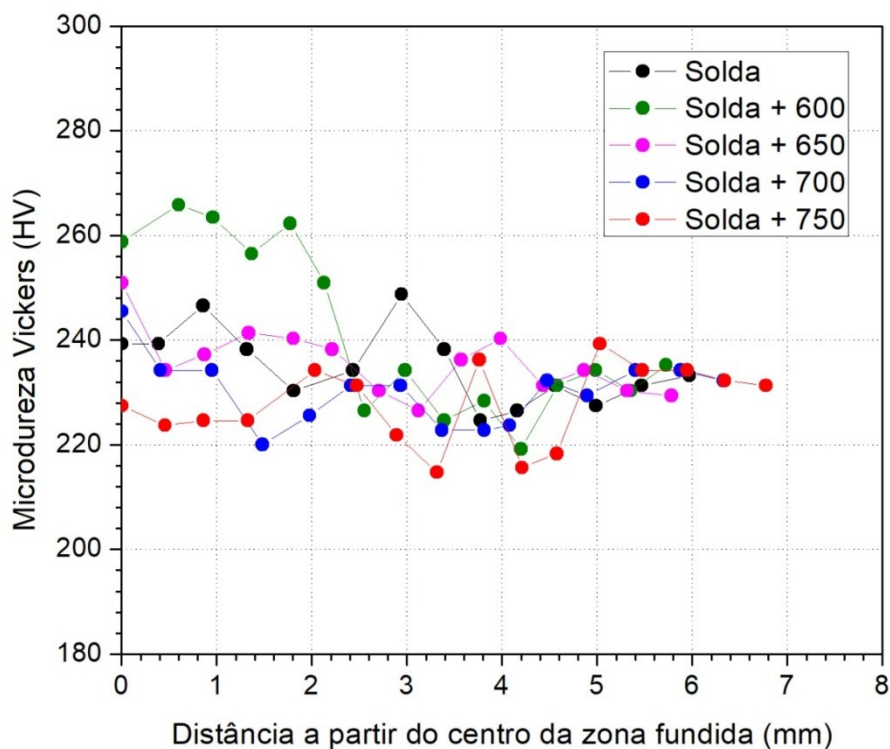
Fonte: [Autor].

5.1.2 Microdureza Vickers

A medida de microdureza fornece uma visão qualitativa das mudanças microestruturais que ocorrem no material [101]. É apresentado na Figura 35 o perfil de microdureza Vickers obtido a partir do centro do cordão de solda (ZF) em direção ao MB para todas as condições estudadas. Foi encontrado um erro percentual médio de 11% para essas medidas. A confiabilidade dessas medidas está relacionada à influência de ambas as fases durante o ensaio. Como o objetivo era medir as duas fases de forma simultânea, foi utilizada uma alta carga (1006 gf), entretanto, como as fases ferrita e austenita possuem características diferentes, uma fase pode ter interferido mais do que a outra durante cada ponto medido, o que justifica o erro de 11%.

De modo geral, é possível observar o aumento da dureza com a proximidade à ZF do material em relação ao metal base, que ocorre devido aos seguintes fatores: (a) tensões induzidas pelo aquecimento; (b) compressão da região durante o resfriamento no processo de soldagem [5] e (c) devido à presença do nitrogênio, que aumenta a dureza em ambas as fases [101].

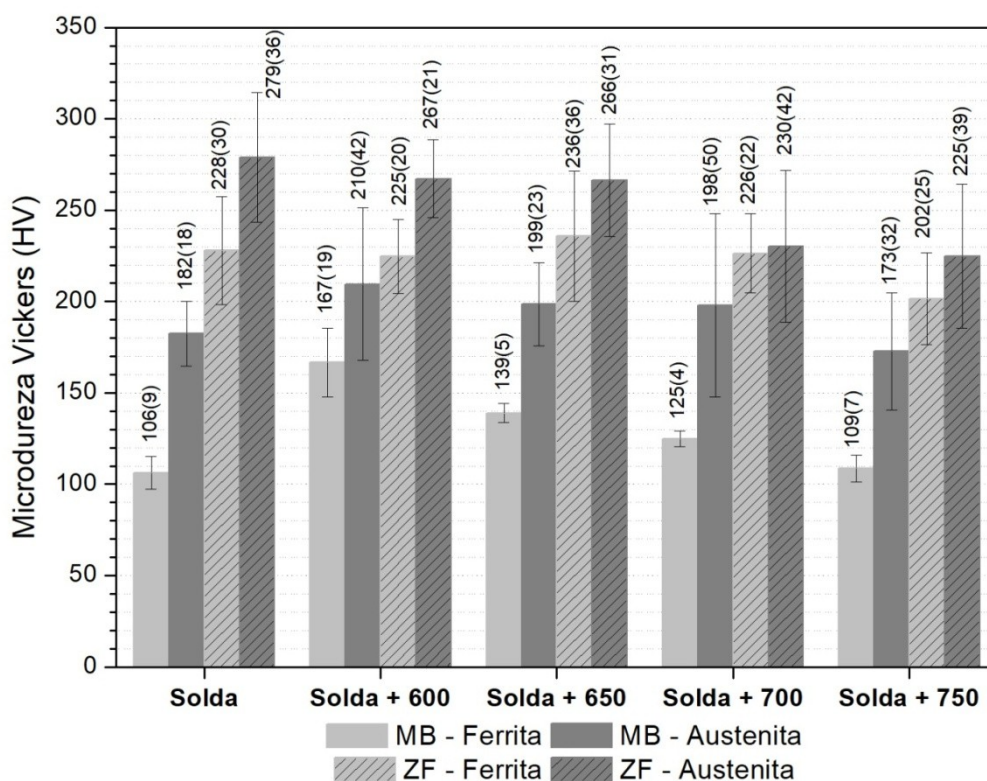
Figura 35 - Perfil de microdureza Vickers para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas por processo TIG autógeno. Carga de 1006 gf.



Fonte: [Autor].

Posteriormente foram realizadas medidas de microdureza por fase (Figura 36), utilizando uma carga menor, para verificar as mudanças microestruturais individuais com o aumento da temperatura. Foram feitas 10 medidas em cada fase, e para essas medidas foi utilizado o critério de Chauvenet, que utiliza a razão entre o desvio individual e desvio padrão para eliminar valores duvidosos. Os valores expostos representam a dureza média para cada fase em cada região, e a barra de erros equivale ao desvio padrão.

Figura 36 - Microdureza Vickers por fase para as diferentes condições estudadas do aço inoxidável duplex UNS S32304 no metal base (1 gf) e na zona fundida (2 gf).



Fonte: [Autor].

O aumento da dureza observado na Figura 35 para ZF em relação ao MB também ocorreu na análise individual de cada fase em todas as condições (Figura 36).

Em geral, a fase austenítica apresenta maior dureza do que a ferrítica, o que segundo a literatura [5,101] é justificado pela presença do nitrogênio, já que essa fase pode dissolver cerca de cinco vezes mais nitrogênio do que a ferrita, como consequência de seu arranjo cristalino e parâmetros de rede.

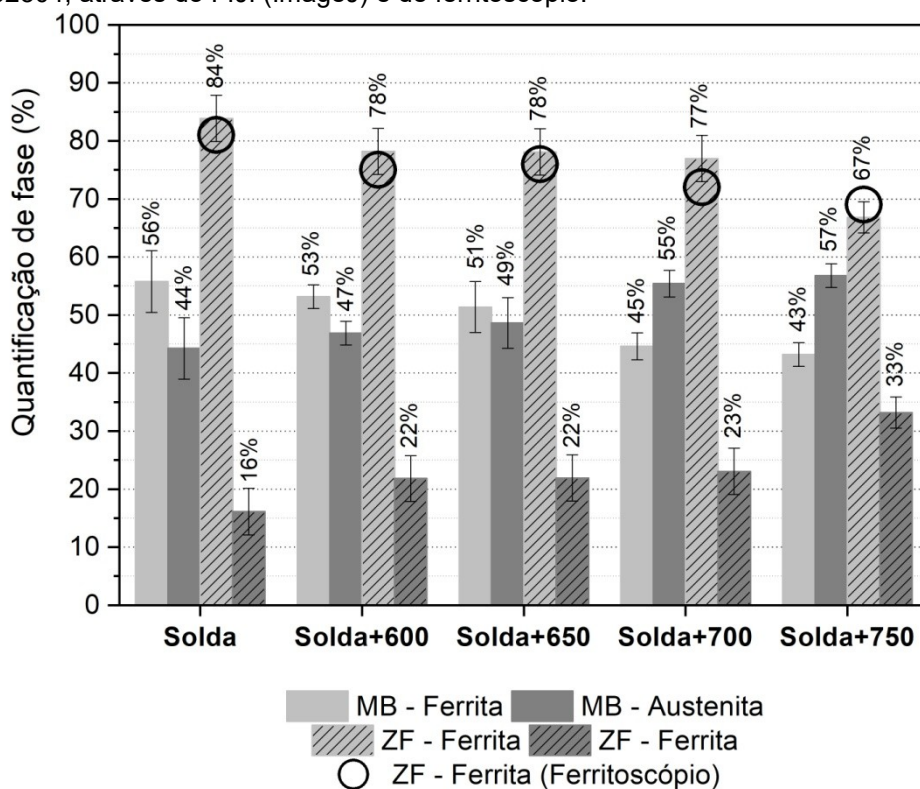
Devido ao baixo teor de nitrogênio na ferrita, como pode ser observado na Figura 6, dois mecanismos são responsáveis pelo endurecimento da fase ferrita na ZF: o endurecimento por solução sólida substitucional e o endurecimento devido à presença de precipitados de CrN [101]. Essa descrição está de acordo com a Figura 36, já que foi comprovada a grande incidência de CrN especialmente na amostra soldada com subsequente tratamento térmico a 600 °C (Figura 33), condição que apresentou maior dureza para fase ferrítica. O aumento da dureza na ferrita do MB das amostras soldadas e tratadas a 600 °C e 650 °C pode indicar a presença de segundas fases, apesar de não ter sido observado nas análises por MO e MEV.

5.1.3 Processamento e análise de imagens

A partir das imagens obtidas por MO, foi realizada a quantificação do teor das fases ferrítica e austenítica no MB e ZF de todas as condições estudadas, utilizando o *software* FIJI (ImageJ).

Na Figura 37 é apresentado o percentual encontrado para cada fase, em cada região, com a variação da temperatura de tratamento térmico nas amostras soldadas por processo TIG autógeno. E também traz os resultados obtidos das medidas de permeabilidade magnética na ZF realizadas com ferritoscópio, que corroboram com os valores percentuais encontrados para fase ferrítica pelo processamento de imagens (máximo 5% de incerteza).

Figura 37 - Quantificação percentual das fases em cada condição estudada do aço inoxidável duplex UNS S32304, através do FIJI (ImageJ) e de ferritoscópio.



Fonte: [Autor].

Foi observado que o aumento da temperatura do tratamento térmico influencia a fração percentual da fase austenítica no MB e na ZF. No MB a fração é 44% no caso da amostra sem tratamento térmico (equivalente à condição como recebida). E

quando amostra foi tratada termicamente a 750 °C, o percentual aumentou para 57%. O teor de fase austenítica na ZF mudou de 16% para a amostra soldada para 33% para a amostra soldada com tratamento térmico a 750 °C, o que está coerente à avaliação qualitativa feita a partir das imagens de MO (Figura 31).

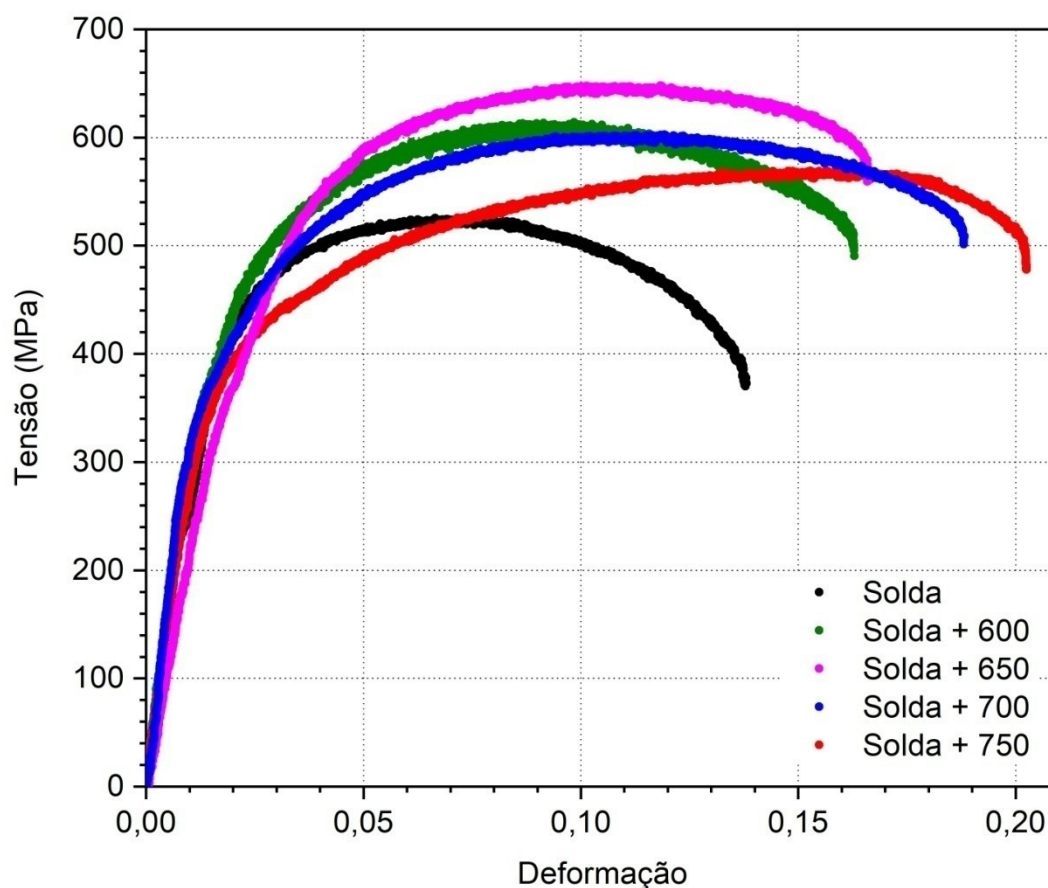
A variação aceitável no equilíbrio de fases para uma solda em um AID é maior que a do metal base. Se a tenacidade e a resistência à corrosão forem aceitáveis, uma faixa de 25 a 75% de ferrita pode oferecer as propriedades desejadas [10]. Entre as amostras analisadas apenas a tratada a 750 °C atende esta condição, entretanto, o equilíbrio de fases pode ser conseguido mediante o controle da taxa de resfriamento durante o processo de soldagem, que normalmente é elevada o suficiente para impedir a formação da austenita, assim como confirmado no estudo de [68], que comprovou que a diminuição na taxa de resfriamento no processo de soldagem de um AID aumenta o teor de austenita de forma significativa.

As amostras tratadas a 600 °C, 650 °C e 700 °C, não apresentaram variação percentual no conteúdo de fases, além disso, a análise da composição química (Tabela 9) também não mostrou variações significativas. Como não ocorreu nenhuma mudança na composição elementar da fase na região soldada, foi determinado que possíveis mudanças nas propriedades mecânicas estariam associadas a microestrutura.

5.1.4 Ensaio mecânico

O simulador termomecânico Gleeble[®] 3500 fornece os valores de tensão e deformação de engenharia. A Figura 38 exhibe as curvas obtidas para todas as amostras soldadas pelo processo TIG autógeno sem tratamento térmico (Solda), e com subsequente tratamento térmico a 600 °C (Solda + 600), 650 °C (Solda + 650), 700 °C (Solda + 700) e 750 °C (Solda + 750).

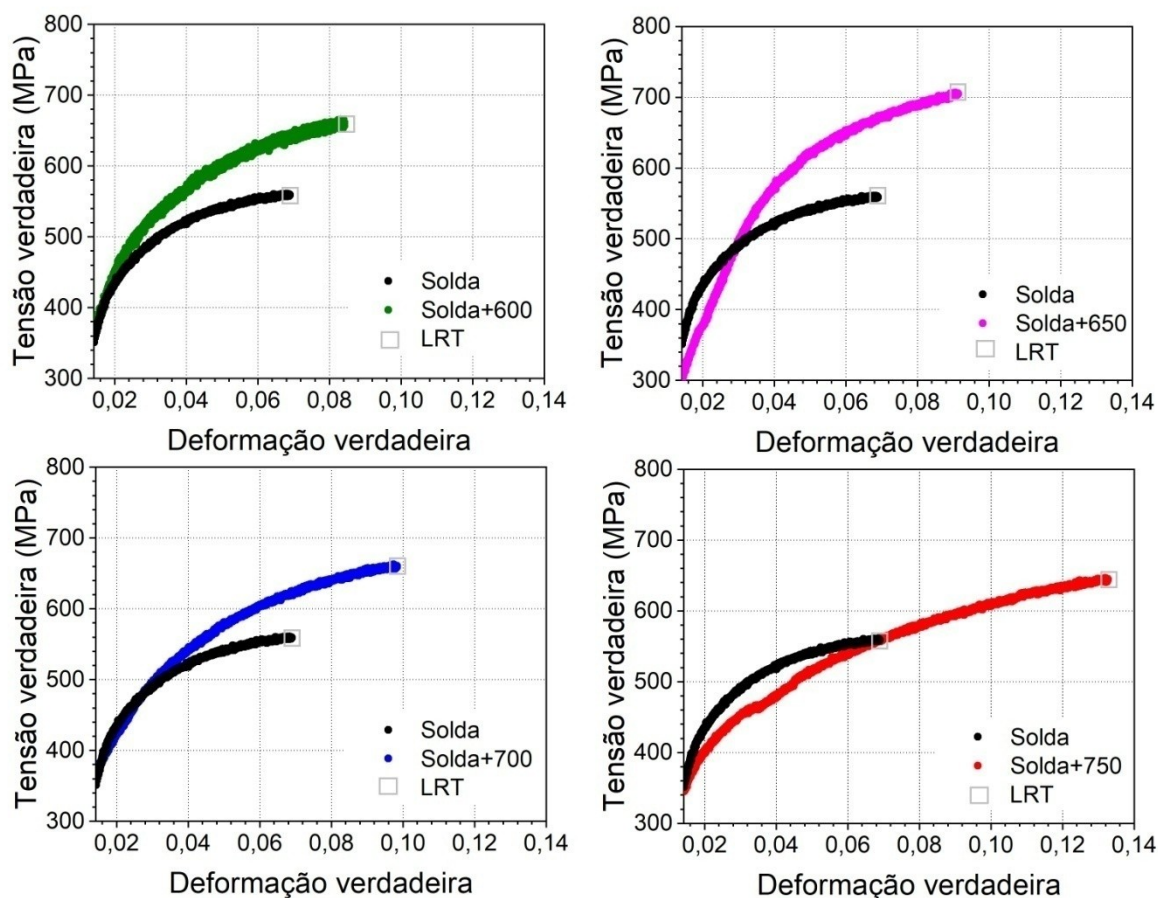
Figura 38 - Curvas tensão-deformação de engenharia das amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas por processo TIG autógeno e com subsequentes tratamentos térmicos.



Fonte: [Autor].

A curva tensão-deformação de engenharia não dá uma indicação verdadeira das características de deformação do metal porque ela é inteiramente baseada nas dimensões originais do corpo de prova, e essas dimensões mudam continuamente durante a deformação [36]. Sendo assim, a partir das curvas de engenharia foram encontradas as tensões de escoamento convencional (a partir de uma reta paralela à porção elástica na deformação de 0,2%) e o limite de resistência à tração (LRT) para cada condição analisada, e através das Equações (1) e (2), foi possível obter as curvas tensão verdadeira versus deformação verdadeira, também chamada de curva de encruamento do material (Figura 39).

