

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO

CENTRO TECNOLÓGICO

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

BRUNO LOPES VALENTIM

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TEMPO DE TRATAMENTO TÉRMICO A 475°C NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S32750

VITÓRIA



BRUNO LOPES VALENTIM

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TEMPO DE TRATAMENTO TÉRMICO A 475°C NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S32750

Dissertação apresentado ao Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. SÉRGIO SOUTO MAIOR TAVARES

VITÓRIA

2013

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, quem me proporcionou todas as condições de estar aqui hoje.

Aos meus Pais que com muito amor, me instruíram e auxiliaram em todos os momentos.

Ao meu irmão e demais familiares.

A Marina pela paciência, amizade e compreensão.

Aos amigos, colegas de classe, professores que de forma direta ou indireta muito me ajudaram.

Ao meu orientador professor Prof. Dr. SÉRGIO SOUTO MAIOR TAVARES.

Aos professores Dr. MARCELO CAMARGO SEVERO DE MACEDO e Dr. JUAN MANUEL PARDAL.

Aos demais professores e funcionários do Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo.

E ao CNPQ pelo apoio financeiro dado ao projeto.

"Viver é a coisa mais rara do mundo, a maioria das pessoas apenas existe." Oscar Wilde

Aos meus pais, Agostinho Schwan Valentim e Sara Lopes Valentim

RESUMO

Os Aços Inoxidáveis Super Duplex (AISD) são compostos por uma proporção aproximada de fases de 50% ferrita e 50% austenita. Essa proporção lhes confere boas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão, o que justifica o intenso uso que esses materiais têm tido nas indústrias de óleo e gás, de papel e celulose, nuclear, dentre outras. Devido à temperatura de alguns processos nos quais esses materiais são empregados, ocorre a fragilização destes pela formação da fase alfa linha (α'). Esse fenômeno ocorre entre as temperaturas de 300 a 550°C e é intensificado a 475°C, recebendo, por isso, o nome de fragilização a 475°C. Nesse trabalho foi caracterizado o comportamento mecânico do aço UNS S32750 (SAF 2507) nas condições: como recebido, soldado e envelhecido por 4, 8 e 12 horas. Pôde-se observar a influência de aumento da resistência mecânica e dureza do material em detrimento de sua ductilidade.

Palavra chave: Aço inoxidável duplex, fragilização a 475°C, fase alfa linha.

ABSTRACT

The duplex stainless steels are composed of a proportion of 50% phases of ferrite and 50% austenite. This ratio gives them good mechanical properties and corrosion resistance, which explains the heavy use that these materials have in industries such as in the oil and gas, pulp and paper, nuclear, among others. Due to the temperature of some processes in which these materials are used, there is risk of embrittlement by the formation of alpha prime phase (α '). This phenomenon occurs between the temperatures of 300 to 550 ° C and increased to 475 ° C, this phenomenon is called embrittlement at 475 ° C. In this study has characterized the mechanical behavior of steel UNS S32750 (SAF 2507) at the conditions: as received, aged for 4, 8 and 12 hours. It was observed the increase of the strength and hardness of the material in detriment of their ductility.

Keywords: Duplex Stainless Steel, 475°C embrittlement, alpha prime phase.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Exemplo de microestrutura, composta de ilhas alongadas, de um aço inoxidável super duplex laminado e solubilizado (UNS S32750) - A ferrita pode ser Figura 2 - Exemplo de diagrama de equilibrio Fe-Cr para AI (LIPPOLD, JOHN Figura 3 - Esquema representativo da precipitação de carbonetos nos contornos de grão e das regiões empobrecidas em cromo (LIPPOLD, JOHN C. 2005)......8 Figura 4 - Influência do nitrogênio no desenvolvimento dos diferentes graus de AID e AISD (GUNN, R.N. 2003)......10 Figura 5 - Visão tridimensional do diagrama de equilíbrio Fe-Cr-Ni (VALERIANO, Figura 6 - Secção isotérmica do diagrama ternário Fe-Cr-Ni a 110°C (ASM Handbook, 1992)......11 Figura 7 – Micrografias de diversos AID e AISD solubilizados, onde DL é a direção de laminação: a) UNS S32304, b) UNS S32750, c) UNS S32760. A fase escura é a matriz ferrítica e a ffase clara são as ilhas de austenita (SERNA GIRALDO, C.P. 2001)......12 Figura 8 - Seção vertical com Fe constante (70%) do diagrama ternário Fe-Cr-Ni (RAMIREZ LONDOÑO, A.J. 1997)......13 Figura 9 - Seção isotérmica do diagrama ternário Fe-Cr-Ni a 800°C (ASM Handobook, 1992)......14 Figura 10 - Esquema da concentração de cromo nas interfaces α/v que contém carboneto do tipo M23C6 ou nitreto. Em (a) região sensitizada e em (b) não sensitizada (RAMIREZ LONDOÑO, A.J. 1997).....17 Figura 11 - Comparação das curvas de tração de três aços, sendo eles: AIF; AIA; e Figura 12 - Efeito da adição de nitrogênio nas propriedades mecânicas do AID UNS S31803, com 22%Cr, 5%Ni e 3%Mo (PINTO, P.S.G. 2009)......19

Figura 13 - Representação do limite de escoamento em diferentes direções como função da espessura da chapa (PINTO, P.S.G. 2009)......20 Figura 14 - Diagrama esquemático TTT para aços Inoxidáveis Duplex (LIPPOLD, Figura 15 - Diagrama de fase Fe-Cr (GROBNER, P.J. 1976). Figura 17 - Influência do tempo de envelhecimento a 475°C na dureza das ligas Fe-Figura 18 - Dureza em função do tempo de envelhecimento a 475°C de um aço Figura 19 - Efeito do envelhecimento térmico na dureza Rockwell C do aço inoxidável duplex SAF 2205, envelhecido entre 400°C e 500°C (WENG, K.L.; CHEN, Figura 20 - Efeito do envelhecimento térmico na microdureza Vickers da ferrita e da austenita, para temperaturas de envelhecimento de 475°C e 500°C (WENG, K.L.; Figura 21 - Variação do coeficiente de encruamento dos aços UNS S32205 (duplex steel) e UNS S32304 (lean duplex) com o tempo de envelhecimento a 475°C Figura 22 - Curva representativa de energia livre na temperatura T₁ de uma liga X_e Figura 23 - Diagrama esquemático da decomposição espinodal (NOVIKOV, I. 2004). Figura 24 - Esquema explicativo da decomposição por nucleação e crescimento da Figura 26 - Diagrama esquemático que define as diferentes zonas da junta soldada de acordo com a repartição térmica para um aço inoxidável duplex (GLICKSTEIN, S. Figura 28 - Identificação dos grupos e subgrupos dos corpos de prova.40 Figura 29 - Visão geral da bancada de ensaio (a) e dos CP's ensaiados (b) para levantamento das curvas de tração......41

Figura 30 - Curvas Força[KN] x Deslocamento[mm], de todas as 32 amostras, geradas pelo software TestWorks 4......41 Figura 31 - Microdurômetro do Laboratório TRICORRMAT da UFES......42 Figura 33 - detalhe do corpo de prova embutido (a) e da politriz utilizada (b)..........43 Figura 34 - Preparação do Beraha em chapa aquecida JUNG, no TRICORRMAT Figura 35 - Detalhe do microscópio ótico utilizado para análise metalográfica.44 Figura 36 - Microscópio Eletrônico de Varredura digital EVO 40XVP (ZEISS).......45 Figura 37 - Várias formas da curva potencial $\sigma \mathbf{r} = \mathbf{k} * \epsilon \mathbf{rn}$ (DIETER, E.G. 1981).....47 Figura 38 - Gráfico lo-log da curva tensão-deformação real (GARCIA et al. 200).....48 Figura 39 - MEV do material "Como Recebido": Sem envelhecimento (a), envelhecido por 4 h (b), por 8 h (c) e por 12 h (d).....50 Figura 40 - Efeito na deformação verdadeira do volume de segunda fase precipitado em um aço (DIETER, E.G. 1981).....51 Figura 41 - Medição do tamanho médio de dimples.....51 Figura 42 - Comportamento da dureza na amostra, e nas fases ferrita e austenita. Figura 43 - Comportamento Tensão x Deformação (Convencional) do material Figura 44 - Comportamento Tensão x Deformação (real) do material "Como Figura 45 – Efeito, no alongamento e tamanho médio de dimples, do envelhecimento a 475 °C......56 Figura 46 - Efeito do envelhecimento a 475ºC nas propriedades mecânicas em tração do AISD UNS S32750.....57 Figura 47 - Comportamento Tensão x Deformação (Convencional) do material "Soldado"......58 Figura 48 - Comportamento Tensão x Deformação (real) do material "Soldado".....59 Figura 49 - Comportamento do Limite de escoamento (σ_E) do material "Soldado"...59 Figura 50 - Comportamento do Limite de resistência (σ_R) do material "Soldado".....60 Figura 51 - Comportamento do Alongamento específico (δ) do material "Soldado"..60

Figura 52 - Visão geral do comportamento mecânico em tração com diferentes parâmetros de soldagem, em função da evolução do tempo de envelhecimento -Soldado(a), Soldado 4h(b), Soldado 8h(c) e Soldado 12h (d).....62 Figura 53 - Influência do tempo de soldagem nas propriedades mecânicas para o material soldado, envelhecido por 8 e por 12 horas......62 Figura 54 - Efeito do envelhecimento a 475ºC nas propriedades mecânicas em tração do AISD UNS S32750, após soldagem......64 Figura 55 - Tensão x Deformação (real) material "Como Recebido"......65 Figura 57 – Modelagem da curva $\sigma_{Vx} \epsilon_V$ com uma equação de Hollomon – Como Figura 58 - Curva log σ_V x log ϵ_V , utilizando duas funções de transferência "Como Recebido"......67 Figura 59 - Modelagem da curva $\sigma_{Vx} \epsilon_V$ com duas equações de Hollomon – Como Recebido......67 Figura 61 - Modelagem da curva $\sigma_{V x} \epsilon_{V}$ com uma equação de Hollomon – envelhecido por 4 horas......68 Figura 62 - Curva log σ_V x log ϵ_V , utilizando duas funções de transferência envelhecido por 4 horas......69 Figura 63 - Modelagem da curva $\sigma_{V x} \epsilon_{V}$ com duas equações de Hollomon – envelhecido por 4 horas......69 Figura 65 - Modelagem da curva $\sigma_{V x} \epsilon_{V}$ com uma equação de Hollomon – envelhecido por 8 horas......71 Figura 66 - Curva log σ_V x log ϵ_V , utilizando duas funções de transferência envelhecido por 8 horas......71 Figura 67 - Modelagem da curva $\sigma_{V x} \epsilon_{V}$ com duas equações de Hollomon – envelhecido por 8 horas......72 Figura 68 - Curva log σV x log ϵV material envelhecido por 12 horas......72 Figura 69 - Modelagem da curva $\sigma_{V x} \epsilon_{V}$ com uma equação de Hollomon – envelhecido por 12 horas......73

Figura 70 - Curva log σ_V x log ϵ_V , utilizando duas funções de transferência $$ -
envelhecido por 12 horas73
Figura 71 - Modelagem da curva $\sigma_{V~x}~\epsilon_{V}$ com duas equações de Hollomon -
envelhecido por 12 horas74
Figura 72 - Variação dos coeficientes de encruamento e resistência em função do
tempo de tratamento, para uma equação de Hollomon75
Figura 73 - Coeficiente de resistência em função do tempo de envelhecimento - para
uma e duas equações de Hollomon76
Figura 74 - Variação do coeficiente de encruamento em função do tempo de
envelhecimento77
Figura 75 - Tensão x Deformação verdadeiros para limite de escoamento de 0,5%.
Figura 76 - Obtenção das equações de Hollomon para o material como recebido: (a)
- Utilização de uma equação; (b) - Modelagem para uma equação; (c) - Utilização
de duas equações; (d) – Modelagem com duas equações
Figura 77 - Obtenção das equações de Hollomon para o material como recebido e
envelhecido por 4h: (a) - Utilização de uma equação; (b) - Modelagem para uma
equação; (c) - Utilização de duas equações; (d) - Modelagem com duas equações.
Figura 78 - Obtenção das equações de Hollomon para o material como recebido e
envelhecido por 8h: (a) - Utilização de uma equação; (b) - Modelagem para uma
equação; (c) - Utilização de duas equações; (d) - Modelagem com duas equações.
Figura 79 - Obtenção das equações de Hollomon para o material como recebido e
envelhecido por 12h: (a) - Utilização de uma equação; (b) - Modelagem para uma
equação; (c) - Utilização de duas equações; (d) - Modelagem com duas equações.
Figura 80 - Comportamento do coeficiente de encruamento para o limite de
escoamento de 0,5%81
Figura 81 - Comportamento do coeficiente de resistência para o limite de
escoamento de 0,5%82
Figura 82 - Microestrutura típica encontrada no material MB, MB 4h, MB 8h e MB
12h83

Figura 83 - Detalhe da transição entre MB e ZAC para os materiais soldado 8h	е
soldado 12h8	3
Figura 84 - Detalhe das regiões de fratura dos CP's soldado 8h e soldado 12h8	4
Figura 85 - Detalhe da morfologia da austenita precipitada a partir da ferrita8	5

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação de aços comerciais usuais em função do PRE (GUNN, R.N.
2003)15
Tabela 2 - Propriedades mecânicas à temperatura ambiente dos AI (RIBEIRO e
SANTOS, 2009)
Tabela 3 - Tensão admissível na temperatura ambiente para diversos codigos de
projeto de vasos de pressão (PARDAL, J.M. 2009)20
Tabela 4 - Propriedades físicas de alguns aços inoxidáveis (PINTO, P.S.G. 2009). 22
Tabela 5 - Composição química (% em massa) do aço UNS S32750 em estudo37
Tabela 6 - Parâmetros de Soldagem37
Tabela 7 - Identificação dos CP's e do tempo de soldagem
Tabela 8 - Corpos de prova (CP's) ensaiados
Tabela 9 - Tamanho médio de dimples em função do tempo de tratamento a 475°C.
51
Tabela 10 - Valores de dureza obtidos para a ferrita do material como recebido52
Tabela 11 - Valores de dureza obtidos para a austenita do material como recebido.
Tabela 12 - Resultado de dureza média, obtido para as amostras. 53
Tabela 13 - Propriedades obtidas do ensaio de tração, grupo "Como Recebido"54
Tabela 14 - Variação das propriedades mecânicas em relação ao material Como
Recebido
Tabela 15 - Propriedades obtidas do ensaio de tração, grupo "Soldado"58
Tabela 16 - Variação percentual das propriedades mecânicas do material Soldado 64
Tabela 17 - Valores obtidos para "n", "k" e "R ² " para uma equação de Hollomon74
Tabela 18 - Valores obtidos para "n", "k" e "R ² " para duas equações de Hollomon75
Tabela 19 - Coeficientes de encruamento e de resistência obtidos através da
utilização de uma equação de Hollomon, para o limite de escoamento de 0,5%80
Tabela 20 - Coeficientes de encruamento e de resistência obtidos através da
utilização de duas equações de Hollomon, para o limite de escoamento de 0,5%81
Tabela 21 - Proporção de fase na ZAC. 85

