UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO

CENTRO TECNOLÓGICO

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

GABRIELA AKSASCKI CAETANO

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S32304 SUBMETIDO À SOLDAGEM TIG E DIFERENTES TEMPERATURAS DE TRATAMENTO TÉRMICO

VITÓRIA

2019

GABRIELA AKSASCKI CAETANO

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S32304 SUBMETIDO À SOLDAGEM TIG E DIFERENTES TEMPERATURAS DE TRATAMENTO TÉRMICO

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

Orientador: Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando.

Coorientador: Dr. Temístocles de Souza Luz.

VITÓRIA

2019

GABRIELA AKSASCKI CAETANO

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S32304 SUBMETIDO À SOLDAGEM TIG E DIFERENTES TEMPERATURAS DE TRATAMENTO TÉRMICO

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

Aprovada em 11 de março de 2019.

COMISSÃO EXAMINADORA

Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando
Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador

Prof. Dr. Temístocles de Sousa Luz
Universidade Federal do Espírito Santo
Coorientador

Prof. Dr. Antonio Eduardo Martinelli
Universidade Federal do Rio Grande do Norte
Examinador externo

Prof. Dr. Haimon Diniz Lopes Alves
Universidade Estadual do Rio de Janeiro
Examinador externo

Dr. Arthur Sant'Ana Cavichini
Universidade Federal do Espírito Santo
Examinador externo

Dr. Henrique Silva Furtado
R&D Arcelor Mittal
Examinador externo

A minha Vó Lourdes, que mesmo sem entender, rezou incessantemente pela minha dedicação a esta pesquisa, e que hoje, lá de cima, possa estar comemorando comigo esta vitória.

AGRADECIMENTOS

A CAPES - Pró-Estratégia 2224/2012 pelo apoio financeiro a minha pesquisa.

Ao CNPQ pelo apoio financeiro.

Ao meu orientador Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando por me apoiar, auxiliar, compartilhar seu conhecimento e me impulsionar em todas as etapas desta pesquisa.

Ao meu coorientador Dr. Temístocles de Sousa Luz pelo suporte e orientação na realização das soldagens e pelas inúmeras discussões durante a realização desta pesquisa.

Aos professores Dr. Antonio Eduardo Martinelli, Dr. Haimon Diniz Lopes Alves, Dr. Arthur Sant'Ana Cavichini e Dr. Henrique Silva Furtado, por aceitarem o convite para avaliar este trabalho.

Ao Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais – CNPEM, pela utilização do Laboratório Nacional de Nanotecnologia - LNNano (proposta: STC 22766) e do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron – LNLS (proposta: XTMS 20170659) para utilização da Gleeble® e difração de raios X com Luz Síncrotron.

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

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

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

Ao monitor do Laboratório de Solda da UFES e futuro engenheiro Lucas Mirandola Coelho, pelo apoio na realização da soldagem e discussões durante o desenvolvimento desta pesquisa.

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

Aos meus familiares e amigos pela torcida, apoio, oração e por compreenderem a minha ausência.

A minha mãe e irmã, por sempre me apoiarem e motivarem, por acreditarem em mim, por todas as incansáveis orações, e por sempre estarem ao meu lado.

A Deus por todos os dias renovar minha fé e nunca me deixar desanimar.

RESUMO

O aço inoxidável duplex UNS S32304 apresenta uma combinação de excelentes propriedades mecânicas e elevada resistência à corrosão devido a sua estrutura bifásica ferrítica-austenítica. Como consequência, ele tem sido investigado como candidato a revestimento externo para construção de um receptáculo para transporte de material radioativo para atender futuras necessidades previstas com a construção do Reator Nuclear Multipropósito Brasileiro (RMB). A construção da camada externa desse receptáculo prevê o uso de chapas soldadas do aço UNS S32304. A fim de avaliar o efeito de tratamentos térmicos pós-soldagem nas propriedades mecânicas e garantir a confiabilidade da solda neste material, chapas de UNS S32304 com espessura de 1,8 mm foram soldadas por processamento TIG autógeno, com corrente pulsada com polaridade direta, gás de proteção com uma mistura de argônio e 2% de nitrogênio e um sistema de acionamento automático com controle digital dos parâmetros. As chapas foram tratadas termicamente por 8 h nas temperaturas de 600, 650, 700 e 750 °C em forno tipo mufla programável, com precisão de ± 5 °C seguidos de resfriamento ao ar. Os corpos de prova foram submetidos a ensaios de tração com taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1} usando máquinas de testes Gleeble® modelo 3500 e 3800 pertencentes ao Laboratório Nacional de Nanotecnologia e Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, localizados no Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais. Medidas de dureza foram feitas através do ensaio de microdureza Vickers com carga de 1006 gf para o perfil e cargas de 1 e 2 gf para a análise por fase. A caracterização microestrutural foi feita através de estereoscopia, microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura. A quantificação de fases foi realizada por processamento e análise de imagens através dos softwares FIJI - ImageJ e SVRNA. Verificou-se que o aumento da temperatura de tratamento térmico promoveu o aumento no teor da fase austenítica e consequentemente o aumento da ductilidade, aumento do coeficiente de encruamento, redução da dureza e redução da resistência mecânica.

Palavras-chave: Aço inoxidável duplex UNS S32304. Soldagem TIG. Tratamento térmico. Ensaio de tração. Gleeble.

ABSTRACT

The duplex stainless steel UNS S32304 has been investigated as a candidate for external construction of a receptacle for transporting radioactive material associated with the future Brazilian Multipurpose Nuclear Reactor (RMB), as it presents the combination of excellent mechanical properties and high resistance to corrosion, as a consequence of its ferritic-austenitic biphasic structure. The outer shell construction of this receptacle provides for the use of welded UNS S32304 steel sheets. In order to evaluate the effect of post-weld heat treatments on the mechanical properties and to guarantee the reliability of the weld in this material, plates of UNS S32304 with a thickness of 1.8 mm were welded by autogenous GTAW process with pulsed current with direct polarity, shielding gas with a mixture of argon and 2% of nitrogen and an automatic drive system with digital control of the parameters. The specimens were heat treated for 8 h at 600, 650, 700 and 750 ° C in a programmable muffle furnace, with accuracy of ± 5 ° C followed by air cooling. The samples were submitted to stress tests in the thermal-mechanical simulator using Gleeble® model 3500 and 3800 in the Brazilian Nanotechnology National Laboratory and Brazilian Synchrotron Light Laboratory, located at the Brazilian Center for Research in Energy and Materials. Hardness measurements were made the Vickers microhardness test with load of 1006 gf for the profile and loads of 1 and 2 gf for phase individual analysis. The microstructural characterization was done stereoscopy, optical microscopy and scanning electron microscopy. Phase quantification was performed by image processing and analysis using the FIJI - ImageJ and SVRNA software. It was verified that the increase of the heat treatment temperature promoted the increase in the content of the austenitic phase and consequently the increase of the ductility, increase of the hardening coefficient, reduction of the hardness and reduction of the mechanical strength.

Keywords: Duplex stainless steel UNS S32304. GTAW welding. Heat treatment. Tensile test. Gleeble.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - (a) Container para transporte de material radioativo já comercializado, utilizado pela MDS Nordion no Canadá. (b) Esquema do container a ser fabricado. 20

Figura 2 - Diagrama de Schaeffler. 22

Figura 3 - Microestruturas 3D, típica de um aço inoxidável duplex, na condição como recebido, obtida por microscopia óptica. A ferrita é a região atacada, mais escura, a austenita a região clara e a seta indica a direção de laminação. 23

Figura 4 - Diagrama de fase ternário Fe-Cr-Ni a 68% de ferro para avaliação do comportamento metalúrgico dos aços inoxidáveis duplex.....25

Figura 5 - Diagrama TTT esquemático de precipitações de fases que podem ocorrer em aços inoxidáveis duplex.....27

Figura 6 - Diagrama de fase de equilíbrio para a liga UNS S32304, onde a linha tracejada indica a composição da liga.....30

Figura 7 - Curvas típicas de tensão-deformação para diferentes aços: (a) até 0,75% de deformação e (b) até a fratura.....31

Figura 8 - Interpretação gráfica do Critério de Consideré para início da estricção (limite de resistência à tração).....34

Figura 9 - Curvas tensão-deformação verdadeira para $\sigma = K\varepsilon^n$ com vários valores de n, e K ajustado de modo que todas as curvas passem por $\sigma = 1$ em $\varepsilon = 0,3$. 35

Figura 10 - Comparação entre o limite de escoamento dos aços inoxidáveis duplex e austenítico tipo 316L. A seta indica o aço estudado neste trabalho.....36

Figura 11 - (a) Esquema do processo de soldagem TIG com metal de adição. (b) Equipamento básico para soldagem TIG. 38

Figura 12 - Efeito do nitrogênio no gás de proteção da solda TIG nos AIDs S31803/S32205. Região A: possibilidade de faíscas e porosidade. Região B: metal de solda equilibrado. Região C: perda de nitrogênio e resistência ao pite reduzida. 40

Figura 13 - Diagrama esquemático de mudanças microestruturais na junta soldada de um AID. 41

Figura 14 - Sistema de classificação morfológica de Dubé [38] aplicado a transformações de fases: (a) alotriomorfos, (b) placas laterais de Widmanstätten primárias e secundárias, (c) Widmanstätten em “dentes de serra”, (d) idiomorfos, (e) Widmanstätten intragranular. 42

Figura 15 - Resumo da metodologia utilizada neste trabalho em forma de fluxograma.....44

Figura 16 - Dimensões do corpo de prova utilizado no simulador termomecânico Gleeble®. 45

Figura 17 - Aparato experimental de soldagem TIG autógeno para as chapas do aço inoxidável duplex UNS S32304. 46

Figura 18 - Chapas do AID UNS S32304 soldadas pelo processo TIG autógeno: (a) cordão de solda (b) raiz da solda. 47

Figura 19 - Corpos de prova prontos. (a) Material como recebido (b) Material soldado.....47

Figura 20 - Simulador termomecânico Gleeble® 3800 localizado no LNNano.....49

Figura 21 - Simulador termomecânico Gleeble® 3500 acoplado a difração de raios X com Luz Síncrotron localizado no LNLS.....50

Figura 22 - Estereoscopia das amostras soldadas destacando a extensão da zona fundida. Ataque Behara modificado. 55

Figura 23 - Microscopia do metal base das condições estudadas do AID UNS S32304: região escura ferrita e região clara austenita. Ataque Behara modificado. Microscopia óptica, 1000x. 56

Figura 24 - Microscopia da zona fundida das condições estudadas do AID UNS S32304: região escura ferrita e região clara austenita. Ataque Behara modificado. Microscopia óptica, 100x. 57

Figura 25 – Zona fundida da amostra do AID UNS S32304 somente soldada: (a) Microscopia óptica, 200x e (b) microscopia eletrônica de varredura, 1300x. Ataque Behara modificado. 58

Figura 26 – Zona fundida da amostra do AID UNS S32304 soldada com subsequente tratamento térmico a 600 °C (Solda + 600): (a) MO, 200x e (b) MEV, 1100x. Ataque Behara modificado. 59

Figura 27 – Zona fundida da amostra do AID UNS S32304 soldada com subsequente tratamento térmico a 650 °C (Solda + 650): (a) MO, 200x e (b) MEV, 1000x. Ataque Behara modificado. 59

Figura 28 – Zona fundida da amostra do AID UNS S32304 soldada com subsequente tratamento térmico a 700 °C (Solda + 700): (a) MO, 200x, (b) MEV, 1000x e (c) e (d) MO, 1000x com destaque para formação da austenita secundária. Ataque Behara modificado. 60

Figura 29 – Zona fundida da amostra do AID UNS S32304 soldada com subsequente tratamento térmico a 750 °C (Solda + 750): (a) MO, 200x, (b) MEV, 1000x, (c) MO, 1000x e (d) MO, 500x com destaque para formação da austenita secundária. Ataque Behara modificado. 61

Figura 30 - Representação esquemática do mecanismo de precipitação cooperativa de nitretos e austenita secundária na interface ferrita/austenita. 62

Figura 31 - Perfil de microdureza Vickers para as diferentes condições estudadas do AID UNS S32304. Carga de 1006 gf. 63

Figura 32 - Microdureza Vickers por fase para as diferentes condições estudadas do AID UNS S32304 no metal base (1 gf) e na zona fundida (2 gf). 64

Figura 33 - (a) Imagem original obtida por MO da amostra soldada. (b) Binarização realizada no FIJI (c) e no SVRNA. 66

Figura 34 – (a) Imagem original obtida por MO da amostra soldada com subsequente tratamento térmico a 750 °C. (b) Binarização realizada no FIJI (c) e no SVRNA. 66

Figura 35 - Quantificação percentual das fases em cada condição estudada do AID UNS S32304, através do FIJI (ImageJ).....68

Figura 36 - Difratograma da amostra soldada sem tratamento térmico. Direção perpendicular à laminação. Radiação Síncrotron λ = 0,203497 nm. 69

Figura 37 - Difratograma na direção de laminação e perpendicular a DL da amostra soldada sem tratamento térmico indicando a mudança na intensidade do pico associado ao plano (200) da ferrita. 70

Figura 38 - Curvas tensão-deformação de engenharia das amostras do AID UNS S32304 nas condições como recebida, tratadas termicamente por 8h a 475, 600 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar, obtidas no simulador Gleeble® 3800. 72

Figura 39 - Curvas tensão verdadeira - deformação verdadeira das amostras do AID UNS S32304 nas condições como recebida, tratadas termicamente por 8h a 475, 600 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar. 73

Figura 40 - Gráficos de σ x Ɛ e (dσ/dƐ) x Ɛ segundo o critério de Consideré, com destaque para os valores do limite de resistência à tração e deformação uniforme, entre parênteses, das amostras do AID UNS S32304 nas condições como recebida, tratadas termicamente por 8h a 475, 600 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar. .74

Figura 41 - Correlação das propriedades mecânicas obtidas após ensaio de tração em função dos tratamentos térmicos para as amostras do AID UNS S32304 nas condições como recebida, tratadas termicamente por 8h a 475, 600 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar.....75

Figura 42 - Curvas tensão-deformação de engenharia das amostras do AID UNS S32304 nas condições soldada e soldada com subsequentes tratamentos térmicos por 8h a 600, 650, 700 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar, obtidas no simulador Gleeble® 3500. 76

Figura 43 - Curvas tensão verdadeira - deformação verdadeira das amostras do AID UNS S32304 nas condições soldada e soldada com subsequentes tratamentos térmicos por 8h a 600, 650, 700 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar.....77

Figura 44 - Gráficos de σ x Ɛ e (dσ/dƐ) x Ɛ segundo critério de Consideré, com destaque para os valores do limite de resistência à tração e deformação uniforme, entre parênteses, das amostras do AID UNS S32304 nas condições soldada e soldada com subsequentes tratamentos térmicos por 8h a 600, 650, 700 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar. 78