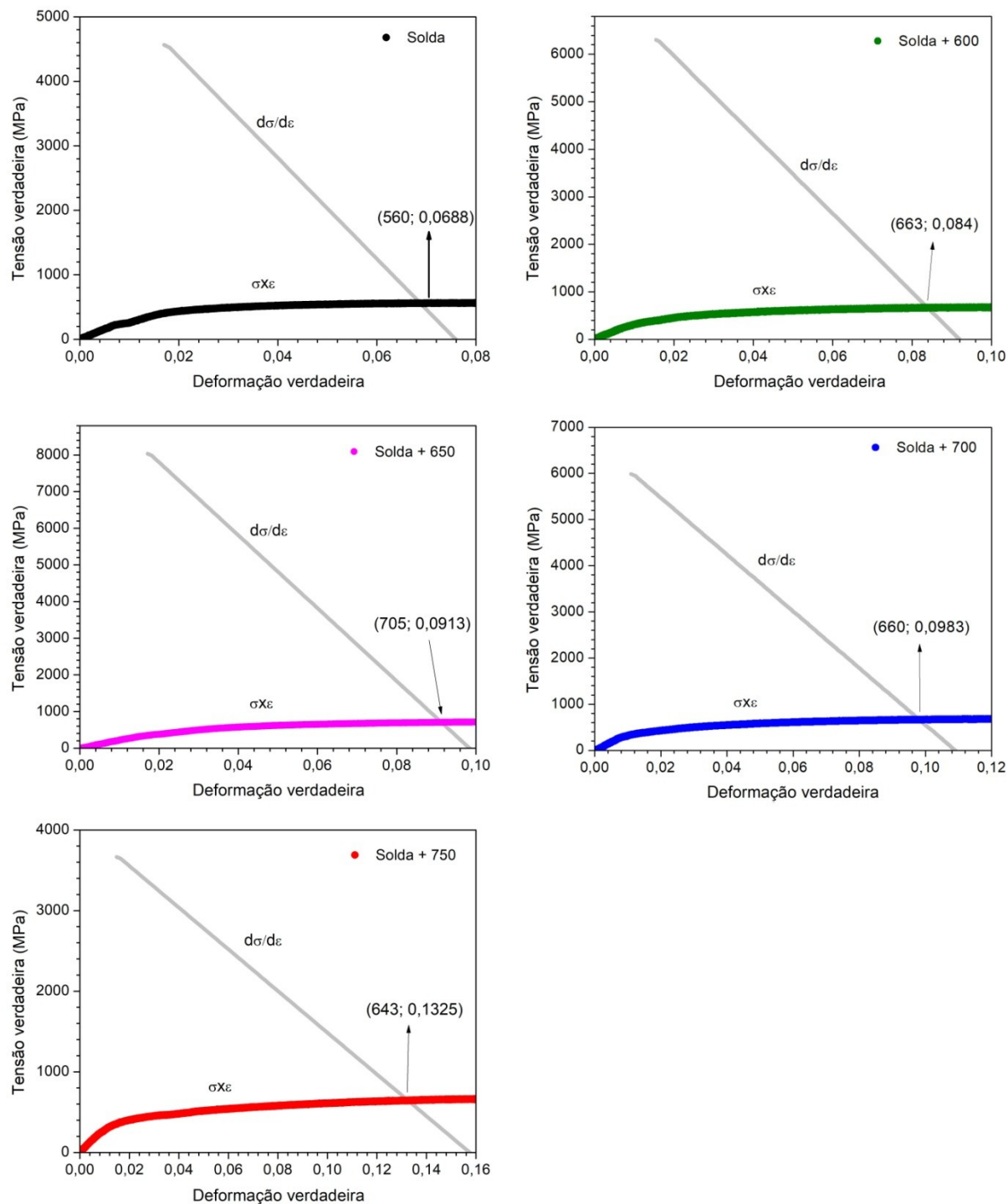
Figura 39 - Curvas tensão-deformação verdadeira do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado por processo TIG autógeno e com subsequentes tratamentos térmicos.



Fonte: [Autor].

A partir do gráfico de tensão–deformação verdadeira foram traçados os gráficos de σ x ϵ e $(d\sigma/d\epsilon) \times \epsilon$ (Figura 40) para encontrar os valores de limite de resistência à tração verdadeira e a deformação uniforme (alongamento) obtidos através do Critério de Considéré, como explicado no item 3.2.

Figura 40 - Gráficos de $\sigma \times \epsilon$ e $(d\sigma/d\epsilon) \times \epsilon$ segundo critério de Considère, das amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas por processo TIG autógeno, para obter os valores do limite de resistência à tração e deformação uniforme.

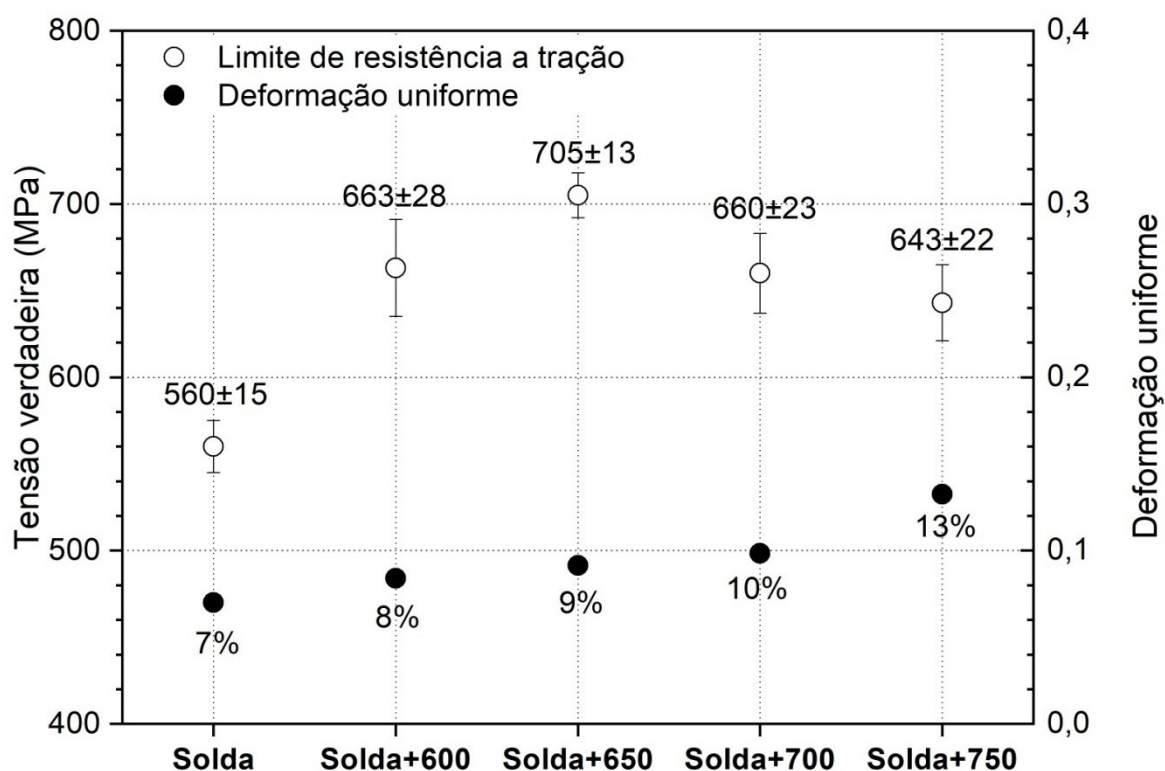


Fonte: [Autor].

A avaliação das propriedades mecânicas para as juntas soldadas está restrita aos valores do limite de resistência à tração e ductilidade. Isso porque, no ensaio de tração de um corpo de prova soldado, é tensionado simultaneamente o metal de

base e o metal de solda, portanto os valores obtidos são afetados pelos dois materiais. O limite de resistência à tração e o local de ruptura também são afetados por esta interação, mas ainda assim são determinados para finalidades práticas. A *American Welding Society* (AWS) através da norma AWS B4.0:2007 - Métodos padrão para testes mecânico de soldas [102] diz que para corpos de prova retangulares somente a resistência à tração final é normalmente determinada em amostras ensaiadas transversalmente à linha da solda. Enquanto a norma Europeia BS EM 895:1995 - Ensaio destrutivo em soldas de materiais metálicos [103], diz que ensaios de tração transversais são realizados a fim de determinar a resistência à tração e o local de ruptura da junta soldada. Sendo assim, a partir dos gráficos de tensão-deformação verdadeira (Figura 39) e do Critério de Considéré (Figura 40) obteve-se os valores do limite de resistência à tração e deformação uniforme (que é o alongamento até o limite de resistência à tração) de acordo com a temperatura de tratamento térmico nas amostras soldadas pelo processo TIG autógeno, expostos na Figura 41.

Figura 41 - Propriedades mecânicas em função dos tratamentos térmicos para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas pelo processo TIG autógeno.



Fonte: [Autor].

O tratamento térmico promoveu um aumento na resistência mecânica e na ductilidade em todas as condições estudadas quando comparada com a amostra soldada sem tratamento térmico. A amostra soldada com posterior tratamento térmico a 750 °C (Solda + 750) foi a que apresentou o maior valor de deformação uniforme (13%). O aumento da fração da fase austenítica (Figura 37) explica o aumento da ductilidade. A fase ferrítica (CCC) tem maior energia de falha de empilhamento (EDE) [14,104,105] quando comparada à fase austenítica (CFC). Em metais de baixa EDE as discordâncias têm menor mobilidade e a ocorrência de rearranjo e a aniquilação são menos frequentes, portanto materiais com baixa EDE apresentam maior densidade de discordâncias [14,106], o que resulta no aumento da ductilidade e da resistência mecânica do material. Contudo, embora mais dúctil, a austenita é menos resistente do que a ferrita [7], promovendo uma pequena redução da resistência mecânica quando seu aumento é mais pronunciado (Solda + 750).

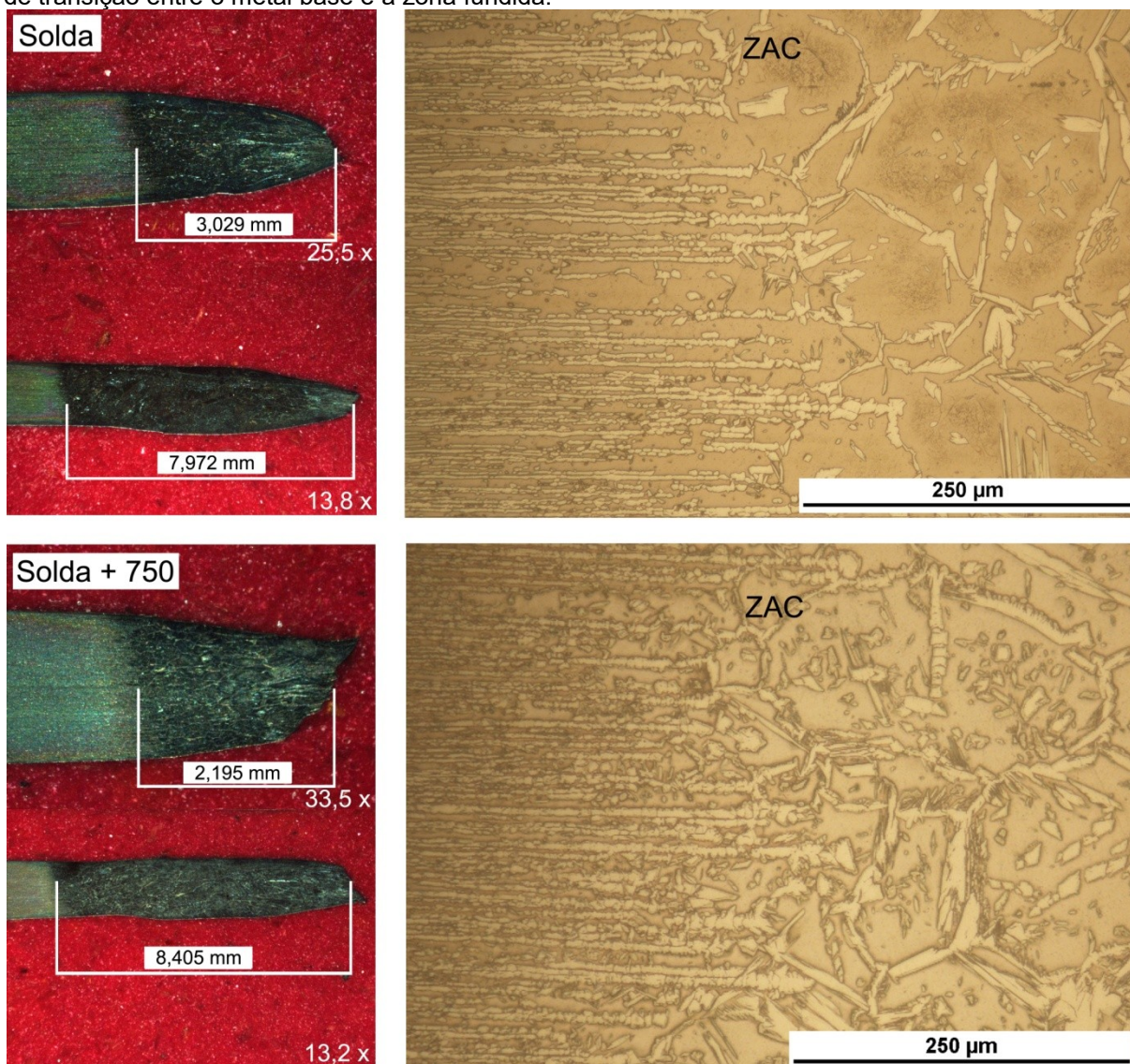
Outra razão para o aumento da resistência mecânica é a ocorrência de precipitação no AID, pois o processo de soldagem levou à formação de precipitados de nitreto de cromo, como observado na ZF de algumas condições, Figura 33(a) a (d). A microestrutura mostrou uma mudança para a austenita secundária, Figura 33(e) e (f), com o aumento da temperatura de tratamento térmico devido ao mecanismo relatado na literatura [16].

Os precipitados são obstáculos ao movimento das discordâncias, aumentando a dureza e a resistência de um metal. A Figura 41 mostra que a resistência mecânica aumentou para todas as amostras tratadas termicamente em comparação com a amostra soldada sem tratamento térmico. O maior valor de resistência mecânica ocorreu para a amostra tratada a 650 °C (Solda + 650). Esta temperatura pode ser considerada como a transição entre a dissolução do CrN e a precipitação γ_2 , de modo que há uma maior área de contornos de fase (defeitos cristalinos), que limitam o movimento das discordâncias, e como consequência há um aumento na resistência mecânica. Os nitretos são quase completamente dissolvidos à temperatura 700 °C, e a austenita secundária continua a crescer, como mencionado na literatura [6]. Como resultado, a resistência diminui e o alongamento aumenta.

Além disso, a austenita secundária encontrada na amostra tratada a 700 °C (Figura 32) também corrobora que a mudança microestrutural leva a uma mudança nas propriedades mecânicas. Embora a porcentagem de fases na ZF das amostras tratadas termicamente a 600 °C, 650 °C e 700 °C sejam a mesma, e a análise da composição química não tenha mostrado diferença significativa (Tabela 9), a presença de austenita secundária só foi observada na amostra tratada termicamente a 700 °C, o que explica o aumento do alongamento, já que esta fase não foi encontrada nas outras condições. E como a análise realizada no ImageJ não consegue diferenciar γ de γ_2 , devido ao baixo contraste entre as fases, o valor percentual mostrado para a fase austenítica na Figura 37 é a soma da austenita primária e secundária.

Após o ensaio de tração, foi realizada a análise através de estereoscópio para todos os corpos de provas ensaiados, para identificar a região de rompimento do ensaio de tração. A Figura 42 (à esquerda) identifica a posição de fratura após o ensaio de tração das amostras soldadas sem tratamento térmico (Solda) e com tratamento térmico a 750 °C (Solda + 750). À direita, a transição da região do metal base (MB) para a zona fundida (ZF) para estas mesmas condições. As outras condições estudadas foram omitidas por apresentarem as mesmas características.

Figura 42 - À esquerda, estereoscopia das amostras soldadas por processo TIG autógeno após o ensaio de tração, destacando o rompimento na zona fundida (parte mais escura). À direita, a região de transição entre o metal base e a zona fundida.



Fonte: [Autor].

Todas as amostras romperam na ZF do cordão de solda (região mais escura). O que era esperado, considerando que foi realizada uma solda sem material de adição, portanto não foi adicionado nenhum material com características superiores ao metal base para garantir que o rompimento não ocorresse ali. Além disso, a ZF apresenta microestrutura diferente do MB, perdendo a estrutura original de lamelas alternadas de ferrita e austenita, se tornando a região mais frágil, dado que o ensaio de tração foi realizado na direção de laminação.

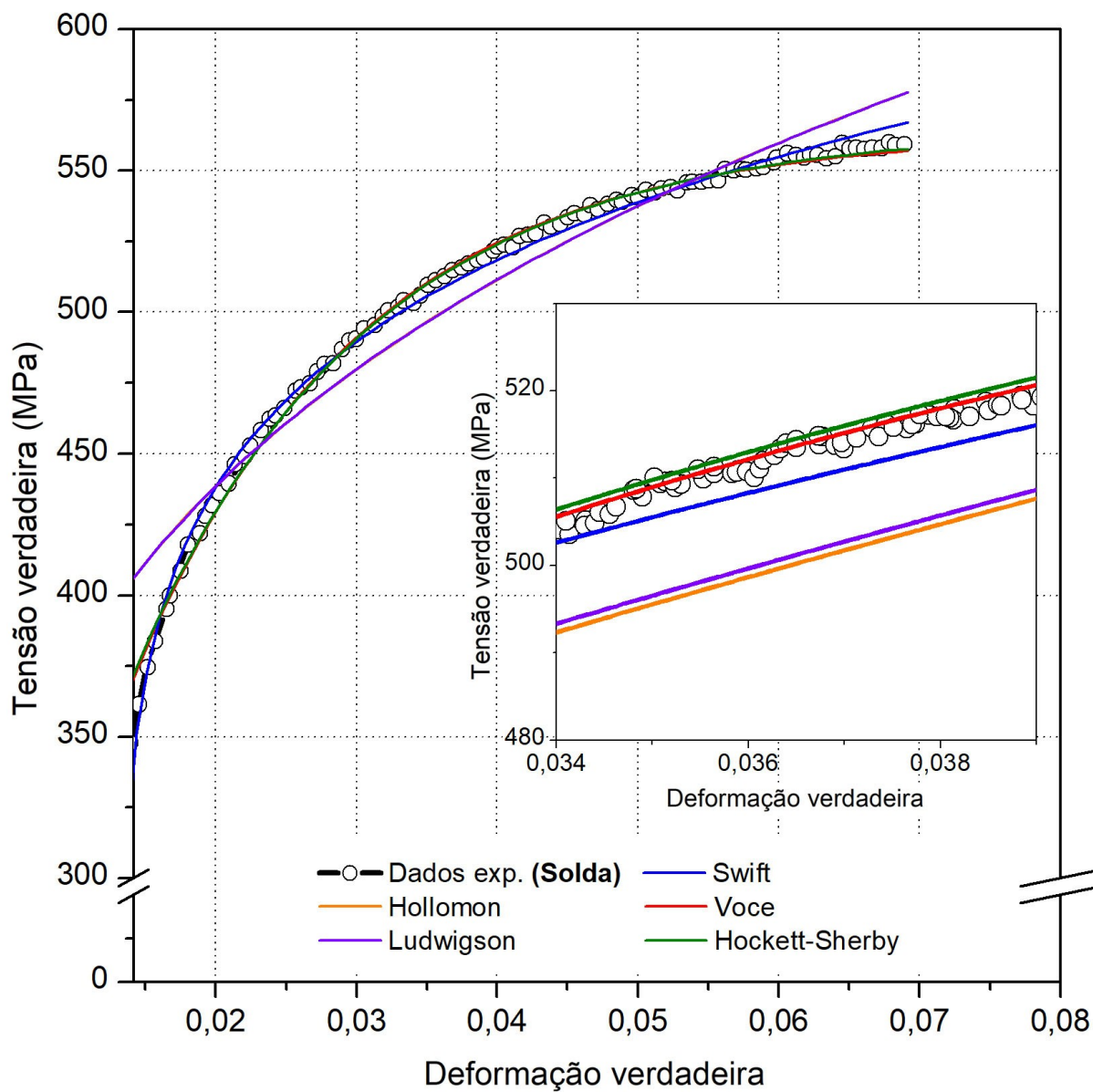
Em alguns ensaios de tração de materiais soldados, o corpo de prova tende a romper-se no metal base, entretanto segundo Madeira e Modenesi [107] quando isso ocorre, a junta soldada não foi efetivamente testada e os valores das propriedades mecânicas não devem ser comparados. Caso a ruptura ocorra na junta soldada, os valores das propriedades mecânicas estarão relacionados com as propriedades da solda, mas, ainda assim, tende a ter influência da deformação do metal base.

Como as rupturas ocorreram na junta soldada, que se concentra na região útil do corpo de prova (área reduzida), isso indica que as propriedades mecânicas estão relacionadas à ZF, ou seja, os valores das propriedades mecânicas estão fortemente relacionados à composição de fase e às características macroestruturais da solda. Sendo assim, a avaliação da deformação plástica após a fratura (Figura 42) indicou que a influência do MB não tem impacto sobre a resposta do material. Por isso, neste estudo, a resposta mecânica foi associada à ZF.