LISTA DE EQUAÇÕES

- (1) PRE = %Cr + 3,3 * (%Mo) + 16 * (%N)
- (2) PRE = %Cr + 3,3 * (%Mo + 0,5 * %W) + 16 * (%N)
- (3) $\sigma_r = E * \varepsilon_r$ (Regime elástico)
- (4) $\sigma_r = k * \epsilon_r^n$ (Regime plástico)
- (5) $\log \sigma_V = \log k + n * \log \varepsilon_V$

LISTA DE ABREVIATURAS

- AI Aço Inoxidável
- AIA Aço Inoxidável Austenítico
- AID Aço Inoxidável Duplex
- AIF Aço Inoxidável Ferrítico
- AISD Aço Inoxidável Super duplex
- C Carbono
- Cr Cromo
- k Coeficiente de resistência
- Mn Manganês
- Mo Molibdênio
- n Coeficiente de encruamento
- N Nitrogênio
- Ni Níquel
- Si Silício
- α Ferrita
- α' Fase precipitada a partir da ferrita (fragilização a 475°C) rica em cromo
- α_{Fe} Fase precipitada a partir da ferrita, rica em ferro.
- γ Austenita
- σ_R Limite de resistência
- σ_{E} Limite de escoamento
- % Alongamento específico
- $\epsilon_{c}-Deformação\ convencional$
- ϵ_r Deformação real ou verdadeira
- σ_c Tensão convencional
- σ_r Tensão real ou verdadeira
- ZTA Zona Termicamente Afetada
- CST Corrosão sob tensão
- MEV Microscópio eletrônico de Varredura

SUMÁRIO

RESUMO ABSTRACT LISTA DE FIGURAS LISTA DE TABELAS LISTA DE EQUAÇÕES LISTA DE ABREVIAÇÕES

1.	INT	RODUÇÃO1	
2.	OB	JETIVO GERAL	
2	2.1.	Objetivos Específicos	4
3.	RE	VISÃO BIBLIOGRÁFICA5	
3	3.1.	Aços Inoxidáveis (AI)	5
3	3.2.	Aços inoxidáveis Ferríticos (AIF)	6
3	3.3.	Aços Inoxidáveis Austeníticos (AIA)	7
3	3.4.	Aços Inoxidáveis Duplex (AID) e Aços Inoxidáveis Super duplex (AISD) .	8
3	3.4.1.	Metalurgia dos AID e AISD	10
3	8.4.2.	Resistência à corrosão	16
3	8.4.3.	Propriedades mecânicas	17
3	3.4.4.	Propriedades físicas	21
3	3.4.5.	Precipitação de fases nos aços inoxidáveis duplex e superduplex	22
3	3.5.	Fase α' - Fragilização a 475°C	24
3	8.5.1.	Mecanismo de Precipitação por: Decomposição spinodal	30
3	3.5.2.	Mecanismo de Precipitação por: Nucleação e crescimento	32
3	8.6.	Soldagem dos AISD	33
3	8.6.1.	Processos de soldagem	33
3	3.6.2.	Metalurgia da Soldagem dos AISD	35
4.	ME	TODOLOGIA E DESENVOLVIMENTO	
2	4.1.	Material em estudo	37
2	1.2.	Ensaio de Tração	40
2	1.3.	Ensaio de Microdureza	42
2	1.4.	Metalografia	43
2	1.5.	Microscopia Eletrônica de Varredura	45

4.6.	Modelagem das curvas de tração	46
5. RE	ESULTADOS E DISCUSSÃO 49	•
5.1.	Observação por Microscopia Eletrônica de Varredura da fratura dos c	orpos
de pi	rova	49
5.2.	Ensaio de Microdureza	52
5.3.	Ensaio de Tração	54
5.3.1	. Grupo: "Como Recebido"	54
5.3.2	2. Grupo: "Soldado"	58
5.4.	Equação de Hollomon	65
5.4.1	. Como Recebido	66
5.4.2	2. Envelhecido por 4 horas	68
5.4.3	. Envelhecido por 8 horas	70
5.4.4	Envelhecido por 12 horas	72
5.4.5	. Considerações gerais	74
5.5.	Análise Metalográfica	82
6. CC	DNCLUSÕES	•
7. RE	ECOMENDAÇÕES FUTURAS 89)
8. RE	EFERÊNCIAS90)

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis super duplex (AISD) encontram-se cada vez em maior utilização, principalmente como materiais estruturais em componentes críticos de plantas nucleares, indústria química, setores de óleo e gás, indústria de papel e celulose, transportes, dentre outras aplicações de engenharia. Esse contínuo aumento de seu uso pode ser atribuído às suas propriedades mecânicas, de resistência à corrosão, além de soldabilidade que esses aços possuem (SAHU, J.K et. al. 2009; LIPPOLD, JOHN C. 2005).

Essas propriedades são atribuídas à sua fina microestrutura composta por proporções médias de 50% de ferríta e 50% de austenita. O material estudado foi o AISD UNS S32750. Sua fabricação se dá por conformação a altas temperaturas seguida por um tratamento de solubilização com resfriamento rápido. Esses processos conferem ao aço características de alta anisotropia, devido à microestrutura, composta por ilhas alongadas de ferrita e austenita (Figura 1), com direção definida pelo processo de conformação (FONTES, T.F. 2009; PARDAL, J.M. 2009).



Figura 1 - Exemplo de microestrutura, composta de ilhas alongadas, de um aço inoxidável super duplex laminado e solubilizado (UNS S32750) – A ferrita pode ser observada como a fase mais escura e a austenita a fase mais clara.

Os aços inoxidáveis super duplex (AISD) se distinguem dos aços inoxidáveis duplex (AID) devido ao seu maior índice de resistência à corrosão por pites (PRE), fato que se deve às composições químicas com adições de Cr, Mo e N hoje capazes de

serem obtidas. Para valore de PRE ≥ 40 o aço passa a ser classificado como AISD. Suas propriedades também são melhoradas devido ao seu refino, que deve ser atribuído ao desenvolvimento de processos de fabricação, tais como (PARDAL, J.M. 2009; LIPPOLD, JOHN C. 2005): *Argon Oxygen Decarburization* (AOD) e *Vacuum Oxygen Decarburization* (VOD).

Contudo, quando esses aços são expostos a temperaturas entre 300 e 550°C, ocorre a formação da fase alfa linha (α '), conhecida como fragilização a 475°C. Esse efeito é mais pronunciado para a temperatura de 475°C e, por isso, recebe o nome (PINTO, P. S. G. 2001). A fragilização ocorre devido à decomposição da ferrita em duas fases, também cúbicas de corpo centrado, uma rica em Fe (α_{Fe}) e outra rica em cromo chamada α '.

A fase α' provoca aumento da dureza e resistência mecânica do material, entretanto esse ganho dá-se em detrimento de sua tenacidade, alongamento específico, ductilidade, bem como da resistência à corrosão. Essa fase possui estrutura CCC, coerente com a matriz ferrítica e elevada resistência ao coalescimento, mesmo para longos tempos de envelhecimento (PARDAL, J.M. 2009; FONTES, T.F. 2009; SAHU, J.K et. al. 2009).

Como α' possui tamanho muito reduzido e é de estrutura similar à da matriz ferrítica, ela não pode ser observada diretamente por microscopia ótica ou eletrônica de varredura. Portanto métodos indiretos se fazem necessários para sua análise, tais como: Variação do comportamento mecânico; eletroquímico; magnético; entre outros. Estudos apresentam sua visualização por microscopia eletrônica de transmissão (FONTES, T.F. 2009; SHARIQ, A. et al. 2009)

Embora hoje se conheça de forma geral as influências da fase α' nos AID e AISD, é de suma importância a quantificação e a classificação desses efeitos em função do tempo de exposição.

Neste trabalho foi estudada a cinética de precipitação da fase α', conhecida como fragilização a 475°C, através do estudo de seu comportamento mecânico, para o

aço UNS S32750, nas condições como recebido e soldado com tratamento de envelhecimento de 4h, 8h e 12h.

2. OBJETIVO GERAL

Sendo o fenômeno de fragilização a 475°C de grande importância tecnológica para o estudo dos AISD, é de suma importância a melhor compreensão de seus efeitos para as propriedades mecânicas dos mesmos.

Assim sendo, o objetivo geral dessa dissertação é avaliar as alterações no comportamento mecânico do AISD UNS S32750 (SAF2507) atribuídas ao tratamento térmico de envelhecimento a 475°C por 4, 8 e 12 horas, para o material "como recebido" e "soldado".

2.1. Objetivos Específicos

Os objetivos específicos deste trabalho são os seguintes:

- Estudar o comportamento em tração do AISD UNS S32750;
- Estudar o comportamento da dureza do AISD UNS S32750;
- Avaliar o perfil da fratura, após ensaio de tração, por microscopia eletrônica de varredura, do AISD UNS S32750;
- Avaliar as fases presentes por microscopia ótica, do AISD UNS S32750;
- Utilizar as equações de Hollomon e obter os coeficientes de resistência (k) e de encruamento (n) do AISD UNS S32750 nas condições: como recebido; envelhecido a 475° por 4 horas; 8 horas e 12 horas.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Aços Inoxidáveis (AI)

Em geral os aços inoxidáveis constituem um grupo de aços-liga baseado nos sistemas: Fe-Cr; Fe-Cr-C; e Fe-Cr-Ni. Para serem considerados inoxidáveis estes aços devem conter uma quantidade mínima de cromo que permita a formação de uma camada passiva de óxido na superfície do aço que previne a oxidação e corrosão do material interno à mesma. A quantidade mínima de Cr necessária para a formação dessa camada passiva e, portanto, necessária para a formação de um aço inoxidável, hoje é considerada, de 10,5%. Ao longo do tempo observa-se que esse teor varia na literatura entre valores de 10,5% e 12%. (CALLISTER, W.D. 2002; Askeland, D. R. 2008; COLPAERT, H. 2008; LIMA, 2007; SMITH, 1996; MANGONON, 1999; LIPPOLD, JOHN C.2005).

Além deste, elementos como níquel, molibdênio, cobre, titânio, alumínio, silício, nióbio e nitrogênio podem ser adicionados à liga a fim de melhorar suas propriedades.

A Figura 2 apresenta o diagrama de equilíbrio Fe-Cr para um aço inoxidável.



Figura 2 - Exemplo de diagrama de equilibrio Fe-Cr para AI (LIPPOLD, JOHN C.2005).

Os aços Inoxidáveis são normalmente agrupados em cinco categorias (COLPAERT, H. 2008; LIPPOLD, JOHN C.2005):

- Martensíticos;
- Ferríticos;
- Austeníticos;
- Ferrítico-austenítico (Dúplex);
- Endurecidos por Precipitação.

3.2. Aços inoxidáveis Ferríticos (AIF)

Os AIF recebem essa denominação devido à sua característica de apresentar fase metalúrgica predominante ferrítica (LIPPOLD, JOHN C.2005; COLPAERT, H. 2008). São ligas Fe-Cr com composição entre 11% e 30 % de Cr. Tem a característica de se apresentarem predominantemente ferríticos desde a sua solidificação. Esse fato lhes confere a característica de não serem endurecidos por têmpera, sendo comumente utilizada a combinação de trabalho mecânico e recozimento de recristalização para tal (LIMA, D.B.P.L. 2011).

Em comparação aos Aços Inoxidáveis Austeníticos (AIA) apresentam boa resistência mecânica, entretanto baixa resistência à corrosão em geral. A exceção quanto às características de resistência à corrosão aparece para ambientes de trabalhos sujeitos a corrosão sob tensão, nos quais o AIF se mostra mais resistente (LIPPOLD, JOHN C.2005; CALLISTER, W.D. 2002).

São aços magnéticos e apresentam baixo custo quando comparados aos austeníticos. Sua estrutura é cúbica de corpo centrado (CCC) e possuem altas concentrações de elementos estabilizadores da Ferrita, tais como: Cr; Al; Nb e Mo (LOUREIRO, J.P. 2011).

Devido à sua natureza de apresentar estrutura ferrítica, algumas considerações devem ser feitas quanto à sua seleção, sendo elas:

- Apresentam altas temperaturas de transição dúctil frágil, sendo descartado seu uso para baixas temperaturas;
- Dificuldade de soldagem devido ao crescimento de grãos na Zona Termicamente Afetada (ZTA), bem como a precipitação de carbonetos nos contornos de grão. Esses fenômenos conferem redução da tenacidade e da resistência à corrosão;
- Precipitação de fases intermetálicas e fragilização a 475°C.

3.3. Aços Inoxidáveis Austeníticos (AIA)

Os AIA são ligas Fe-Cr-Ni que apresentam estrutura austenítica, cúbica de faces centradas (CFC) e contém altos teores de elementos estabilizadores da austenita: Ni; Mn; Cu; C e N. Sua composição de cromo varia entre 16 e 26% e a de níquel entre 6 a 22%.

Estes aços não são magnéticos, nem endurecíveis por tratamento térmico. Normalmente são endurecíveis por precipitação e deformação a frio. Quando comparados aos AIF e aos Aços Inoxidáveis Martensíticos (AIM) são frequentemente considerados mais resistentes à corrosão devido aos altos teores de Ni e Cr (LIMA, D.B.P.L. 2011; CALLISTER, W.D. 2002).

São comumente utilizados como proteção do tipo "linning" em estruturas de ligas de aço carbono com cromo, principalmente quando utilizados em meios ácidos. Essa aplicação apresenta problemas frequentes devido à fragilização nas regiões de união (solda) entre os metais devido à precipitação de carbonetos de cromo (Figura 3). Além disso, nesse tipo de aplicação devem ser levados em consideração os diferentes coeficientes de condutividade e dilatação térmica (LIMA, D.B.P.L. 2011).



Carbonetos de Cr precipitados

Figura 3 - Esquema representativo da precipitação de carbonetos nos contornos de grão e das regiões empobrecidas em cromo (LIPPOLD, JOHN C. 2005).