Figura 45 - Curvas logarítmicas (tensão verdadeira versus deformação verdadeira) das amostras do AID UNS S32304 nas condições soldada e soldada com subsequentes tratamentos térmicos por 8h a 600, 650, 700 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar. 79

Figura 46 - Correlação das propriedades mecânicas obtidas após ensaio de tração em função dos tratamentos térmicos para as amostras do AID UNS S32304 nas condições soldada e soldada com subsequentes tratamentos térmicos por 8h a 600, 650, 700 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar. 81

Figura 47 - Estereoscopia das amostras soldadas após o ensaio de tração, destacando a região de rompimento na zona fundida (parte mais escura dos corpos de prova). Ataque Behara modificado. 85

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Parâmetros de soldagem. 46

Tabela 2 - Identificação dos corpos de prova segundo as condições experimentais. 48

Tabela 3 - Identificação e condição de ensaios realizados. 50

Tabela 4 - Composição química do AID UNS S32304 obtida por fluorescência de raios X. Quantidade de ferro balanceada. 54

Tabela 5 - Extensão da zona fundida medida por estereoscópio. 55

Tabela 6 - Percentual médio da composição química por fase em cada condição estudada, obtido por EDS. 62

Tabela 7 - Quantificação percentual das fases ferrítica e austenítica do AID UNS S32304 no metal base e zona fundida das condições estudadas obtidas no FIJI (ImageJ) e SVRNA. 65

Tabela 8 - Picos que apresentaram variação de intensidade com a mudança de posicionamento nas medidas de DRX com luz síncrotron na amostra soldada. 70

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AID – Aço inoxidável duplex

ASTM - *American Society for Testing and Materials*

CFC – Cúbica de fase centrada

CNEM - Comissão Nacional de Energia Nuclear

CP – Corpo de prova

CR – Como recebida

DEM - Departamento de Engenharia Mecânica da UFES

DL – Direção de laminação

DRX – Difração de raios X

FRX - Fluorescência de raios X

IFES - Instituto Federal do Espírito Santo

IPEN - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

LCSM - Laboratório de Caracterização de Superfícies de Materiais da UFES

LNLS - Laboratório Nacional de Luz Síncrotron

LNNano - Laboratório Nacional de Nanotecnologia

MB – Metal base

MEV - Microscópio eletrônico de varredura

MO - Microscópio óptico digital

PREN - *Pitting Resistance Equivalent Number* (Índice de resistência à corrosão por pites)

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

RMB – Reator Multipropósito Brasileiro

RNA – Redes neurais artificiais

SAE - *Society Automotive Engineers*

SVRNA – Segmentação Via Rede Neural Artificial

TIG - *Tungsten Inert Gas* (Soldagem com eletrodo de Tungstênio e gás inerte)

TRICORRMAT - Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais da UFES

UFC – Universidade Federal do Ceará

UFES - Universidade Federal do Espírito Santo

UNS - *Unified Numbering System*

ZAC – Zona afetada pelo calor

ZF – Zona fundida

LISTA DE SÍMBOLOS

α – Ferrita

γ – Austenita

δ – Ferrita delta

α’ – Fase alfa linha

σ – Fase sigma

Cr_2N – Nitreto de cromo

γ_2 – Austenita secundária

χ – Fase chi

$M_{23}C_6$ e M_7C_3 – Carbonetos

σ – Tensão verdadeira

F – Carga aplicada

A_0 - Área instantânea

e - Deformação de engenharia

Ɛ - Deformação verdadeira

A – Área da seção transversal

L – Comprimento da amostra

K - Coeficiente de resistência

n - Coeficiente ou expoente de encruamento

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 19

2 OBJETIVO 21

2.1 OBJETIVO GERAL 21

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS 21

3 REVISÃO DA LITERATURA 22

3.1 AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX (AID) 22

3.1.1 Precipitação nos aços inoxidáveis duplex 27

3.1.2 Comportamento mecânico dos aços inoxidáveis duplex 31

3.2 SOLDAGEM TIG 37

3.2.1 Microestrutura dos aços inoxidáveis duplex durante a soldagem 40

4 MATERIAL E MÉTODOS 43

4.1 MATERIAL 43

4.2 MÉTODOS 43

4.2.1 Corte das amostras 44

4.2.2 Soldagem TIG 45

4.2.3 Usinagem 47

4.2.4 Tratamento térmico 48

4.2.5 Ensaio mecânico 49

4.2.6 Caracterização microestrutural 51

4.2.7 Processamento e análise de imagens 52

5 RESULTADO E DISCUSSÃO.....54

5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS 54

5.1.1 Fluorescência de raios X.....54

5.1.2 Estereoscopia.....54

5.1.3 Microscopia 55

5.1.4 Microdureza Vickers 63

5.1.5 Processamento e análise de imagens.....65

5.1.6 Identificação das fases por difração de raios X 69

5.2 ENSAIO MECÂNICO.....71

5.2.1 Amostras tratadas termicamente.....71

5.2.2 Amostras soldadas com subsequente tratamento térmico.....76

6 CONCLUSÃO 86

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 88

REFERÊNCIAS.....89

1 INTRODUÇÃO

Os radiofármacos são isótopos radioativos utilizados em medicina nuclear para diagnóstico mais preciso e tratamento de doenças ou disfunções (radioterapia). Atualmente, um dos mais importantes radionuclídeos para a preparação de radiofármacos para fins de diagnóstico é o tecnécio-99 metaestável (Tc-99m), um produto do decaimento radioativo do molibdênio-99 (^{99}Mo). No Brasil, esse radionuclídeo é importado, uma vez que não há reator capaz de produzi-lo [1].

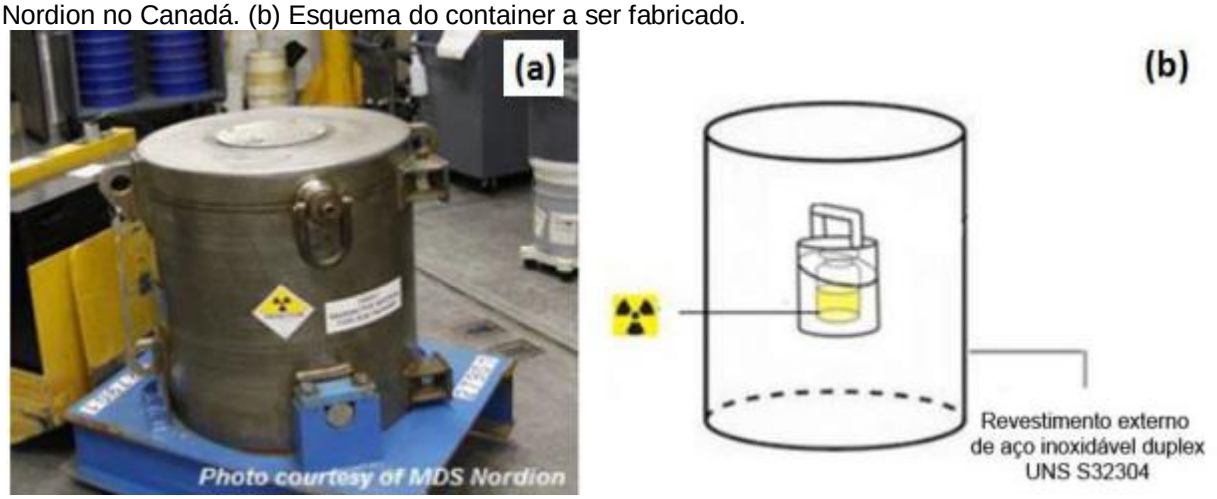
Em 2009, a empresa canadense MDS Nordion, responsável por abastecer todo o mercado brasileiro e 40% da produção global de radioisótopos e de radiofármacos, entres eles o ^{99}Mo, interrompeu suas atividades, o que gerou uma crise no mercado de radiofármacos. Neste contexto, o Brasil está investindo na construção do Reator Multipropósito Brasileiro (RMB), que produzirá isótopos radioativos para medicina e pesquisa em áreas como energia, agricultura e ciências dos materiais, objetivando o fornecimento a preço de custo e com redução do risco de abastecimento [2,3].

O transporte dessas substâncias, que são fontes de alta radioatividade, em recipientes de contenção é altamente estratégico. A fabricação dos geradores de ^{99}Mo - 99mTc para hospitais, necessita do transporte do insumo ^{99}Mo em recipientes com características muito especiais.

No Brasil, as normas de segurança para transportar substâncias radioativas são regulamentadas pela Comissão Nacional de Energia Nuclear (CNEN). A norma CNEN NE 5.01 [4] estabelece os requisitos de segurança e proteção radiológica a serem atendidos durante o transporte de materiais que sejam fontes de radioatividade, de forma a assegurar o adequado nível de controle da eventual exposição de pessoas, bens e meio ambiente aos efeitos nocivos das radiações ionizantes, especificando os tipos de materiais radioativos, seleção de embalagens para o transporte, requisitos de projeto e testes [4].

Nosso grupo de pesquisa, em parceria com Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), vem estudando um material para fabricação do revestimento externo desses recipientes (Figura 1), para atender as futuras necessidades previstas com a construção e operação do RMB.

Figura 1 - (a) Container para transporte de material radioativo já comercializado, utilizado pela MDS Nordion no Canadá. (b) Esquema do container a ser fabricado.



Fonte: Adaptado de [5].

Um estudo preliminar sobre a seleção de materiais para fabricação do receptáculo foi realizado por Hara *et al* [1], onde, para o revestimento externo, definiu-se que o material selecionado estava na família dos aços e ligas de níquel (Ni). No entanto, os aços inoxidáveis apresentam um preço significativamente reduzido, quando comparados às ligas de Ni, mostrando vantagem em sua escolha [1].

Entre os aços inoxidáveis se destacam os duplex, uma vez que eles possuem a combinação de excelentes propriedades mecânicas e alta resistência à corrosão, devido sua estrutura bifásica ferrítica - austenítica em proporções aproximadamente iguais. Aliado a essas propriedades temos um menor custo devido ao menor teor de elementos ligantes caros, como níquel e molibdênio, quando comparado aos aços inoxidáveis austeníticos 304 e 316, por exemplo. Os argumentos descritos tornam este material bastante atrativo do ponto de vista econômico e tecnológico [6,7,8,9].

2 OBJETIVO

2.1 OBJETIVO GERAL

Para a futura fabricação do receptáculo para transporte de substâncias radiofarmacêuticas que são fontes de radioatividade, infere-se o uso de processos de solda. Para aprovação da resistência mecânica e ductilidade em uma junta soldada é comum a realização de testes mecânicos para avaliar seu desempenho [10], objetivando atender as normas de segurança. No caso deste trabalho, com foco na utilização do aço inoxidável duplex UNS S32304 o processo de soldagem investigado foi TIG (*Tungsten Inert Gas*) autógeno. Os corpos de prova foram submetidos a diferentes condições de tratamentos térmicos, e foram ensaiados em um simulador mecânico, a fim de avaliar o efeito do tratamento térmico nas propriedades mecânicas e garantir a confiabilidade da soldagem nesse material para utilização na fabricação do receptáculo para transportar materiais radiofármacos.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar o efeito dos tratamentos térmicos nas temperaturas de 475, 600 e 750 °C sobre as propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex UNS S32304;
- Avaliar o efeito da soldagem TIG com gás de proteção contendo uma mistura de argônio e 2% de nitrogênio com subsequentes tratamentos térmicos nas temperaturas de 600, 650, 700 e 750 °C nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex UNS S32304;
- Analisar a microestrutura resultante do processo de soldagem e tratamentos térmicos através de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura;
- Avaliar o efeito do processo de soldagem e tratamentos térmicos sobre a microdureza das amostras através de medidas de microdureza Vickers;
- Avaliar a influência dos tratamentos térmicos pós-soldagem no desbalanceamento de fases através de diferentes softwares de processamento e análise de imagens;
- Avaliar a influência do desbalanceamento de fases na resistência mecânica e ductilidade após soldagem e tratamento térmico através de ensaio de tração.

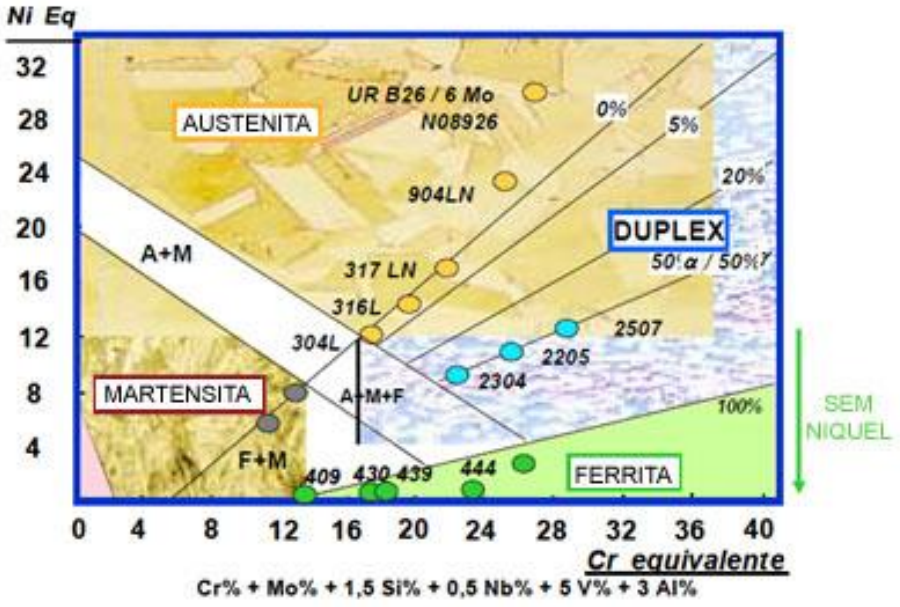
3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX (AID)

Os aços inoxidáveis são designados como aços a base de ferro com teor de cromo de no mínimo 12%, o que garante a esse grupo de materiais uma elevada resistência à corrosão. Além disso, boas propriedades mecânicas a temperaturas elevadas e tenacidade, sendo esses aços de grande interesse para engenharia [11].