5.1.5 Equações de encruamento

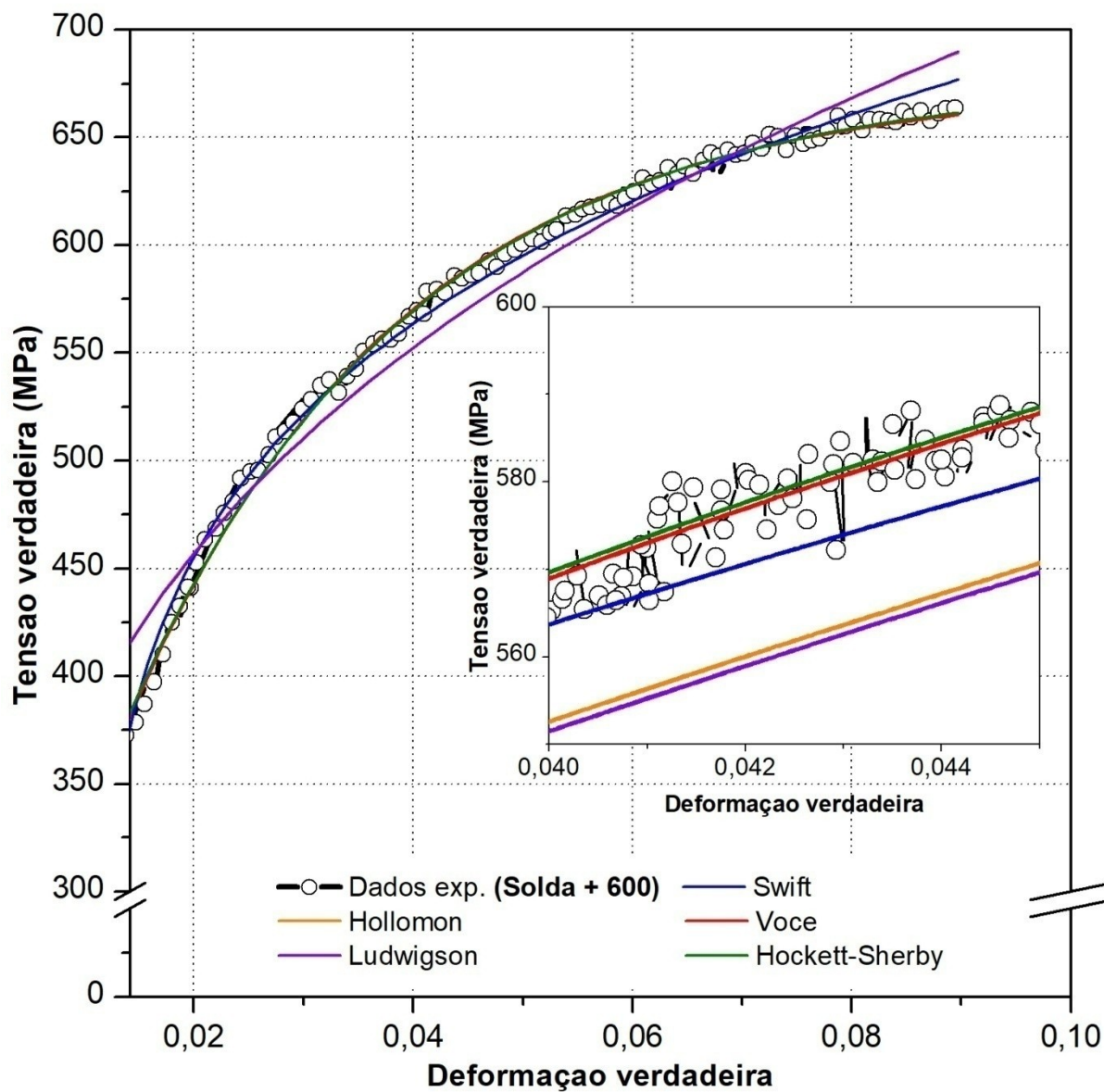
As equações de Hollomon, Swift, Ludwigson, Voce, e Hockett-Sherby (Tabela 1) foram utilizadas para avaliar o comportamento mecânico das amostras soldadas por processo TIG autógeno a partir das curvas de encruamento (Figura 39). São apresentadas nas Figura 43 a Figura 47 as melhores curvas de ajuste obtidas para cada condição.

Figura 43 - Equações de encruamento ajustadas à curva de tensão-deformação verdadeira para amostra soldada do aço inoxidável duplex UNS S32304.



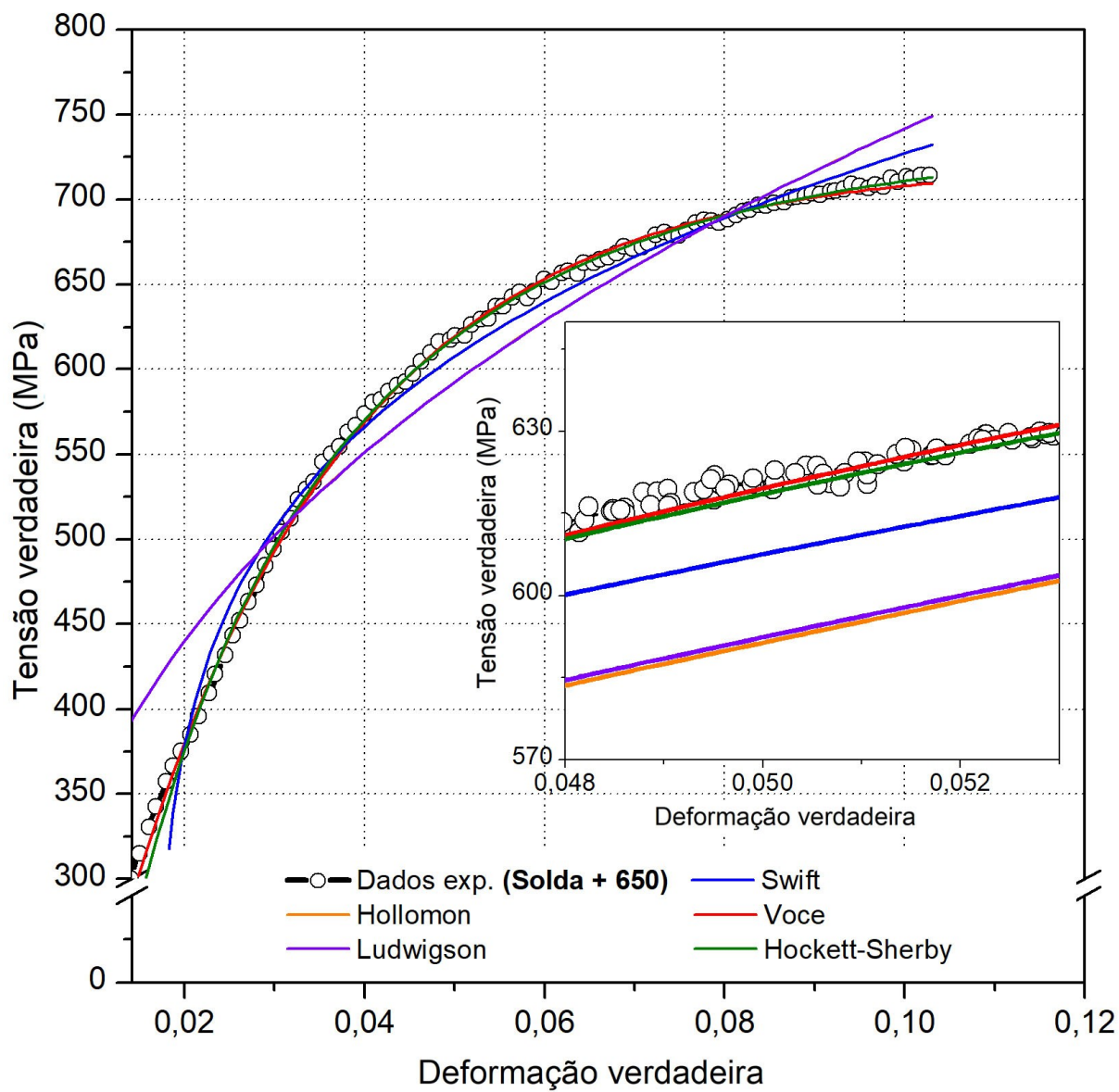
Fonte: [Autor].

Figura 44 - Equações de encruamento ajustadas à curva de tensão-deformação verdadeira para amostra soldada com tratamento térmico a 600 °C do aço inoxidável duplex UNS S32304.



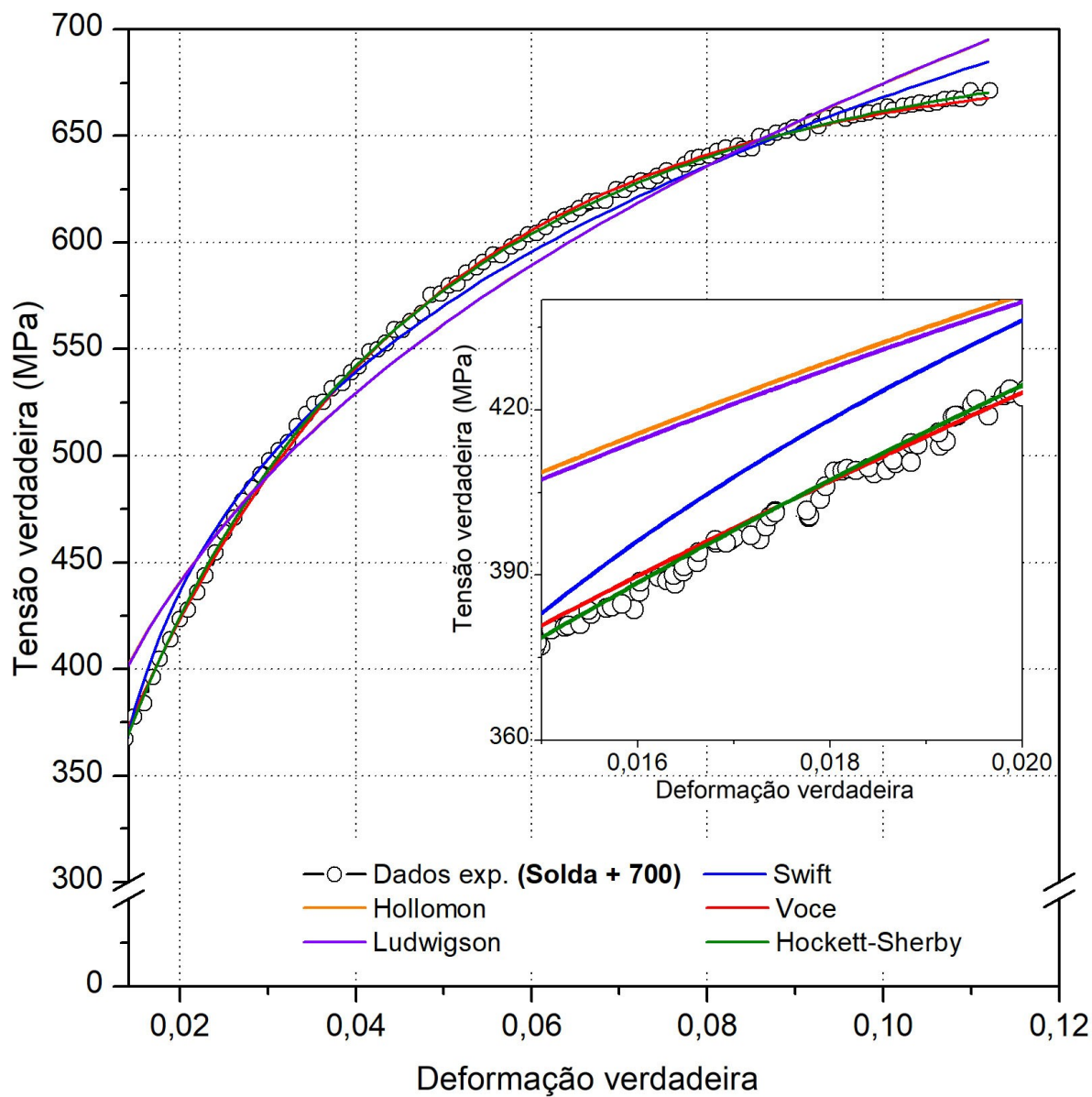
Fonte: [Autor].

Figura 45 - Equações de encruamento ajustadas à curva de tensão-deformação verdadeira para amostra soldada com tratamento térmico a 650 °C do aço inoxidável duplex UNS S32304.



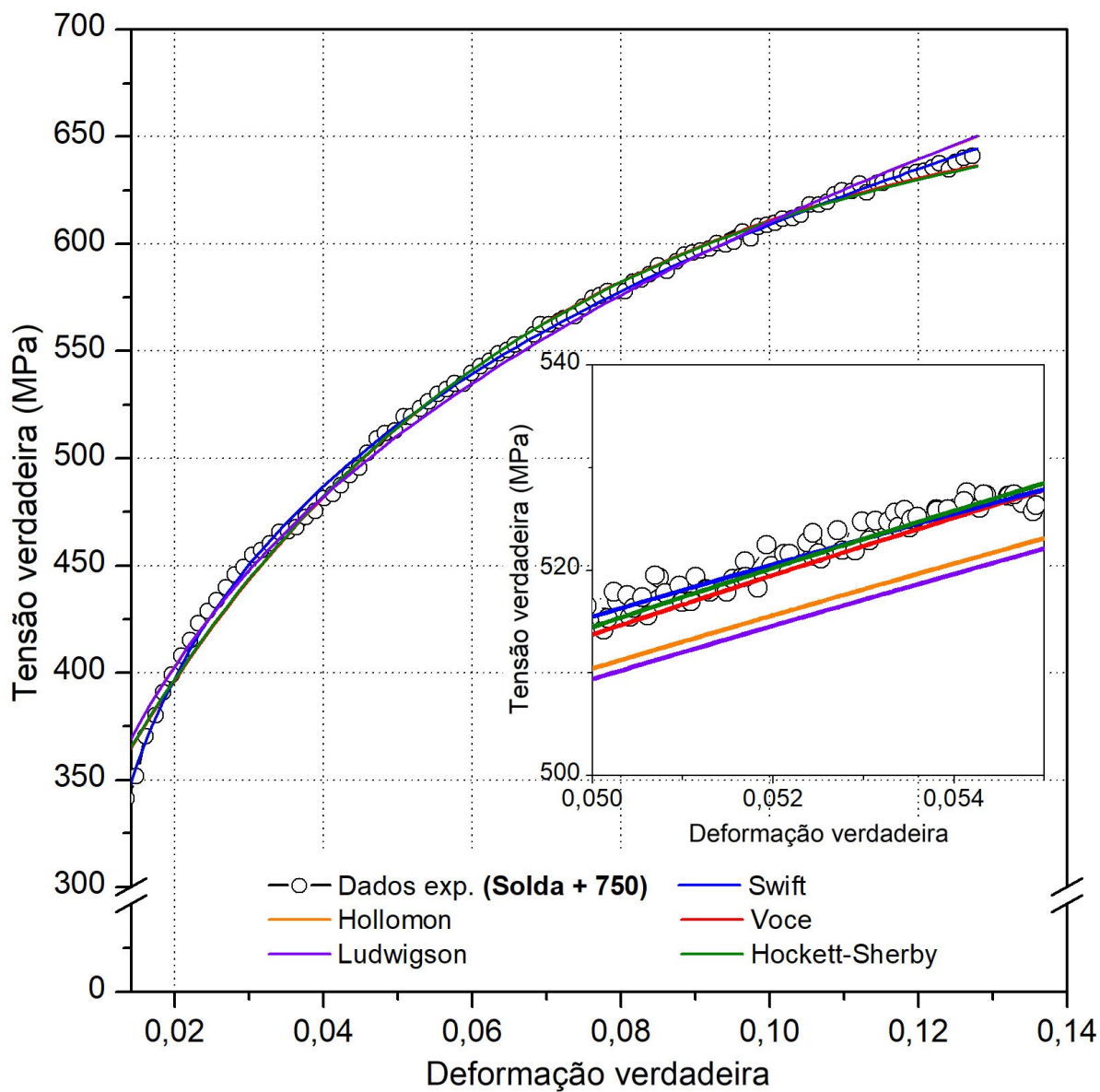
Fonte: [Autor].

Figura 46 - Equações de encruamento ajustadas à curva de tensão-deformação verdadeira para amostra soldada com tratamento térmico a 700 °C do aço inoxidável duplex UNS S32304.



Fonte: [Autor].

Figura 47 - Equações de encruamento ajustadas à curva de tensão-deformação verdadeira para amostra soldada com tratamento térmico a 750 °C do aço inoxidável duplex UNS S32304.



Fonte: [Autor].

Os principais parâmetros encontrados a partir das equações de encruamento de Hollomon, Voce, Swift, Ludwigson, e Hockett-Sherby estão resumidos na Tabela 10.

Tabela 10 - Parâmetros das equações de Hollomon, Voce, Swift, Ludwigson e Hockett-Sherby ajustadas às curvas de tensão-deformação verdadeira.

Hollomon					
Parâmetros	Solda	Solda + 600	Solda + 650	Solda + 700	Solda + 750
n	0,22	0,27	0,32	0,26	0,26
k	1046,7	1334,8	1566,6	1239,28	1103,8
Voce					
Parâmetros	Solda	Solda + 600	Solda + 650	Solda + 700	Solda + 750
σ_s	563,6	674,6	721,7	684,2	675,4
σ_i	101,9	156,8	-	208,05	272
β	61,7	40,09	40,3	30,06	18,3
Swift					
Parâmetros	Solda	Solda + 600	Solda + 650	Solda + 700	Solda + 750
n	0,12	0,18	0,19	0,20	0,22
k	805,6	1079,1	1180	1071,8	1015,9
ϵ_0	-0,013	-0,011	-0,017	-0,01	-0,007
Ludwigson					
Parâmetros	Solda	Solda + 600	Solda + 650	Solda + 700	Solda + 750
k_1	1046,7	1338,3	1566,6	1241	1104,3
n_1	0,22	0,27	0,32	0,26	0,26
k_2	2178,2	-4,27	-1043,6	-6,46	-5,24
n_2	-228490	-6,93	7195,2	-5,62	-5,14
Hockett-Sherby					
Parâmetros	Solda	Solda + 600	Solda + 650	Solda + 700	Solda + 750
σ_s	565,02	677,67	738,98	700,79	675,4
σ_i	101,2	156,8	-	115,61	272
a	56,8	36,76	19,08	16,95	17,88
p	0,98	0,98	0,70	0,80	0,99

Fonte: [Autor].

A qualidade do ajuste das equações de encruamento foi avaliada pelo valor de χ^2 (qui-quadrado), isto é, a soma do quadrado dos desvios dos valores de tensão calculado pelo ajuste, em relação aos valores de tensão obtidos experimentalmente. Quanto menor o valor de χ^2 , significa um menor desvio entre os valores de tensão

calculado e experimental. A equação de melhor ajuste é sugerida como a equação que melhor descreve a curva de encruamento do material sob avaliação. É apresentado na Tabela 11 a qualidade do ajuste das equações de encruamento aplicadas as curvas de tensão-deformação avaliada pelo valor de χ^2 .

Tabela 11 - Valores de χ^2 para o ajuste usando equações de encruamento.

Amostra	Hollomon	Voce	Swift	Ludwigson	Hockett Sherby
Solda	144	9,8	11,6	144	9,6
Solda + 600	257	23	47	257	23
Solda + 650	577	13	121	577	9
Solda + 700	202	5,7	57	203	3
Solda + 750	34	26	7,6	34	26

Fonte: [Autor].

A partir da Tabela 11, é possível observar que as melhores qualidades de ajustes das equações de encruamento para amostras soldadas por processo TIG autógeno do AID UNS S32304 foram obtidas a partir das equações de Voce e de Hockett-Sherby. Uma vez que estas equações apresentaram os valores mais baixos de χ^2 , isso implica em uma menor variação entre a equação de ajuste e os dados experimentais das curvas de encruamento, exceto para amostra soldada com tratamento térmico a 750 °C, onde o melhor ajuste foi obtido através da equação de Swift.

A equação de Hollomon (1945) [37] apresenta imprecisão no ajuste uma vez que assume o coeficiente de encruamento n constante para todo intervalo de deformação plástica uniforme. Essa imprecisão é justificada por vários estudos [40,47,50,108,109] que demonstram que existe um valor diferente de n para cada estágio de encruamento. Além disso, na deformação plástica do aço em estudo há mecanismos diferentes de deformação plástica para cada fase, o que afeta a taxa de encruamento e, por conseguinte, o valor do coeficiente de encruamento n .