3.4. Aços Inoxidáveis Duplex (AID) e Aços Inoxidáveis Super duplex (AISD)

Os AID e AISD são assim denominados devido à sua microestrutura à temperatura ambiente que é comumente considerada metade ferrítica e metade austenítica. Os primeiros estudos a respeito destes aços voltam à década de 30 (trinta). Já nos anos 50 (cinquenta) o aço inoxidável apresentava características de fragilidade quando soldado, além de elevada susceptibilidade à corrosão por pites. A partir dos anos 80 (oitenta), sua evolução foi acelerada e atualmente sua utilização abrange praticamente todos os segmentos da indústria, predominantemente em aplicações nas quais maior resistência à corrosão, associada a boa resistência mecânica, se fazem necessárias (LIPPOLD, JOHN C.2005; PARDAL, J.M. 2009).

Significantes melhorias foram introduzidas tanto na melhoria da soldabilidade quanto da resistência à corrosão nessas ligas, isso se deve principalmente à compreensão do papel dos elementos de liga (LIPPOLD, JOHN C.2005)

Existem elementos capazes de estabilizar a ferrita (alfagênios), como cromo, molibdênio, silício, e de estabilizar a austenita (gamagênios), como níquel, nitrogênio, manganês, cobre e carbono.

Além de promoverem a estabilização de fases, com o correto balanço, podem proporcionar propriedades mecânicas e eletroquímicas de alta relevância. Dentre estes elementos de liga, destacam-se o cromo, molibdênio e o nitrogênio (FONTES, T.F. 2001).

O cromo, como já mencionado no item 3.1, é o elemento essencial para que o aço forme a camada passiva e seja então classificado como inoxidável. Entretanto, além disso, o mesmo endurece a ferrita e a austenita por solução sólida (PARDAL,J.M. 2009; FONTES, T.F. 2001).

O molibdênio é de fundamental importância na passividade dos aços inoxidáveis aumentando a resistência à corrosão por pites e em frestas, principalmente em meio contendo cloreto por conferir maior estabilidade à passivação. Este elemento também é utilizado para aumentar a dureza do aço (PARDAL,J.M. 2009; FONTES, T.F. 2001).

O nitrogênio confere aumento da resistência à corrosão por pites, precipitação de austenita e o aumento da resistência da liga devido ao mecanismo de endurecimento por solução sólida (PARDAL,J.M. 2009; FONTES, T.F. 2001). Na

(Figura 4) pode-se observar a importância do papel do nitrogênio no desenvolvimento dos AID e AISD.



Figura 4 - Influência do nitrogênio no desenvolvimento dos diferentes graus de AID e AISD (GUNN, R.N. 2003).

AID e AISD são utilizados em aplicações nas quais sua elevada resistência à corrosão, bem como resistência mecânica são necessárias (LIPPOLD, JOHN C.2005). As aplicações mais comuns se concentram nos setores de processamento químico, petroquímico, papel e celulose, extração de petróleo on e offshore, fertilizantes e indústria nuclear (PARDAL, J.M. 2009)

3.4.1. Metalurgia dos AID e AISD

Os AID e AISD são baseados no sistema de ligas Fe-Cr-Ni (Figura 5). O nitrogênio é comumente utilizado em pequenas proporções, substituindo o níquel, com o objetivo de melhorar tanto as propriedades mecânicas como as de resistência à corrosão (LIPPOLD, JOHN C.2005; VALERIANO, L.C. 2012; PARDAL, J.M. 2009).



Figura 5 - Visão tridimensional do diagrama de equilíbrio Fe-Cr-Ni (VALERIANO, L.C. 2012).

Comumente são utilizados diagramas de equilíbrio ternários em determinadas temperaturas para analisar quais fases podem ser encontradas na estrutura dos aços austeno-ferríticos. Na Figura 6 é apresentada a seção isotérmica do diagrama ternário Fe-Cr-Ni a 1100°C, temperatura na qual o aço encontra-se com estrutura austeno-ferrítica (LIPPOLD, JOHN C.2005; VALERIANO, L.C. 2012).



Figura 6 - Secção isotérmica do diagrama ternário Fe-Cr-Ni a 110°C (ASM Handbook, 1992).

A composição química dos aços austeno-ferríticos é ajustada de forma que o metal base apresente microestrutura composta de 50% ferrita e 50% austenita (Figura 7), o que dá significado ao nome DUPLEX (LIPPOLD, JOHN C.2005; VALERIANO, L.C. 2012).



Figura 7 – Micrografias de diversos AID e AISD solubilizados, onde DL é a direção de laminação: a) UNS S32304, b) UNS S32750, c) UNS S32760. A fase escura é a matriz ferrítica e a ffase clara são as ilhas de austenita (SERNA GIRALDO, C.P. 2001).

Os AID e AISD se solidificam com uma microestrutura 100% ferrítica, precisando desenvolver transformações de fases no estado sólido durante o resfriamento para resultar na microestrutura balanceada em ferrita e austenita previamente citada. O nitrogênio é um dos elementos que desempenha papel fundamental na formação de

austenita durante o resfriamento (LIPPOLD, JOHN C.2005; VALERIANO, L.C. 2012; RAMIREZ LONDOÑO, A.J. 1997).

O diagrama pseudo binário 70%Fe-Cr-Ni (Figura 8) mostra que a solidificação em equilíbrio de um AID é completamente ferrítica e que na medida em que o resfriamento avança, parte dessa ferríta se transforma, no estado sólido, em austenita. Desse modo obtém-se, na temperatura ambiente, a estrutura bifásica α/γ (RAMIREZ LONDOÑO, A.J. 1997 ;LIPPOLD, JOHN C.2005).



Figura 8 - Seção vertical com Fe constante (70%) do diagrama ternário Fe-Cr-Ni (RAMIREZ LONDOÑO, A.J. 1997).

Quando em uma condição solubilizada e resfriados em água, os AID e AISD se apresentam termodinamicamente metaestáveis. Isso significa que sua estrutura é termicamente estável em altas temperaturas, entretanto ao ser resfriado rapidamente até a temperatura ambiente tornam-se metaestáveis, ou seja, a qualquer sinal de aquecimento existirá uma tendência da estrutura se organizar em sua forma de menor energia, buscando um equilíbrio estável. Nesses materiais esse rearranjo se dá através da formação de fases terciárias que se formam de acordo com a temperatura na qual o material está submetido (PINTO, P.S.G. 2009; ROMANO, R. 2009). Por exemplo, se tomarmos a seção isotérmica do diagrama ternário Fe-Cr-Ni a 800°C (Figura 9) é possível observar não mais duas fases, mas sim 4 (quatro): Ferrita (α), austenita (γ), α ' (fase rica em cromo) e sigma (σ).



Figura 9 - Seção isotérmica do diagrama ternário Fe-Cr-Ni a 800°C (ASM Handobook, 1992).

Os AISD se distinguem dos AID por possuir um maior índice equivalente de resistência ao pite (PRE – *Pitting Corrosion Equivalent*). O cálculo do PRE da liga pode ser determinado pela equação (1):

$$PRE = \%Cr + 3.3 * (\%Mo) + 16 * (\%N)$$
⁽¹⁾

Esta equação, derivada empiricamente, é a mais empregada e pode tomar diversas formas. Entretanto devido à introdução de tungstênio (W) o PRE de alguns graus de AISD são determinados através da equação (2):

$$PRE = \%Cr + 3.3 * (\%Mo + 0.5 * \%W) + 16 * (\%N)$$
⁽²⁾

A Tabela 1 apresenta a classificação, de alguns aços comerciais usuais, em relação ao PRE.

Tabela 1 - Classificação de aços comerciais usuais em função do PRE (GUNN, R.N. 2003).						
Norma	Norma	Nome Comercial	PRE			
Americana	Européia (EM)		típico			
(UNS)						
	Liga <i>Lean</i>					
S31500	14.417	3RE60 ¹ , A903 ⁹ , VLX569 ³	23			
S32304	\$32304 1.4362 \$AF 23041, UR35N2, VLX5343					
S32404	S32404 UR50 ²					
	•	Standard 22% Cr				
S31803	1.4462	2205 ¹ , UR45N ² , Falc223 ⁸ , AF22 ¹⁰ , VC22 ³ , VLX 562 ³ ,	34			
		DP8 ⁴ , 318LN, A903 ⁹ , 1.4462/PRES35 ¹² , NKCr22 ¹³ ,				
		SM22Cr ⁴ , Remanit 4462 ¹⁴				
S32205	S32205 1.4462 UR45N+ ² , 2205 ¹					
	Alta liga					
S31200		UHB 44LN, UR 47N ² , VLX547 ³	38			
S31260		DP3 ⁴	38			
S32550	S32550 1.4507 Ferralium 255 ⁵ , UR52N ²					
S32900	1.4460	AISI 329, UHB 44L, 10RE51 ¹ , 453S	33			
S32950		7Mo Plus ¹⁵	36			
Superduplex						
S32520	1.4507	UR52N+ ² , SD40 ⁵	41			
S32750	1.4410	SAF 2507 ¹⁻¹¹ , UR47N+ ²	41			
S32760	1.4501	Zeron 100 ⁶ , FALC100 ⁸	>40			
S39274		DP3W ⁴	42*			
\$39277		AF918 ⁷ , 25.7NCu ⁷	42			

*PREw

¹Avesta Sheffield Ltd ²Creusot-Loire Industrie ³Valourec ⁴Sumimoto Metal Industries ⁵Haynes International ⁶Weir Materials Ltd ⁷DMV Stainless/Feroni ⁸KruppStahl ⁹Bohler Edelstahl
¹⁰Mannesmann
¹¹AB Sandvik Steel
¹²Fabrique de Fer
¹³Nippon Kokan
¹⁴TEW
¹⁵Carpenter

3.4.2. Resistência à corrosão

Nas ultimas décadas a utilização de AID e AISD têm sido amplamente intensificada também devido à suas boas propriedades de resistência à corrosão (generalizada, pites e frestas), e corrosão sob tensão (CST), aliada aos bons resultados obtidos em suas propriedades mecânicas.

A maioria das fases intermetálicas que precipitam nos AID e AISD, são em geral ricas em cromo e molibdênio, fator pode causar redução destes elementos na matriz.

O empobrecimento da matriz favorece a formação de pequenas regiões empobrecidas destes elementos o que pode levar à alteração das propriedades mecânicas do material, bem como influenciar fortemente os processos de corrosão e trincamento associado à corrosão sob tensão (CST).

Os AID e AISD são susceptíveis à corrosão por pites, entretanto apresentam-se mais resistentes dos que os demais aços. O processo de nucleação dos pites preferencialmente ocorre em interfaces, entre a austenita e a ferrita por exemplo. Sendo assim as interfaces entre austenita e ferrita tornam-se susceptíveis à nucleação dos pites, fato que é intensificado, caso haja nessas interfaces, sulfetos e/ou fases intermetálicas que empobreçam a região à sua volta em cromo e molibdênio.

A presença de sulfetos pode ser prevista e controlada com o processamento do aço: Escolha da matéria prima; Processo de fusão e refino. Para evitar as fases intermetálicas deve-se conhecer a metalurgia do material em questão e controlar suas etapas de processamento de forma que sua história térmica, até sua utilização, garanta as condições previstas em projeto.

Em geral os AID e AISD apresentam excelente resistência à corrosão intergranular, quando comparados com os demais aços. Essa resistência está ligada a dois fatores básicos:

- As modernas tecnologias de fabricação que permitem a obtenção de ligas com teores extremamente baixos de carbono, tornando a precipitação deste praticamente suprimida.
- Alto teor de cromo presentes nestas ligas. Para que uma região empobrecida em cromo apresente altas velocidades de corrosão, o teor de cromo dessa região deve estar abaixo de 12% (Figura 10). A esse fenômeno dá-se o nome de sensitização (Figura 3).



Figura 10 - Esquema da concentração de cromo nas interfaces α/γ que contém carboneto do tipo M23C6 ou nitreto. Em (a) região sensitizada e em (b) não sensitizada (RAMIREZ LONDOÑO, A.J. 1997)

3.4.3. Propriedades mecânicas

As principais propriedades dos AID e AISD (Tabela 2) são a elevada resistência mecânica, elevada resistência à corrosão por pite e à corrosão sob tensão em ambientes com cloretos. Apresentam boa resistência à erosão e à fadiga, elevada absorção de energia ao impacto e boa soldabilidade (RIBEIRO e SANTOS, 2009).

Aço	Grau	σε	σ _{LR} Alongamento		Dureza	
Inoxidável	UNS	(MPa)	(MPa)	(%)	(HB)	(HR _C)
Territies	S40900	205	380	20	179	
Ferritico	S44700	415	550	20	223	20
Amstanitian	S31603	170	485	40	217	
Austenitico	S31254	300	650	35	223	
	S31200	450	690	25	293	31
	S31803	450	620	25	293	31
	S32304	400	600	25	290	32
Duplex e Superduplex	S32550	550	760	15	302	32
	S32750	550	795	15	310	32
	S32760	550	750	25	270	
	S32900	485	620	15	269	28
	S32950	485	690	15	293	32

Tabela 2 - Propriedades mecânicas à temperatura ambiente dos AI (RIBEIRO e SANTOS, 2009).

Para aproximadamente o mesmo conteúdo de elementos intersticial, geralmente os AIF tem maior limite de escoamento do que os AIA, entretanto essa propriedade apresenta maior dependência da temperatura nos AIF (Figura 11). A ferrita, portanto tem o efeito de aumento do limite de escoamento quando combinada à austenita para formar um AID, especialmente a baixas temperaturas (PINTO, P.S.G. 2009).



Figura 11 - Comparação das curvas de tração de três aços, sendo eles: AIF; AIA; e AID (NILSSON, J.-O and CHAI, G.).

Outro fator que apresenta de grande influência nas propriedades mecânicas do AID é o teor de N na liga (Figura 12). O aumento no teor de nitrogênio aumenta a resistência da austenita pelo endurecimento por solução sólida intersticial até o
ponto onde ela se torna mais resistente que a ferrita (PINTO, P.S.G. 2009; GUNN, R.N. 2003).



Figura 12 - Efeito da adição de nitrogênio nas propriedades mecânicas do AID UNS S31803, com 22%Cr, 5%Ni e 3%Mo (PINTO, P.S.G. 2009).

A Figura 12 mostra que o endurecimento é mais pronunciado quando se têm pequenas adições de nitrogênio. Isto se torna menos significativo com a contínua adição de N, observando-se que o valor das propriedades mecânicas convergem, que para o AID UNS S31803 ocorre com teor aproximado de 0,12% (PINTO, P.S.G. 2009).

As propriedades mecânicas dos AID são também influenciadas pela anisotropia da microestrutura, principalmente por ser do tipo lamelar. Tendo isso em vista é possível relacionar a espessura da chapa com o aumento da anisotropia (Figura 13).



Figura 13 - Representação do limite de escoamento em diferentes direções como função da espessura da chapa (PINTO, P.S.G. 2009).