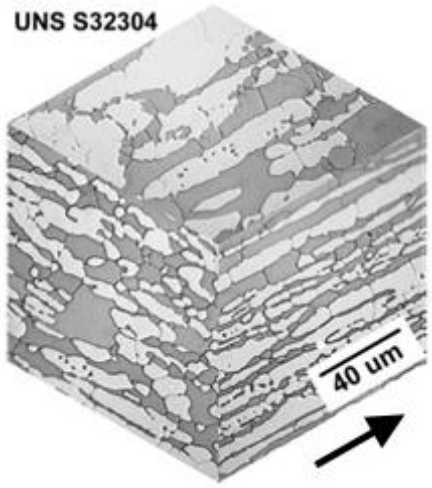
Para fins de classificação e discussão, os aços inoxidáveis são agrupados em cinco categorias: martensíticos, ferríticos, austeníticos, duplex e enduceridos por precipitação [11]. O diagrama de Schaeffler (Figura 2), usado frequentemente para ligas soldadas, é útil para ilustrar as áreas de estabilidade das diferentes microestruturas dos aços inoxidáveis. Entre as áreas austenítica e ferrítica, obtemos uma estrutura mista de ferrita e austenita: a área duplex. A maioria dos aços inoxidáveis duplex industriais apresenta uma microestrutura bifásica composta por ilhas de austenita em uma matriz ferrítica (Figura 3) em proporções aproximadamente iguais, sendo que comercialmente é aceito que o teor de ferrita varie de 30 a 70% [6,11,12,13].

Figura 2 - Diagrama de Schaeffler.



Fonte: Adaptado de [6].

Figura 3 - Microestruturas 3D, típica de um aço inoxidável duplex, na condição como recebido, obtida por microscopia óptica. A ferrita é a região atacada, mais escura, a austenita a região clara e a seta indica a direção de laminação.



Fonte: Adaptado de [14].

A combinação de elevada resistência mecânica, boa tenacidade, boa resistência à corrosão em diversos meios e excelente resistência à corrosão sob tensão à fadiga é obtida a partir da quantidade equilibrada de ferrita e austenita na microestrutura. Essa combinação torna este material bastante atrativo particularmente em mercados críticos como petróleo e gás, indústria química, indústria de papel e celulose, sistemas de água, plantas de dessalinização, equipamentos de controle de poluição, entre outros [5,6,7,8,9,15,16].

A classe dos aços inoxidáveis duplex pode ainda ser dividida em cinco grupos, que variam dependendo do teor da liga: Duplex padrão, como o 2205, responsável por mais de 80% do uso de duplex. Lean duplex, com baixas adições de Mo e Ni, que tem a estabilidade alcançada pela adição de manganês. Além disso, também tem um maior teor de nitrogênio, elemento de baixo custo conhecido por melhorar a estabilidade da liga duplex em alta temperatura e a resistência a corrosão. Duplex 25 Cr, com índice de resistência à corrosão por pites (PREN) inferior a 40. Super duplex, com maior quantidade de Mo e N comparado ao 25 Cr. E hiperduplex, com PREN acima de 45 e adições de Cr mais elevadas com adições de nitrogênio complementares [6,8,12].

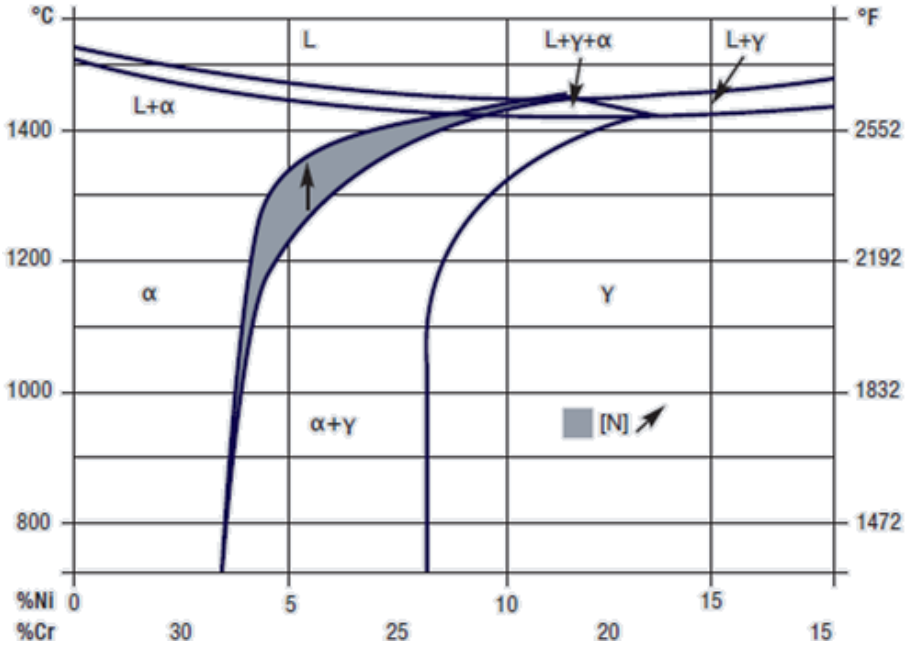
Os aços inoxidáveis podem ser referenciados através de várias normas internacionais ou utilizando-se de especificações internas de fabricantes. Uma das designações mais utilizadas é a UNS (*Unified Numbering System*), classificação da

ASTM (*American Society for Testing and Materials*) e SAE (*Society Automotive Engineers*), onde o grupo dos aços é composto de uma letra, que identifica a classe, seguida de cinco algarismos. Como norma, os aços inoxidáveis são identificados pela letra “S”, e os aços inoxidáveis duplex comumente referidos em função de sua composição química, como por exemplo, 2304, (aproximadamente 23% de cromo e 4% de níquel), recebem a identificação de UNS S32304. Comercialmente esse material é conhecido como 2304 ou SAF2304 [9], ou identificado pelo grau 1.4362, de acordo com o sistema de classificação Europeu - EN 1088 [17].

O AID UNS S32304, pertence ao grupo dos Lean duplex, por conter baixa adição de Mo. O teor da liga inferior, em particular de Mo, do que o AID padrão S31803 ou S32205 gera uma menor resistência à corrosão por pite, apesar disso apresenta menor custo de produção para obter uma combinação de melhor resistência à corrosão e elevadas propriedades mecânicas quando comparado às ligas totalmente austeníticas 304 e 306 e as ligas austeníticas de alta produção 304L e 316L, por exemplo [6,12,15].

A microestrutura tem efeito dominante sobre o desempenho dos aços inoxidáveis e depende diretamente da composição química e tratamento térmico realizado [11]. A maioria das ligas duplex se solidifica em ferrita e sofre uma transformação parcial para austenita por resfriamento. As frações volumétricas das duas fases dependem do controle simultâneo da composição química e da temperatura de recozimento [6,8,12]. O equilíbrio das fases pode ser avaliado usando o diagrama de fase ternário Fe-Cr-Ni (Figura 4), para um valor constante de Fe. O nitrogênio atua aumentando a temperatura de transformação de ferrita para austenita, garantindo a estabilização do material em elevadas temperaturas, através da redução do excesso de ferrita [8].

Figura 4 - Diagrama de fase ternário Fe-Cr-Ni a 68% de ferro para avaliação do comportamento metalúrgico dos aços inoxidáveis duplex.



Fonte: [8].

A partir do diagrama de fase (Figura 4) ainda é possível observar que a composição de um aço inoxidável duplex típico cai no campo das fases α + γ (ferrita + austenita, respectivamente). Para muitas composições de aço inoxidável, a fase austenítica é expandida de modo que a fase ferrítica seja separada em ferrita de baixa e alta temperatura, embora tenham a mesma estrutura cristalina. O que levou à prática de denotar ferrita delta (δ) para alta temperatura (maior que 1394 °C) e para baixa temperatura (até 912 °C), que se forma pela transformação da austenita, como ferrita alfa (α). É evidente a partir da Figura 4 que a ferrita existe continuamente desde a solidificação até à temperatura ambiente para os aços inoxidáveis duplex, e toda a ferrita é denotada como ferrita α. Como os limites de fase α/(α + γ) e (α + γ)/γ não são verticais, a proporção exata de ferrita para austenita depende da composição exata, bem como do processamento termomecânico [18,19].

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

campo austenítico, como o níquel, carbono, nitrogênio e cobre. Alguns destes são mais importantes sobre as propriedades mecânicas, físicas e de corrosão dos AIDs [8,12,13]:

- Cromo: Sua principal vantagem é melhorar a resistência à corrosão, pela formação de um filme passivo de cromo. No entanto, existe um limite para o nível de cromo a ser adicionado, pois em grandes quantidades a precipitação de fases intermetálicas, como a sigma, pode ser aumentada, levando a redução da ductilidade, resistência e propriedades de corrosão [8,12].

- Molibdênio: Melhora a resistência à corrosão por pite e estende a camada passiva do cromo. Contudo, acima de 4% aumenta a tendência de formar fases intermetálicas prejudiciais [8,12].

- Níquel: Seu papel principal é controlar o equilíbrio de fases, retardando a formação de fases intermetálicas em temperaturas na faixa de 650 a 950 °C, também aumenta significativamente a tenacidade do AID em relação ao aço inoxidável ferrítico. Contudo um alto teor de Ni acelera a formação de α', uma fase intermetálica de fragilização na ferrita [8,12].

- Nitrogênio: aumenta a resistência à corrosão por pite e em frestas, aumenta a resistência mecânica do aço e retarda a precipitação das fases intermetálicas, como sigma e chi, em AIDs que contém altos teores de Cr e Mo [8,12].

- Manganês: tem pouco efeito sobre o equilíbrio de fases, no entanto a adição de manganês aumenta a resistência à abrasão e ao desgaste e a resistência à tração sem perda de ductilidade. Além disso, o Mn aumenta a solubilidade do nitrogênio. No entanto, as adições de Mn em excesso podem gerar inclusões de MnS [12].

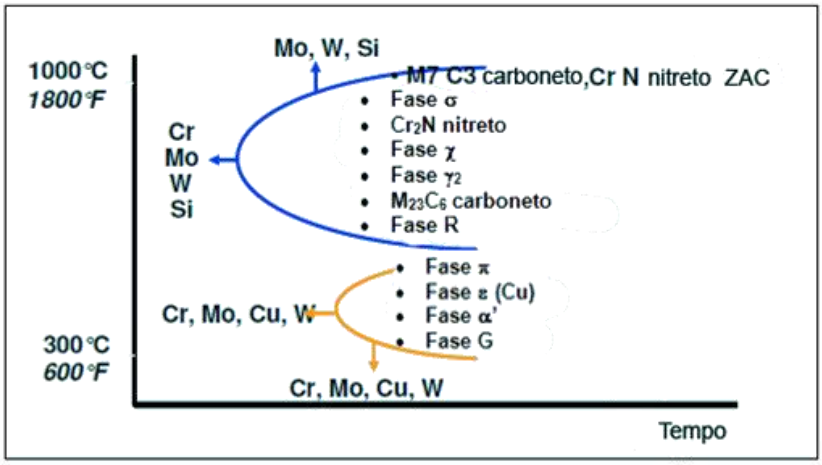
- Cobre: reduz a taxa de corrosão em ambientes não oxidantes. Contudo sua adição é limitada porque reduz a ductilidade a quente e pode levar ao endurecimento das precipitações [12].

A combinação de excelentes propriedades mecânicas dos AIDs é consequência do equilíbrio das fases ferrítica e austenítica, condição que é alcançada através de tratamento térmico de solubilização, seguido de um resfriamento controlado para evitar a precipitação de outras fases, que podem levar a redução de tenacidade e da resistência à corrosão [20].

3.1.1 Precipitação nos aços inoxidáveis duplex

As precipitações de fase nos AIDs ocorrem numa faixa de temperatura de 300 a 1000 °C (Figura 5), como resultado de condições de serviço, ciclos térmicos de soldagem ou tratamentos térmicos, e estão relacionadas principalmente às adições de Mo, Cr, Ni e N. Porém estas adições tornam mais propensas a transformação da fase ferrítica em compostos intermetálicos (sigma, chi), nitretos, carbonetos ou mesmo a fase alfa linha (α') em temperaturas mais baixas [6,8,13,20]. Evitar a precipitação destes compostos é um desafio importante, especialmente em procedimentos de soldagem para estes materiais [16].

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



Fonte: Adaptado de [6].

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

- Fase α': Ocorre entre 300 e 525 °C no interior da ferrita e é a principal causa do endurecimento e fragilização a 475 °C dos aços inoxidáveis, que causa perda de tenacidade e resistência à corrosão [8,12]. Sua formação pode

ocorrer por nucleação e crescimento quando o teor de cromo na ferrita é baixo ou por decomposição espinoidal da ferrita em ferrita δ, que é rica em ferro, quando o teor de cromo nesta fase é alto. É frequentemente associada à precipitação de Cr_2N [12].

- Fase sigma (σ): Fase rica em cromo e molibdênio, que reduz tanto a ductilidade a quente quanto a ductilidade à temperatura ambiente do material. Geralmente ocorre nos contornos de fase ferrita-austenita. No trabalho a quente, a deformação em temperaturas entre 800 e 900 °C aumenta a formação desta fase [9]. Pode ser formada na faixa de temperatura de 600 a 900 °C e está associada à redução da resistência ao impacto, fragilidade e redução da resistência à corrosão [9,12]. Altos teores de cromo, molibdênio e níquel em ligas duplex aceleram a cinética de formação desta fase [8].

- Nitreto de cromo (Cr_2N): O nitrogênio é adicionado às ligas duplex para estabilizar a austenita e para melhorar a resistência mecânica e a resistência à corrosão por pite. Sua solubilidade é consideravelmente maior na austenita do que na ferrita. Contudo acima dos 1040 °C, a solubilidade do nitrogênio na ferrita é alta, mas, ao resfriar, a solubilidade cai e a ferrita se torna supersaturada em nitrogênio, levando à precipitação intragranular de Cr_2N, especialmente em resfriamentos rápidos, onde são formadas partículas intragranulares, tipo agulha. Já tratamentos isotérmicos na faixa de 700 a 900 °C geralmente resultam na precipitação intergranular, nos contornos de fase ferrita-austenita [9,12,13,21]. Em ligas de aço inoxidável que não contêm elementos fortes de formação de nitretos, como Ti, Nb ou V, o limite de solubilidade do nitrogênio é determinado pelo equilíbrio entre a matriz e Cr_2N. Quando a concentração de nitrogênio está acima deste limite, a liga é suscetível à precipitação de Cr_2N, especialmente entre temperaturas de aproximadamente 600 a 1050 °C [21]. Esta fase pode reduzir a resistência à corrosão por pite do AID [9].

- Austenita secundária (γ_2): Pode se formar relativamente rápido e por três mecanismos diferentes, dependendo da temperatura. Abaixo de aproximadamente 650 °C tem uma composição semelhante à ferrita,

sugerindo uma transformação sem difusão, com características similares à formação de martensita. Em temperaturas acima de 650 °C, onde a difusão é mais rápida, pode se precipitar com a morfologia de austenita Widmanstätten. Nessa faixa de temperatura sua formação envolve difusão, tornando-se enriquecida em Ni em comparação com a matriz ferrítica. Os teores de Cr e N são inferiores aos da austenita primária. Na faixa de temperatura 700 a 900 °C, a austenita secundária pode ser formada por reação eutetóide ($\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$). A γ_2 formada absorve Ni e rejeita Cr e Mo, incentivando a formação de precipitados ricos em Cr e Mo. A γ_2 que se forma nos contornos das fases ferrita-austenita é pobre em Cr, particularmente quando o Cr_2N se precipita cooperativamente. Qualquer uma dessas reações controladas por difusão pode reduzir a resistência à corrosão por pite, e mesmo que em quantidade insignificante, esta fase pode ser um problema [9,12].