A equação de Ludwigson (1971) [44] também não apresentou uma boa qualidade de ajuste. Nesta equação, o autor propôs um termo adicional para reduzir o desvio

causado pela equação de Hollomon. O primeiro termo, referente à equação de Hollomon, corresponde ao deslizamento cruzado (*cross slip*) e consequente formação de células em altas deformações. Ludwigson adicionou o segundo termo do lado direito da equação, que corresponde ao modo de deformação dominado pelo deslizamento planar (*planar slip*) em baixas deformações [50]. A literatura [104,105] mostra que o deslizamento de discordâncias na fase ferrítica é predominantemente por deslizamento cruzado. Como os valores da equação de Ludwigson são semelhantes aos da equação de Hollomon e a região analisada é altamente deformada, e embora ambos os modelos não apresentem um bom ajuste, isto sugere que o processo de deslizamento foi majoritariamente dominado pelo deslizamento cruzado, uma vez que em todas as condições estudadas há predominantemente ferrita na zona fundida (Figura 37), região que é responsável pela resposta mecânica encontrada a partir das curvas tensão-deformação.

A equação de Swift (1952) [43] não apresentou um ajuste de qualidade aos dados experimentais para todas as condições (apresentou um alto valor de χ^2), exceto para a amostra soldada com tratamento térmico a 750 °C. Isto porque Swift introduziu um termo adicional na equação de Hollomon para contabilizar a pré-deformação no material [50]. Portanto, sua proposição é semelhante à de Hollomon e Ludwigson, uma vez que todas estas equações estão associadas a modelos de encruamento que descrevem a tensão como lei de potência da deformação, em que o coeficiente de encruamento não se altera durante a deformação plástica.

A equação de Voce (1948) [42] descreve o comportamento da curva de encruamento como um escoamento plástico em regime transiente, a partir da tensão verdadeira no início da deformação plástica (σ_i) até a tensão de saturação (σ_s). O parâmetro σ_s é considerado como uma tensão assintótica, isto é, a tensão de início do empescoamento do corpo de prova. A constante β determina a taxa em que a tensão no início da deformação plástica tende a alcançar o estado estacionário ou tensão de saturação [108], ou seja, quanto mais alto for o valor β , menor será a diferença entre o limite de resistência e o limite de escoamento.

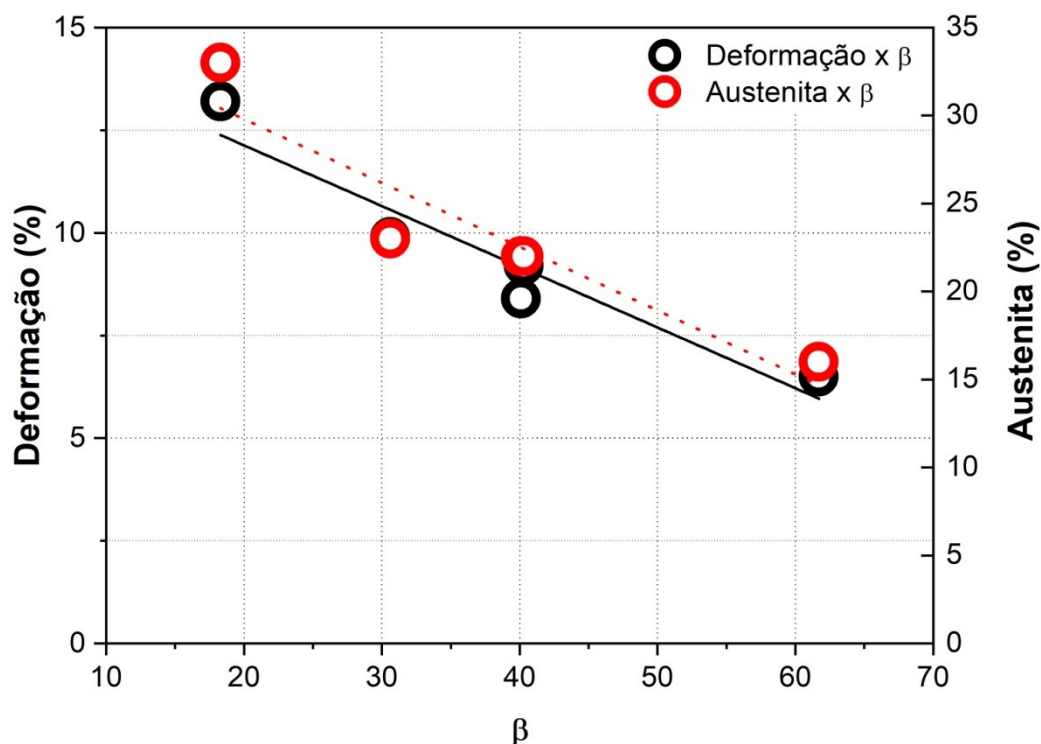
É exibido na Tabela 10 que os valores da tensão de saturação (σ_s) calculados a partir da equação de Voce concordam com os valores obtidos experimentalmente

para o limite de resistência à tração (Figura 41), que representam a tensão no início da estricção, confirmando a boa qualidade do ajuste encontrado a partir deste modelo.

Embora a equação de Voce seja uma equação de encruamento, coincide com o modelo físico de escoamento plástico (encruamento) descrito por Kocks e Mecking (K-M) [110,111] para o III estágio de encruamento (recuperação dinâmica) quando escrita na forma diferencial ($d\sigma/d\epsilon \times \sigma$). Estes autores propuseram uma descrição matemática da tensão de saturação (σ_s), e dos parâmetros σ_i e β em função da temperatura e da taxa de deformação, que pode ser associada à energia de ativação para o deslizamento cruzado em metais [110,112].

A Figura 48 correlaciona a variação do parâmetro β para cada condição estudada à deformação e à austenita. O parâmetro β apresenta um comportamento quase linear com a variação do alongamento, e este, está diretamente relacionado ao percentual de austenita, como confirmado pela quantificação de fases (Figura 37). É importante notar que a fração de austenita na zona fundida aumentou com o aumento da temperatura de tratamento térmico (Figura 41). Como resultado, é indicado que β é uma função do teor de austenita, uma vez que o aumento da porcentagem de austenita corresponde à redução do valor de β .

Figura 48 - Correlação entre β da equação de Voce com a deformação e o percentual de austenita para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304.



Fonte: [Autor].

A temperatura e a taxa de deformação foram mantidas constantes nos ensaios de tração neste estudo. Neste caso, de acordo com o modelo K-M [110,111], o único parâmetro estrutural responsável pela deformação plástica é a distribuição ou estrutura das discordâncias. Como o encruamento é controlado pela competição entre geração e aniquilação das discordâncias [110,111], o livre caminho médio de deslizamento das discordâncias é facilitado pelo aumento da energia de falha de empilhamento, o que aumenta a mobilidade das discordâncias [106]. Portanto, o aumento percentual da fase austenítica provoca um aumento da densidade média das discordâncias, uma vez que a austenita tem valores de energia de falha de empilhamento mais baixos do que a fase ferrítica.

A equação de Hockett-Sherby (1975) [45] também apresentou uma boa qualidade de ajuste aos dados experimentais neste trabalho, uma vez que Hockett-Sherby e Voce são equações de saturação, portanto tendem a alcançar uma tensão de saturação. Contudo, a equação de Hockett-Sherby tem dois parâmetros (a e p), o que proporciona menor grau de liberdade, quando comparada a equação de Voce.

A equação de Hockett-Sherby (Eq. 10) coincide com a equação de Voce (Eq. 7) quando $p=1$. Neste caso, a constante a da equação de Hockett-Sherby torna-se igual à constante β da equação de Voce. Os autores propuseram estas equações para grandes níveis de deformação plástica e carregamento uniaxial com taxa de deformação e temperaturas constantes. Além disso, consideraram temperaturas abaixo da temperatura homóloga do material sob avaliação. Esta formulação é baseada na premissa de que para grandes deformações plásticas, o mecanismo de escoamento plástico se dá por formação celular e em modo estacionário [45].

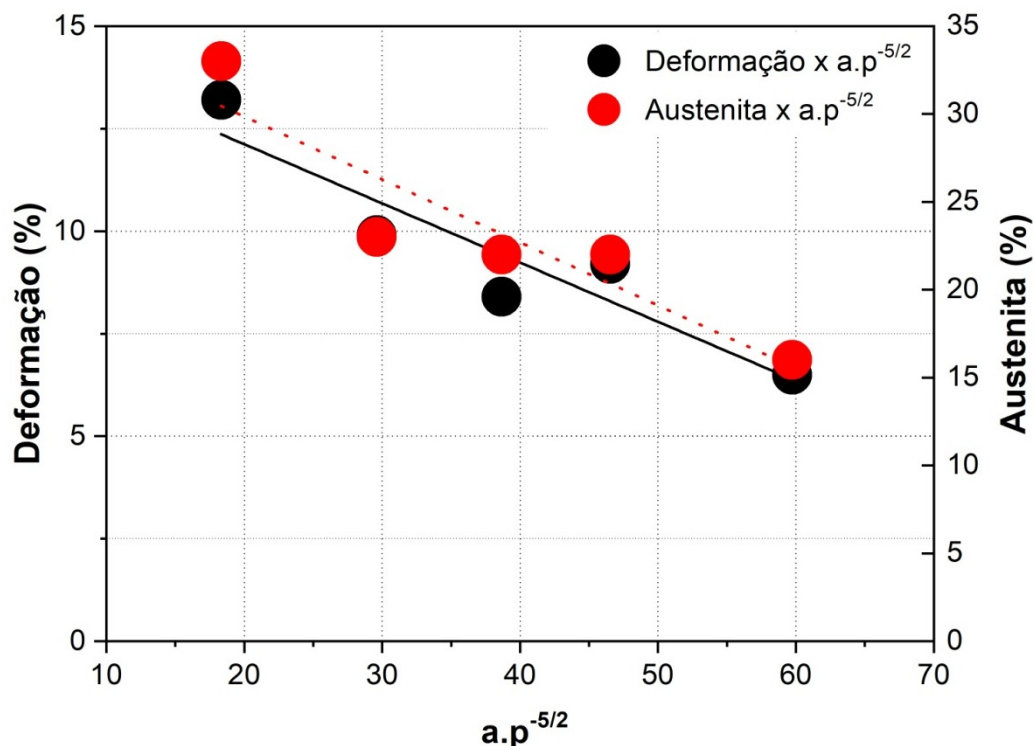
Os ajustes da equação de Hockett-Sherby aos dados experimentais neste trabalho indicaram que a evolução da resistência mecânica com a variação da temperatura de tratamento térmico é relacionada inversamente ao parâmetro p . Para as amostras soldadas sem tratamento térmico (Solda), e com posterior tratamento térmico a 600 °C (Solda + 600) e 750 °C (Solda + 750) o parâmetro p se aproxima de 1 (Tabela 10). Neste caso, a equação de Hockett-Sherby se iguala à equação de Voce, o que é confirmado pelos valores próximos de χ^2 obtidos para estas condições (Tabela 11).

A equação de Hockett-Sherby forneceu o melhor ajuste aos dados experimentais dentre todas as equações analisadas para as amostras tratadas a 650 °C (Solda + 650) e a 700 °C (Solda + 700). Isto se deve ao parâmetro p , que contribui para que a equação de Hockett-Sherby melhor descreva as alterações nas propriedades mecânicas das condições estudadas neste trabalho.

Considerando que β , da equação de Voce, se relaciona ao livre caminho médio das discordâncias, e a equivalência entre β e a equação de Hockett-Sherby quando $p=1$ foi estabelecida neste trabalho uma relação empírica entre β , a e p : $\beta = a.p^{-5/2}$. Esta relação empírica proposta tem como fundamento fenomenológico o conceito de que 5/2 representa os graus de liberdade dos deslocamentos das discordâncias. Em particular, entende-se que o valor 5/2 representa a distribuição de energia associada aos deslocamentos das discordâncias, considerando 1/2 para cada grau de liberdade: translação nas três direções, cisalhamento e vibração. É apresentado na Figura 49 o comportamento da relação empírica proposta neste trabalho de $a.p^{-5/2}$ em função do alongamento uniforme e do percentual de austenita, no qual $a.p^{-5/2}$ apresenta um

comportamento quase linear com a variação do alongamento (análogo a β da equação de Voce - Figura 48).

Figura 49 - Correlação entre $a.p^{-5/2}$ da equação de Hockett-Sherby com a deformação e o percentual de austenita para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304.



Fonte: [Autor].

Como discutido anteriormente, pode ser visto na Figura 49 que o alongamento está diretamente relacionado ao percentual de austenita, mostrando mais uma vez que as equações de encruamento se comportam como funções do percentual da fase austenítica na região soldada do material estudado neste trabalho. Além disso, o parâmetro β é equivalente a $a.p^{-5/2}$ (Figura 48 e Figura 49), e $5/2$ representa os graus de liberdade equivalentes aos movimentos existentes no mecanismo de deslizamento das discordâncias. Quando a mobilidade das discordâncias é reduzida, a resistência mecânica do material é aumentada. Esta abordagem está de acordo com o que ocorre nas condições tratadas a $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Solda + 650) e a $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Solda + 700), onde p é reduzido a 0,7 e 0,8, respectivamente (Tabela 10), o que significa uma restrição ao movimento das discordâncias, e conseqüentemente há o aumento da resistência mecânica para estas condições (Figura 41), particularmente para amostra tratada a $650\text{ }^{\circ}\text{C}$, onde foi encontrado o menor valor de p e o maior valor de resistência mecânica.

A relação empírica $\beta = a.p^{-5/2}$, proposta neste trabalho, foi aplicada para os ajustes das equações de Voce e Hockett-Sherby nos dados experimentais da curva tensão-deformação da amostra como recebida, que é equivalente ao metal base da amostra soldada sem tratamento térmico. Os resultados obtidos para essa condição (com 44% de austenita) foram: 14% de alongamento uniforme, $\beta = 21,48$, $a.p^{-5/2} = 21,34$. Estes valores estão próximos dos valores obtidos para a amostra soldada com tratamento térmico a 750 °C (33% de austenita - Figura 37). Esse comportamento indica que os modelos de encruamento de Hockett-Sherby e Voce são governados pela porcentagem das fases presente na amostra em análise, uma vez que mesmo possuindo microestruturas diferentes (Figura 30 e Figura 31), o percentual de fases da amostra soldada com tratamento térmico a 750 °C foi o que mais se aproximou da amostra na condição como recebida.

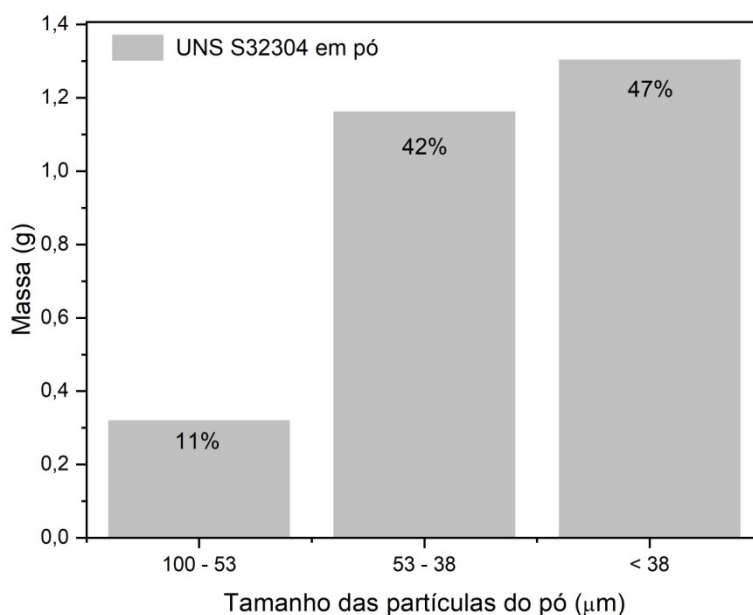
Considerando as condições estudadas neste trabalho, a equação Hockett-Sherby forneceu a melhor qualidade de ajuste às curvas de encruamento para as amostras soldadas por processo TIG autógeno do aço inoxidável duplex UNS S32304 (Tabela 11). Além disso, os parâmetros da equação de Hockett-Sherby podem ser associados aos mecanismos de deslizamento de discordâncias, o que implica em alterações nas propriedades mecânicas dos metais. Ademais, nota-se que a correlação entre os parâmetros apresentados e o aumento da temperatura de tratamento térmico está diretamente associada ao aumento do percentual de austenita.

5.2 AMOSTRAS SOLDADAS A LASER

5.2.1 Pó do aço inoxidável duplex UNS S32304

O percentual mássico obtido para as diferentes granulometrias do pó do aço inoxidável duplex UNS S32304 fabricado a partir do desbaste mecânico da chapa de aço está na Figura 50.

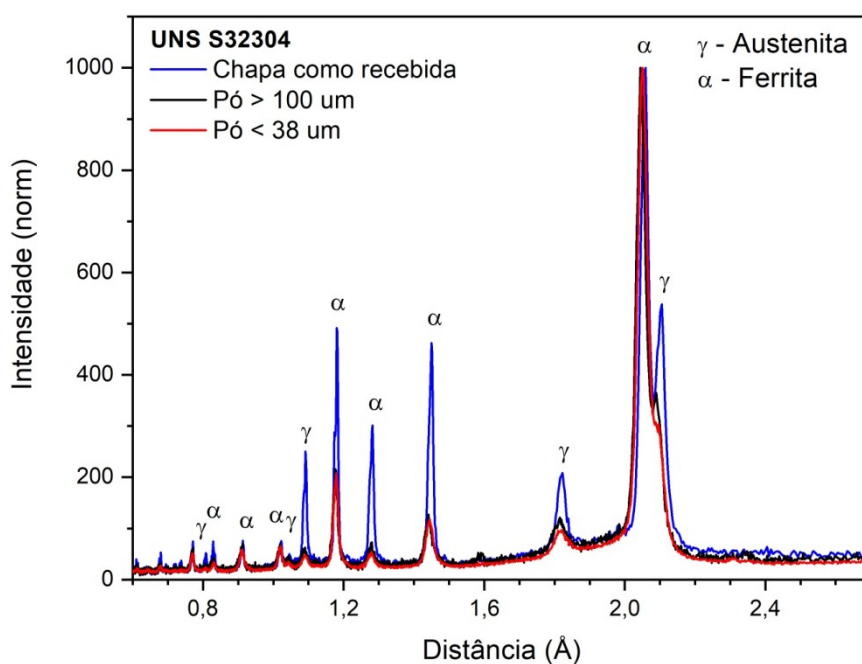
Figura 50 - Percentual mássico do pó do aço inoxidável duplex UNS S32304 de acordo com a granulometria.



Fonte: [Autor].

A análise qualitativa realizada a partir de DRX tinha como objetivo verificar se ambas as fases, ferrita e austenita, estavam presentes no pó, já que uma das maiores dificuldades durante a fabricação do pó era manter a fase austenita. O difratograma da Figura 51 mostra que a tecnologia utilizada para fabricação do pó duplex, a partir da chapa do aço, conseguiu manter as duas fases presentes no material.

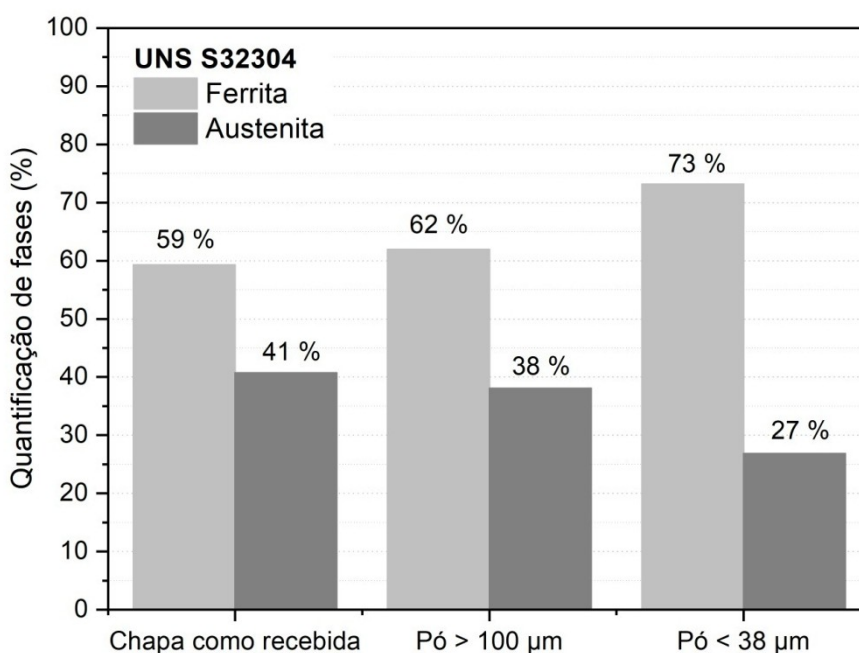
Figura 51 - Difratograma do aço inoxidável duplex UNS S32304.



Fonte: [Autor].

Utilizando a quantificação da área sob os picos do difratograma da Figura 51, foi calculado o percentual de cada fase (ferrita e austenita) presente no pó fabricado a partir da chapa do AID, e o resultado apresentado na Figura 52 confirma que mesmo para menor granulometria, foi mantido um percentual de 27% de austenita. Para a soldagem foi utilizado o pó duplex de menor granulometria.