A combinação de propriedades dos AID os torna altamente empregáveis em equipamentos de processos, pois os mesmos requerem menor espessura de parede do que se fossem construídos com as outras classes de aços inoxidáveis. Com isso pode-se economizar tanto em peso quanto em capital investido. Isso é facilmente notável quando avaliados os códigos de projeto (Tabela 3) que baseiam a determinação da tensão admissível (σ_{adm}) de alguns AI, austeníticos e duplex, em função de σ_E e σ_R (PARDAL, J.M. 2009; MOREIRA, F.G.M. 2010).

Tabela 3 - Tensão admissível na temperatura ambiente para diversos codigos de projeto de vasos de pressão (PARDAL, J.M. 2009).

Código de	Critério de	σ	_{adm} para 20	⁰C em (MF	Pa)
Projeto	Determinação da O adm	S31603	S32304	S31803	S32520
ASME VIII	Val. Mín. (σ _R /4; σ _E /1,6)	115	150	155	188
BS 5500	σ _E /1,4	129	285	321	393
CODAP	Val. Mín. (σ _R /3; σ _E /1,6)	128	200	226	343
AD Merkblatt W2	σ _E /1,5	128	266	300	366

Os altos valores observados para as tensões de escoamento e de resistência, são devidos à ação de vários mecanismos simultâneos presentes na microestrutura (GUNN, R.N. 2003; PARDAL, J.M. 2009):

- Endurecimento por solução sólida intersticial da austenita (C, N);
- Endurecimento por solução sólida substitucional (Cr, Mo, Ni, etc.);
- O efeito no refino do grão pela formação da estrutura duplex em estado sólido;
- Aumento da resistência devido à fase ferrítica, desde que esta fase tenha composição química semelhante à fase austenítica;
- Deformação induzida pela concentração diferencial entre as duas fases no resfriamento a partir de uma temperatura de solubilização.

3.4.4. Propriedades físicas

Os AID e AISD apresentam coeficientes de expansão térmica similares aos dos AIF (Tabela 4), que são menores do que os dos AIA, esse fato lhes confere propriedades interessantes para utilização, em juntas de expansão e condições de ciclos térmicos em geral, em temperaturas de aplicação menores do que 300°C e na soldagem dissimilar (LIPPOLD, JOHN C.2005; PINTO, P.S.G. 2009).

Outra propriedade interessante é que sua condutividade térmica é semelhante à dos AIF e maior do que a dos AIA (Tabela 4). Essa propriedade em conjunto com sua baixa expansão térmica lhe confere características necessárias a materiais utilizados em trocadores de calor (LIPPOLD, JOHN C.2005; PINTO, P.S.G. 2009).

São magnéticos devido à presença da ferrita e, portanto permitem o uso de fixadores magnéticos durante o processo de usinagem e inspeção (PINTO, P.S.G. 2009).

Tipo	UNS	Calor específico (J/kg.K)	Condutividade térmica (W/m.K)	Coeficiente de expansão térmica linear (10 ⁻⁶ K ¹)
Ferrítico	S43000	450	60	12,5
Austenítico	S30400	520	16	16
Duplex	S32550	470	17	13,5

Tabela 4 - Propriedades físicas de alguns aços inoxidáveis (PINTO, P.S.G. 2009).

3.4.5. Precipitação de fases nos aços inoxidáveis duplex e superduplex

Como discutido anteriormente no item 3.4.1, outras fases que não a ferrita e a austenita, podem se precipitar nos AID e AISD em faixas que vão de 300 a 1000°C (MOREIRA, F.G.M. 2010). Deve-se conhecer a fundo o histórico e a aplicação final do material, pois a exposição à faixa de temperatura apresentada pode acontecer durante o processo de fabricação, tratamento térmico, condição de serviço ou até mesmo em processos de soldagem inadequados (PINTO, P.S.G. 2009; LIPPOLD, JOHN C.2005).

As fases mais conhecidas e estudadas são apresentadas na Figura 14 no diagrama esquemático tempo-temperatura-transformação (TTT).



Figura 14 - Diagrama esquemático TTT para aços Inoxidáveis Duplex (LIPPOLD, JOHN C.2005).

Em geral essas fases são indesejáveis, para a maioria das aplicações, podendo ser divididas em: intermetálicas (sigma, chi, carbonetos, nitretos, etc.), austenita secundária (γ_2) e fase α '.

Pode-se dizer que as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão dos AID e AISD dependem, então, de vários fatores, entre eles: Composição química da Liga, Tratamento termomecânico, tratamento térmico empregado, relação α/γ , dentre outros (PINTO, P.S.G. 2009).

Esses fatores são controlados objetivando evitar a precipitação de fases indesejadas. Em função da temperatura na qual ocorre, a fragilização dos AID e AISD pode ser dividida em (PINTO, P.S.G. 2009):

- Fragilização de baixa temperatura: também chamada de fragilização a 475°C, ocorre normalmente em uma faixa de temperatura entre 300 e 500 °C. Normalmente atribuída à condição de uso do material;
- Fragilização de alta temperatura: Ocorre na faixa de 600 a 1000°C, na qual são podem se precipitar diversas fases intermetálicas. Normalmente atribuída aos processos de fabricação, soldagem, conformação a quente e/ou tratamento térmico pós-soldagem.

3.5. Fase α' - Fragilização a 475°C

Em temperaturas abaixo de 500°C, reações de precipitações de fases intermetálicas tornam-se insignificantes, entretanto perda de tenacidade pode ocorrer em consequência da chamada decomposição espinodal da ferrita. A esse fato dá-se o nome de fragilização a 475°C. O fenômeno foi inicialmente observado em AIF, mas atualmente está bem definido que o mesmo ocorre na fase ferrítica dos AID (SHARIQ et. al. 2009).

De maneira geral, sabe-se que todas as ligas Fe-Cr contendo entre 13 a 90% de Cr são susceptíveis à fragilização pela precipitação da fase alfa linha (α '). Esse fenômeno é observado entre temperaturas da faixa de 350°C a 550°C. Pode ser observado o intervalo de miscibilidade no diagrama Fe-Cr, responsável pela separação dessa fase (Figura 15).



A formação desta fase pode ser resultado de uma transformação eutetóide de $\sigma \rightarrow \alpha_{Fe} + \alpha'$ ou pela decomposição direta de α . Na prática verifica-se que, apesar de

poder ocorrer em teoria, a decomposição eutetóide é limitada cineticamente e na prática não ocorre (MÉLO, E.B. 2009).

Se for realizado um resfriamento suficientemente rápido, a partir de uma temperatura dita de solubilização para aços inoxidáveis duplex, de modo a evitar a formação da fase sigma (σ), observa-se um domo de miscibilidade no sistema Fe-Cr (Figura 16). Trabalhando-se com o material dentro desse domo verifica-se a coexistência das duas fases α_{Fe} , rica em ferro e α ', rica em cromo (MÉLO, E.B. 2009).



Figura 16 - Diagrama de Fases Binário Fe-Cr (MÉLO, E.B. 2009).

Observando-se a Figura 16, obtida através do software ThermoCalc®, é possível verificar que a fase α ' deve iniciar sua formação abaixo de temperaturas próximas a 516°C com concentrações próximas de 18% a 85% de cromo. Com a redução da temperatura, observa-se que a faixa de concentrações de cromo que favorece a formação das fases α_{Fe} e α ' aumenta. A temperatura mais baixa, portanto o limite inferior de temperatura, para formação da fase α ' é considerada em torno de 340°C e é determinada pela cinética de formação da fase α ' (DE MÉLO, E. B. 2009).

A fragilização, de fato, ocorre pelo endurecimento (Figura 17), que por sua vez é causado pela precipitação de uma fase CCC rica em cromo chamada alfa linha (α'). Essa fase apresenta um parâmetro de rede similar ao parâmetro de rede da fase da matriz ferrítica (PARDAL, J.M. 2009; MÉLO, E.B. 2009; SOUZA, J.A. 2004).



Figura 17 - Influência do tempo de envelhecimento a 475°C na dureza das ligas Fe-Cr (Souza, J.A. 2004).

Diversos estudos mostram que a formação da fase α', independente de qual seja o mecanismo, resulta na fragilização do aço duplex pela fragilização da ferrita, associada a um aumento de dureza (DE MÉLO, E. B. 2009; SOUZA, J.A. 2004).

Foi observado por Tavares et al. (2001) e (DE MÉLO, E. B. 2009)., que a precipitação de α ' em aço inoxidável duplex UNS S31803 promove acentuado endurecimento nas primeiras 100h de envelhecimento a 475°C (Figura 18).



Figura 18 - Dureza em função do tempo de envelhecimento a 475°C de um aço inoxidável UNS S31803 (MAGNABOSCO, R.; BRUNO, D. 2007).

Verifica-se que há grande influência do tempo de envelhecimento, bem como da temperatura, na dureza do material. Analisando a Figura 19 pode-se observar que das temperaturas estudadas, é na temperatura de 475°C que se nota a maior elevação da dureza em função do tempo de envelhecimento.



Tempo de envelhecimento (min)

Figura 19 - Efeito do envelhecimento térmico na dureza Rockwell C do aço inoxidável duplex SAF 2205, envelhecido entre 400°C e 500°C (WENG, K.L.; CHEN, H.R.; YANG, J.R. 2004).

A Figura 20 apresenta uma comparação entre o comportamento da ferrita e da austenita, separadamente, com relação à variação da microdureza. Pode-se

observar que enquanto a ferrita sofre um aumento significativo na microdureza, o mesmo parâmetro para a austenita permanece inalterado.



Figura 20 - Efeito do envelhecimento térmico na microdureza Vickers da ferrita e da austenita, para temperaturas de envelhecimento de 475°C e 500°C (WENG, K.L.; CHEN, H.R.; YANG, J.R. 2004).

Essa observação sugere que a fragilização do aço está intimamente relacionada com o endurecimento da ferrita devido ao envelhecimento, que não ocorre apenas a 475°C. O que respalda essa ideia é que a dureza da austenita se manteve praticamente inalterada para as temperaturas estudadas (DE MÉLLO 2009).

A fase α' pode se precipitar nos aços inoxidáveis ferríticos por nucleação e crescimento, em aços contendo até 17% de cromo (fora da espinodal química), e por decomposição espinodal, para aços contendo acima de 17% de cromo (dentro da espinodal química). Agregado a isso, estudos apresentam que existe também a dependência da temperatura de envelhecimento no mecanismo da decomposição (PARDAL, J.M. 2009; SHARIQ et al. 2009).

Nessa fase é possível observar um progressivo endurecimento, acompanhado de aumento do limite de resistência, bem como de redução da tenacidade e resistência

à corrosão do material (PARDAL, J.M. 2009). O efeito de fragilização, ou envelhecimento é atribuído à decomposição espinoidal da fase ferrítica (α) nas fases alfa linha (α ') e em uma fase rica em Fe (α_{Fe}), sendo sua cinética de precipitação muito mais rápida para os 475°C, motivação para o nome do fenômeno de fragilização a 475°C.

Os precipitados ricos em Cr (α') diminuem a mobilidade das discordâncias e geram micro cavidades muito próximas na matriz ferrítica. Por outro lado, regiões empobrecidas de Cr são geradas, reduzindo consideravelmente a resistência à corrosão em torno desses precipitados.

Os precipitados da fase α' são extremamente pequenos sendo, por exemplo, em torno de 15 a 30nm de diâmetro em uma liga de Fe contendo 27% de Cr envelhecida a 480°C por 10000 a 34000 horas (SOUZA, J.A. 2004).

Estudos realizados a partir de ensaios de tração e posterior modelamento das curvas com a equação de Hollomon, corroboram as variações das propriedades mecânicas descritas acima (TAVARES, et al 2012). Com o aumento do tempo de envelhecimento, o coeficiente de encruamento se reduz (Figura 21), indicando que o material apresenta uma curva de escoamento mais plástica, visto que para n = 0 tem-se o material dito plástico ideal. De forma semelhante o coeficiente de resistência aumenta, assim como a resistência mecânica do material.



Figura 21 - Variação do coeficiente de encruamento dos aços UNS S32205 (duplex steel) e UNS S32304 (lean duplex) com o tempo de envelhecimento a 475°C (TAVARES, et al 2012).

3.5.1. Mecanismo de Precipitação por: Decomposição spinodal

O mecanismo de decomposição espinodal parte do princípio de que em um sistema binário (Figura 22), devido à existência do domo de miscibilidade, são formadas regiões ricas no constituinte A e regiões ricas no constituinte B, começando com pequenas flutuações de composição e prosseguindo com a redução da energia livre de Gibbs, sem que haja a existência de uma barreira de nucleação (MÉLO, E.B. 2009).



Figura 22 - Curva representativa de energia livre na temperatura T₁ de uma liga X_e (MÉLO, E.B. 2009).

Para explicar a decomposição espinodal, tomarmos a Figura 23 como exemplo e consideremos inicialmente o ponto G_1 , com composição C_0 . O estado natural de equilíbrio com energia de Gibbs $G_2 < G_1$, não pode surgir imediatamente. Diz-se isso, pois é pouco provável que como resultado de flutuações na solução sólida existam muitas regiões de composições de equilíbrio C_a e C_b , devido à distância de C_0 .



Figura 23 - Diagrama esquemático da decomposição espinodal (NOVIKOV, I. 2004).

É mais provável que, inicialmente, como resultado de flutuações, surjam regiões com composições Cp e Cq, próximas da composição inicial Co. Com isto, diminui-se a energia de Gibbs até o valor G₃<G₁. Neste caso, por menor que seja a diferença de composição instável, ocorrerá а diminuição da energia de Gibbs е consequentemente, para início da decomposição não é exigida a formação de embriões críticos. Por isso, esta decomposição, denominada espinodal, imediatamente abarca todo o volume da fase inicial (PARDAL, J.M. 2009).

O aumento da diferença de concentração, devido ao aumento da força motriz, deve conduzir à contínua diminuição da energia de Gibbs, até que se estabeleça o equilíbrio de diferença de concentração C_a-C_b.

3.5.2. Mecanismo de Precipitação por: Nucleação e crescimento

Analisando a decomposição isotérmica da solução sólida, cuja decomposição não se encontra na região espinodal (Figura 24), observa-se que sua energia de Gibbs (G₁) é maior do que a da mistura (G₂). Se tomarmos como exemplo, os diferentes estágios da decomposição, a formação de duas fases de composições C_f e C_g, próximas a C₀, a energia de Gibbs desta mistura será maior do que a da solução inicial (G₃>G₁). Esse comportamento é inevitável, pois saindo do intervalo espinodal, a curva da energia livre de Gibbs tem concavidade para cima. Esse comportamento só apresentará alteração para o aparecimento de fases de grande diferença de composição, por exemplo, C_m - C_p (G₄<G₁) (PARDAL, J.M. 2009).



Figura 24 - Esquema explicativo da decomposição por nucleação e crescimento da liga C₀ no sistema de soluções sólidas vizinhas (NOVIKOV,I. 2004).