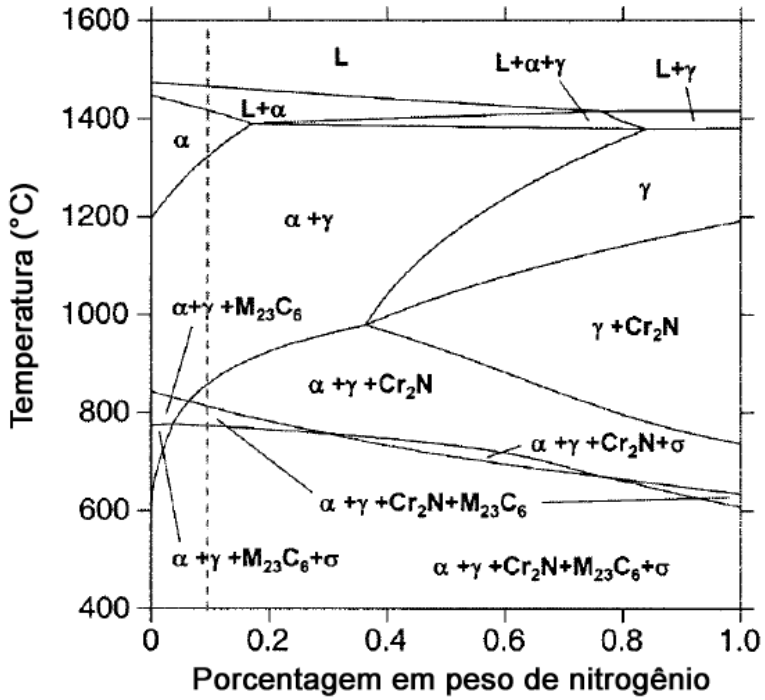
- Fase chi (χ): É comumente encontrada na faixa de temperatura de 700 a 900ºC e tem efeito similar ao da fase σ nas propriedades de tenacidade e corrosão, entretanto está presente em quantidades muito menores. Devido sua menor fração volumétrica, é menos importante que a fase σ, mas seu efeito nem sempre pode ser ignorado. A precipitação da fase χ é em parte responsável pela redução da resistência por pite, porque consome cromo e molibdênio e a austenita secundária formada simultaneamente torna-se pobre nesses elementos [9,12].

- Carbonetos ($M_{23}C_6$ e M_7C_3): M_7C_3 precipita-se na faixa entre 950 e 1050 °C, enquanto $M_{23}C_6$ precipitam abaixo de 950 °C. Ambos os tipos de carbonetos são observados predominantemente nos contornos de fase α/γ, mas a precipitação nos contornos α/α e γ/γ também pode ser observada [9,12]. A formação de M_7C_3 leva em torno de 10 minutos, portanto pode ser evitada por técnicas normais de resfriamento. Além disso, como as classes duplex modernas contêm menos que 0,02% de C, ambos os tipos de carbonetos são raramente observados. Em classes de duplex com níveis de carbono moderadamente altos, cerca de 0,03%, o carboneto $M_{23}C_6$ precipita-se rapidamente entre 650 e 950 °C, levando menos de um minuto para se formar

à 800 °C [12]. A precipitação de carbonetos causa um empobrecimento de cromo em regiões ao seu entorno ou até mesmo na própria matriz do material, resultando na perda de resistência à corrosão [22].

Como pode ser visto na Figura 6, a solidificação da liga UNS S32304 é ferrítica, e a taxa de resfriamento determina a quantidade de ferrita que pode se transformar em austenita, influenciando no equilíbrio das fases. Resfriamentos rápidos favorecem a ferrita, resultando em uma quantidade acima do equilíbrio [8,14].

Figura 6 - Diagrama de fase de equilíbrio para a liga UNS S32304, onde a linha tracejada indica a composição da liga.



Fonte: Adaptado de [14].

O nitrogênio aumenta a temperatura na qual a austenita começa a se formar a partir da ferrita, aumentando a velocidade de transformação de ferrita em austenita, fazendo com que o nível de equilíbrio da austenita possa quase ser atingido mesmo em velocidades relativamente rápidas de resfriamento [8].

Contudo o uso do nitrogênio como elemento de liga nos AIDs resulta em nitretos de cromo nos contornos do grão α/α, nos contornos das fases α/γ e na zona afetada pelo calor das soldas. Como o aumento do nível de nitrogênio também promove a formação da austenita, pois esta apresenta uma alta solubilidade para o nitrogênio

em relação à ferrita, à medida que a microestrutura resfria, há uma competição entre a formação de austenita e a precipitação de nitreto de cromo [6,12,14,21].

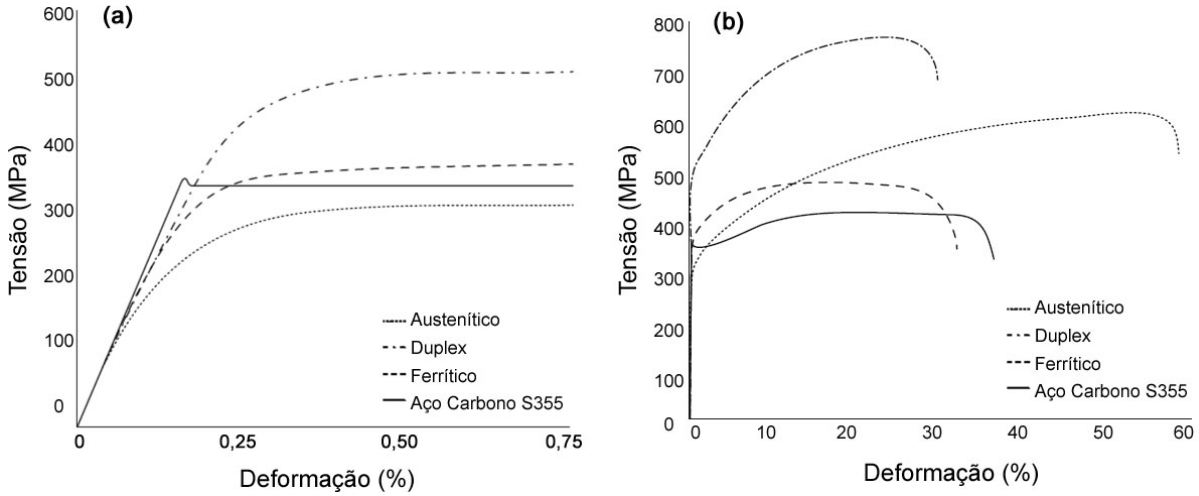
3.1.2 Comportamento mecânico dos aços inoxidáveis duplex

Especificações de materiais geralmente incluem propriedades mínimas de tração para garantir a qualidade. Testes de tração devem ser feitos para garantir que os materiais atendam essas especificações e por isso são muito úteis. As propriedades de tração são usadas na seleção de materiais para várias aplicações e também são usadas em pesquisa e desenvolvimento para comparar novos materiais ou processos [23].

As curvas tensão-deformação por tração podem ser usadas para prever o comportamento dos materiais submetidos a diferentes cargas uniaxiais [23].

O comportamento tensão-deformação dos aços inoxidáveis difere do aço carbono, em alguns aspectos. A diferença mais importante deve-se a não linearidade, ou seja, a forma da curva tensão-deformação. A Figura 7(a) compara curvas típicas de diferentes aços inoxidáveis e aço carbono até uma deformação de 0,75%, enquanto a Figura 7(b) mostra curvas típicas de tensão-deformação até a fratura [17].

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



Fonte: Adaptado de [17].

Enquanto o aço carbono exibe tipicamente um comportamento elástico linear até a tensão de escoamento e uma curvatura antes da deformação plástica, o aço

inoxidável tem uma resposta mais suave, sem tensão de escoamento bem definida. Logo, tensões de escoamento nos aços inoxidáveis são geralmente citadas em termos de uma deformação permanente, convencionalmente a 0,2% [17,24]. A tensão de escoamento é encontrada através da construção de uma linha reta paralela à porção elástica a partir da deformação de 0,002 [23].

Normalmente, os resultados dos ensaios de tração dos metais são apresentados em gráficos onde é plotado a carga dividida pela área original (tensão) em função do alongamento percentual medido em algum comprimento especificado [25]. Entretanto a curva de tensão-deformação de engenharia não fornece uma indicação verdadeira das características de deformação de um metal, porque se baseia inteiramente nas dimensões originais da amostra, e essas dimensões mudam continuamente durante o ensaio [24]. Descrições matemáticas, que são necessárias para análises de engenharia que envolve deformação plástica, se baseiam nas curvas de tensão-deformação verdadeira [23].

Com início da estricção (formação do pescoço) a área da seção transversal da amostra diminui rapidamente e a carga necessária para continuar a deformação é reduzida. A tensão média baseada na área original também diminui, e isso produz a queda da tensão na curva tensão-deformação além do ponto de carga máxima. Na verdade, o metal continua a endurecer completamente até a fratura, de modo que a tensão necessária para produzir mais deformação também deve aumentar [24].

A tensão verdadeira (σ) é baseada na área real da seção transversal da amostra e aumenta continuamente até a fratura. E é a carga em qualquer instante (F) dividida pela área da seção transversal da amostra naquele instante (A). σ é calculada de acordo com a Equação (1) [24,25].

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

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

$$\varepsilon = \ln (e+1). \quad (2)$$

Para as curvas de tensão-deformação verdadeira normalmente é extraída a deformação verdadeira uniforme, que é baseada somente na deformação até a carga máxima [24].

À medida que uma amostra é tracionada, o valor da tensão verdadeira (σ) aumenta, mas a área da seção transversal (A) que suporta a carga diminui [23]. A carga máxima é atingida quando dF = 0. Como F = σA:

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

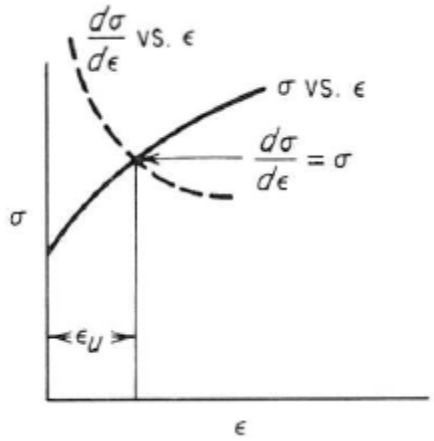
Considerando o volume (AL) da amostra constante, dA/A = -dε, onde L é o comprimento da amostra. Reorganizando,

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

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

A Equação (5) afirma que a carga máxima é atingida, quando a taxa de encruamento é numericamente igual à tensão [23]. E a tensão verdadeira na carga máxima corresponde ao limite de resistência à tração verdadeira do material, onde, para a maioria dos materiais geralmente se inicia a formação do pescoço. A deformação localizada começa na carga máxima, onde o aumento da tensão devido à diminuição da área da seção reta transversal do corpo de prova se torna maior que o aumento da capacidade do metal suportar o carregamento devido ao encruamento [24]. Quando a condição da Equação (5) é satisfeita, conhecida como “Critério de Considére”, o ponto onde a deformação uniforme termina e tem início a estricção pode ser obtido na curva tensão verdadeira - deformação verdadeira (σ x ε) onde a taxa de encruamento se iguala à tensão, conforme exemplifica a Figura 8 [24].

Figura 8 - Interpretação gráfica do Critério de Consideré para início da estricção (limite de resistência à tração).



Fonte: [24].

A expressão mais comum para ajustar a curva tensão-deformação verdadeira a uma expressão matemática é Equação de Hollomon [25], que também é utilizada para investigar os mecanismos e as mudanças na microestrutura que ocorrem durante a deformação [24,26]:

$$\sigma = K\varepsilon^{n}, \tag{6}$$

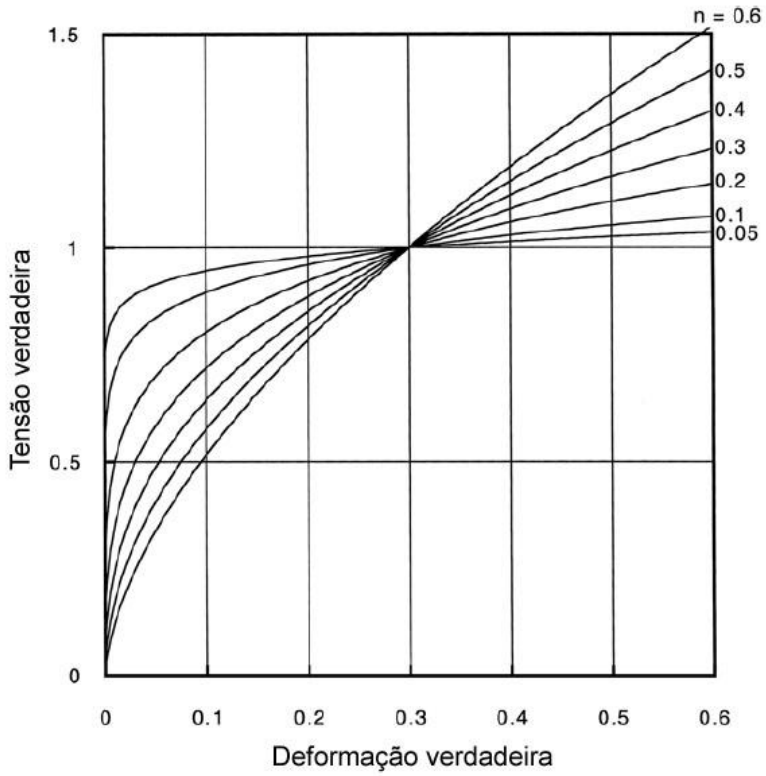
$$\ln \sigma = \ln K + n \ln \varepsilon , \tag{7}$$

onde K é o coeficiente de resistência e n é o coeficiente ou expoente de encruamento. A Equação (6) é válida somente a partir do início do regime plástico até a tensão máxima, onde inicia a estricção. Um gráfico logarítmico (representado pela Equação (7) de tensão-deformação verdadeira até a carga máxima dará uma linha reta se a Equação de Hollomon for satisfeita. A inclinação linear desta reta é n e K é a tensão verdadeira, quando a deformação for extrapolada a 1 .O valor de n pode variar de n = 0 (sólido perfeitamente plástico) até n = 1 (sólido elástico), ou seja, quanto maior for o coeficiente de encruamento, maior será a capacidade do material de deformar em tração, sem que ocorra a estricção. Para a maioria dos metais n tem um valor entre 0,10 e 0,50 [23,24].