Figura 52 - Quantificação de fases aço inoxidável duplex UNS S32304 a partir do difratograma.

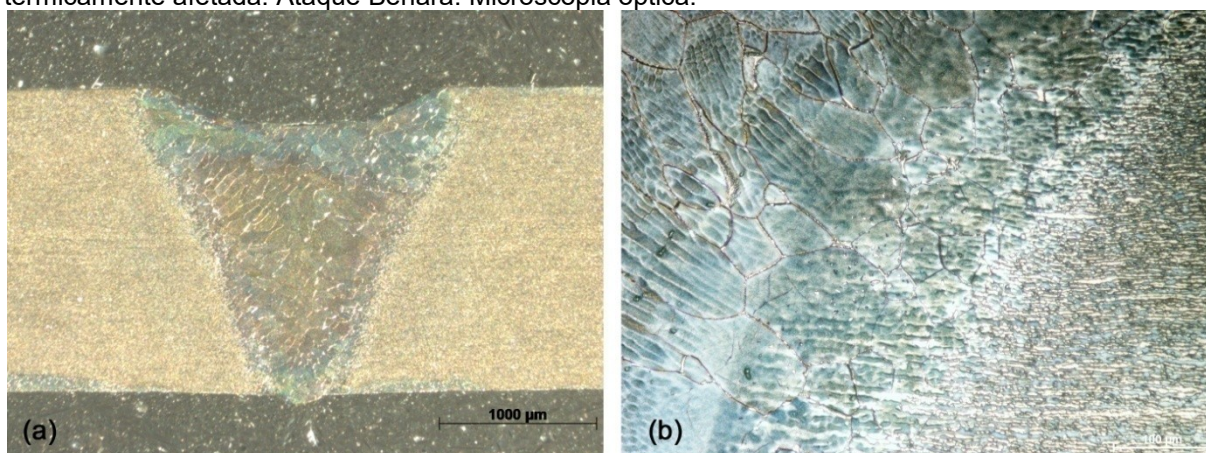


Fonte: [Autor].

5.2.2 Microscopia

A Figura 53 mostra o cordão de solda e a zona de transição obtidos na soldagem autógena a laser das chapas do AID UNS S32304. Essa etapa foi realizada restritamente para realizar um estudo e se conhecer os melhores parâmetros a serem utilizadas neste material, objetivando a soldagem com o pó como material de adição. É possível verificar a fusão e penetração completa do material.

Figura 53 - (a) Região soldada a laser a vácuo do aço inoxidável duplex UNS S32304 e (b) zona termicamente afetada. Ataque Behara. Microscopia óptica.

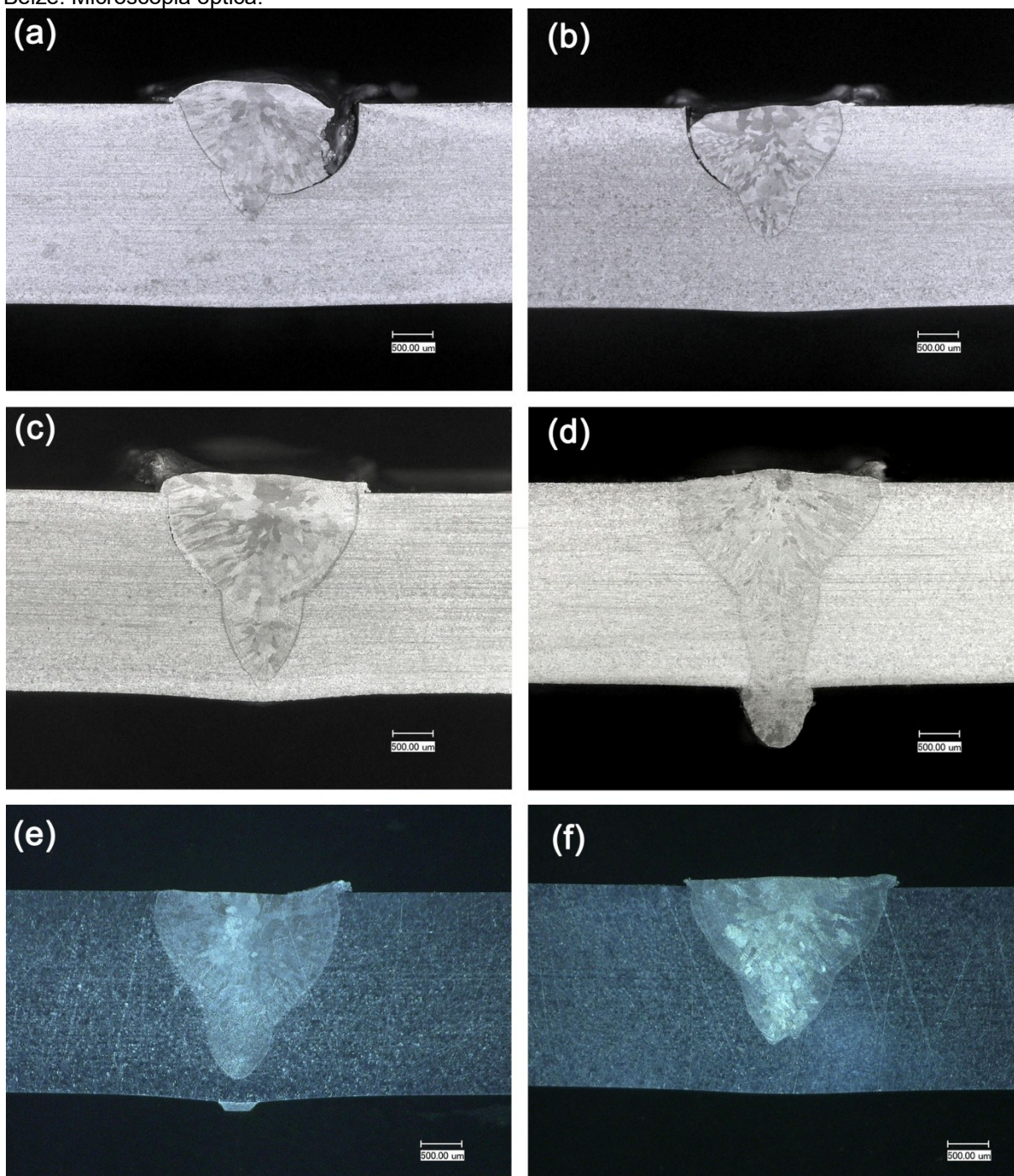


Fonte: [Autor].

Na soldagem com o pó como material de adição, devido à limitação de material, foram iniciados testes utilizando o metal base e o pó do aço inoxidável austenítico AISI 316L. Esse material foi utilizado objetivando elaborar uma metodologia para ser utilizada posteriormente com a chapa e o pó do aço duplex. São apresentados na Figura 54 imagens da região soldada de alguns resultados obtidos para a soldagem com a chapa e o pó do AISI 316L.

Como explicado na metodologia, a soldagem do AISI 316L envolveu três etapas de *baking*, seguido da soldagem. Para parametrização das soldas, foram mantidos constantes os parâmetros utilizados nas etapas de *baking* e foram variados os parâmetros da etapa de soldagem. Os parâmetros utilizados na etapa de soldagem, para cada amostra exibida na Figura 54, estão descritos na Tabela 12. Além disso, para as amostras (b) e (f) foi testado o uso de oscilação em círculo com 2 mm e 0,5 mm, respectivamente, e 50 Hz. Já para a amostra (d) foi testada a soldagem sem a presença de chanfro, com maior potência e com apenas uma etapa de *baking*. Neste caso em específico, houve grande dispersão do pó dentro da câmara de soldagem, e praticamente houve fusão apenas da chapa. Para as amostras (a), (b), (c), e (e), ainda foi adicionado o *smoothing* entre as etapas de *baking*, onde eram utilizados os mesmos parâmetros de *baking*, entretanto sem adicionar o pó, objetivando uma melhor homogeneização do pó fundido antes de uma nova adição do pó. Contudo, a etapa de *smoothing* não apresentou melhora significativa, e por isso não foi utilizada na soldagem do duplex.

Figura 54 - Região soldada a laser a vácuo do aço inoxidável austenítico AISI 316L. Ataque V2A Beize. Microscopia óptica.



Fonte: [Autor].

Tabela 12 - Parâmetros utilizados na soldagem a laser das amostras do aço inoxidável austenítico AISI 316L exibidos na Figura 54.

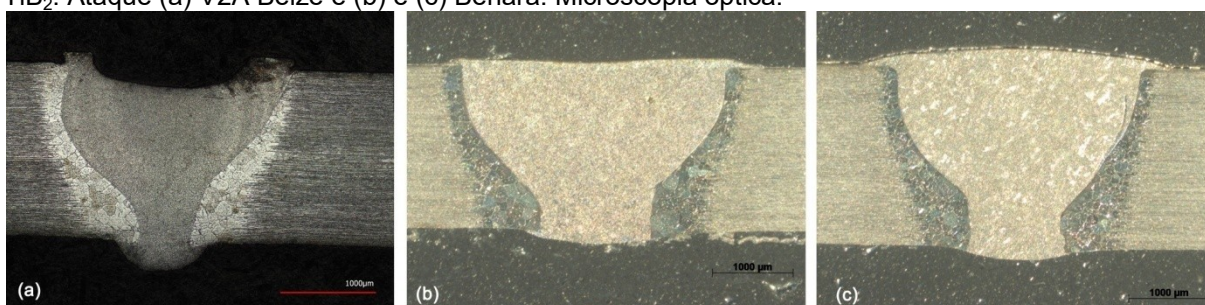
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)
Potência	420 W	420 W	500 W	700 W	500 W	500 W
Velocidade	300 mm/min	300 mm/min	180 mm/min	300 mm/min	180 mm/min	180 mm/min
Oscilação	-	2 mm, 50 Hz	-	-	-	0,5 mm, 50 Hz
Smoothing	Sim	Sim	Sim	Não	Sim	Não

Fonte: [Autor].

De um modo geral, a maior dificuldade foi alcançar a completa fusão do material de adição (pó) junto ao metal base. Entretanto, após várias tentativas com variações dos parâmetros e características da soldagem, como expostos anteriormente, foi possível desenvolver uma metodologia considerada satisfatória para iniciar a soldagem das chapas do aço inoxidável duplex UNS S32304 utilizando o pó como material de adição.

Para soldagem do AISI 316L com pó como material de adição, os melhores resultados foram obtidos para chanfros de menor largura. Entretanto, inicialmente não foi considerado que a granulometria dos pós poderia influenciar na qualidade da solda, pois não eram as mesmas, o AISI 316L era mais fino do que o UNS S32304. A Figura 55(a) mostra o resultado de uma das primeiras soldagens realizadas com pó 100% UNS S32304 como material de adição. Após a avaliação desta solda e alguns testes a mais, foi possível concluir que o maior influenciador da qualidade da solda era a largura do chanfro. Nos chanfros de menor largura, o pó mais espesso (UNS S32304) tendia a se aglomerar nas bordas, resultando em um abaulamento no topo das soldas. Os demais resultados utilizando diferentes percentuais de TiB_2 também estão exibidos na Figura 55.

Figura 55 - Região soldada a laser do aço inoxidável duplex UNS S32304 com (a) 100% pó do aço inoxidável duplex UNS S32304 como material de adição e dispersão de (b) 5% de TiB_2 e (c) 10% de TiB_2 . Ataque (a) V2A Beize e (b) e (c) Behara. Microscopia óptica.

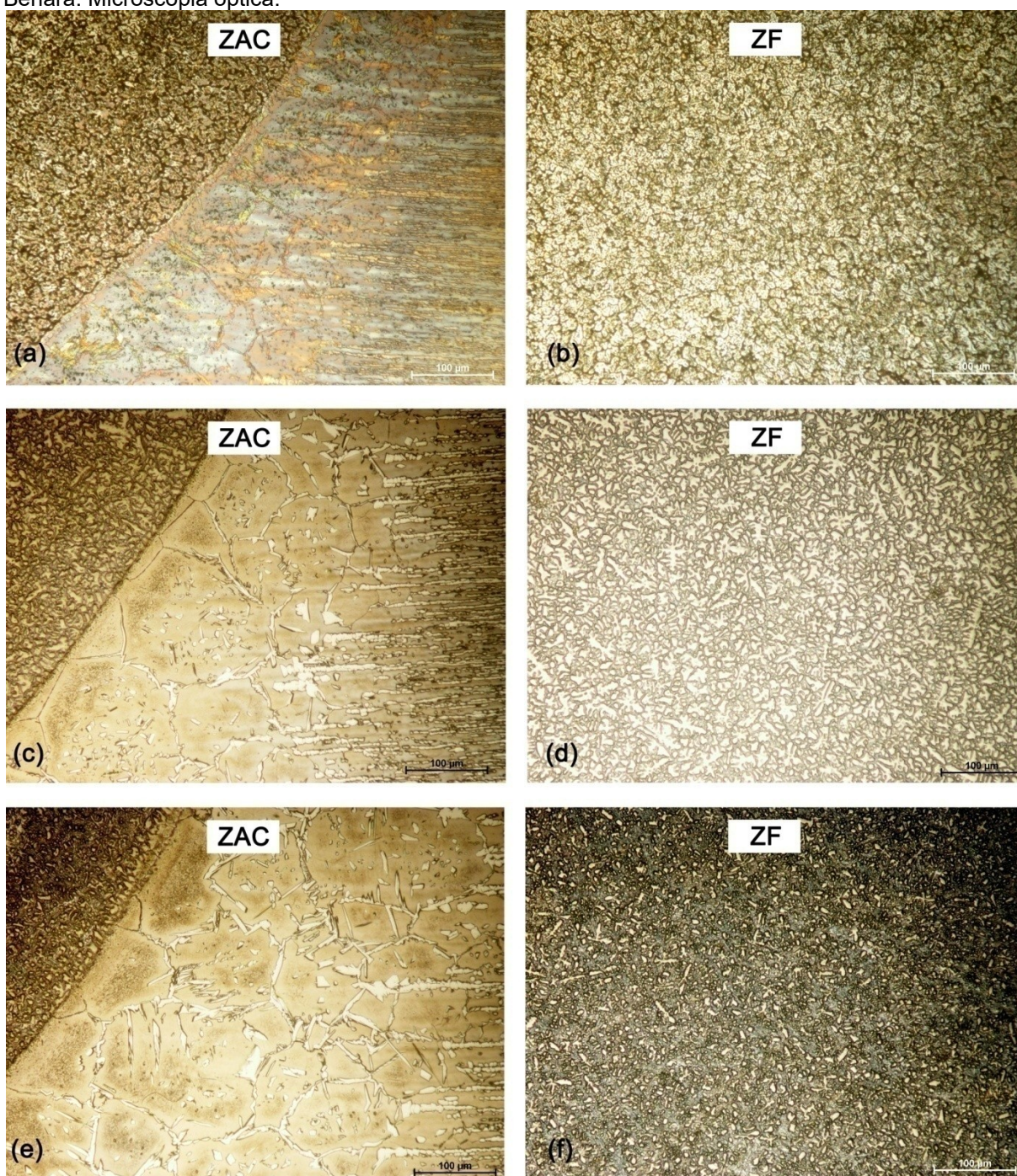


Fonte: [Autor].

A Figura 56 apresenta a microestrutura das soldas exibida na Figura 55. É possível visualizar a transição entre o metal base e a zona fundida e a presença das duas fases, ferrita e austenita. O mais importante dessas imagens, é a confirmação da viabilidade da soldagem do aço inoxidável duplex utilizando o pó como material de adição, sem a provável presença de poros, e com a fusão completa do material. Mostrando a real viabilidade do processo proposto neste estudo. A Figura 56 (a) e

(b) se referem ao pó 100% UNS S32304, (c) e (d) com dispersão de 5% de TiB_2 e (e) e (f) com dispersão de 10% de TiB_2 .

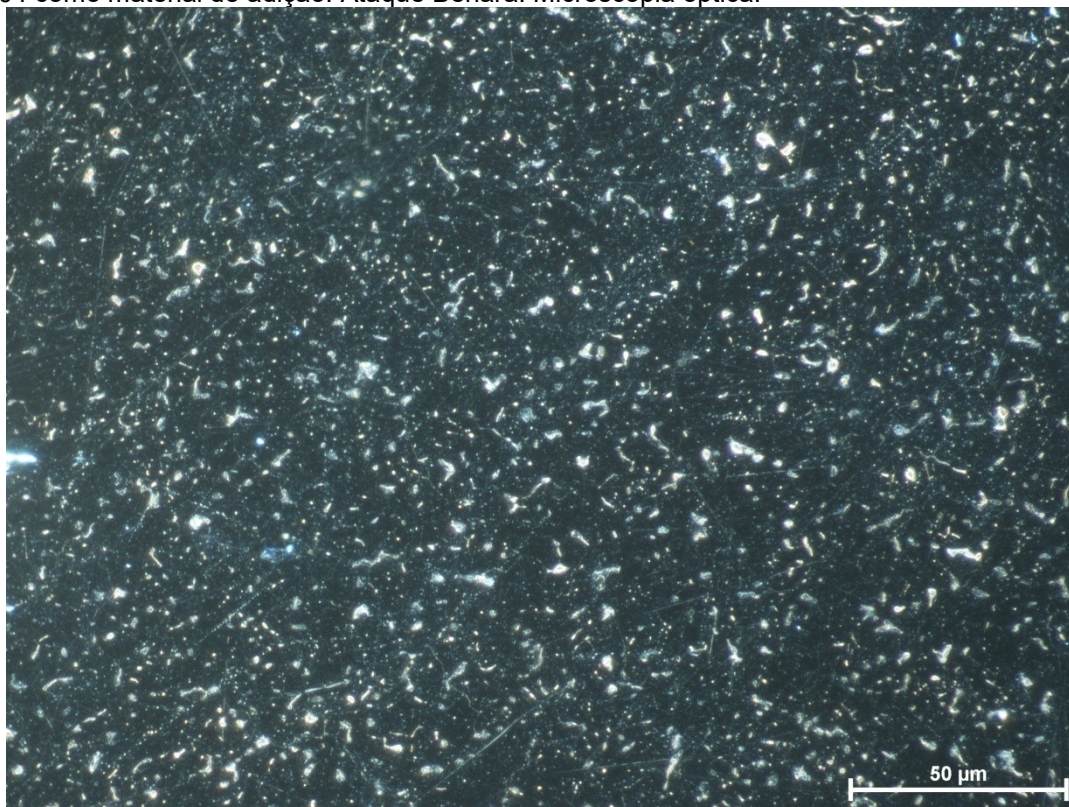
Figura 56 - Zona termicamente afetada (ZAC) e zona fundida (ZF) do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado a laser com (a) e (b) pó 100% aço inoxidável duplex UNS S32304 como material de adição, (c) e (d) com dispersão de 5% de TiB_2 e (e) e (f) com dispersão de 10% de TiB_2 . Ataque Behara. Microscopia óptica.



Fonte: [Autor].

Para conseguir visualizar através de microscopia óptica a presença do TiB_2 nas soldas, foram feitas imagens utilizando campo escuro. A Figura 57 mostra a zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado com pó 100% UNS S32304 como material de adição.

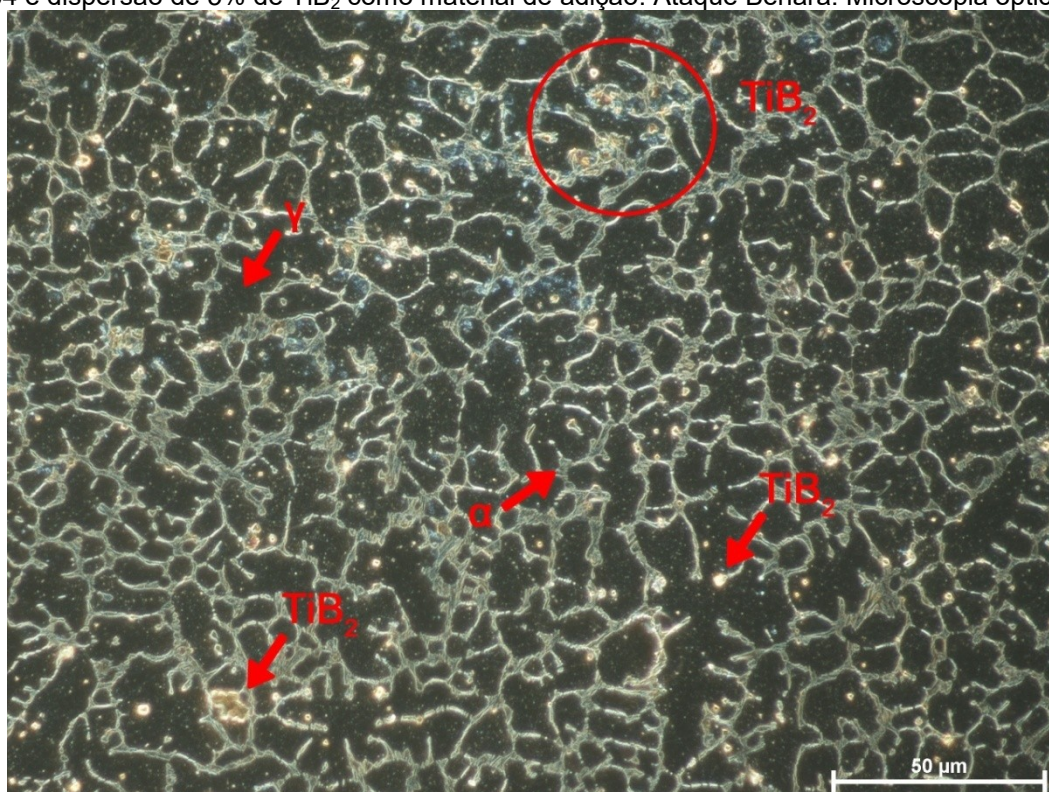
Figura 57 - Zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado a laser com pó 100% UNS S32304 como material de adição. Ataque Behara. Microscopia óptica.