Ao contrário da decomposição espinodal, na qual a energia de Gibbs decresce continuamente, neste caso, a transformação é acompanhada inicialmente pela elevação e posteriormente da diminuição da mesma. Isto mostra que existe uma barreira termodinâmica para a formação de regiões grandes da nova fase. Consequentemente para que a decomposição tenha início e ocorra espontaneamente, são necessários embriões (PARDAL, J.M. 2009).

3.6. Soldagem dos AISD

De forma geral, apesar das melhorias observadas nessa área, os AISD podem apresentar dificuldade em sua soldagem devido à presença de sua microestrutura característica composta de austenita e ferrita.

Essa dificuldade encontra-se em manter a microestrutura característica que é influenciada pelos ciclos térmicos oriundos da soldagem. Durante a soldagem a temperatura varia desde a zona de fusão, onde ocorrem fenômenos de solidificação, até o metal adjacente à zona afetada pelo calor, onde ocorrem transformações no estado sólido (SILVA V. G. 2012, LIMA, D.B.P.L. 2011).

Sendo assim, as propriedades da solda dependem da composição química, do procedimento e processo de soldagem, bem como do balanço entre a austenita e a ferrita na microestrutura.

O objetivo principal na união dos AISD, por soldagem, é manter suas propriedades de resistência mecânica e à corrosão na zona fundida, zona afetada pelo calor e no metal base.

3.6.1. Processos de soldagem

Atualmente os AISD apresentam boa soldabilidade, entretanto, como mencionado nos capítulos anteriores, deve-se tomar precauções quanto à fragilização a altas (600°C a 1000°C) e a baixas (300°C a 550°C) temperaturas.

Os AISD podem ser soldados pela maioria dos processos de soldagem, sendo eles: TIG, MIG, ER, AS e Plasma. Apesar dessa possibilidade de forma geral os AISD têm sido comumente soldados pelo processo TIG (GTAW) devido às suas vantagens.

No processo de soldagem TIG (Tungsten Inert Gas), o calor necessário para efetuar a soldagem é oriundo do arco elétrico formado entre um eletrodo, não consumível, de tungstênio e a peça a ser soldada (Figura 25). Esse arco voltaico forma-se em meio a um gás inerte, que também é responsável pela proteção contra oxidação da poça fundida, que contribui para geração de uma atmosfera favorável à formação e estabilização de um caminho ideal para passagem da corrente de soldagem. A soldagem por esse processo pode ser feita com ou sem a adição de material e pode ser manual ou automática (GARCIA, E. R. V. 2011).



Figura 25 - Demonstrativo da visão geral do processo de soldagem TIG (a) e detalhe da poça de fusão (b) (KOU, S. 2002).

As principais vantagens da utilização do processo TIG são:

- Fonte de calor concentrada, o que permite controlar o aporte térmico, levando a uma zona de fusão estreita e controlada;
- Arco voltaico muito estável e uma soldadura uniforme, com uma zona de fusão pequena;
- O grau de limpeza do processo é considerado elevado, isto é, não deixa manchas e, como nenhum fluxo sólido ou pastoso é necessário no processo, não são gerados quaisquer resíduos de escória, além de permitir boa visibilidade do arco durante a execução da soldagem;
- Excelente qualidade metalúrgica, com controle de penetração preciso e formas de solda em todas as posições.

As principais desvantagens da utilização do processo TIG são:

- Baixa taxa de deposição (Processo manual);
- Requer maior habilidade do soldador.

3.6.2. Metalurgia da Soldagem dos AISD

Apesar de poderem ser soldados por quase todos os processos atuais de soldagem, é recomendado que o passe de raiz seja realizado utilizando o processo TIG. Isso se deve à característica desse processo de possibilitar a produção, em teoria, de soldas isentas de defeitos, resultando em uma junta soldada com maior tenacidade, fundamental para o passe de raiz.

Uma das dificuldades de soldar o AISD é manter o balanço de fases do metal de solda e zona afetada pelo calor (Figura 26).



Figura 26 - Diagrama esquemático que define as diferentes zonas da junta soldada de acordo com a repartição térmica para um aço inoxidável duplex (GLICKSTEIN, S. S. et al 1987).

Sabendo-se os valores de composição química do metal base e do metal de adição, pode-se utilizar o diagrama WRC-1992 (Figura 27), o qual, possibilita fazer uma previsão das fases presentes no metal de solda. Nesse gráfico são lançados os

valores de cromo equivalente, que leva em consideração os elementos ferritizantes, e os valores de níquel equivalente, que considera os elementos austenitizantes.



Figura 27 - Diagrama WRC-1992 (LIPPOLD, JOHN C. 2005).

Além do metal de solda, deve-se levar em consideração as mudanças micro estruturais que podem ocorrer na ZAC. Primeiro, dividirmos a ZAC em duas, sendo elas: ZAC de alta temperatura e ZAC de baixa temperatura.

A ZAC de alta temperatura normalmente apresenta grãos maiores e com praticamente 100% de ferrita, devido à elevada taxa de resfriamento. Por outro lado, na ZAC de baixa temperatura, o balanço entre fases geralmente permanece igual ao anterior. Entretanto, devido ao resfriamento mais lento, pode ocorrer a formação de austenita secundária, bem como precipitação de fases intermetálicas (SILVA V. G. 2012).

4. METODOLOGIA E DESENVOLVIMENTO

4.1. Material em estudo

O aço UNS S32750 em estudo foi adquirido na forma de "Fita", ou chapas de 1,2 mm de espessura. O material foi recebido já solubilização a 1120°C. A composição química do material recebido é descrita na Tabela 5.

Tabela 5 - Composição química (% em massa) do aço UNS S32750 em estudo.									
Elemento	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Мо	Ν
% em	0.020	0.24	0.87	0 023	0.001	25.3	72	30	0.27
massa	0,020	0,24	0,07	0,023	0,001	20,0	<i>i</i> ,∠	5,9	0,27

O material como recebido foi cortado em 32 chapas, as quais foram distribuídas em dois grandes grupos de 16 unidades, sendo eles:

- Como recebido;
- Soldado.

O grupo "Soldado" após solubilização recebeu um passe de soldagem pelo método TIG autógeno, ou seja, sem adição de material. Os parâmetros de soldagem utilizados são apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Parâmetros de Soldagem.							
Corrente [A]	Tensão [V]	Gás de Proteção	Vazão [I/min]	Purga	Vazão [l/min]		
48	11	Ar (97,5% + N ₂ (2,5%)	10	Ar (97,5% + N ₂ (2,5%)	12		

Antes da soldagem foram identificados por fitas em que o material foi recebido e por tipo diferenciando o tempo de soldagem (Tabela 7).

Fitas	tipo	tempo [s]	H [J/cm]
1	1	26	65894
	2	37	93773
2	1	25	63360
	2	30	76032
3	1	39	98842
	2	27	68429
4	1	26	65894
	2	27	68429

Tabela 7 - Identificação dos CP's, do tempo de soldagem e energia de soldagem (H).

Após divisão dos dois grupos e soldagem das chapas, foi realizada a usinagem dos corpos de prova (CP's), conforme norma ASTM A-370. Foram realizados tratamentos térmicos de envelhecimento isotérmico na temperatura de 475°C, por tempos de 4h, 8h e 12h. A Tabela 8 apresenta a distribuição dos CP's.

NÚMERO	GRU		O RECEE	BIDO''	• •	GRUPO "S	SOLDADO"	
DO CP	MB	MB	MB	MB 12H	Soldado	SOLDADO	SOLDADO	SOLDADO
		4⊓	оп	IZΠ		4⊓	ОП	IZΠ
1	Х					-		
2	Х							
3					Х			
4					Х			
5					Х			
6		Х						
7		Х						
8		Х						
9					Х			
10					Х			
11					Х			
12	Х							
13	Х							
14	Х							
15	Х							
16			Х					
17			Х					
18			Х					
19			Х					
20				Х				
21				Х				
22				Х				
23						X		
24						X		
25						X		
26								X
27								X
28								Х
29							X	
30							X	
31							Х	
32							Х	

Tabela 8 - Corpos de prova (CP's) ensaiados.

4.2. Ensaio de Tração

Os 32 CP's (Tabela 8) foram divididos e identificados por grupos e subgrupos, conforme Figura 28. Depois de tomadas as medidas dimensionais, foram executados os ensaios de tração.



Figura 28 - Identificação dos grupos e subgrupos dos corpos de prova.

Para execução dos ensaios de tração foi utilizada uma bancada MTS com controladora FLEXTest 40 e software TestWorks 4 (Figura 29 – (a) e (b) respectivamente). Os ensaios foram realizados com a velocidade de 12 mm/min.



Figura 29 - Visão geral da bancada de ensaio (a) e dos CP's ensaiados (b) para levantamento das curvas de tração.

Foram obtidas as curvas Força [kN] x Deslocamento [mm] (Figura 30). Após tratamento dos dados obtidos e cálculo dos parâmetros foram obtidas as curvas de tensão-deformação convencional e real para cada corpo de prova.



Figura 30 - Curvas Força[KN] x Deslocamento[mm], de todas as 32 amostras, geradas pelo software TestWorks 4.

A partir das curvas geradas, foram obtidas, para cada corpo de prova (CP), as propriedades: Limite de escoamento (σ_E); Limite de Resistência (σ_R) e Alongamento Específico (%).

4.3. Ensaio de Microdureza

Com a finalidade de caracterização mecânica, bem como comparação com o apresentado na literatura e discutido no item 3.REVISÃO BIBLIOGRÁFICA, foram realizadas medições de dureza no material como recebido, envelhecido por 4h, 8h e 12 horas.

O material foi inicialmente cortado, embutido (Figura 32), cuidadosamente lixado e polido (Figura 33) para então ser realizado o ensaio de dureza.

Os ensaios de dureza foram realizados utilizando-se o Microdurômetro HXD-1000TM (Figura 31). Foram efetuadas 30 medições de microdureza Vickers para cada amostra, sendo 15 em cada fase: Ferrita (α); Austenita (γ). A carga utilizada foi de 0,025Kgf (0,2453N) durante 20 segundos.



Figura 31 - Microdurômetro do Laboratório TRICORRMAT da UFES.

Também foram efetuadas 6 medições para cada amostra utilizando uma carga de 1Kgf (9,81N) durante 20 segundos. Esse segundo carregamento visa a obtenção da dureza média aproximada da amostra.

4.4. Metalografia

Os materiais ensaiados foram cortados em uma bancada de corte de precisão Labotom-3 da Struers (Figura 32, a). Após o corte as amostras foram embutidas utilizando uma embutidora PRE 30Mi da Arotec (Figura 32, b).



(a) (b) Figura 32 - Detalhe da máquina de corte utilizada (a) e da embutidora (b).

Com os corpos de prova já embutidos (Figura 33, a) foi realizado um processo cuidados de lixamento e polimento de forma que fosse obtida uma superfície plana e espelhada, necessária para a análise metalográfica. Esse processo foi realizado com o auxílio de uma politriz DP-10 da Panambra (Figura 33, b).



Figura 33 - detalhe do corpo de prova embutido (a) e da politriz utilizada (b).

Após a preparação dos corpos de prova, foi realizado ataque químico com a solução Beraha modificado (Figura 34).



Figura 34 - Preparação do Beraha em chapa aquecida JUNG, no TRICORRMAT UFES.

A solução foi preparada com 20ml de HCl, 100ml de H₂O destilada e 0,5g de Metabissulfito de Potássio. O ataque foi realizado com solução aquecida a 60°C. O objetivo do ataque foi o de revelar as fases das amostras e caracterizar as mudanças microestruturais atribuídas aos processos de soldagem.

O ataque foi interrompido com água e a peça foi limpa e seca com álcool isopropílico e com o auxílio de um soprador aquecido.

Após limpeza, as peças foram observadas em um microscópio ótico Nikon Eclipse MA200 (Figura 35) no laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais – TRICORRMAT da Universidade Federal do Espírito Santo.



Figura 35 - Detalhe do microscópio ótico utilizado para análise metalográfica.

4.5. Microscopia Eletrônica de Varredura

Os corpos de prova após ensaio de tração foram cortados e levados ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), sem ataque químico, ou preparação de superfície. O objetivo do ensaio foi o de avaliar a superfície de fratura em busca de indícios de fragilização do material, tais como a redução dos tamanhos dos "*dimples*" (micro cavidades).

Foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura digital EVO 40XVP (ZEISS) (Figura 36) do laboratório de Caracterização de Superfícies dos Materiais – LCSM da Universidade Federal do Espírito Santo.



Figura 36 - Microscópio Eletrônico de Varredura digital EVO 40XVP (ZEISS)

4.6. Modelagem das curvas de tração

A curva tensão real – deformação real pode ser traduzida por uma série de equações, tais como:

- Hollomon;
- Swift;
- Ludvick;
- Voce;
- Ramberg-Orsgood;

A equação de Hollomon pode ser descrita pelas seguintes relações (GARCIA et al. 2000):

- Na região elástica: $\sigma_r = E * \varepsilon_r$: (3)
- Na região plástica: $\sigma_r = k * \varepsilon_r^n$ (4)

Onde:

k = coeficiente de resistência, que quantifica o nível de resistência que o material pode suportar (Pa);

n = coeficiente de encruamento, que representa a capacidade com que o material distribui a deformação (adimensional).

Na prática quão maior o coeficiente de resistência maior a resistência mecânica do material. Quanto ao coeficiente de encruamento, temos que para n = 0, o material seria perfeitamente plástico e para n = 1, elástico (Figura 37).



Figura 37 - Várias formas da curva potencial $\sigma_r = k * \epsilon_r^n$ (DIETER, E.G. 1981).

Abaixo do limite de escoamento a equação (3) modela o comportamento da curva, a equação (4) é válida entre o limite de escoamento (σ_E) e o limite de resistência (σ_R) e após o limite de resistência observa-se o comportamento chamado de instabilidade em tração. A partir deste ponto inicia-se a estricção e o estado de tensão uniaxial dá lugar a um estado de tensões triaxiais (GARCIA et al. 2000).

Conforme observado por Tavares et. al 2012, para uma liga de lean duplex UNS S32304, é possível que haja a formação de martensita a partir da austenita durante o ensaio de tração devido à deformação, após o tratamento térmico de envelhecimento. Sendo assim é recomendada a utilização de duas equações de Hollomon para a avaliação da variação dos parâmetros de "k" e "n", além da obtenção de uma equação geral que represente a curva de tração modelada mais próxima da real.

Com o objetivo de obter o coeficiente de resistência (k) e o coeficiente de encruamento (n), foram obtidas as curvas de tensão real (σ_r) x deformação real (ϵ_r). A equação (2) pode ser reescrita da forma:

•
$$\log \sigma_V = \log k + n * \log \varepsilon_V$$
 (5)

A condição em que $\varepsilon_V = 1$, extrapolando o gráfico, fornece $\sigma_V = k$ (Figura 38), e a inclinação da reta no sistema log – log representa o valor do coeficiente de encruamento (DIETER, E.G. 1981).