O coeficiente de encruamento n também pode ser definido como a medida do aumento na resistência de um material devido à deformação plástica [27]. Se n é baixo, a taxa de encruamento é inicialmente alta, mas diminui rapidamente com a

deformação. Por outro lado, com um n alto, o encruamento inicial é menos rápido, mas continua com altas tensões, conforme exemplifica a Figura 9.

Figura 9 - Curvas tensão-deformação verdadeira para $\sigma = K\varepsilon^n$ com vários valores de n, e K ajustado de modo que todas as curvas passem por $\sigma = 1$ em $\varepsilon = 0,3$.



Fonte: Adaptado de [23].

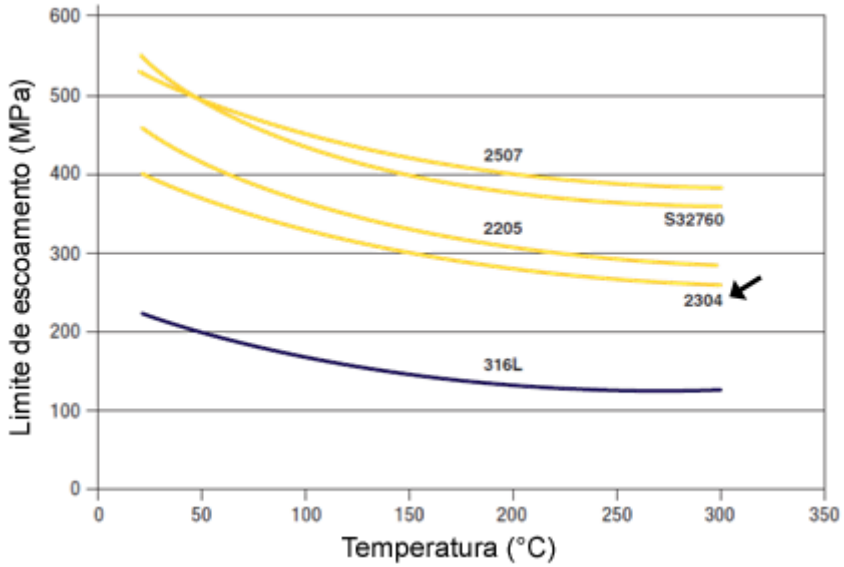
Segundo a norma ASTM E646-16 [27], a equação de Hollomon [25] pode ser utilizada com sucesso para determinar o coeficiente de encruamento de chapas metálicas que variam de 0,13 a 6,4 mm de espessura, onde o comportamento em tensão do material obedece à curva de potência (Equação (6)).

Os aços inoxidáveis duplex apresentam propriedades mecânicas excepcionais. Seu limite de escoamento em temperatura ambiente é mais que o dobro dos aços inoxidáveis austeníticos sem nitrogênio (Figura 10), exigindo maiores forças para deformação plástica [8].

Apesar da alta resistência dos AIDs, eles também apresentam boa ductilidade e tenacidade. Quando comparados ao aço carbono ou aos aços inoxidáveis ferríticos, a transição dúctil-frágil é gradual, por isso mantêm boa tenacidade mesmo em temperaturas baixas, por exemplo -40 °C. Entretanto a ductilidade e tenacidade dos AIDs são em geral menores que as dos aços inoxidáveis austeníticos, que

normalmente não apresentam transição dúctil-frágil, mantendo excelente tenacidade em temperaturas criogênicas [8].

Figura 10 - Comparação entre o limite de escoamento dos aços inoxidáveis duplex e austenítico tipo 316L. A seta indica o aço estudado neste trabalho.



Fonte: Adaptado de [8].

Os aços inoxidáveis podem absorver impactos consideráveis sem fraturar devido a sua excelente ductilidade e suas características de encruamento por tensão [17].

Wang, Ma e Li [28] afirmaram que os AIDs apresentam alta tenacidade ao impacto devido à distribuição uniforme dos grãos, consequência de uma estrutura bifásica, limite entre fases suave e melhor resistência à propagação de trinca.

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

Badji *et al* [29] estudaram as transformações de fase e o comportamento mecânico durante a soldagem e diferentes tratamentos térmicos entre 800 e 1000 °C do AID 2205. Eles comprovaram que transformações de fases, que resultaram em precipitações de fases intermetálicas e aumento do teor de ferrita, alteraram fortemente a tenacidade, resistência à tração e alongamento da solda e do metal base deste material.

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

3.2 SOLDAGEM TIG

Os aços inoxidáveis duplex têm sido desenvolvidos para terem uma excelente soldabilidade. Uma vez que grande parte das aplicações atuais desses aços envolve algum processo de soldagem [20,12]. Os AIDs modernos podem ser soldados para atenderem requisitos de projeto e serviço, mas também é mostrado que procedimentos de solda podem levar à falha do componente, por isso a escolha do processo de soldagem depende da espessura do material, geometria da junta, custos de fabricação e outros fatores de projeto [12].

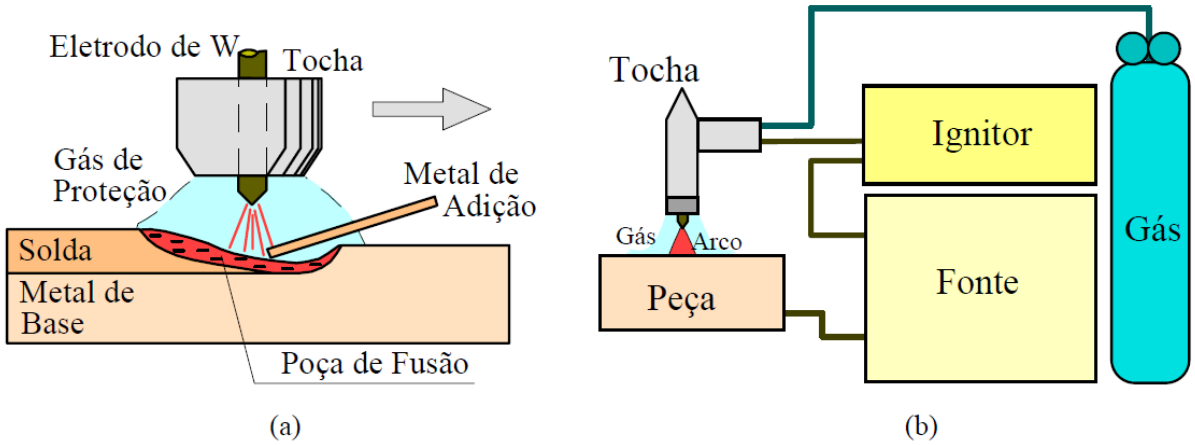
A ocorrência de trincas é raramente observada em soldas de AIDs, devido ao alto teor de ferrita. Problemas de perda de resistência à corrosão e tenacidade ou trincas pós-soldagem geralmente estão associados à zona afetada pelo calor (ZAC) desses materiais [8].

Quase todos os processos de soldagem comuns foram aplicados aos AIDs com graus variados de sucesso [8,12]. Entre os processos mais frequentes está o processo de soldagem TIG [12], que utiliza como fonte de calor um arco elétrico mantido entre um eletrodo não consumível de tungstênio e a peça a ser soldada. A proteção da região de solda é feita por um fluxo de gás inerte, normalmente o argônio, ou uma mistura de gases inertes. A soldagem pode ser com ou sem metal de adição, manual ou automática [30,31]. A Figura 11 exemplifica o processo de soldagem TIG com metal de adição. Para o processo autógeno, a única diferença é a ausência do metal de adição.

Geralmente a composição química de metais de adição para soldagem TIG tem limites de tolerância muito inferiores aos de metal de base do mesmo tipo e custo bem mais elevado. Como a soldagem TIG utiliza eletrodo não consumível, possibilita

a soldagem sem metal de adição (autógena), o que pode ser interessante na soldagem de chapas finas [31]. Além disso, a soldagem autógena é comum em situações em que as espessuras das seções são pequenas e a penetração pode ser facilmente alcançada, podendo ser aplicada em altas velocidades e com uma quantidade mínima de preparação das juntas [13]. Procedimentos autógenos têm sido utilizados para chapas finas e graus de liga mais baixo, como por exemplo, os AIDs S31803 e S32304 [12,31].

Figura 11 - (a) Esquema do processo de soldagem TIG com metal de adição. (b) Equipamento básico para soldagem TIG.



Fonte: Adaptado de [31].

O processo TIG é aplicável à maioria dos metais e suas ligas, numa ampla faixa de espessuras. Entretanto, em virtude de seu custo relativamente elevado, é utilizado principalmente na soldagem de metais não ferrosos, aços inoxidáveis e na soldagem de peças de pequena espessura. Esse processo apresenta um excelente controle de energia transferido para a peça, devido ao controle independente da fonte de calor, permitindo assim uma execução de soldas de alta qualidade e excelente acabamento, particularmente em juntas de espessura inferior a 10 mm e mais comumente entre 0,2 e 3 mm [31].

Wang, Ma e Li [28] investigaram a influência na caracterização microestrutural nas propriedades mecânicas e na resistência a corrosão, de diferentes tipos de processos de soldagem na junção do aço inoxidável duplex 2205 com outro aço, e concluíram que o processo TIG é o mais adequado.

O processo TIG oferece um alto grau de controle e geralmente fornece um perfil de raiz de boa qualidade com propriedades mecânicas e de corrosão próximas dos

materiais de base. Além disso, garante pouca formação de escória durante a soldagem, o que elimina locais para corrosão [8,12,31,32].

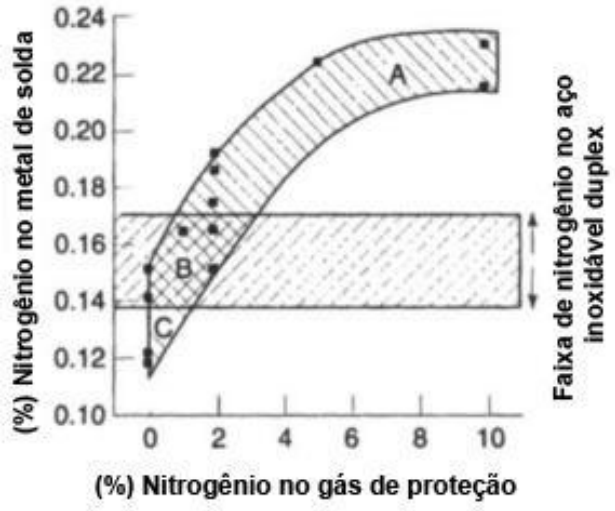
Na soldagem TIG é essencial que a poça de fusão seja protegida contra a oxidação e contaminação atmosféricas [8]. No caso específico do aço inoxidável duplex, durante o processo de soldagem, a obtenção do equilíbrio de fases entre austenita/ferrita está relacionada ao controle da taxa de resfriamento da solda e ao gás de proteção utilizado [32]. Esta proteção é frequentemente alcançada com gás inerte, por exemplo, argônio [8].

Contudo, a utilização de argônio puro para proteger as juntas soldadas resulta em perda de nitrogênio da poça de fusão. Esse efeito ocorre devido à diferença na pressão parcial entre o nitrogênio dissolvido na poça de fusão e o gás diretamente acima da poça. A perda de nitrogênio pode gerar um metal de solda rico em ferrita, com resistência à corrosão inferior ao metal original. Por isso adições parciais de nitrogênio ao gás de proteção são recomendadas para resultar em um aumento no teor de nitrogênio do metal de solda [8,12,13,32,33].

Entretanto, se a proporção de nitrogênio no gás de proteção exceder os valores recomendados (Figura 12), a pressão parcial de nitrogênio no gás de proteção excederá a pressão na poça de fusão, e o nível de nitrogênio da poça de fusão aumentará, resultando em um metal de solda rico em austenita. Ademais, o excesso de nitrogênio no gás de proteção pode levar a porosidade no metal de solda, centelhas na poça de fusão e alteração no modo de solidificação [12,32].

Zhang *et al* [33] estudaram os efeitos da adição de 2% de nitrogênio no gás de proteção contendo argônio puro, na evolução da microestrutura e no comportamento de corrosão localizada das soldas no AID S31803. Eles comprovaram que a adição de nitrogênio facilitou a formação de austenita primária, suprimiu a precipitação de Cr_2N na raiz da solda e aumentou a microdureza do metal de solda.

Figura 12 - Efeito do nitrogênio no gás de proteção da solda TIG nos AIDs S31803/S32205. Região A: possibilidade de faíscas e porosidade. Região B: metal de solda equilibrado. Região C: perda de nitrogênio e resistência ao pite reduzida.



Fonte: Adaptado de [12].

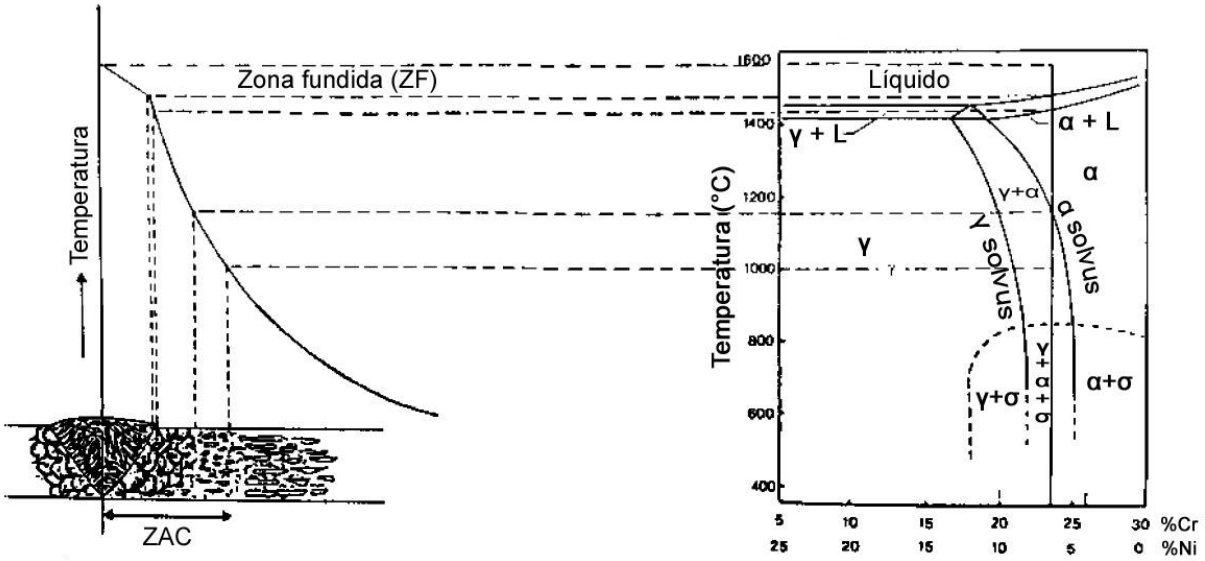
3.2.1 Microestrutura dos aços inoxidáveis duplex durante a soldagem

O principal problema do processo de soldagem em aço inoxidável duplex é manter a relação ferrita/austenita próxima a 50:50. Efeitos de resfriamento rápido associados aos ciclos térmicos, muitas vezes resultam em um teor de ferrita no metal de solda superior a 50%, ocasionando perda de resistência e aumento da suscetibilidade a corrosão intergranular [12,18]. Para reduzir a quantidade de ferrita na zona fundida (ZF), seria necessário estabelecer um controle da taxa de resfriamento [34], além do uso de uma mistura Ar-N_2 como gás de proteção, já que o nitrogênio é um elemento de liga estabilizador da fase austenítica, como citado no item anterior (3.2).