Fonte: [Autor].

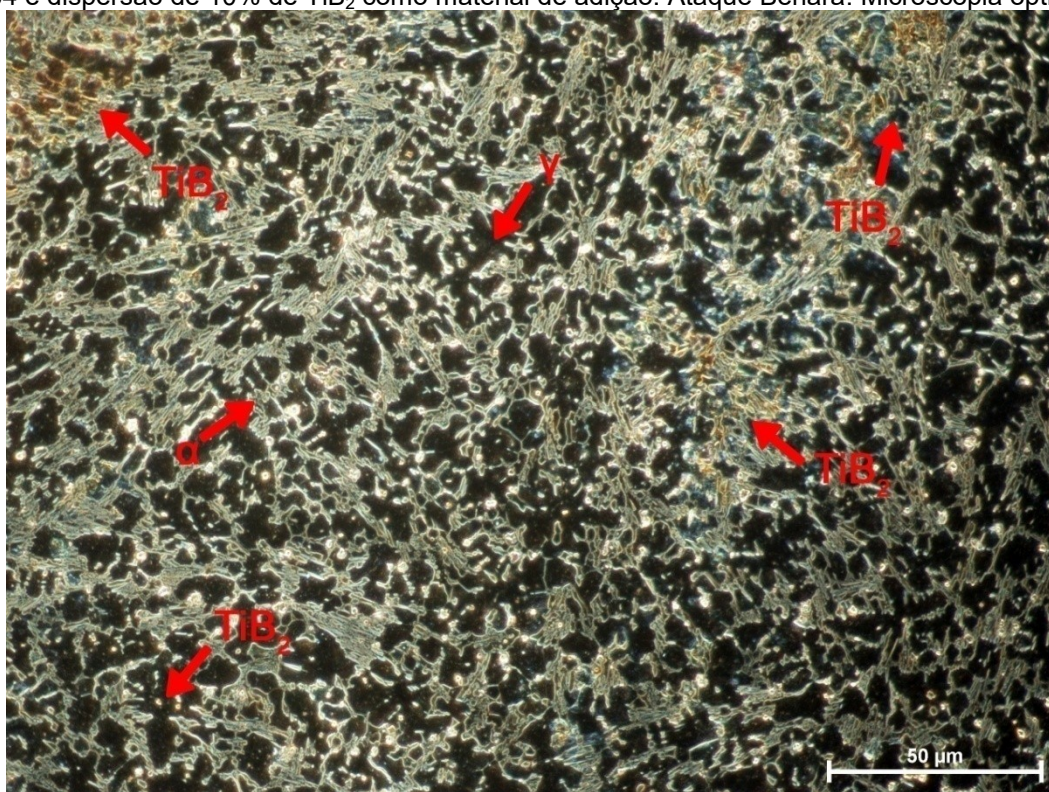
A Figura 58 se refere à amostra do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldada com o pó do UNS S32304 e dispersão de 5% de TiB_2 como material de adição e, a Figura 59 à amostra soldada com dispersão de 10% de TiB_2 . A região clara equivale a ferrita (α), a região escura a austenita (γ) e o TiB_2 aparece em um tom amarelo brilhoso, como destacado nas imagens.

Figura 58 - Zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado a laser com pó do UNS S32304 e dispersão de 5% de TiB_2 como material de adição. Ataque Behara. Microscopia óptica.



Fonte: [Autor].

Figura 59 - Zona fundida do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado a laser com pó do UNS S32304 e dispersão de 10% de TiB_2 como material de adição. Ataque Behara. Microscopia óptica.

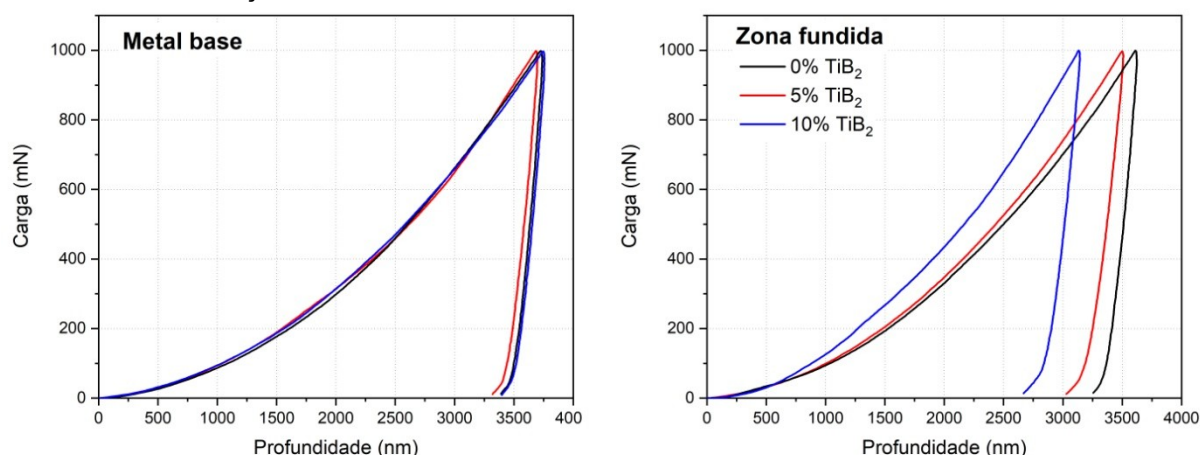


Fonte: [Autor].

5.2.3 Indentação e dureza instrumentada

Ensaio de indentação instrumentada foram realizados para comparar o efeito de diferentes adições de TiB_2 nas propriedades mecânicas das soldas do aço inoxidável duplex UNS S32304. Essa técnica é utilizada para se obter a dureza nas superfícies dos materiais [96]. É apresentado na Figura 60 as curvas típicas de carga aplicada versus profundidade de penetração para o metal base e para zona fundida das amostras soldadas a laser com o pó do aço UNS S32304 como material de adição com diferentes percentuais de dispersão de TiB_2 .

Figura 60 - Curva de carregamento versus profundidade de penetração no ensaio de indentação instrumentada para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas a laser com pó como material de adição.



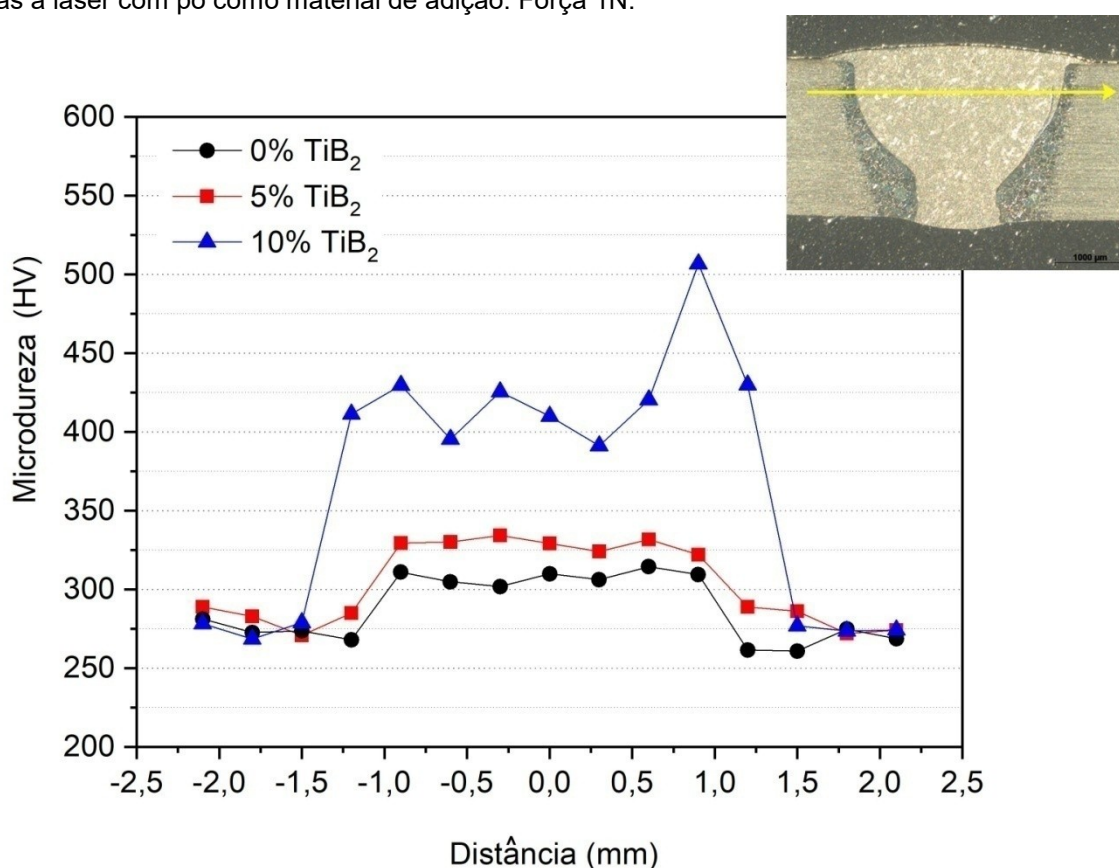
Fonte: [Autor].

As curvas encontradas para o metal base se sobrepõem, já que o material é o mesmo, e o processo de soldagem não interfere nas propriedades do metal base, confirmando a reprodutibilidade das medidas. Para as curvas referente à zona fundida é possível ver uma variação proporcional ao percentual de TiB_2 adicionado ao material de enchimento. Sob as mesmas condições de carregamento, a amostra com o maior percentual de TiB_2 (10%) apresentou menor profundidade do penetrador na amostra, o que corresponde ao maior valor de dureza, quando comparado as demais amostras. Este comportamento era esperado, pois corrobora com as propriedades características de materiais compósitos metal-cerâmico, como explicado na sessão 3.7.1. Enfatiza-se aqui as propriedades do TiB_2 : alta dureza e

alta resistência [87], confirmando que a adição do TiB_2 provocou um aumento da resistência mecânica na solda do AID UNS S32304.

A partir das curvas de carga versus profundidade de penetração, foram calculados os valores de dureza utilizando a equação (11), que são apresentados na Figura 61. O gráfico exibe o perfil de dureza para cada condição estudada. Para essas medidas foi encontrado um erro percentual menor do que 5%.

Figura 61 - Perfil de dureza instrumentada para as amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas a laser com pó como material de adição. Força 1N.

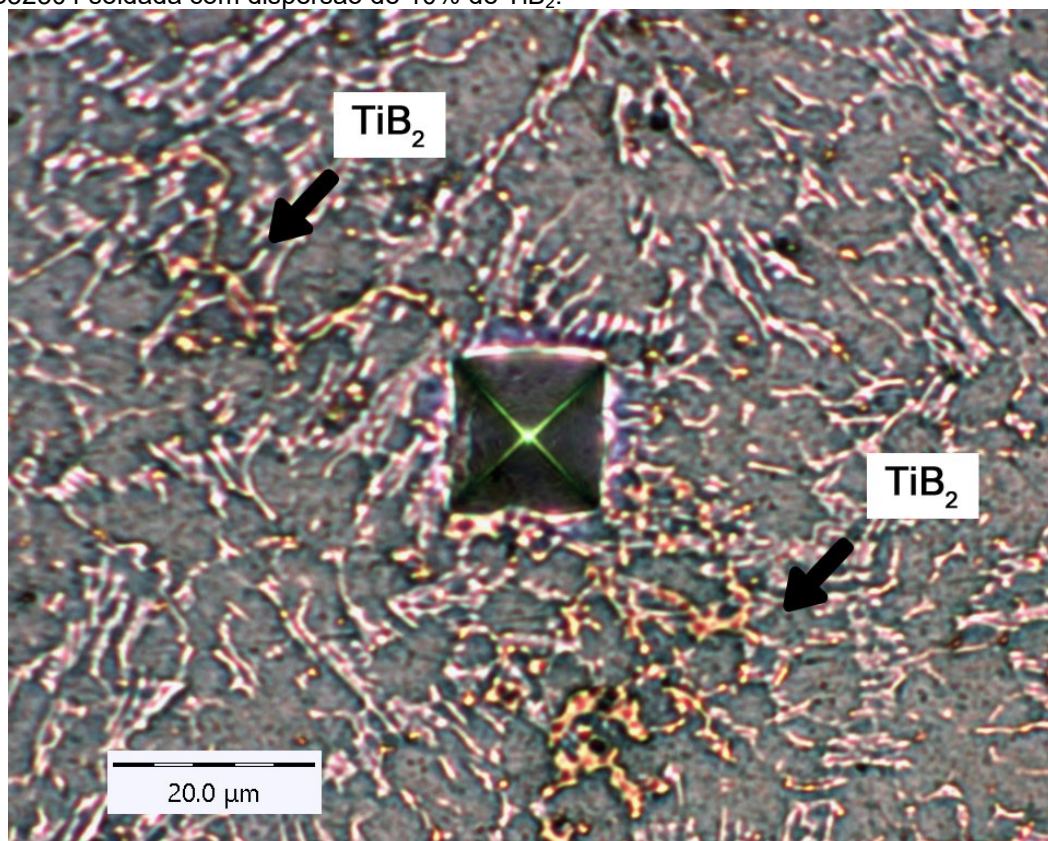


Fonte: [Autor].

Foi realizado um perfil de dureza partindo do metal base em direção a zona fundida para cada amostra soldada com pó como material de enchimento, com a finalidade de comparar a influência da adição do TiB_2 na dureza do material. É possível ver, que para todas as amostras a dureza na zona fundida aumenta em relação ao metal base, como consequência das tensões induzidas pelo processo de soldagem, como explicado anteriormente. Além disso, assim como mostraram as curvas de indentação, a dureza na zona fundida aumenta com o aumento percentual de adição

de TiB_2 . Em especial, foi possível visualizar um ponto com valor de dureza bem maior que os demais, e foi possível confirmar, através de microscopia, que essa medida foi feita exatamente em cima de uma grande concentração de TiB_2 , como mostra a Figura 62.

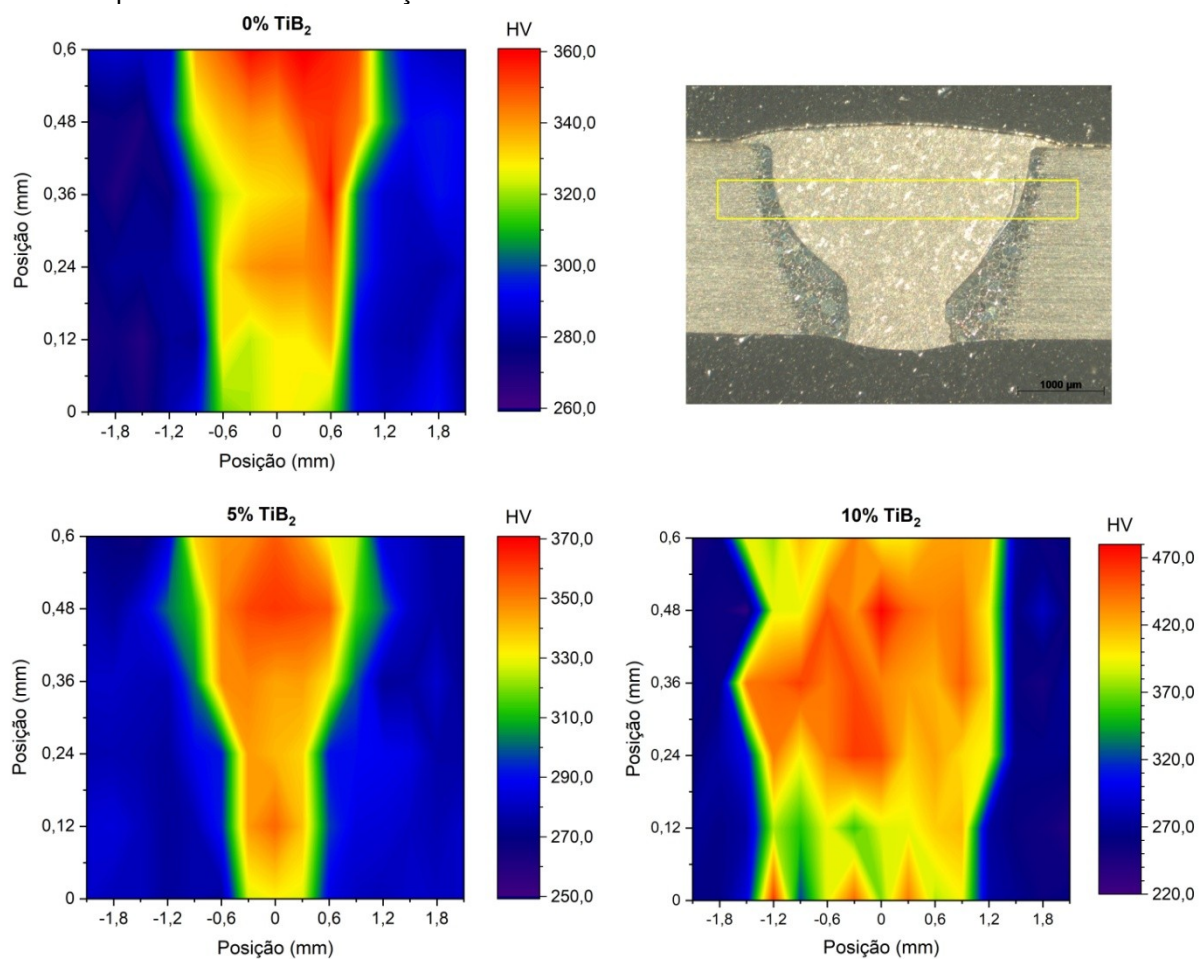
Figura 62 - Marca da indentação na análise de microdureza da amostra do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldada com dispersão de 10% de TiB_2 .



Fonte: [Autor].

Ainda objetivando avaliar a qualidade da dispersão de TiB_2 na solda, foi feito mapeamento da dureza utilizando *heatmaps*, com uma matriz de 6 x 15 pontos em uma área de 4,2 x 0,6 mm², para as três condições estudadas: com pó 100% UNS S32304, e com 5% e 10% de dispersão de TiB_2 , Figura 63.

Figura 63 - Mapeamento da dureza nas amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas a laser com pó como material de adição.



Fonte: [Autor].

O mapeamento de dureza confirma mais uma vez a viabilidade da soldagem do aço inoxidável duplex UNS S32304 utilizando o pó como material de adição, demonstrando uma homogeneidade na dispersão do TiB₂ na zona fundida das amostras soldadas e comprovando um aumento no valor das propriedades mecânicas.

6 CONCLUSÃO

Por meio deste estudo foi possível obter resultados inéditos sobre o comportamento mecânico de chapas do aço inoxidável duplex UNS S32304 (1,8 mm de espessura) soldadas por processo TIG autógeno com posterior tratamento térmico. Adicionalmente, também foi possível investigar de forma preliminar a fabricação do pó duplex através de desbaste mecânico e, sua utilização com dispersão de TiB_2 , como material de adição na soldagem a laser a vácuo do aço duplex.

Verificou-se que os tratamentos térmicos pós-soldagem TIG autógena aplicados às amostras do aço inoxidável duplex não degradaram as propriedades do material em comparação ao material soldado sem tratamento térmico. Pelo contrário, houve uma melhora na resistência à tração e na ductilidade para todas as temperaturas de tratamento térmico utilizadas, mostrando que o aço inoxidável duplex é um material adequado para a construção do revestimento externo do recipiente para transporte de material radioativo.

Considerando um possível cenário de incêndio e acidente durante o transporte, os resultados experimentais indicam que não há depreciação das propriedades na zona fundida do material soldado após um incêndio, portanto o material pode cumprir as exigências de segurança e proteção radiológica durante o transporte de substâncias radioativas regulamentadas pela CNEN NE 5.01.