Figura 38 - Gráfico lo-log da curva tensão-deformação real (GARCIA et al. 200).

Posteriormente foram obtidos os valores de $log(\sigma_r)$ e $log(\varepsilon_r)$, plotados os gráficos $log(\sigma_r) \times log(\varepsilon_r)$ e então foi retirada a função transferência de comportamento linear, bem como seu fator de correlação.

Essa metodologia foi aplicada aos CP's do material: como recebido; envelhecido por 4 (quatro); 8 (oito); 12 (doze) horas.

Com os valores obtidos para "k", "n" e utilizando a equação (2) foram obtidas as equações de Hollomon e então plotadas as curvas ajustadas por estas.

Com intuito de verificar o comportamento mecânico, foram obtidas as equações também considerando duas funções de transferência para cada curva de tração. Sendo assim foram obtidos dois valores de "k", "n" e duas funções de transferência para cada amostra ensaiada.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Observação por Microscopia Eletrônica de Varredura da fratura dos corpos de prova

Após os ensaios de tração os corpos de prova foram submetidos à análise por Microscopia Eletrônica de Varredura para avaliação da região de fratura. Foram observados corpos de prova do grupo "Como Recebido" nas quatro condições, conforme apresentado na Figura 28.

É esperado que a fragilização pelo envelhecimento a 475°C aumente os valores de resistência mecânica do material em detrimento de sua ductilidade. A fratura no ensaio de tração se dá pela aplicação da carga no sentido longitudinal do corpo de prova. O "empescoçamento" começa no ponto de instabilidade plástica aonde o aumento da resistência devido ao encruamento cai para compensar a redução de área no sentido transversal à aplicação da carga (DIETER, E.G. 1981; TIGRINHO, L.M.V. 2011).

Isso ocorre normalmente na carga máxima ou quando a deformação verdadeira se iguala ao coeficiente de encruamento. Com a formação do empescoçamento passa a atuar um estado triaxial de tensões nessa região. A partir desse momento microcavidades são formadas e com a continuação da aplicação da carga as mesmas crescem e coalescem, formando uma trinca central.

Por essa razão diz-se que o crescimento da trinca na fratura dúctil se dá por coalescência de vazios, que ocorre basicamente pela elongação dos vazios e do material entre os vazios. Essa coalescência de vazios então nos proporciona a formação de uma superfície de fratura constituída de cavidades alongadas formadas por numerosos alvéolos separados por paredes finas.

Observando-se o material como recebido, após o ensaio, é possível então perceber a presença de muitos dimples (alvéolos), característicos da fratura dúctil esperada para esse tipo de condição (Figura 39).



Figura 39 - MEV do material "Como Recebido": Sem envelhecimento (a), envelhecido por 4 h (b), por 8 h (c) e por 12 h (d).

Esses vazios, que são a fonte básica da fratura dúctil, são nucleados heterogeneamente em posições nas quais a compatibilidade da deformação é difícil. Portanto, os lugares preferenciais para a formação desses vazios são inclusões, partículas de segunda fase ou partículas finas de óxido.

Vale ressaltar, portanto, que quão maior for precipitação de partículas de segunda fase no material, maior a condição de formação dos alvéolos no carregamento em tração. Quão maior essa formação, maior tende a ser o número de alvéolos e menor o seu tamanho médio. Dessa forma, mais rápida será a coalescência desses alvéolos reduzindo o alongamento específico do material e por consequência sua ductilidade (Figura 40).



Figura 40 - Efeito na deformação verdadeira do volume de segunda fase precipitado em um aço (DIETER, E.G. 1981).

Foi realizada uma medição do tamanho médio dos dimples, no metal base após ensaio de tração, com auxílio de um MEV. O tamanho médio de dimples foi obtido a partir da amostragem de 10 dimples (Figura 41), para cada condição apresentada na Figura 39. Os dimples foram medidos a partir de seu comprimento e altura médios.



Figura 41 - Medição do tamanho médio de dimples.

Pôde-se observar um comportamento de redução do tamanho dos dimples com o aumento do tempo de tratamento e, portanto precipitação da fase alfa linha (α') (Tabela 9).

Tempo de tratamento [h]	Tamanho médio μm
0	30,37
4	21,66
8	14,73
12	12,33

Tabela 9 - Tamanho médio de dimples em função do tempo de tratamento a 475°C.

5.2. Ensaio de Microdureza

Após a realização das 15 medições em cada fase, foram eliminadas as 5 medidas de menor valor de dureza obtidas para a ferrita e as cinco de maiores valores obtidos para a austenita. Essa eliminação de amostras foi realizada com o intuito de reduzir a interferência de valores de dureza devido à interação entre as fases.

A Tabela 10 apresenta os valores de dureza obtidos para a ferrita, bem como seus respectivos desvios padrão e aumento percentual de dureza.

Tempo (h)	Dureza (HV)	Desvio Padrão	Aumento Dureza (%)
0	303	8	0%
4	331	6	10%
8	357	9	18%
12	365	8	21%

Tabela 10 - Valores de dureza obtidos para a ferrita do material como recebido.

A Tabela 11 apresenta os valores de dureza obtidos para a fase austenita.

Tempo (h)	Dureza (HV)	Desvio Padrão	Aumento Dureza (%)
0	288	8	0%
4	310	3	8%
8	316	7	10%
12	315	7	10%

Tabela <u>11 - Valores de dureza obtidos para a austenita do material como re</u>cebido.

Pode-se observar, como apresentado em 3.5 que a precipitação da fase alfa linha e, portanto a fragilização ocorre na ferrita enquanto a austenita se mantém inalterada.

Foram obtidas ainda as medições com carga de 1Kgf, de forma que fossem obtidos valores de durezas das duas fases (Tabela 12).

Tempo (h)	Dureza (HV)	Desvio Padrão	Aumento Dureza (%)
0	298	9	0%
4	327	6	10%
8	352	5	18%
12	341	4	15%

Tabela 12 - Resultado de dureza média, obtido para as amostras.

Como descrito na literatura, a austenita mantém sua dureza praticamente inalterada pelo processo de envelhecimento a 475°C (Figura 42). A variação observada entre os tempos de 0 h e 4 h deve ser atribuída à interferência da fase ferrita durante as medições, de forma que se observarmos a dureza da amostra, pode-se notar que a mesma apresenta taxas de acréscimo de dureza praticamente idênticas às da ferrita.

Quando observamos a dureza da fase ferrítica, fica claro o intenso aumento de dureza (aproximadamente 9,4%) para apenas 4 horas de exposição.



Figura 42 - Comportamento da dureza na amostra, e nas fases ferrita e austenita. Para os tempos de exposição de 0 h, 4 h, 8 h e 12 h.

5.3. Ensaio de Tração

As curvas e propriedades obtidas pelo ensaio de tração serão apresentadas por grupo, conforme Figura 28, sendo eles : "Como recebido" e "Soldado".

5.3.1. Grupo: "Como Recebido"

A Tabela 13 apresenta as propriedades mecânicas básicas em tração do grupo "como recebido". Os resultados se mostraram em conformidade com o esperado. Observando-se a Tabela 13 é possível notar que com o aumento do tempo de envelhecimento os valores do limite de escoamento e de resistência aumentaram e o alongamento específico diminuiu. É possível observar ainda que os valores do desvio padrão dos resultados são pequenos, conferindo maior grau de confiabilidade aos valores obtidos.

Grupo: Como Recebido					
Subgrupo	Limite de escoamento	Limite de resistência	Alongamento		
	(σ _E) [MPa]	(σ _R) [MPa]	específico (%)		
MB	710 ± 8	944 ± 2	28 ± 1		
MB 4h	917 ± 4	1084 ± 6	27 ± 1		
MB 8h	952 ± 8	1122 ± 3	25 ± 1		
MB 12h	957 ± 7	1133 ± 5	23 ± 2		

Tabela 13 - Propriedades obtidas do ensaio de tração, grupo "Como Recebido".

Agora observando as curvas de tensão-deformação, tanto a convencional, quanto a real, pode-se constatar que de fato o tempo de envelhecimento tornou o material mais resistente em detrimento de sua ductilidade (Figura 43 e Figura 44).


Figura 43 - Comportamento Tensão x Deformação (Convencional) do material "Como Recebido".



Figura 44 - Comportamento Tensão x Deformação (real) do material "Como Recebido".

Observando-se o comportamento do limite de escoamento com o tempo de envelhecimento, o material apresenta um ganho de cerca de 29% com apena 4 horas a 475°C. Para 8 h e 12 h o aumento em relação à condição não tratada foi de 34,1% e 34,8% respectivamente.

O efeito da fase alfa linha apresenta-se de forma semelhante no limite de resistência, conforme observado por Tavares, et al 2012. Entretanto, como esperado, o comportamento se apresenta de forma contrária para o alongamento, que apresenta contínua redução, resultado coerente com o observado para o tamanho de dimples em microscopia eletrônica de varredura (Figura 45).



Figura 45 – Efeito, no alongamento e tamanho médio de dimples, do envelhecimento a 475 °C.

Esse fato se explica pela precipitação da fase alfa linha que atua como barreira para as discordâncias, reduzindo sua mobilidade (PARDAL, J.M. 2009). A Figura 46 apresenta o efeito do tratamento de envelhecimento a 475°C nas propriedades mecânicas observadas no ensaio de tração.



Figura 46 - Efeito do envelhecimento a 475°C nas propriedades mecânicas em tração do AISD UNS S32750.

Avaliando-se as variações percentuais das propriedades mecânicas gerais obtidas em relação ao material como recebido, pode-se concluir que para o tempo de exposição de 4 horas, há um significativo aumento de resistência mecânica em detrimento de uma pequena redução de ductilidade (Tabela 14).

		Grupo: Como Recebido				
Subgrupo	Aumento do Limite de escoamento (σ _E)	Aumento do Limite de resistência (σ _R)	Aumento da Dureza HV	Redução do Alongamento específico		
<u>MB 4h</u>	<u>29,0%</u>	<u>15,0%</u>	<u>9,7%</u>	<u>4,0%</u>		
MB 8h	34,0%	19,0%	18,0%	13,0%		
MB 12h	35,0%	20,0%	14,5%	20,0%		

Tabela 14 - Variação das propriedades mecânicas em relação ao material Como Recebido.

Diferentemente do observado para o grupo "Como Recebido", os resultados do grupo "Soldado" apresentaram grande dispersão (Tabela 15).

Grupo: Soldado							
Subgrupo	Limite de escoamento (σ_E) [MPa]	Limite de resistência (σ _R) [MPa]	Alongamento específico (%)				
Soldado	689 ± 29	897 ± 35	19 ± 6				
Soldado 4h	898 ± 44	1045 ± 12	16 ± 1				
Soldado 8h	878 ± 46	1085 ± 32	14 ± 5				
Soldado 12h	902 ± 59	1136 ± 4	21 ± 3				

Tabela 15 - Propriedades obtidas do ensaio de tração, grupo "Soldado"

Com relação às curvas de tração, de forma geral, podemos observar comportamento semelhante ao observado para o primeiro grupo, no que diz respeito ao aumento da resistência mecânica. Isso se observa tanto nas curvas tensão-deformação convencional como real (Figura 47 e Figura 48, respectivamente).



Figura 47 - Comportamento Tensão x Deformação (Convencional) do material "Soldado".



Figura 48 - Comportamento Tensão x Deformação (real) do material "Soldado".

Ao avaliar o comportamento dos limites de escoamento e de resistência, pode-se notar que os valores médios, de forma geral, apresentam-se coerentes com o observado para o metal "Como Recebido" (Figura 49 e Figura 50). Entretanto ao avaliar o comportamento do alongamento específico, observamos que para 12 horas de envelhecimento o resultado se mostra diferente do que inicialmente seria esperado (Figura 51).



Figura 49 - Comportamento do Limite de escoamento (σ_E) do material "Soldado".



Figura 50 - Comportamento do Limite de resistência (σ_R) do material "Soldado".



Figura 51 - Comportamento do Alongamento específico (δ) do material "Soldado".

Esse fenômeno de aumento do alongamento específico pode ser explicado pelas diferentes condições de soldagem que foram adotadas ao longo da preparação dos corpos de prova. Conforme apresentado na Tabela 7, os tempos de soldagem foram diferentes, o que nos leva a um aporte térmico também diferente.

Ainda sobre o alongamento específico, pode-se verificar que os resultados mostram que o material soldado apresenta-se com menor ductilidade, esse fato deve ser associado à presença de nitretos de cromo, comumente formados nesse tipo de material após soldagem.

Se observarmos as curvas de tração dos CP's soldados nas quatro condições (Figura 52), é possível observar que as maiores variações dos parâmetros foram observadas para as condições de soldado 8h e soldado 12h. O material soldado e envelhecido por 4h se apresentam com pouca variação em relação ao comportamento mecânico e o tempo de soldagem foi próximo, sendo o resultado observado coerente com o esperado.





"Soldado 12 h"				
CP Tempo de soldagem				
26 26				
27, 28 37				

Figura 52 - Visão geral do comportamento mecânico em tração com diferentes parâmetros de soldagem, em função da evolução do tempo de envelhecimento – Soldado(a), Soldado 4h(b), Soldado 8h(c) e Soldado 12h (d).

Para o material envelhecido por 8 horas o tempo de soldagem variou entre grupos, sendo eles de: 39 segundos; e de 27 segundos. Para o material envelhecido por 12 horas o tempo variou entre grupos de: 26 segundos e 37 segundos. É possível concluir então que de fato o tempo de soldagem exerce grande influência sobre o alongamento específico dos materiais ensaiados (Figura 53).



Figura 53 - Influência do tempo de soldagem nas propriedades mecânicas para o material soldado, envelhecido por 8 e por 12 horas.

Pela natureza dos AID sabe-se que o fluxo de solidificação é normalmente: $L_{(líquido)} \rightarrow L_{(líquido)} + F_{(Ferrita)} \rightarrow F_{(Ferrita)} \rightarrow F_{(Ferrita)} + A_{(Austenita)}$. Dessa forma, além da composição química, a taxa de resfriamento exerce grande influência no balanço de fases (Ferrita/Austenita) resultante do processo de soldagem dos AID e AISD (LIPPOLD, JOHN C. 2005).

Durante o processo de soldagem foi utilizado gás de proteção com nitrogênio em sua composição. Isso é recomendado para AID e AISD para melhor controle da proporção de fases a ser obtida após processo de soldagem.