O controle no tempo de resfriamento durante o processo de soldagem garante a manutenção das propriedades desejáveis no AID, já que taxas elevadas de resfriamento retardam a transformação de ferrita para austenita, aumentando o teor de ferrita e promovendo a precipitação de carbonetos e nitretos de cromo na ZAC e na ZF, o que prejudica a tenacidade e a resistência à corrosão da solda. Por outro lado, um resfriamento muito lento e submetido por longo tempo às temperaturas entre cerca de 600 e 1000 °C pode levar a precipitação de compostos intermetálicos, prejudicando também as propriedades mecânicas e químicas da solda [13].

A Figura 13 mostra as modificações microestruturais que ocorrem numa junta soldada de um aço inoxidável duplex. Os AIDs durante a soldagem solidificam-se como ferrita e são totalmente ferríticos ao final da solidificação. A austenita só pode nuclear e crescer abaixo da linha solvus da ferrita (linha de solubilidade máxima no estado sólido), onde a austenita e a ferrita podem coexistir em equilíbrio. A proporção final de ferrita e austenita depende do controle de temperatura de processamento e do controle da taxa de resfriamento. A sequência de transformações para aços inoxidáveis duplex é: Líquido → Líquido + Ferrita → Ferrita → Ferrita + Austenita [13].

Figura 13 - Diagrama esquemático de mudanças microestruturais na junta soldada de um AID.



Fonte: Adaptado de [35].

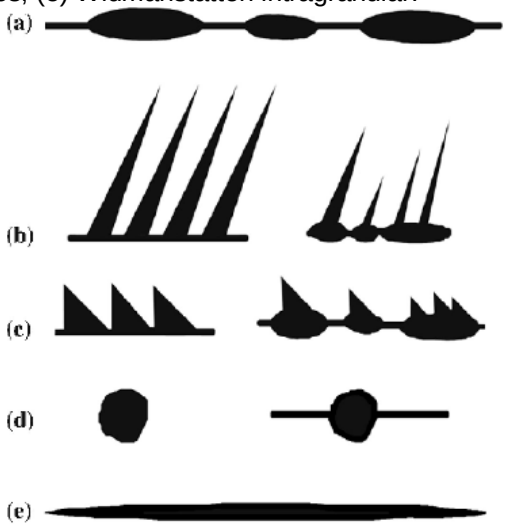
A ferrita é estável no estado sólido a uma temperatura elevada. Quando a transformação da austenita começa, austenitas primária (ou alotriomórficas) são formadas preferencialmente ao longo dos contornos de grãos ferríticos. Isto ocorre por um processo de nucleação e o crescimento geralmente resulta na cobertura completa dos contornos de grãos ferríticos por austenita. À medida que a temperatura diminui, os contornos de grãos ficam saturados favorecendo a formação da austenita em direção ao interior dos grãos, a austenita de Widmanstätten, que pode se formar como placas laterais fora do contorno de grão austenítico ou intragranular dentro dos grãos de ferrita [13,35,36].

As morfologias da austenita foram relatadas em vários trabalhos [20,35,36,37], e foram descritas há mais de 50 anos, por Dubé [38], para classificação morfológica de precipitados de ferrita em aços, sendo sugerido que é geralmente aplicável a

outros produtos de transformações de fase [38]. Este sistema de classificação, modificado posteriormente por Aaronson *apud* [39], é mostrado na Figura 14 e suas características foram resumidas, de acordo Chen e Yang [36] e Thewlis [40]:

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

Figura 14 - Sistema de classificação morfológica de Dubé [38] aplicado a transformações de fases: (a) alotriomorfos, (b) placas laterais de Widmanstätten primárias e secundárias, (c) Widmanstätten em “dentes de serra”, (d) idiomorfos, (e) Widmanstätten intragranular.



Fonte: [39].

4 MATERIAL E MÉTODOS

De forma a caracterizar a influência do tratamento térmico e da soldagem TIG nas propriedades mecânicas de chapas do aço inoxidável duplex UNS S32304, foram realizados ensaios em simuladores mecânicos no Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano) e no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), localizados no Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM). Ademais, foram realizadas análises de microdureza e caracterização microestrutural através de estereoscopia, microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura.

4.1 MATERIAL

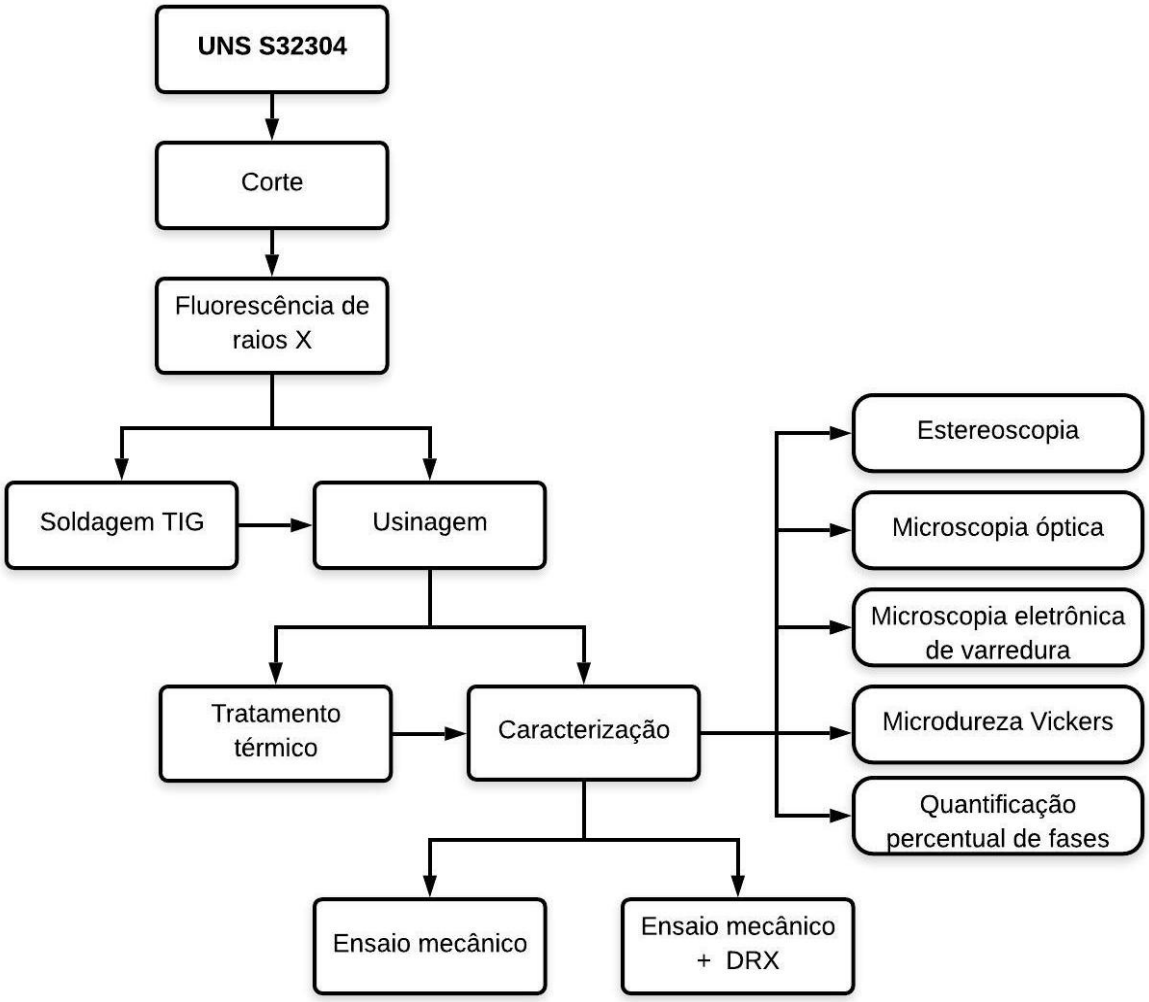
Utilizou-se tiras de um aço inoxidável lean duplex UNS S32304 devido ao excelente custo benefício apresentado, quando comparado aos outros tipos de aços inoxidáveis. Esse aço foi recebido em três lotes diferentes, todos com espessura de 1,8 mm e 72,0 mm de largura. As tiras foram produzidas pelo processo de laminação a quente seguido de tratamento térmico a 1050 °C e resfriamento ao ar.

A composição química dos três lotes foi obtida através do ensaio de fluorescência de raios X (FRX) em um espectroscópio da Shimadzu, modelo EDX-720, pertencente ao laboratório de Engenharia Ambiental da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). Foi utilizado padrão interno e realizada a calibração da máquina antes das medidas realizadas.

4.2 MÉTODOS

A Figura 15 exibe em formato de fluxograma a metodologia realizada na parte experimental deste trabalho de forma resumida.

Figura 15 - Resumo da metodologia utilizada neste trabalho em forma de fluxograma.



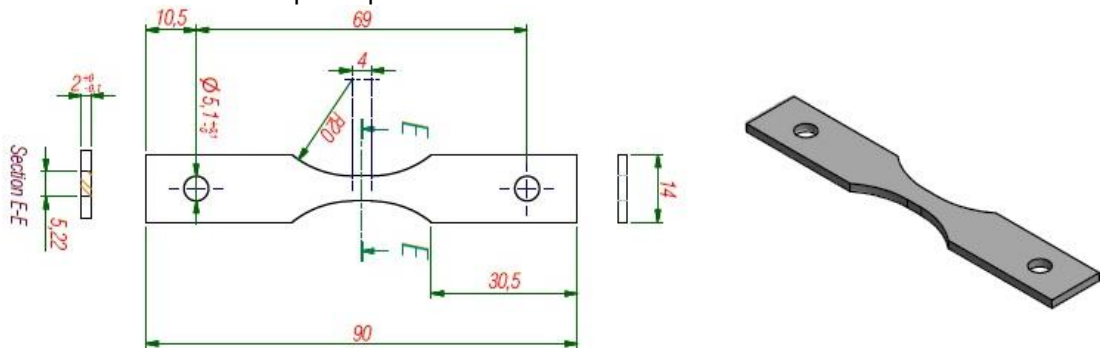
Fonte: [Autor].

4.2.1 Corte das amostras

Os corpos de prova foram confeccionados de acordo com o croqui fornecido pelo LNNano (Figura 16), atendendo às especificações do simulador termomecânico Gleeble®. Inicialmente as chapas que não foram soldadas foram cortadas na dimensão de 90 x 18 mm para serem enviadas para usinagem. As chapas que seriam soldadas foram cortadas na dimensão de 50 x 72 mm, e após o processo de união por soldagem a dimensão final seria de 100 x 72 mm. Posteriormente, as chapas soldadas também foram reduzidas para dimensão de 90 x 18 mm e enviadas para confecção dos corpos de prova. Todos os cortes foram realizados em uma guilhotina Newton, modelo TM 5 no Laboratório de Tecnologia Mecânica do Departamento de Engenharia Mecânica (DEM) da UFES. Os 4 mm acima da dimensão especificada no croqui foram deixados propositalmente, para que os

corpos de prova pudessem ser desbastado em centro de usinagem, garantindo a precisão final da medida.

Figura 16 - Dimensões do corpo de prova utilizado no simulador termomecânico Gleeble®.



4.2.2 Soldagem TIG

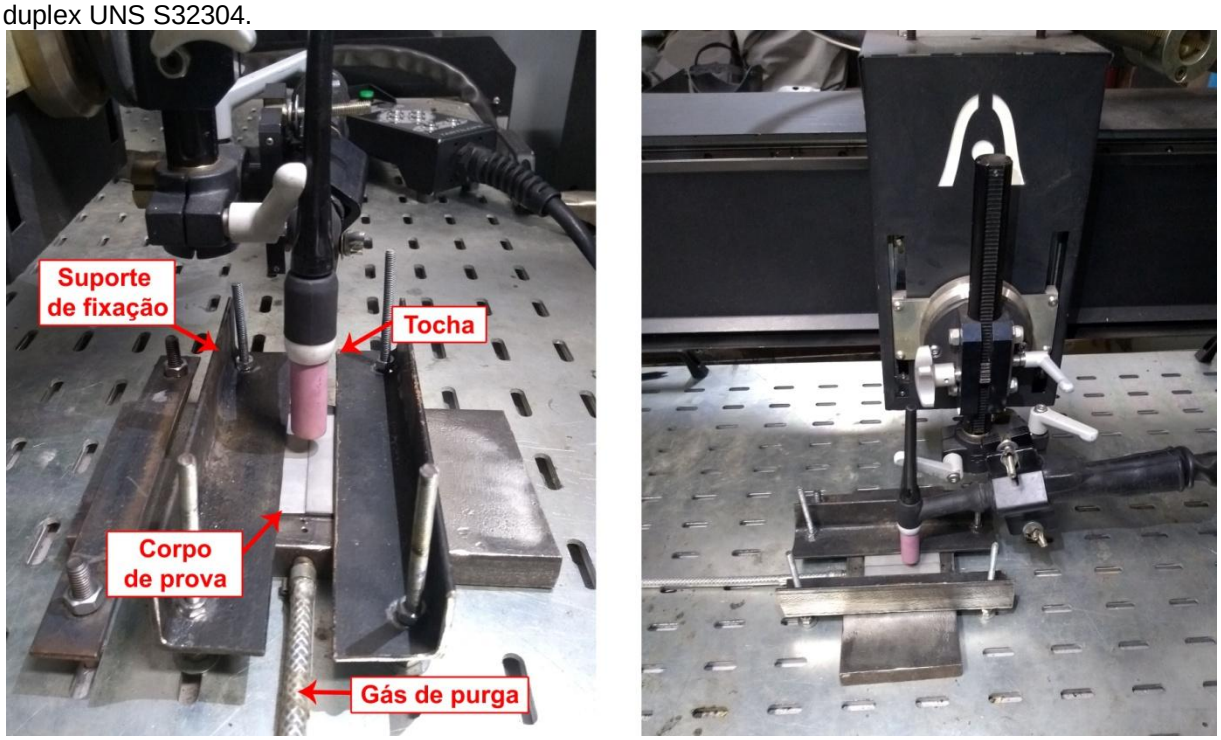
A soldagem das chapas com largura de 50 mm foi do tipo união de topo através do processo TIG autógeno, no laboratório de soldagem do DEM da UFES, com utilização da máquina de solda Digiplus A7 da IMC Soldagem.