O aumento da temperatura de tratamento térmico promoveu um aumento do conteúdo da fase austenítica, resultando em uma melhora na ductilidade. Entre os tratamentos térmicos utilizados, a temperatura de 650 °C mostrou uma melhor combinação nas propriedades, apresentando a maior resistência à tração, aumento no alongamento e uma menor precipitação de fases deletérias.

As análises de MEV e EBSD detectaram a presença de nitretos de cromo na zona fundida das amostras do AID soldadas por processo TIG autógeno, e indicaram que esses nitretos são do tipo CrN. Além disso, foi constatado que com o aumento da temperatura do tratamento térmico esses nitretos deram origem à austenita secundária ou se dissolveram. A austenita secundária foi encontrada nas amostras

soldadas com tratamento térmico a 700 °C e 750 °C, o que aumentou o conteúdo total da fase austenítica quantificada, pois a análise de quantificação de fases não consegue distinguir a austenita primária da secundária, justificando especialmente o aumento pronunciado dessa fase na amostra tratada a 750 °C.

Foi mensurado um aumento da dureza a partir do metal base em direção à zona fundida para todas as condições, que é consequência das tensões induzidas durante os ciclos térmicos no processo de soldagem e devido à presença do nitrogênio, que aumenta a dureza das fases ferrítica e austenítica. A amostra soldada com subsequente tratamento térmico a 600 °C apresentou a maior dureza média na zona fundida, o que pode estar relacionada à maior precipitação de nitretos de cromo observada para esta condição.

Entre os modelos de encruamento analisados neste estudo, a equação de Hockett-Sherby foi a que melhor descreveu o comportamento mecânico das amostras soldadas, mostrando que os parâmetros de ajuste são funções do conteúdo de fase austenítica. Além disso, tanto o modelo de Hockett-Sherby como o modelo de Voce revelaram que seus parâmetros estão diretamente relacionados ao conteúdo de austenita presente na zona fundida.

A fabricação do pó duplex através da tecnologia *top-down* foi satisfatória, pois foi possível obter partículas micrométricas e manter as duas fases que estavam presentes no material base.

A soldagem a laser a vácuo apresentou bons resultados tanto para a soldagem autógena quanto para soldagem com pó como material de adição. Através de imagens microscópicas, foi possível visualizar a penetração completa da solda, fusão total do pó e da chapa, e não foi encontrada a presença de poros.

As medidas de indentação instrumentada confirmaram a dispersão do TiB₂ na zona fundida das amostras soldadas a laser e aumento no valor das propriedades mecânicas. O aumento foi proporcional ao aumento da dispersão do TiB₂.

Esses resultados confirmam a viabilidade da metodologia inédita adotada neste trabalho, para soldagem com pó (metal-cerâmico) como material de adição.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar o preaquecimento das chapas e/ou controlar a taxa de resfriamento durante a soldagem para aumentar o percentual de austenita no balanço de fases pós soldagem;
- Quantificar através de EBSD ou microscopia eletrônica de transmissão a influência das discordâncias e comparar com as análises realizadas através dos modelos de encruamento;
- Fabricar eletrodo recoberto ou arame tubular a partir do pó do UNS S32304 com dispersão de TiB_2 para simplificar o processo e possivelmente obter melhor qualidade na soldagem a laser com material de adição;
- Realizar microtomografia para quantificar a presença de poros no interior da solda, e confirmar a dispersão do TiB_2 nas amostras soldadas a laser;
- Realizar medidas de difração de raios X para verificar se não houve contaminação do pó compósito na preparação, identificar e quantificar as fases nas amostras soldadas a laser;
- Realizar ensaios de tensão-deformação para as amostras soldadas com adição de TiB_2 para comparar com as propriedades das amostras soldadas de forma autógena e com os modelos de encruamento de Voce e Hockett-Sherby utilizados neste trabalho.

REFERÊNCIAS

1. WNN. World Nuclear News, 2022. Disponível em: <<https://www.world-nuclear-news.org/Articles/Brazils-ENBPar-and-Rosatom-agree-to-cooperate>>. Acesso em: 14 dez. 2022.
2. PETRONOTÍCIAS. Petronotícias, 2022. Disponível em: <<https://petronoticias.com.br/crescimento-dos-negocios-da-rosatom-no-brasil-revela-o-tamanho-do-setor-nuclear-no-brasil-e-suas-perspectivas-para-o-futuro/>>. Acesso em: 14 dez. 2022.
3. CNEN. CNEN NE 5.01: Transporte de Materiais Radioativos - Resolução CNEN 013/88. Comissão Nacional de Energia Nuclear. Agosto, 1988.
4. HARA, D.H.S.; FIORE, M.; LUCCHESI, R.F.; MANCINI, V.A.; ROSSI, J.L. Materials selection for a transport packaging of Mo-99. International Nuclear Atlantic Conference - INAC 2015, São Paulo, 2015.
5. GUNN, R.N. Duplex stainless steel: microstructure, properties and application. Abington, England: Woodhead Publishing Ltd, 1997.
6. CHARLES, J. Duplex stainless steels, a review after DSS' 07 held in Grado. Revue de Métallurgie, Maastricht, 155-171, 2008.
7. NILSSON, J.-O. Super duplex stainless steels. Materials Science and Technology, 8, 685-700, 1992.
8. SAHU, J.K.; KRUPPC, U.; GHOSHA, R.N.; CHRIST, H.-J. Effect of 475 °C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel. Materials Science and Engineering A, 508, 1-14, 2009.
9. FONSECA, G.S.; BARBOSA, L.O.R.; FERREIRA, E.A.; XAVIER, C.R.; CASTRO, J.A. Microstructural, Mechanical, and Electrochemical Analysis of Duplex and Superduplex Stainless Steels Welded with the Autogenous TIG Process Using Different Heat Input. Metals, v. 7, n. 12, p. 538-558, 2017.
10. IMOA. Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steels. International Molybdenum Association, London, 2014.
11. TUMU, D.P.; SUBRAMANI, P.; KUMAR, K.G.; MANIKANDAN, M.; MOHAN, C.G.; ARIVAZHAGAN, N.; RAJAN, D.N. Investigation on microstructure and tensile properties of dissimilar weld joints between AISI 316l and duplex 2205 stainless steel. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 402, v. 1, 2018.
12. BETINI, E.G.; GOMES, M.P.; MILAGRE, M.X.; MACHADO, C.S.C.; REIS, L.A.M.; MUCSI, C.S.; ORLANDO, M.T.D.; MARTINEZ, L.S.; LUZ, T.S.; ROSSI, J.L. Study on welding thermal cycle and residual stress of UNS S32304 duplex stainless steel selected as external shield for a transport packaging of Mo. Brazilian Journal of Radiation Sciences, v. 2A, n. 7, p. 1-13, 2019.
13. RAMIREZ, A.J.; BRANDI, S.D.; LIPPOLD, J.C. Secondary austenite and chromium nitride precipitation in simulated heat affected zones of duplex stainless steels. Science and Technology of Welding and Joining, v. 9, n. 4, p. 301-313, 2004.
14. KHATAMI-HAMEDANI, H.; ZAREI-HANZAK, A.; ABEDI, H.R.; ANOUSHE, A.S.; KARJALAINEN, L.P. Dynamic restoration of the ferrite and austenite phases during hot compressive deformation of a lean duplex stainless steel. Materials Science & Engineering A, v. 788, p. 139400, 2020.
15. POHL, M.; STORZ, O.; GLOGOWSKI, T. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. Materials Characterization, 65-71, 2007.
16. RAMIREZ, A.J.; LIPPOLD, J.C.; BRANDI, S.D. The relationship between chromium nitride and secondary austenite precipitation in duplex stainless steel. Metallurgical and materials transactions A, 34A, 1575-1597, 2003.
17. MARQUES, P.V.; MODENESI, P.J.; BRACARENSE, A.Q. Soldagem. Fundamentos e tecnologia. 3ª. ed. Belo Horizonte: Editora UFMG, 2011.

18. CHIAVERINI, V. Tecnologia mecânica: processos de fabricação e tratamento. 2ª. ed. [S.l.]: McGraw-Hill, LTDA, v. II, 1986.
19. NAYAK, A.K.; SHASHANKA, R.; CHAIRA, D. Effect of Nanosize Yittria and Tungsten Addition to Duplex Stainless Steel During High Energy Planetary Milling. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, v. 115, p. 012008, 2016.
20. SHASHANKA, R.; CHAIRA, D. Effects of Nano-Y2O3 and Sintering Parameters on the Fabrication of PM Duplex and Ferritic Stainless Steels. Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.), v. 29, n. 1, p. 58-71, 2016.
21. OKE, S.R.; IGE, O.O.; FALODUN, O.E.; OBADELE, B.A.; MPHABLELE, M.R.; OLUBAMBI, P.A. Influence of sintering process parameters on corrosion and wear behaviour of SAF 2205 reinforced with nano-sized TiN. Materials Chemistry and Physics, v. 206, p. 166-173, 2018.
22. HAN, Y.; ZHANG, W.; SUN, S.; CHEN, H.; RAN, X. Microstructure, Hardness, and Corrosion Behavior of TiC-Duplex Stainless Steel Composites Fabricated by Spark Plasma Sintering. Journal of Materials Engineering and Performance, v. 26, n. 8, p. 4056-4063, 2017.
23. OKE, S.R.; IGE, O.O.; FALODUN, O.E.; OKORO, A.M.; MPHABLELE, M.R.; OLUBAMBI, P.A. Powder metallurgy of stainless steels and composites: a review of mechanical alloying and spark plasma sintering. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, v. 102, p. 3271-3290, 2019.
24. SILVA, A.L.V.C.S.; MEI, P.R. Aços e ligas especiais. 3ª. ed. [S.l.]: Blucher, 2010.
25. LIPPOLD, J.C.; KOTECKI, D.J. Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2005.
26. BETINI, E.G.; GOMES, M.P.; MUCSI, C.S.; ORLANDO, M.T.D., LUZ, T.S.; AVETTAND-FÉNOËL, M.-N., ROSSI, J.L. Effect of nitrogen addition to shielding gas on cooling rates and in the microstructure of thin sheets of duplex stainless steel welded by pulsed gas tungsten arc welding process. Materials Research, v. 22, n. suppl 1, 2019.
27. SCI. Design manual for structural stainless steel. Steel Construction Institute. 4. ed. Berkshire: [s.n.], 2017.
28. FOURIE, J.W.; ROBINSON, F.P.A. Literature review on the influence of weld heat inputs on the mechanical and corrosion properties of duplex stainless steels. Journal of the South African institute of mining and metallurgy, v. 90, n. 3, p. 59-65, 1990.
29. BHADESHIA, H.K.D.H.; HONEYCOMBE, R.W.K. Steels: microstructure and properties. Third. ed. [S.l.]: Butterworth-Heinemann, 2006.
30. WANG, S.; QIHUI MA, Y.L. Characterization of microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of dissimilar welded joint between 2205 duplex stainless steel and 16MnR. Materials and Design, 32, 831-837, 2011.
31. BADJI, R.; BOUABDALLAH, M.; BACROIX, B.; KAHLOUNA, C.; BELKESSA, B.; MAZA, H. Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds. Materials Characterization, 59, 447-453, 2008.
32. COLPAERT, H. Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns. 4ª. ed. [S.l.]: Blucher, 2008.
33. SIMMONS, J.W. Overview: high-nitrogen alloying of stainless steels. Materials Science and Engineering A, 207, 159 - 169, 1996.
34. LO, K.H.; SHEK, C.H.; LAI, J.K.L. Recent developments in stainless steels. Materials Science and Engineering R, 39 - 104, 2009.
35. HOSFORD, W.F. Mechanical Behavior of Materials. [S.l.]: Cambridge University Press, 2005.
36. DIETER, G.E. Mechanical Metallurgy. New York: McGraw-Hill Book Company, 1961.
37. HOLLOMON, J.H. Tensile Deformation. Trans. AIME, v. 162, p. 268-290, 1945.

38. FENG, A.H.; CHEN, D.L.; MA, Z.Y.; MA, W.Y.; SONG, R.J. Microstructure and Strain Hardening of a Friction Stir Welded High-Strength Al-Zn-Mg Alloy. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, v. 27, n. 4, p. 723-729, 2014.
39. REIS, L.C.; OLIVEIRA, M.C.; SANTOS, A.D.; FERNANDES, J.V. On the determination of the work hardening curve using the bulge test. *International Journal of Mechanical Sciences*, v. 105, p. 158-181, 2016.
40. HERTELÉ, S.; WAELE, W.D.; DENYS, R. A generic stress-strain model for metallic materials with two-stage strain hardening behaviour. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, v. 46, p. 519-531, 2011.
41. GRONOSTAJSKI, Z. The constitutive equations for FEM analysis. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 106, p. 40-44, 2000.
42. VOCE, E. The relationship between stress and strain for homogeneous deformation. *Journal of the Institute of Metals*, v. 74, p. 537-562, 1948.
43. SWIFT, H.W. Plastic instability under plane stress. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v. 1(1), p. 1-18, 1952.
44. LUDWIGSON, D.C. Modified Stress-Strain Relation for FCC Metals and Alloys. *Metallurgical Transactions*, v. 2, p. 2825-2828, 1971.
45. HOCKETT, J.E.; SHERBY, O.D. Large strain deformation of polycrystalline metals at low homologous temperatures. *J. Mech. Phys. Solids*, v. 23, p. 87-98, 1975.
46. MONTEIRO, S.N.; REDD-HILL, R.E. An empirical analysis of titanium Stress-Strain curves. *Metallurgical Transactions*, v. 4, p. 1011-1015, 1973.
47. CAO, J.; LI, F.-G.; MA, X.-K.; SUN, Z.-K. Tensile stress-strain behavior of metallic alloys. *Transactions Nonferrous Metals Society of China*, v. 27, p. 2443-2453, 2017.
48. CHOUDHARY, B.K.; CHRISTOPHER, J.; PALAPARTI, D.P.R.; SAMUEL, E.I.; MATHEW, M.D. Influence of temperature and post weld heat treatment on tensile stress-strain and work hardening behaviour of modified 9Cr-1Mo steel. *Materials and Design*, n. 52, p. 58-66, 2013.
49. KANG, S.-K.; KIM, Y.-C.; KIM, K.-H.; KWON, D.; KIM, J.-Y. Constitutive equations optimized for determining strengths of metallic alloys. *Mechanics of Materials*, n. 73, p. 51-57, 2014.
50. CHRISTOPHER, J.; CHOUDHARY, B.K.; SAMUEL, E.I.; MATHEW, M.D.; JAYAKUMAR, T. Tensile stress-strain and work hardening behaviour of P9 steel for wrapper application in sodium cooled fast reactors. *Journal of Nuclear Materials*, n. 420, p. 583-590, 2012.
51. KWEON, H.D.; KIM, J.W.; SONG, O.; OH, D. Determination of true stress-strain curve of type 304 and 316 stainless steels using a typical tensile test and finite element analysis. *Nuclear Engineering and Technology*, n. 53, p. 647-656, 2021.
52. PHAM, Q.-T.; LEE, B.-H.; PARK, K.-C.; KIM, Y.-S. Influence of the post-necking prediction of hardening law on the theoretical forming limit curve of aluminium sheets. *International Journal of Mechanical Sciences*, n. 140, p. 521-536, 2018.
53. BRANDI, S.D.; WAINER, E.; MELLO, F.D.H.D. *Soldagem: Processos e Metalurgia*. [S.l.]: Edgard Blucher, 1992.
54. WIKTOROWICZ, R.; CROUCH, J. Shielding gas developments for TIG welding of duplex and super duplex stainless steels. *Welding and metal fabrication*, 62, 379 - 382, 1994.
55. ZHANG, Z.; JING, H.; XU, L.; HAN, Y.; ZHAO, L.; ZHOU, C. Effects of nitrogen in shielding gas on microstructure evolution and localized corrosion behavior of duplex stainless steel welding joint. *Applied Surface Science*, 404, 110-128, 2017.
56. JIANG, M.; TAO, W.; CHEN, Y. Laser Welding under Vacuum: A Review. *Applied sciences*, v. 7, n. 9, p. 909, 2017.
57. KATAYAMA, S.; KAWAHITO, Y.; MIZUTANI, M. Latest progress in performance and understanding of laser welding. *Physics Procedia*, v. 39, p. 8-16, 2012.

58. GHOSH, A.; MISRA, D.; ACHARYYA, S.K. Experimental and Numerical Investigation on Laser Welding of 2205 Duplex Stainless Steel. *Lasers in Manufacturing and Materials Processing*, v. 6, p. 228–246, 2019.
59. REISGEN, U.; OLSCHOK, S.; JAKOBS, S.; TURNER, C. Laser beam welding under vacuum of high grade materials. *Welding in the World*, v. 60, p. 403-413, 2016.
60. BÖRNER, C.; DILGER, K.; ROMINGER, V.; HARRER, T.; KRÜSSEL, T.; LÖWER, T. Influence of ambient pressure on spattering and weld seam quality in laser beam welding with the solid-state laser. In: *International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics*, p. 621-629, 2011.
61. JIANG, M.; TAO, W.; WANG, S.; CHEN, L.L.Y. Effect of ambient pressure on interaction between laser radiation and plasma plume in fiber laser welding. *Vacuum*, v. 138, p. Vacuum, 2017.
62. LUO, Y.; TANG, X.; LU, F.; CHEN, Q.; CUI, H. Effect of subatmospheric pressure on plasma plume in fiber laser welding. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 215, p. 219-224, 2015.
63. YOUHEI, A.; YOUSUKE, K.; HIROSHI, N.; KOJI, N.; MASAMI, M.; SEIJI, K. Effect of reduced pressure atmosphere on weld geometry in partial penetration laser welding of stainless steel and aluminium alloy with high power and high brightness laser. *Science and Technology of Welding and Joining*, v. 19, n. 4, p. 324-332, 2014.
64. KATAYAMA, S.; YOHEI, A.; MIZUTANI, M.; KAWAHITO, Y. Development of Deep Penetration Welding Technology with High Brightness Laser under Vacuum. *Physics Procedia*, v. 12, p. 75–80, 2011.
65. PEKKARINEN, J.; KUJANPÄÄ, V. The effects of laser welding parameters on the microstructure of ferritic and duplex stainless steels welds. *Physics Procedia*, v. 5, p. 517–523, 2010.
66. SOITYSIK, R.; GIETKA, T.; SOITYSIK, A. The effect of laser welding power on the properties of the joint made of 1.4462 duplex stainless steel. *Advances in Mechanical Engineering*, v. 10, n. 1, p. 1–12, 2018.
67. EL-BATAHGY, A.-M.; KHOURSHID, A.-F.; SHAREF, T. Effect of Laser Beam Welding Parameters on Microstructure and Properties of Duplex Stainless Steel. *Materials Sciences and Applications*, v. 2, p. 1443-1451, 2011.
68. WANG, S.-H.; CHIU, P.-K.; YANG, J.-R.; FANG, J. Gamma (γ) phase transformation in pulsed GTAW weld metal of duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 420, p. 26-33, 2006.
69. ATAMERT, S.; KING, J. E. Super duplex stainless steels - Part 1 Heat affected zone microstructures. *Materials Science and Metallurgy*, 8, 896-911, 1992.
70. CHEN, T.H.; YANG, J.R. Microstructural characterization of simulated heat affected zone in a nitrogen-containing 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, 338, 166-181, 2002.
71. DUBÉ, C.A.; AARONSON, H.I.; MEHL, R.F. La formation de la ferrite proeutectoïde dans les aciers au carbone. *Revue de metallurgie*, v. 55, n. 3, p. 201-210, 1958.
72. KRAL, M.V.; SPANOS, G. Three-dimensional analysis and classification of grain-boundary-nucleated proeutectoid ferrite precipitates. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 36A, p. 1199-1207, 2005.
73. THEWLIS, G. Classification and quantification of microstructures in steels. *Materials Science and Technology*, v. 20, p. 143-160, 2004.
74. JAMES, W.B. *Powder Metallurgy Methods and Applications*. ASM handbook of powder metallurgy, v. 7, p. 9-19, 2015.
75. BRAGA, N.D.A.; FERREIRA, N.G.; CAIRO, C A.A. Obtenção de titânio metálico com porosidade controlada por metalurgia do pó. *Química Nova*, v. 30, n. 2, p. 450-457, 2007.
76. AMES. Sintered Metallic components. Basic Manufacturing Process. Disponível em: <<https://www.ames-sintering.com/basic-manufacturing-process/>>.