As possíveis causas das variações dos parâmetros obtidos na Figura 15 podem então ser atribuídas a, pelo menos, dois fatores, sendo eles:

- Variação da proporção de fases (ferrita/austenita): Com a variação do tempo de soldagem, ocorre a variação do aporte térmico, que por sua vez influência diretamente a taxa de resfriamento da poça de fusão, bem como da zona termicamente afetada (ZTA). Quanto mais rápida a taxa de resfriamento, apesar da força motriz para a reação existir, menor será a condição cinética para que a formação da austenita ocorra, resultando em uma estrutura com alto teor de ferrita.
- Variação do teor de Nitrogênio: O nitrogênio, utilizado como gás de proteção na soldagem, é utilizado, pois desempenha um papel fundamental na formação de austenita durante o resfriamento. Devido à capacidade de estabilizar a austenita, pequenos teores de nitrogênio são adicionados também à liga para promover a formação da fase, assim como melhorar a resistência à corrosão por pites. Entretanto, a adição excessiva de nitrogênio, aliada à taxa de resfriamento pode resultar na precipitação de nitretos na ferrita dos AISD. Nesse caso o AISD sofrerá de fragilização e consequente redução do alongamento específico.

Na Figura 54 pode-se ter uma visão geral dos resultados dos ensaios de tração realizados com os CP's soldados.



Figura 54 - Efeito do envelhecimento a 475°C nas propriedades mecânicas em tração do AISD UNS S32750, após soldagem.

De forma geral, para o caso do material Soldado pode-se observar que a influência do processo de soldagem, atrelado às suas heterogeneidades é mais forte do que a exposição a 475°C para as propriedades de Limite de escoamento, Limite de resistência e ductilidade.

Observando-se as Figura 49, Figura 50 e Figura 51 vê-se que as propriedades apresentam variações significativas somente para o tratamento de 4 horas, o que indica que para esse tempo de exposição a influência da precipitação de α' é maior do que a do processo de soldagem (Tabela 16).

Tabela 16 - Va	Tabela 16 - Variação percentual das propriedades mecânicas do material Soldado						
Grupo: Soldado							
Aumento do LimiteAumento do LimiteRedução doSubgrupode escoamento (σ_E)de resistência (σ_R)Alongamento[MPa][MPa]específico (%)							
<u>Soldado 4h</u>	<u>30,3%</u>	<u>16,5%</u>	<u>11,7%</u>				
Soldado 8h	27,4%	21,0%	23,7%				
Soldado 12h	30,8%	26,7%	-15,9%				

Também para o material soldado, observa-se que a exposição de 4 horas à temperatura de 475°C confere ao material significativo aumento de Limite de

escoamento e Limite de resistência, atrelados a uma pequena redução de ductilidade.

5.4. Equação de Hollomon

Após a execução dos ensaios de tração foram obtidas as curvas tensão-deformação reais para o material como recebido, envelhecido por 4 h, 8 h e 12 horas (Figura 55).



Foram plotados os gráficos log-log da tensão-deformação reais e obtidas as funções de transferência das quais foi possível obter os valores do coeficiente de encruamento e de resistência, para então definir as equações de Hollomon para cada caso.

5.4.1. Como Recebido

A Figura 56 apresenta a curva log x log do material "Como Recebido", bem como a linha de tendência linear da qual se obtém "k", "n" e "R2".



Figura 56 - Curva log $\sigma_V x$ log ϵ_V material "Como Recebido".

A Figura 57 apresenta o resultado da modelagem com uma equação de Hollomon, para a qual se obteve um fator de correlação de 0,9826.



Figura 57 – Modelagem da curva $\sigma_{Vx} \epsilon_V$ com uma equação de Hollomon – Como Recebido.

Foram utilizadas também duas funções de transferência lineares para modelagem da mesma curva (Figura 58).



Figura 58 - Curva log $\sigma_V x \log \epsilon_V$, utilizando duas funções de transferência "Como Recebido".

A Figura 59 apresenta o resultado da modelagem com duas equações de Hollomon, para as quais foram obtidos os fatores de correlação de 0,9426 e 0,9962.



Figura 59 - Modelagem da curva $\sigma_{Vx} \epsilon_V$ com duas equações de Hollomon – Como Recebido.

5.4.2. Envelhecido por 4 horas

A Figura 60 apresenta a curva log x log do material envelhecido por 4 horas, bem como a função de transferência linear da qual se obtém "k", "n" e "R2".



Figura 60 - Curva log $\sigma V x \log \epsilon V$ material envelhecido por 4 horas.

A Figura 61 apresenta o resultado da modelagem com uma equação de Hollomon, para a qual se obteve um fator de correlação de 0,9712.



Figura 61 - Modelagem da curva $\sigma_{Vx} \epsilon_V$ com uma equação de Hollomon – envelhecido por 4 horas.

Foram utilizadas também duas funções de transferência lineares para modelagem da mesma curva (Figura 62).



 $Figura \ 62 \ - \ Curva \ log \ \sigma_V \ x \ log \ \epsilon_V \ , utilizando \ duas \ funções \ de \ transferência \ - \ envelhecido \ por \ 4 \ horas.$

A Figura 63 apresenta o resultado da modelagem com duas equações de Hollomon, para as quais foram obtidos os fatores de correlação de 0,9789 e 0,9962.



Figura 63 - Modelagem da curva $\sigma_{Vx} \epsilon_V$ com duas equações de Hollomon – envelhecido por 4 horas.

5.4.3. Envelhecido por 8 horas

A Figura 64 apresenta a curva log x log do material envelhecido por 8 horas, bem como a função de transferência linear da qual se obtém "k", "n" e "R²".



Figura 64 - Curva log $\sigma V x \log \epsilon V$ material envelhecido por 8 horas.

A Figura 65 apresenta o resultado da modelagem com uma equação de Hollomon, para a qual se obteve um fator de correlação de 0,9752.



Figura 65 - Modelagem da curva $\sigma_{V\,x}\epsilon_V$ com uma equação de Hollomon – envelhecido por 8 horas.

Foram utilizadas também duas funções de transferência lineares para modelagem da mesma curva (Figura 66).



Figura 66 - Curva log $\sigma_V x \log \epsilon_V$, utilizando duas funções de transferência - envelhecido por 8 horas.

A Figura 67 apresenta o resultado da modelagem com duas equações de Hollomon, para as quais foram obtidos os fatores de correlação de 0,9746 e 0,9972.



Figura 67 - Modelagem da curva $\sigma_{V_x} \epsilon_V \operatorname{com} duas$ equações de Hollomon – envelhecido por 8 horas.

5.4.4. Envelhecido por 12 horas

A Figura 68 apresenta a curva log x log do material envelhecido por 12 horas, bem como a função de transferência linear da qual se obtém "k", "n" e "R2".



Figura 68 - Curva log σV x log ϵV material envelhecido por 12 horas.

A Figura 69 apresenta o resultado da modelagem com uma equação de Hollomon, para a qual se obteve um fator de correlação de 0,9752.



Figura 69 - Modelagem da curva $\sigma_{V\,x}\epsilon_V$ com uma equação de Hollomon – envelhecido por 12 horas.

Foram utilizadas também duas funções de transferência lineares para modelagem da mesma curva (Figura 70).



Figura 70 - Curva log $\sigma_V x \log \epsilon_V$, utilizando duas funções de transferência - envelhecido por 12 horas.

A Figura 71 apresenta o resultado da modelagem com duas equações de Hollomon, para as quais foram obtidos os fatores de correlação de 0,9533 e 0,9957.



Figura 71 - Modelagem da curva $\sigma_{Vx} \epsilon_V$ com duas equações de Hollomon – envelhecido por 12 horas.

5.4.5. Considerações gerais

Em geral pode-se observar que para uma equação de Hollomon é possível modelar a curva de tração do AISD UNS S32750 com uma boa aproximação, fator de correlação mínimo de 0,9752, para as condições como recebido, envelhecido por 4 horas, 8 horas e 12 horas (Tabela 17).

	tempo de envelhecimento [h]	п	k	R^2
2 - Como Recebido	0	0,1409	1417,751	0,9826
8 - Como Recebido 4h	4	0,1197	1545,966	0,9712
18 - Como Recebido 8h	8	0,1133	1587,084	0,9752
21 - Como Recebido 12h	12	0,1124	1595,144	0,9752

Tabela 17 - Valores obtidos para "n", "k" e "R²" para uma equação de Hollomon.

É possível observar ainda na Tabela 17 os valores dos coeficientes de encruamento e de resistência.

Conforme esperado, pelo observado nos resultados do ensaio de tração, o coeficiente de resistência apresenta-se crescente indicando que de fato o material

se torna mais resistente. Além disso, observa-se que o coeficiente de encruamento diminui com o tempo de envelhecimento, demonstrando que o material torna-se mais próximo ao chamado "plástico ideal", n = 0, devido ao fenômeno de envelhecimento a 475°C (Figura 72).



Figura 72 - Variação dos coeficientes de encruamento e resistência em função do tempo de tratamento, para uma equação de Hollomon.

Para a abordagem de utilização de duas equações de Hollomon para ajuste das curvas de tração, foram obtidos os resultados apresentados na Tabela 18.

	Iuseiu Io	i alor es obtidos para	, ĸ	e n para e	iuus equuş	005 ac 1101	Tomoni		
		Tempo de	<i>n</i> ₁	<i>k</i> ₁	R_{1}^{2}	<i>n</i> ₂	<i>k</i> ₂	R_{2}^{2}	
		envelhecimento [h]							
-	2 - Como Recebido	0	0,1106	1279,087	0,9426	0,1654	1496,236	0,9962	
	8 - Como Recebido 4h	4	0,0678	1283,217	0,9789	0,1465	1645,887	0,9962	
	18 - Como Recebido 8h	8	0,0698	1359,252	0,9746	0,1383	1685	0,9972	
	21 - Como Recebido 12h	12	0,0723	1384,204	0,9533	0,1358	1687,33	0,9957	

Tabela 18 - Valore	s obtidos para "n"	'. "k" e "R ² "	para duas equa	cões de Hollomon
		,		

Como esperado e observado para a modelagem com uma equação de Hollomon, é possível notar também para duas equações que o coeficiente de resistência (k) também se apresenta crescente à medida que o tratamento de envelhecimento avança (Figura 73).



Figura 73 - Coeficiente de resistência em função do tempo de envelhecimento – para uma e duas equações de Hollomon.

Foi observado que "k" obtido com uma equação de Hollomon, apresenta valor acima do valor médio entre "k₁" e "k₂", obtidos para duas equações de Hollomon. Observase também que apesar do valor em modulo ser inferior, o comportamento de "k" é semelhante ao de "k₂", durante o envelhecimento.

Aparentemente o valor de "k₁" permanece constante para as primeiras 4 horas de envelhecimento e então apresenta um pequeno aumento a partir de 8 horas, aumento esse que se mantêm quase constante para 12 horas. Esse comportamento é interessante, pois nos permite inferir que o envelhecimento torna-se mais influente para o início da região plástica somente após período maior de 4 horas.

Quanto ao coeficiente de encruamento, constata-se que conforme já observado por TAVARES, et al. (Figura 21) o coeficiente de encruamento apresenta tendência de diminuição de seu valor, entretanto para a região próxima ao limite de escoamento, essa diminuição só é notada até 4 horas de envelhecimento. Após esse período verifica-se uma tendência de estabilização do valor até 12 horas de envelhecimento (Figura 74).



Figura 74 – Variação do coeficiente de encruamento em função do tempo de envelhecimento.

Buscando ainda melhor os coeficientes de correlação (R²), obtidos para a primeira parte da curva, foi repetido o processo de análise, considerando o limite de escoamento para 0,5% de deformação (Figura 75).



Figura 75 - Tensão x Deformação verdadeiros para limite de escoamento de 0,5%.

A Figura 76 apresenta a análise para o material como recebido.



Figura 76 - Obtenção das equações de Hollomon para o material como recebido: (a) – Utilização de uma equação; (b) – Modelagem para uma equação; (c) – Utilização de duas equações; (d) – Modelagem com duas equações.

A Figura 77 apresenta a análise para o material como recebido e envelhecido por 4h.





Figura 77 - Obtenção das equações de Hollomon para o material como recebido e envelhecido por 4h: (a) – Utilização de uma equação; (b) – Modelagem para uma equação; (c) – Utilização de duas equações; (d) – Modelagem com duas equações.

A Figura 78 apresenta a análise para o material como recebido e envelhecido por 8h.



Figura 78 - Obtenção das equações de Hollomon para o material como recebido e envelhecido por 8h: (a) – Utilização de uma equação; (b) – Modelagem para uma equação; (c) – Utilização de duas equações; (d) – Modelagem com duas equações.



A Figura 79 apresenta a análise para o material como recebido e envelhecido por 12h.

Figura 79 - Obtenção das equações de Hollomon para o material como recebido e envelhecido por 12h: (a) – Utilização de uma equação; (b) – Modelagem para uma equação; (c) – Utilização de duas equações; (d) – Modelagem com duas equações.

A Tabela 19 apresenta os resultados para os coeficientes de encruamento e de resistência obtidos para o material como recebido e envelhecido, para o limite de escoamento de 0,5%, utilizando uma equação de Hollomon.

Tabela 19 - Coeficientes de encruamento e de resistência obtidos através da utilização de uma equação	de
Hollomon, para o limite de escoamento de 0,5%.	

, F,						
	tempo de envelhecimento [h]	п	k	R^2		
2 - Como Recebido	0	0,1451	1431,529	0,9828		
8 - Como Recebido 4h	4	0,1238	1561,349	0,9753		
18 - Como Recebido 8h	8	0,1162	1598,822	0,977		
21 - Como Recebido 12h	12	0,1152	1606,571	0,9762		

A Tabela 20 apresenta os resultados para os coeficientes de encruamento e de resistência obtidos para o material como recebido e envelhecido, para o limite de escoamento de 0,5%, utilizando duas equações de Hollomon.

	Honomon, para o minte de escoamento de 0,570.							
	tempo de envelhecimento [h]	<i>n</i> ₁	<i>k</i> 1	R_1^2	n ₂	<i>k</i> ₂	R_2^2	
2 - Como Recebido	0	0,0874	1177,064	0,9979	0,1654	1496,236	0,9962	
8 - Como Recebido 4h	4	0,0655	1272,331	0,9854	0,1465	1645,887	0,9962	
18 - Como Recebido 8h	8	0,065	1336,288	0,9892	0,1383	1685	0,9972	
21 - Como Recebido 12h	12	0,0625	1336,288	0,9941	0,1358	1687,33	0,9957	

Tabela 20 - Coeficientes de encruamento e de resistência obtidos através da utilização de duas equações deHollomon, para o limite de escoamento de 0,5%.

Observa-se que o coeficiente de encruamento apresenta comportamento semelhante ao obtido para o limite de escoamento de 0,2% (Figura 80).