Para garantir a repetibilidade dos parâmetros, utilizou-se um processo automatizado que manteve constantes a velocidade e a tensão de soldagem. Um sistema da SPS - Sistemas e Processos de Soldagem, modelo MCS 2000, permitiu o suporte e a movimentação da tocha, com controle automático de altura do arco (AVC) através do monitoramento da tensão de soldagem, referenciado por valor pré-estabelecido.

Para assegurar o controle digital dos parâmetros, utilizou-se um sistema de aquisição dos sinais de soldagem da IMC Soldagem que possibilita o acompanhamento em tempo real da soldagem e, através da aquisição desses sinais, uma avaliação das condições e/ou instabilidades do ensaio realizado.

As chapas soldadas foram retiradas do suporte de fixação somente após atingirem a temperatura ambiente, para evitar variação da taxa de resfriamento de um corpo de prova para outro, o que poderia interferir no balanço microestrutural do aço. As temperaturas foram coletadas por um pirômetro Fluke 574 – 3V. O aparato experimental se encontra da Figura 17.

Figura 17 - Aparato experimental de soldagem TIG autógeno para as chapas do aço inoxidável duplex UNS S32304.



Fonte: [Autor].

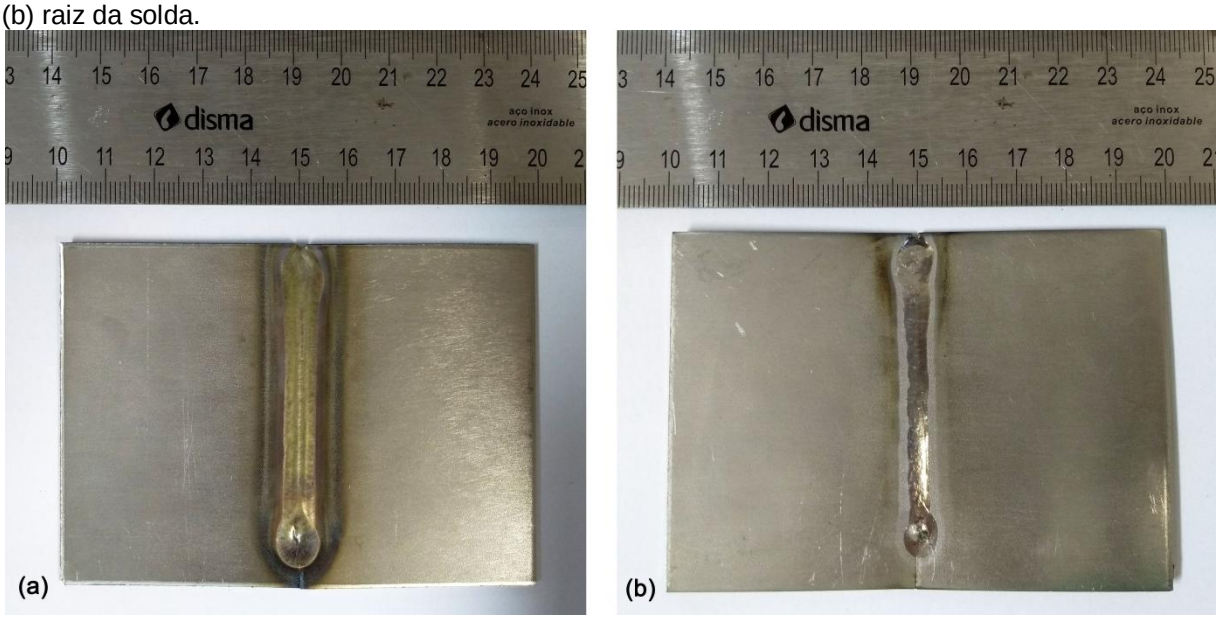
Utilizou-se corrente pulsada com polaridade direta, gás de proteção com uma mistura de argônio (Ar) e 2% de nitrogênio (N_2) com vazão de 10 L/min e gás de purga com uma mistura de Ar e 10% de N_2 com mesma vazão, com o intuito de proteger a poça de fusão contra oxidação e evitar as perdas de N_2 na raiz da solda. O eletrodo utilizado foi de tungstênio dopado com 2% de tório e afiado a 60°. Os demais parâmetros utilizados na soldagem estão expostos na Tabela 1. A dimensão final dos corpos de prova soldados foi de 100 x 72 mm (Figura 18).

Tabela 1 - Parâmetros de soldagem.

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

Fonte: [Autor]

Figura 18 - Chapas do AID UNS S32304 soldadas pelo processo TIG autógeno: (a) cordão de solda (b) raiz da solda.



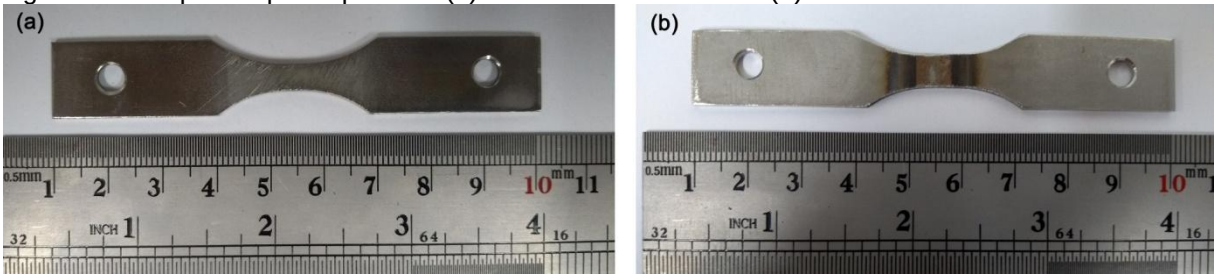
Fonte: [Autor].

4.2.3 Usinagem

Os corpos de prova (CPs) foram desbastados lateralmente para atingir a dimensão de 90 x 14 mm em um centro de usinagem da marca Romi, modelo D600, os furos foram realizados em furadeira de coluna manual da marca Kone, modelo KM32, e o raio de 20 mm foi usinado em uma fresadora ferramenteira da marca WMW. O corte, usinagem e furação dos CPs (Figura 19) foram realizados no Laboratório de Tecnologia Mecânica do DEM da UFES.

Para teste de tração de chapas de pequena espessura o CP é normalmente confeccionado de modo que o cordão de solda fique perpendicular à direção de ensaio, de modo que a deformação do corpo de prova dependa das propriedades das diferentes regiões da solda [10].

Figura 19 - Corpos de prova prontos. (a) Material como recebido (b) Material soldado.



Fonte: [Autor].

4.2.4 Tratamento térmico

Tratamentos isotérmicos foram realizados a fim de verificar o efeito da temperatura no material estudado. Para os corpos de prova soldados, os tratamentos térmicos são realizados com objetivo de recuperar algumas características perdidas no processo de soldagem.

Os tratamentos ocorreram em forno tipo mufla programável, na região de gradiente de ± 2 °C, com precisão de ± 5 °C, todos com duração de 8 horas com subsequente resfriamento em ar, no High Pressure Laboratory (PRESLAB) do Departamento de Física da UFES.

Os corpos de prova sem solda foram tratados nas temperaturas de 475 °C, 600 °C e 750 °C, de maneira a complementar os resultados obtidos em estudo prévio [41] e servir de premissa para as condições de tratamento térmico após a soldagem. A partir dos resultados obtidos nos ensaios mecânicos, foram escolhidas as temperaturas de 600 e 750 ° C para as amostras soldadas, e com objetivo de acompanhar a evolução do comportamento mecânico entre essas duas temperaturas, foram selecionadas temperaturas intermediárias. Portanto, para as amostras soldadas, os tratamentos térmicos foram realizados nas temperaturas de 600, 650, 700 e 750 °C. A Tabela 2 apresenta as condições de tratamento térmico e nomenclatura das amostras utilizadas neste trabalho.

Tabela 2 - Identificação dos corpos de prova segundo as condições experimentais.

Grupo	Identificação	Condição experimental
Amostras apenas tratadas termicamente	CR	Como recebida pelo fabricante
	475	Apenas tratada a 475 °C
	600	Apenas tratada a 600 °C
	750	Apenas tratada a 750 °C
Amostras soldadas e tratadas termicamente	Solda	Apenas soldada
	Solda + 600	Soldada e tratada a 600 °C
	Solda + 650	Soldada e tratada a 650 °C
	Solda + 700	Soldada e tratada a 700 °C
	Solda + 750	Soldada e tratada a 750 °C

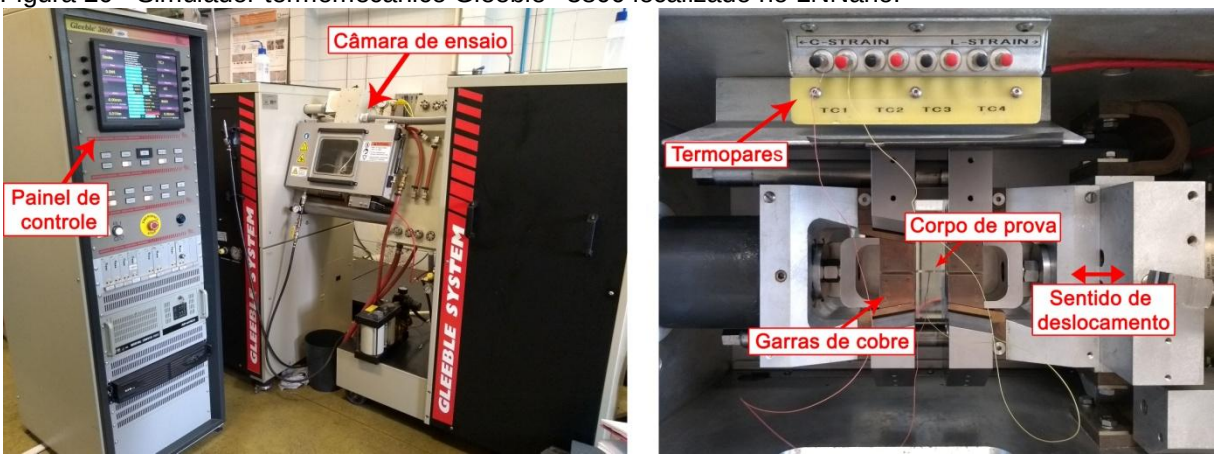
Fonte: [Autor].

4.2.5 Ensaio mecânico

As simulações físicas são capazes de replicar condições reais em um laboratório, através da combinação de ciclos mecânicos e térmicos, permitindo simular condições de processamento de materiais.

Para as amostras como recebida e tratadas termicamente, os ensaios de tração foram realizados em um simulador termomecânico Gleeble® modelo 3800 (Figura 20), instalado no LNNano - CNPEM.

Figura 20 - Simulador termomecânico Gleeble® 3800 localizado no LNNano.

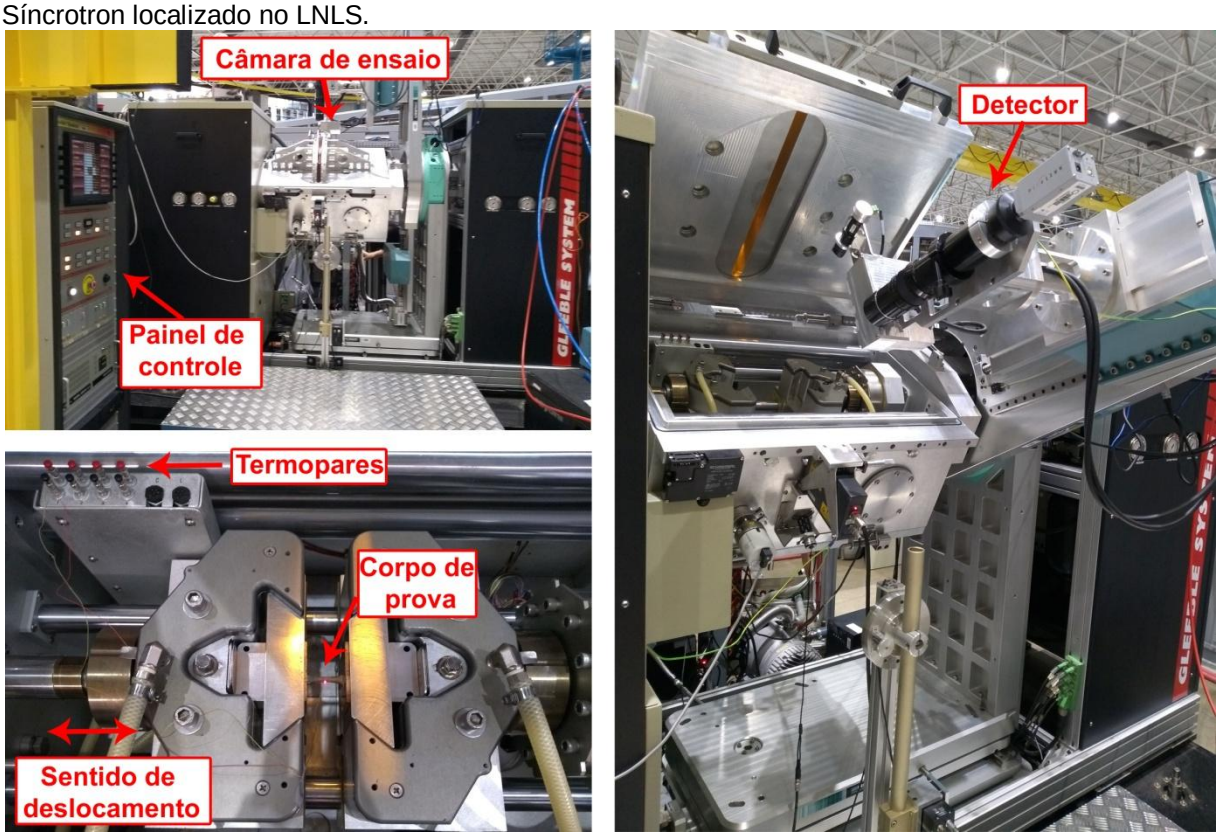


Fonte: [Autor].

Para as amostras soldadas, os ensaios foram realizados em um simulador termomecânico Gleeble® modelo 3500 acoplado a difração de raios X (DRX) com Luz Síncrotron (Figura 21) instalado na linha XTMS do LNLS - CNPEM.