77. GERMAN, R.M. Sintering Theory and Practice. [S.I.]: John Wiley & Sons, Inc, 1996.
78. THÜMMLER, F.; THOMMA, W. The sintering process. Metallurgical Reviews, v. 12, n. 1, p. 69-108, 1967.
79. JONES, R.M. Mechanics of composite materials. Second. ed. [S.I.]: CRC Press, 1998.
80. CAMPBELL, F.C. Structural Composite Materials. Ohio: ASM International, 2010.
81. IBRAHIM, I.A.; MOHAMED, F.A.; LAVERNIA, E.J. Particulate reinforced metal matrix composites - a review. Journal of materials science, v. 26, p. 1137-1156, 1991.
82. BASAK, A.K.; PRAMANIK, A.; ISLAM, M.N.; ANANDAKRISHNAN, V. Challenges and recent developments on nanoparticle-reinforced metal matrix composites. Fillers and Reinforcements for Advanced Nanocomposites, Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering, p. 349-367, 2015.
83. ZHANG, H.; SPRINGER, H.; APARICIO-FERNÁNDEZ, R.; RAABE, D. Improving the mechanical properties of Fe e TiB₂ high modulus steels through controlled solidification processes. Acta Materialia, v. 118, p. 187-195, 2016.
84. ALMANGOUR, B.; GRZESIAK, D.; YANG, J.-M. Selective laser melting of TiB₂/316L stainless steel composites: The roles of powder preparation and hot isostatic pressing post-treatment. Powder Technology, v. 309, p. 37-48, 2017.
85. HAN, Y.; SHU, Y.D.I.; WANG, J.; SUN, B. Electronic and bonding properties of TiB₂. Journal of Alloys and Compounds, v. 438, p. 327-331, 2007.
86. MUKHOPADHYAY, A.; RAJU, G.B.; BASU, B.; SURI, A.K. Correlation between phase evolution, mechanical properties and instrumented indentation response of TiB₂-based ceramics. Journal of the European Ceramic Society, v. 29, p. 505-516, 2009.
87. MUNRO, R.G. Material Properties of Titanium Diboride. Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, v. 105, n. 5, p. 709-720, 2000.
88. TJONG, S.C.; LAU, K.C. Abrasion resistance of stainless-steel composites reinforced with hard TiB₂ particles. Composites Science and Technology, v. 60, p. 1141-1146, 2000.
89. LI, B.; LIU, Y.; CAO, H.; HE, L.; LI, J. Rapid synthesis of TiB₂/Fe composite in situ by spark plasma sintering. Journal of Materials Science, v. 44, p. 3909-3912, 2009.
90. SULIMA, I.; BOCZKAL, S.; JAWORSKA, L. SEM and TEM characterization of microstructure of stainless steel composites reinforced with TiB₂. Materials Characterization, v. 118, p. 560-569, 2016.
91. ALMANGOUR, B.; KIM, Y.-K.; GRZESIAK, D.; LEE, K.-A. Novel TiB₂-reinforced 316L stainless steel nanocomposites with excellent room- and high-temperature yield strength developed by additive manufacturing. Composites Part B, v. 156, p. 51-63, 2019.
92. BISWAS, A.; BAYER, I.S.; BIRIS, A.S.; WANG, T.; DERVISHI, E.; FAUPEL, F. Advances in top-down and bottom-up surface nanofabrication: Techniques, applications & future prospects. Advances in Colloid and Interface Science, n. 170, p. 2-27, 2012.
93. ROSSI, J.L. The fatigue damage in a fibre reinforced alloy. Tese de doutorado: University of Manchester, Manchester, 1991.
94. ASTM. A370-18 - Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products. American Society for Testing and Materials.
95. CAETANO, G.A. Avaliação das propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex UNS S32304 submetido à soldagem TIG e diferentes temperaturas de tratamento térmico. Dissertação de mestrado: Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2019.
96. OLIVER, W.C.; PHARR, G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Journal of Materials Research, v. 7, n. 6, p. 1564-1583, 1992.

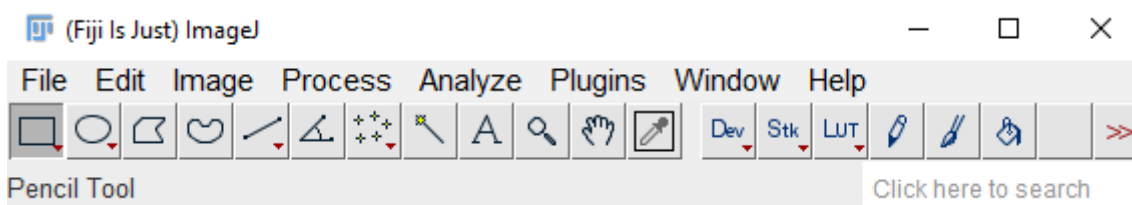
97. ALBUQUERQUE, V.H.C.; CORTEZ, P.C.; ALEXANDRIA, A.R.; AGUIAR, W.M.; SILVA, E.M. Sistema de segmentação de imagens para quantificação de microestruturas em metais utilizando redes neurais artificiais. *Revista Matéria*, v. 12, n. 2, p. 394-407, 2007.
98. FERREIRA, T.; RASBAND, W. *ImageJ User Guide*, 2012.
99. JENKO, D.; MANDZIEJ, S.; TOFFOLON-MASCLET, C.; ŠUŠTARŠIČ, B.; JENKO, M. TEM Study of Dislocations in Duplex Stainless Steel. *Materiali in tehnologije*, v. 48, n. 1, p. 131-135, 2014.
100. NILSSON, J.-O.; KARLSSON, L.; ANDERSSON, J.-O. Secondary austenite formation and its relation to pitting corrosion in duplex stainless steel weld metal. *Materials Science and Technology*, v. 11, p. 276-283, 1995.
101. HORVATH, W.; PRANTL, W.; STROIßNIGG, H.; WERNER, E.A. Microhardness and microstructure of austenite and ferrite in nitrogen alloyed duplex steels between 20 and 500°C. *Materials Science and Engineering*, v. A256, p. 227-236, 1998.
102. AWS B4.0:2007. *Standard Methods for Mechanical Testing of Welds*. American Welding Society, 2007.
103. BS EN 895:1995. *Destructive tests on welds in metallic materials — Transverse tensile test*. British Standard, 1999.
104. RAABE, D. Simulation of rolling textures of b.c.c. metals considering grain interactions and crystallographic slip on 110, 112 and 123 planes. *Materials Science and Engineering A*, v. 197, p. 31-37, 1995.
105. RAABE, D. Investigation of contribution of 123 slip planes to development of rolling textures in bcc metals by use of Taylor models. *Materials Science and Technology*, v. 11, p. 455-460, 1995.
106. PADILHA, A.F.; SICILIANO JR., F. *Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura*. 3ª. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 2005.
107. MADEIRA, R.P.; MODENESI, P.J. Utilização do Ensaio Erichsen para a Avaliação do Desempenho de Juntas Soldadas. *Soldagem Insp*, v. 15, p. 22-30, 2010.
108. SAINATH, G.; CHOUDHARY, B.K.; CHRISTOPHER, J.; SAMUEL, E.I.; MATHEW, M.D. Applicability of Voce equation for tensile flow and work hardening behavior of P92 ferritic steel. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, v. 132-133, p. 1-9, 2015.
109. MOVAHED, P.; KOLAHGAR, S.; MARASHI, S.P.H.; POURANVARI, M.; PARVIN, N. The effect of intercritical heat treatment temperature on the tensile properties and work hardening behavior of ferrite–martensite dual phase steel sheets. *Materials Science and Engineering*, v. 518, p. 1-6, 2009.
110. KOCKS, U.F. Laws for work-hardening and low-temperature creep. *Journal of Engineering Materials and Technology*, v. 98, n. 1, p. 76-85, 1976.
111. MECKING, H.; KOCKS, U.F. Kinetics of flow and strain-hardening. *Acta Metallurgica et Materialia*, v. 29, p. 1865-1875, 1981.
112. LIN, Y.C.; CHEN, X.M. critical review of experimental results and constitutive descriptions for metals and alloys in hot working. *Materials and Design*, v. 32, p. 1733-1759, 2011.

APÊNDICE - Tutorial ImageJ para quantificação de fase e tamanho de grão

Instalação do FIJI - ImageJ

- Download do *software*: <https://imagej.net/Fiji/Downloads> (programa de código aberto e instalação gratuita);
- Descompacte o arquivo “.zip”;
- Abra o arquivo “ImageJ-win64”.

Figura 64 - Interface do programa FIJI (ImageJ).

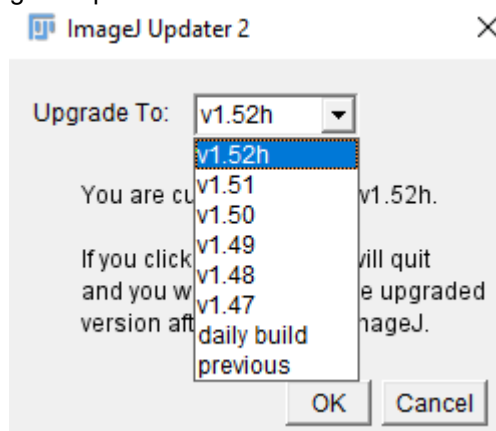


Fonte: [Autor].

Atualização

- Na aba “*Help*” clique em “*Update ImageJ...*”;
- Escolha a versão mais atual e clique em “*OK*”;
- Após baixar as atualizações o programa fechará automaticamente;
- Reabra o programa.

Figura 65 - Atualização do programa para versão mais recente.



Fonte: [Autor].

Para atualizar alguns recursos:

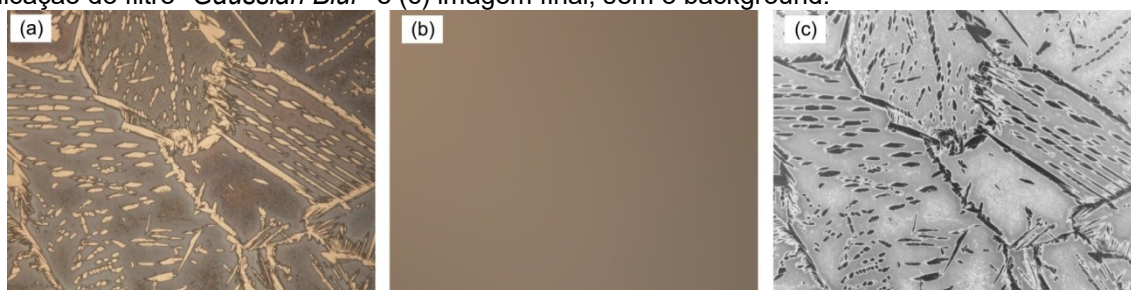
- Na aba “*Help*” clique em “*Update...*”;
- Na nova janela, clique em “*Manage update file*”;
- Selecione a caixa do *BioVoxxel* e do *ImageScience* e clique em “*Close*”;
- Clique em “*Apply Changes*” e as atualizações serão baixadas e instaladas;
- Abra novamente o FIJI e estará pronto para uso.

Processamento de imagens

- Para carregar o arquivo a ser analisado clique na aba “*File*” em seguida “*Open*” e selecione o arquivo desejado;
- Antes de iniciar o processamento da imagem é importante marcar a escala para saber a distância real:
 - Selecione a ferramenta “*Straight*” e trace uma reta do tamanho da escala da imagem utilizada;
 - Clique na aba “*Analyse*”, “*Set scale*” e preencha o campo “*Know distance*” com a escala real da imagem e digite em “*Unit of length*” a unidade, marque “*Global*” para que essa escala possa se repetir para as próximas imagens a serem analisadas e clique em “*OK*”.
- É necessário eliminar textos escritos sobre a imagem e áreas sem interesse:
 - Selecione alguma ferramenta de seleção de área (“*Rectangle Selection*”, “*Oval Selection*”, “*FreeHand Selection*”) marque a área a ser mantida, clique na aba “*Image*” e em seguida “*Crop*”.
- Caso a imagem não tenha alto contraste entre as fases e/ou partículas a serem analisadas, pode ser feita a remoção do background, para melhorar o contraste:
 - Duplique a imagem original clicando na aba “*Image*”, “*Duplicate...*” e renomeie a nova imagem;
 - Para evidenciar o background, na aba “*Process*”, “*Filter*” aplique o filtro “*Gaussian Blur*” na nova imagem. No campo “*Sigma (Radius)*” preencha com um valor de no mínimo $\frac{1}{3}$ da maior resolução da imagem. Clique em “*OK*”;

- Para remover o background da imagem original clique na aba “*Process*”, em seguida em “*Image Calculator...*”;
 - Em “*Image1*”, selecione a imagem duplicada (com background), em “*Operation*”, selecione “*Subtract*”, em “*Image2*”, selecione a imagem original. Marque as caixas “*Create new window*” e “*32-bit (float) result*” e clique em “*OK*”;
 - Uma nova imagem será criada como o resultado da operação. E esta será a imagem principal para a segmentação.

Figura 66 - Etapas para remover o background da imagem: (a) Imagem original, (b) imagem com aplicação do filtro “*Gaussian Blur*” e (c) imagem final, sem o background.



Fonte: [Autor].

Segmentação da imagem utilizando o *Trainable Weka Segmentation (tws)*

- Para abrir o TWS clique na aba “*Plugins*”, “*Segmentation*” e “*Trainable Weka Segmentation*”.

Figura 67 - Interface do *trainable weka segmentation* (TWS).



Fonte: [Autor].

Antes de iniciar o treinamento, é necessário adicionar alguns filtros:

- Clique na aba “*Settings*” e selecione: *Sobel Filter*, *Hessian*, *Gabor*, *Structure*, *Neighbors*;
- Configure os parâmetros:
 - *Membrane thickness: 1*
 - *Membrane patch size: 19*
 - *Minimum sigma:1*
 - *Maximum sigma: 32*
- É possível renomear as classes de acordo com as partículas que se está analisando em “*Class 1*”, “*Class 2*”, e clique em “OK”.
- Inicie o treinamento marcando as fases (ou partículas) diferentes utilizando as ferramentas de desenho:
 - a. Marque uma fase e clique em “*add to class 1*”;
 - b. Marque outra fase clique em “*add to class 2*”;
 - c. Para mais de 2 fases, crie uma nova classe em “*create new class*”.
- Ao terminar, clique em “*Train classifier*” para rodar o treinamento.
- A imagem aparecerá segmentada (todos os botões estarão habilitados novamente). Mas caso a segmentação não tenha ficado boa, é possível

corrigir os erros (marcando as diferentes fases com as ferramentas de desenho novamente) e treinar de novo (“*Train classifier*”);

- É possível salvar o *classifier* para repeti-lo em outras imagens, clicando em “*save classifier*”;
- Ao finalizar o treinamento, clique na aba “*Create result*” para criar e exibir uma imagem resultante.

Para aplicar o *classifier* (treinamento) salvo em outras imagens:

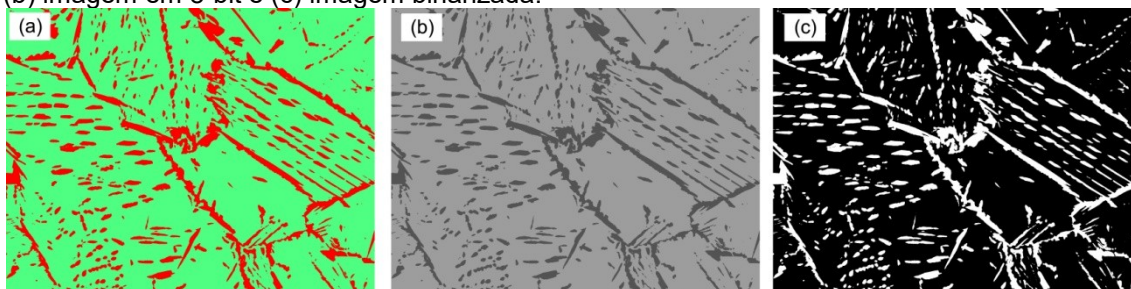
- Abra a nova imagem, sem fechar o FIJI:
 - Clique na aba “*File*”, “*Open*” e selecione o arquivo desejado;
 - Abra o TWS clicando na aba “*Plugins*”, “*Segmentation*” e “*Trainable Weka Segmentation*”.
- Clique em “*Load classifier*” e carregue o *classifier* salvo;
- Clique em *Apply classifier* e carregue novamente a imagem que deseja aplicar o mesmo treinamento.

Análise de imagens por geometria dos grãos

A análise só comporta imagens binarizadas, ou seja, imagens em preto e branco, por isso, se for analisar mais do que 2 itens, é necessário realizar essa operação mais de uma vez, destacando cada região de interesse por vez.

- Antes de binarizar, é necessário mudar a imagem para 8 bits. Clique na aba “*Image*”, “*Type*” e selecione “*8-bit*”, a imagem ficará em escalas de cinza;
- Para binarizar, clique na aba “*Process*”, “*Binary*” e “*Make binary*”;
- A imagem estará pronta para análise.

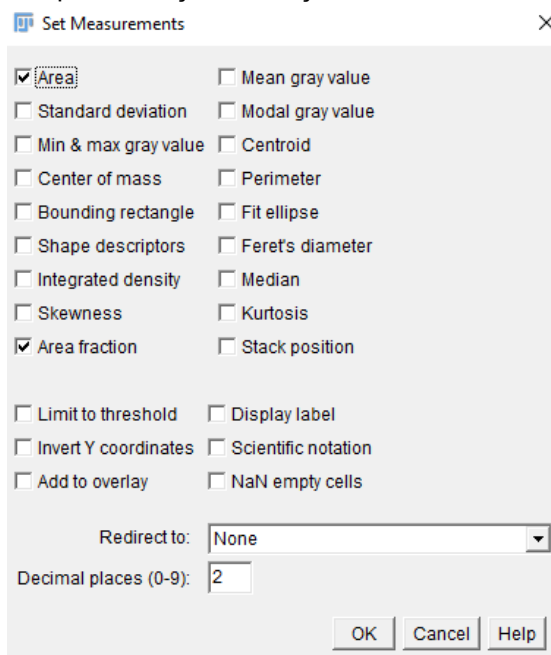
Figura 68 - Segmentação da imagem: (a) Resultado do treinamento do *trainable weka segmentation*, (b) imagem em 8-bit e (c) imagem binarizada.



Fonte: [Autor].

- Os dados a serem medidos devem ser definidos na aba “*Analyse*” e “*Set measurements*”. Só serão analisados os recursos que estiverem marcados na nova janela que se abrirá.
- Área: área da imagem ou da seleção em pixel.
 - Marque as opções “*area*” e “*area fraction*”.
 - Em seguida clique na aba “*Analyse*” e “*Measure*”. Uma nova janela aparecerá com o valor percentual da área medida.
- Tamanho de partículas não circulares, através do diâmetro de Feret: distância entre dois planos paralelos que limitam o objeto perpendicular a essa direção.
 - Marque as opções “*Feret’s diameter*”;
 - Em seguida clique na aba “*Analyse*” e “*Measure*”. Uma nova janela aparecerá com o valor médio medido.
- Tamanho de junção entre grãos, através da função perímetro: é o comprimento contínuo da borda de uma imagem ou segmento.
 - Marque as opções “*Perimeter*”;
 - Em seguida clique na aba “*Analyse*” e “*Measure*”. Uma nova janela aparecerá com o valor médio medido.

Figura 69 - Opções disponíveis para medição na função “*measurements*”.



Fonte: [Autor].

ANEXO - Publicações

GONORING, T.B.; SALUSTRE, M.G.M.; CAETANO, G.A.; MARTINS, J.B.R.; ORLANDO M.T.D. **A constitutive model for the uniaxial tensile plastic behavior of metals based on the instantaneous strain-hardening exponent.** Journal of Materials Research and Technology, v. 20, p. 2421-2443, 2022.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.07.189>.

CAETANO, G.A.; GONORING, T.B.; COELHO, L.M.; LUZ, T.S.; ROSSI, J.L.; ORLANDO M.T.D. **Mechanical Properties Study of a Duplex Stainless Steel Weld Using Physical Simulation and Work Hardening Models.** Journal of Materials Engineering and Performance, v. 31, p. 113-127, 2021.
<https://doi.org/10.1007/s11665-021-06155-8>

CAETANO, G.A.; LUZ, T.S.; COELHO, L.M.; ROSSI, J.L.; ORLANDO, M.T.D. **Efeito De Tratamentos Térmicos Nas Propriedades Mecânicas De Chapas Soldadas Do Aço Inoxidável Duplex UNS S32304.** Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, v.16, p.1 - 5, 2019.
<http://dx.doi.org/10.4322/2176-1523.20191931>

CAETANO, G.A.; PASSOS, C.A.C. **Análise comparativa entre métodos de quantificação de fases em metais por processamento e análise de imagens.** In: São Paulo: Blucher, 9º Workshop de Cristalografia Aplicada a Ciências e Engenharia de Materiais, v. 1, n. 3, p. 20-24, 2019.
<http://doi.org/10.5151/wcagem-04>