Figura 80 - Comportamento do coeficiente de encruamento para o limite de escoamento de 0,5%.

Nota-se que, para o coeficiente de resistência, o comportamento de "k1" foi mais coerente com o esperado (Figura 81).



Figura 81 - Comportamento do coeficiente de resistência para o limite de escoamento de 0,5%.

5.5. Análise Metalográfica

O processo de soldagem exerce grande influência nas características finais do material. Com o intuito de melhor estudar o comportamento apresentado nas curvas de tração do material soldado, foi feita análise metalográfica dos corpos de prova dos grupos soldado 8h e soldado 12h.

Foram observados os corpos de prova 26 e 28, ambos na condição Soldado 12h, além dos CP's 29 e 30, ambos na condição Soldado 8h. Esses CP's foram escolhidos devido aos resultados apresentados nos ensaios de tração (Figura 52) e pela diferença dos parâmetros de soldagem (Tabela 7).

O reagente utilizado foi o Behara modificado, o qual ataca preferencialmente a ferrita, que aparece escura em relação à austenita.

Inicialmente foram caracterizadas as microestruturas, identificando-se o metal base (MB), e a zona afetada pelo calor (ZAC). Pode-se observar que de fato como descrito em 1.INTRODUÇÃO a microestrutura se apresenta, no material como recebido, na forma de ferrita e austenita com grãos finos e alongados em direção preferencial devido ao processo de laminação (Figura 82).



Figura 82 - Microestrutura típica encontrada no material MB, MB 4h, MB 8h e MB 12h.

Foi possível caracterizar a região de transição entre o MB e a ZAC (Figura 83), sendo bem notável a diferenciação da orientação dos grãos e da morfologia da fase austenita.



Figura 83 - Detalhe da transição entre MB e ZAC para os materiais soldado 8h e soldado 12h.

Por fim, pôde-se observar a região de fratura dos CP's (Figura 84). É possível observar que os CP's 29 e 26, soldados e envelhecidos por 8h e 12h respectivamente, apresentam mais austenita do que os CP's 30 e 28, soldado e envelhecidos por 8h e 12h respectivamente, na região próxima a fratura, o que é condizente com o resultado observado em tração. Na Figura 52 observa-se que os CP's 29 e 26 apresentam-se mais dúcteis do que os CP's 28 e 30.



(a) CP29 – 100x



(b) CP30 - 100x



(c) CP26 - 200x



(d) CP28 - 200x

Figura 84 - Detalhe das regiões de fratura dos CP's soldado 8h e soldado 12h.

A proporção de fases presentes nas regiões de fratura, foram quantificadas utilizando-se o software ImageJ. Os resultados obtidos confirmam que de fato o material apresenta mais austenita nos CP's que apresentaram comportamento mais dúctil (Tabela 21).

% de	Número do	Tempo de Soldagem	Comportamento em	Tempo de
Ferrita	СР	[s]	tração	Envelhecimento
40%	CP 29	39	Maior ductilidade	8h
68%	CP 30	27	Menor ductilidade	
44%	CP 26	26	Maior ductilidade	12h
77%	CP 28	37	Menor ductilidade	

Tabela 21 - Proporção de fase na ZAC.

A maior precipitação de austenita deve ser associada às heterogeneidades atribuídas ao processo de soldagem.

Foi possível caracterizar ainda que as fraturas ocorrem sempre nas regiões com menor proporção de austenita.

De forma geral foi possível ainda observar as diferentes morfologias da austenita precipitada após o processo de soldagem. Foi observada nos CP's soldados a presença de austenita Widmanstatten, Alotriomórfica e Intragranular (Figura 85).



Figura 85 - Detalhe da morfologia da austenita precipitada a partir da ferrita.

A austenita Alotriomórfica se apresenta precipitada de forma heterogênea nos contornos de grãos da ferrita. Após a precipitação desta, a austenita Widmanstatten cresce ao longo de planos específicos na matriz, como conjunto de plaquetas paralelas, ou agulhas alongadas. Por último tem-se a precipitação de austenita

Intragranular, sendo esta oriunda da supersaturação da fase ferrítica já a temperaturas mais baixas.

6. CONCLUSÕES

- Foi analisado o comportamento em tração do aço inoxidável Superduplex UNS S32750 "Como Recebido" e "Soldado" e pôde-se verificar, com o aumento do tempo de envelhecimento, o aumento das propriedades mecânicas tais como: Limite de resistência (σ_R) e Limite de escoamento (σ_E). Observou-se ainda a redução da ductilidade do material, através da redução do Alongamento específico (%).
- Pôde-se caracterizar, com o aumento do tempo de envelhecimento, o aumento da resistência mecânica, quantificado através do aumento da dureza do material. O aumento de dureza pôde ser associado ao aumento de dureza da fase ferrita, devido à precipitação de α'.
- Foi observado por Microscopia Eletrônica de Varredura que a fratura apesar de dúctil para os casos MB, MB 4h, MB 8h e MB 12h, apresenta redução dos tamanhos de dimples. Comportamento esse característico de fragilização.
- Pôde-se observar que para os períodos de 8 h e 12 h de exposição à temperatura de 475°C, nos corpos de provas soldados, a influência predominante no comportamento em tração do material foi a dos parâmetros e heterogeneidades dos processos de soldagem utilizados. Já para o período de 4 horas de exposição pôde-se observar que o fenômeno predominante foi a precipitação da fase alfa linha.
- Foi observado um aumento do coeficiente de resistência com o aumento do tempo de envelhecimento, comportamento coerente com o observado em tração.
- Foi observada redução do coeficiente de encruamento com o aumento do tempo de envelhecimento, comportamento coerente com o observado em tração.
- Pôde-se observar um bom ajuste para a modelagem das curvas de tração com uma equação de Hollomon. Entretanto, conclui-se que com duas equações o ajuste obtido possibilitou melhor representação da curva original.
- Observou-se que o comportamento de "k" e "n" para uma equação de Hollomon, se comporta de forma semelhante ao obtido para "k2" e "n2",

apesar de menor em módulo. Entretanto, foi observado para "k1" e "n1" comportamento diferente.

7. RECOMENDAÇÕES FUTURAS

- Estudar o comportamento da resistência à corrosão do material envelhecido.
- Estudar a metalurgia da soldagem dos CP's utilizados nesse trabalho de forma que possam ser correlacionados os parâmetros de soldagem à microestrutura formada para o aço UNS S32750.
- Avaliar as fases e intermetálicos precipitadas durante o processo de soldagem.
- Estudar o comportamento das taxas de deformação da austenita e ferrita durante o ensaio de tração. Obter os coeficientes de encruamento e de resistência.
- Realizar estudo quanto à aplicabilidade do envelhecimento a 475°C por 4 horas como tratamento térmico para melhorar as propriedades mecânicas do material, sem que haja perda significativa de resistência à corrosão ou de ductilidade.

8. REFERÊNCIAS

ASM Handbook: **Alloy Phase Diagrams.** ASM International, USA, vol. 3, ISBN 0-877170-381-5, 1992.

CALLISTER, W.D. **Ciência e Egenharia de Materiais: Uma Introdução**, 5ª Edição. LTC, São Paulo, 2002.

COLPAERT,H. **METALOGRAFIA DOS PRODUTOS SIDERÚRGICOS COMUNS**. 4^a Edição, Editora Edgard Blucher LTDA. 2008

DIETER, E.G. METALURGIA MECÂNICA, 2ª Edição. Guanabara Koogan, 1981.

FONTES, T.F. **EFEITO DA FASE ALFA LINHA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DE RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UR 52N+.** 2009. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear – Materiais) – Instituto de pesquisas energéticas e nucleares, São Paulo.

GARCIA, E. R. V. EFEITO DA CORRENTE DE SOLDAGEM DO PROCESSO TIG PULSADO AUTÓGENO NA MICROESTRUTURA DA ZONA FUNDIDA DOS AÇOS INOXIDÁVIES DUPLEX UNS S32304 E UNS S32101. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Universidade de São Paulo, São Paulo.

GARCIA,A., SPIM, J.A., SANTOS, C.A. **ENSAIOS DOS MATERIAIS**, 1^a Edição. LTC, São Paulo, 2000.

GLICKSTEIN, S. S. et al. Heat flow in welding. In: American Welding Society. The Welding Handbook. V. 1, 8^aEd., USA, 1987. Cap. 3, p. 65-87.

GROBNER, P.J. The 885°F (475)°C Embrittlement of Ferritic Stainless Steels. Metallurgical Transactions. Vol. 4. 251-260, 1973.
GUNN, R.N. Duplex Stainless steels. Microestructure, properties and applications. Cambridge – England: Abington Publishing, 2003.

KOU, S. "Welding Metallurgy", p145-167, John Wiley & Sons; 2002.

LIMA, D.B.P.L. EFEITOS DA ENERGIA DE SOLDAGEM NA MICROESTRUTURA DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S32750. 2011. Tese (Doutor em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba.

LIMA, L. I. L. Metodologia para avaliação da corrosão da zona termicamente afetada de aço inoxidável ferrítico AISI 439 soldado. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, p.93. 2007.

LIPPOLD, JOHN C. Welding metallurgy and weldability of stainless steels / John C. Lippold, Damian J. Kotecki. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey. 2005

LOUREIRO, J.P. CARACTERIZAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNSS31803 PELA TÉCNICA NÃO DESTRUTIVA DE CORRENTES PARASITAS PULSADA. 2011. Projeto de Graduação (Engenharia Metalúrgica) – Escola Politécnica da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.

MAGNABOSCO, R.; BRUNO, D. Efeito do envelhecimento a 475°C na microestrutura e corrosão por pite do aço inoxidável dúplex UNS S31803 (SAF 2205). In: CONGRESSO INTERNACIONAL ANUAL DA ABM, 62., 2007.

MANGONON, Pat L. The Principles of Materials Selection for Engeneering Design 1.ed. Melbourn, Florida: Florida Institute of Technology, 1999 p. 502-512.

MÉLO, E. B. CORROSÃO POR PITE EM SOLUÇÃO 0,6M DE CLORETO DE SÓDIO DO AÇO UNS S31803 EM FUNÇÃO DO TEMPO DE ENVELHECIMENTO ENTRE 300°C E 650°C. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Centro Universitário – Fundação Educacional Inaciana Padre Saboia de Medeiros. São Bernardo do Campo. MOREIRA, F.G.M. Influência da precipitação de fase σ nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão de um aço inoxidável duplex UNS S32250 laminado. 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto.

NILSSON, J.-O. and CHAI, G. **The physical metallurgy of duplex stainless steels.** Sandvik materials Technology, R&D Centre, S-81181 Sandviken, Sweden.

NOVIKOV, I. **Teoria dos tratamentos térmicos dos metais**. Rio de Janeiro – Brasil: UFRJ Editora, 1994. 550 p.

PARDAL, J.M. EFEITOS DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS, MAGNÉTICAS E NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DE AÇOS INOXIDÁVEIS SUPERDUPLEX. 2009. Tese (Doutorado em engenharia mecânica) – Universidade Federal Fluminense, Niterói.

PINTO, P. S. G. AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO IMPACTO DE JUNTAS DE AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX SOLDADAS POR GMAW PULSADO COM DIFERENTES MISTURAS GASOSAS. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre.

RAMIREZ LONDOÑO, A.J. Estudo da precipitação de nitreto de cromo e fase
sigma por simulação térmica da zona afetada pelo calor na soldagem
multipasse de aços inoxidáveis duplex. São Paulo, 1997. Dissertação (Mestrado)
– Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.

RIBEIRO, F. A.; SANTOS, H. Modificações da composição química do aço inoxidável duplex vazado 25Cr-6Ni-3Mo-3Cu para melhoria da resistência à corrosão por picadas. Ciência & Tecnologia dos Materiais, v.21, n. n°1/2, p. 68-83, 2009.

ROMANA, R. CINÉTICA DE FORMAÇÃO DE FASE SIGMA ENTRE 700°C E 900°C NO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S 32750 (SAF 2507). 2009. Dissertação (Engenharia Mecânica) – Centro Universitário - , São Bernardo do Campo.

SAHU, J.K., KRUPP, U., GHOSH, R.N., CHRIST, H.-J. Effect of 475°C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel. Materials Science and Engineering A 508 (2009) 1-14.

SERNA GIRALDO, C.P. Precipitação de fases intermetálicas na zona afetada pelo calor de temperatura baixa (ZACTB) na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex. Dissertação de mestrado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2001.

SHARIQ, A., Hattestrand, M., Nilsson, J.O., Gregori, A. **DIRECT OBSERVATION NA QUANTIFICATION OF NANOSCALE SPINODAL DECOMPOSITION IN SUPER DUPLEX STAINLESS STEEL WELD METALS.** Journal of nanoscience and nanotechnology, vol. 9, 3657-3664, 2009.

SILVA V. G. AVALIAÇÃO DA SUCEPTIBILIDADE À CORROSÃO SOB TENSÃO DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S32750 SOLDADO PELO PROCESSO TIG ORBITAL EM MEIOS CONTENDO CI⁻, CO₂ E H₂S. 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal Fluminense, Niterói.

SMITH, W. F. Principles of Materials Science and Engeneering 3.ed. New York, USA, 1996 p. 547-551.

SOUZA, J.A. AVALIAÇÃO DA FRAGILIZAÇÃO A 400 E 475°C DO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO AISI 444 UTILIZADO EM TORRES DE DESTILAÇÃO DE PETRÓLEO. 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Centro de Tecnologia - Universidade Federal do Ceará. Fortaleza, Ceará.

TAVARES, S.S.M. et al. **475°C Embrittlement in a duplex stainless steel UNS S31803.** Materials Research, [S.1.], v. 4, n. 4, p. 237-240, 2001.

TAVARES, S.S.M. PARDAL, J.M. de ABREU, H.F.G. NUNES, C.S. da SILVA, M.R. **Tensile properties of duplex UNS S32205 and Lean duplex UNS S32304 steels and the influence of short duration 475°C aging.** Materials Research.2012; 15(6): 859-864.

TIGRINHO, L.M.V. ANÁLISE DA FRATUA DE CHAPAS DO AÇO AVANÇADO DE ALTA RESISTÊNCIA DP600 QUANDO SUBMETIDO A DIFERENTES ESTADOS DE TENSÕES. 2011. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) –Universidade Federal do Paraná, Curitiba.

VALERIANO, L.C. Influência da Precipitação de Fases Secundárias na Resistência à Corrosão do Aço Inoxidável Super Duplex UNS S32520. 2012.
Dissertação (Mestrado em Materiais para Engenharia) – Universidade Federal de Itajubá, Itajubá.

WENG, K.L.; CHEN, H.R.; YANG, J.R. **The low-temperature aging embrittlement in a 2205 duplex stainless steel**. Materials Science and Engineering A, [S.I.], v. 379, p. 119-132, 2004.