Os corpos de prova foram montados dentro da câmara de ensaio bombeada a vácuo, com pressão mínima de 10^{-2} Torr. O simulador possui sistema hidráulico com capacidade de carga de 100 kN em tração com resolução de 0,1 kN. A tensão mecânica foi aplicada ao longo da direção de laminação com uma taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1}, para ambas as máquinas de ensaio. A energia utilizada na medida de DRX foi de 6,093 keV (λ = 0,203497 nm).

Figura 21 - Simulador termomecânico Gleeble® 3500 acoplado a difração de raios X com Luz Síncrotron localizado no LNLS.



Fonte: [Autor].

As diferentes condições ensaiadas na Gleeble® 3800 e na Gleeble® 3500, acoplada a DRX, encontram-se descritas na Tabela 3.

Tabela 3 - Identificação e condição de ensaios realizados.

Grupo	Condição experimental	Identificação	Taxa de deformação
P1 (Gleeble® 3800)	Tração até a fratura. Amostras tratadas termicamente.	CR	10^{-4} s^{-1}
		475	
		600	
		750	
P2 (Gleeble® 3500 acoplada a DRX)	Tração até a fratura. Amostras soldadas e tratadas termicamente.	Solda	
		Solda + 600	
		Solda + 650	
		Solda + 700	
		Solda + 750	

Fonte: [Autor].

4.2.6 Caracterização microestrutural

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

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

O procedimento de preparação das amostras envolveu as etapas de lixamento, com lixas de granulometrias de 180, 220, 320, 500, 800 e 1200 mesh, polimento com alumina de 1μ e de ataque químico por imersão com Behara modificado (HCl + H_2O + metabissulfito de potássio) por 15 minutos.

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

Para obter imagens de caracterização metalográfica foi utilizado microscópio óptico digital (MO), pertencente ao TRICORRMAT, microscópio eletrônico de varredura (MEV) Zeiss Evo, com detector EDS Oxford X-Man^N, pertencente ao Instituto Federal do Espírito Santo (IFES) e o microscópio eletrônico de varredura FEI®, modelo Quanta 650FEG, pertencente ao LNNano (CNPEM).

Medidas do perfil de microdureza foram realizadas em um microdurômetro Pantec, modelo HXD – 1000TM pertencente ao Laboratório TRICORRMAT, segundo a norma NM ISO 6507:2008, com carga de 1006 gf, partindo do centro da zona fundida (ZF) em direção ao metal base (MB).

Também foram realizadas medidas de microdureza em cada uma das fases individualmente (ferrita e austenita) utilizando microscópio Dynamic Ultra Micro Hardness Tester da Shimadzu, modelo DUH-211S pertencente ao IFES, com carga

de 1 gf no MB e 2 gf na ZF e com 10 indentações distribuídas aleatoriamente ao longo de cada fase, nas duas regiões.

4.2.7 Processamento e análise de imagens

Uma forma simples, que não requer domínio do operador e é não destrutiva, para quantificar fases pode ser desenvolvida por meio do processamento digital de imagens. A área da Metalografia Quantitativa aplicada às ciências dos materiais utiliza essa técnica para caracterização de frações de fases, tamanho de grãos, determinação de distribuição de inclusões, entre outros parâmetros que influenciam nas propriedades dos materiais [42]. A utilização de programas computacionais minimiza erros relacionados à determinação manual por técnicas de Metalografia Quantitativa e diminui o tempo de análise. Neste trabalho foram utilizados os programas ImageJ e o SVRNA para desenvolver um processamento digital das imagens obtidas pelos microscópios.

O ImageJ é um programa de processamento de imagens de domínio público desenvolvido pelo *National Institute of Health* (NIH – EUA). Possui código aberto, possibilitando que a comunidade de usuários desenvolva complementos e modificações de acordo com suas necessidades. Pode calcular estatísticas de área e pixel de seleções definidas pelo usuário [43].

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

Para utilização do TWS foi retirado o background das imagens para melhorar o contraste entre as fases, através da função “Image calculator” depois de aplicar o “Gaussian Blur” em uma imagem duplicada da original. Foram feitas análises de 4 imagens para cada condição estudada e calculada a média e o desvio padrão.

O SVRNA (Segmentação Via Rede Neural Artificial), desenvolvido na Universidade Federal do Ceará (UFC), tem por objetivo realizar tarefas da metalografia quantitativa em metais, empregando técnicas de processamento digital de imagens

e inteligência artificial, especificamente Redes Neurais Artificiais (RNA), reduzindo o tempo de análise em relação ao modo manual [42].

Esse programa aceita como entrada apenas imagens em Bitmap e em tamanho reduzido, ou seja, diferente do ImageJ. Portanto, em cada uma das 4 imagens previamente analisadas no FIJI (ImageJ), foram selecionadas 4 sub-regiões, totalizando 16 imagens analisadas para cada condição citada na Tabela 2. Da mesma maneira, foram calculadas a média percentual e o desvio padrão.

5 RESULTADO E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

5.1.1 Fluorescência de raios X

A composição química dos três lotes recebidos do AID UNS S32304 obtidas por fluorescência de raios X e o valor referenciado por norma encontram-se na Tabela 4, onde B1, B2 e B3 equivalem aos diferentes lotes recebidos. Observa-se que os valores são bem próximos e estão dentro da faixa especificada por norma.

Tabela 4 - Composição química do AID UNS S32304 obtida por fluorescência de raios X. Quantidade de ferro balanceada.

Amostra	%Cr	%Ni	%Mn	%Cu	%Mo
B1 (FRX)	22,552	3,473	1,565	0,362	0,244
B2 (FRX)	22,994	3,622	1,382	0,367	0,240
B3 (FRX)	22,808	3,520	1,439	0,340	0,355
Normatizado [8]	21,5 – 24,5	3,0 – 5,5	2,5 (máx)	0,05 – 0,6	0,05 – 0,6

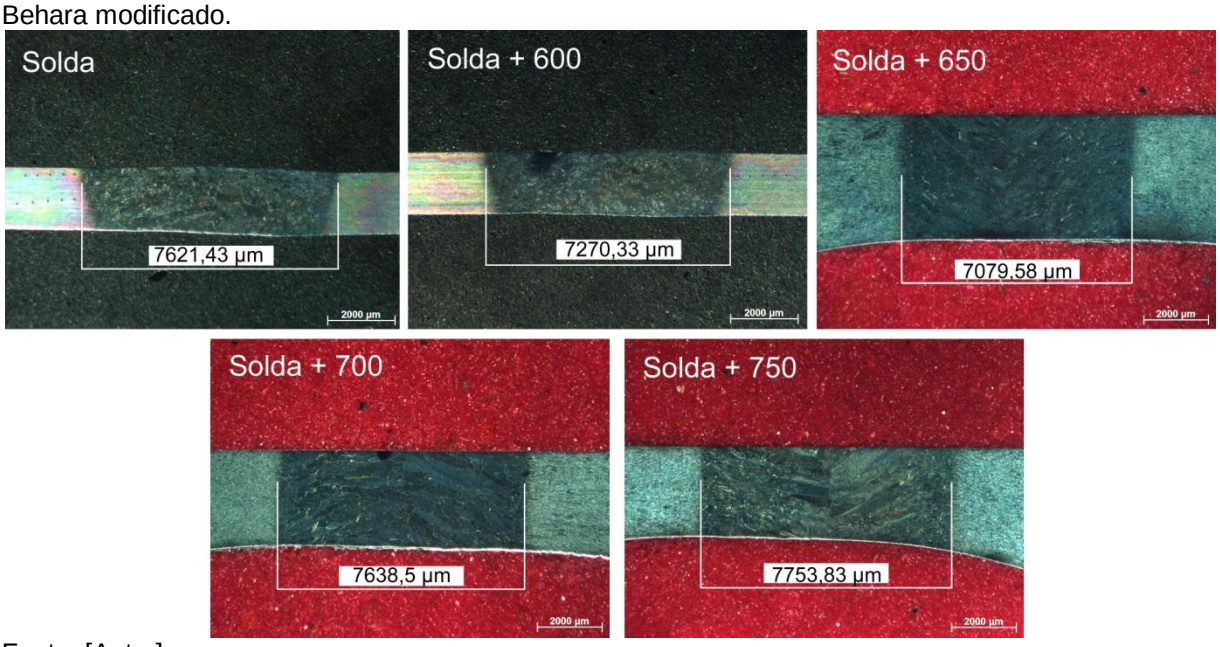
Fonte: [Autor].

5.1.2 Estereoscopia

A Figura 22 apresenta as imagens obtidas através do estereoscópio, destacando a extensão da ZF nas chapas soldadas, para as condições soldada (Solda), e soldadas com subsequentes tratamentos térmicos a 600 °C (Solda + 600), 650 °C (Solda + 650), 700 °C (Solda + 700) e 750 °C (Solda + 750).

Os tamanhos medidos estão expostos na Tabela 5. Foi possível perceber que os tratamentos térmicos não alteraram a extensão da ZF de forma significativa, já que o processo de soldagem foi o mesmo para todas as condições.

Figura 22 - Estereoscopia das amostras soldadas destacando a extensão da zona fundida. Ataque Behara modificado.



Fonte: [Autor].

Tabela 5 - Extensão da zona fundida medida por estereoscópio.

Condição	Extensão da zona fundida (mm)
Solda	7,6 (3)
Solda + 600	7,3 (4)
Solda + 650	7,1 (3)
Solda + 700	7,6 (3)
Solda + 750	7,8 (3)

Fonte: [Autor].

5.1.3 Microscopia

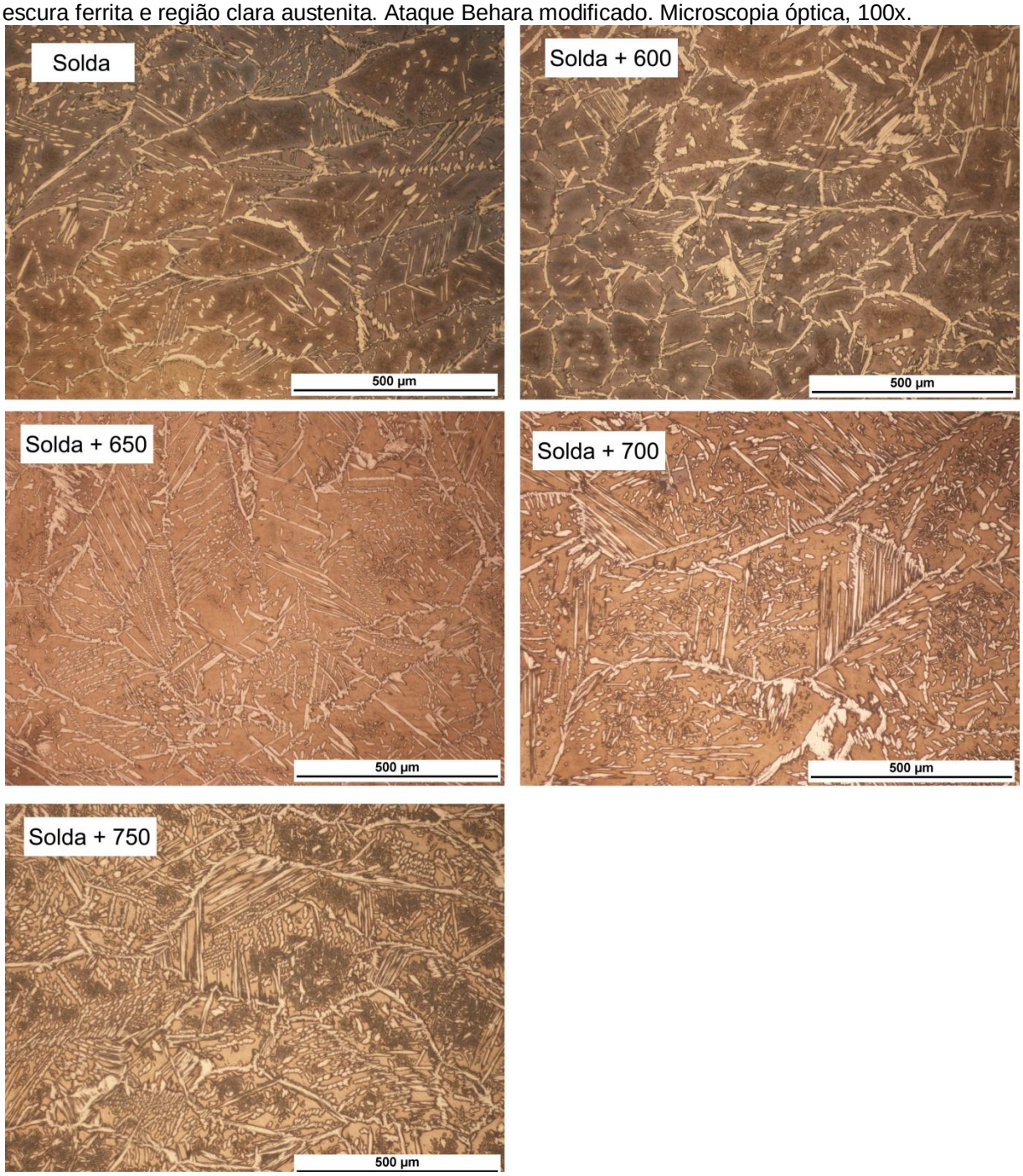
A Figura 23 apresenta a microscopia óptica do metal base (MB) das amostras soldadas sem tratamento térmico (Solda) e com subsequentes tratamentos térmicos a 600 °C (Solda + 600), 650 °C (Solda + 650), 700 °C (Solda + 700) e 750 °C (Solda + 750). A microestrutura dos aços inoxidáveis duplex é bem definida, apresentando os grãos alongados na direção de laminação e intercalados entre ferrita e austenita. Os grãos mais escuros na Figura 23 correspondem a matriz ferrítica e os mais claros a fase austenítica. Não foi possível perceber alteração microestrutural nem a presença de fases deletérias com aumento da temperatura de tratamento térmico através das imagens de MO.

Figura 23 - Microscopia do metal base das condições estudadas do AID UNS S32304: região escura ferrita e região clara austenita. Ataque Behara modificado. Microscopia óptica, 1000x.

Fonte: [Autor].

A Figura 24 apresenta a zona fundida (ZF) das condições estudadas, e é possível observar a evolução das microestruturas com aumento da temperatura de tratamento térmico. A ZF difere do MB devido às altas taxas de resfriamento do processo de soldagem, que favorece o aparecimento das diferentes morfologias da austenita [13], destacadas posteriormente. Ainda é possível avaliar qualitativamente que o aumento da temperatura promoveu o aumento da austenita (fase mais clara), particularmente para a temperatura de 750 °C, o que condiz com o diagrama Fe-C.

Figura 24 - Microscopia da zona fundida das condições estudadas do AID UNS S32304: região escura ferrita e região clara austenita. Ataque Behara modificado. Microscopia óptica, 100x.

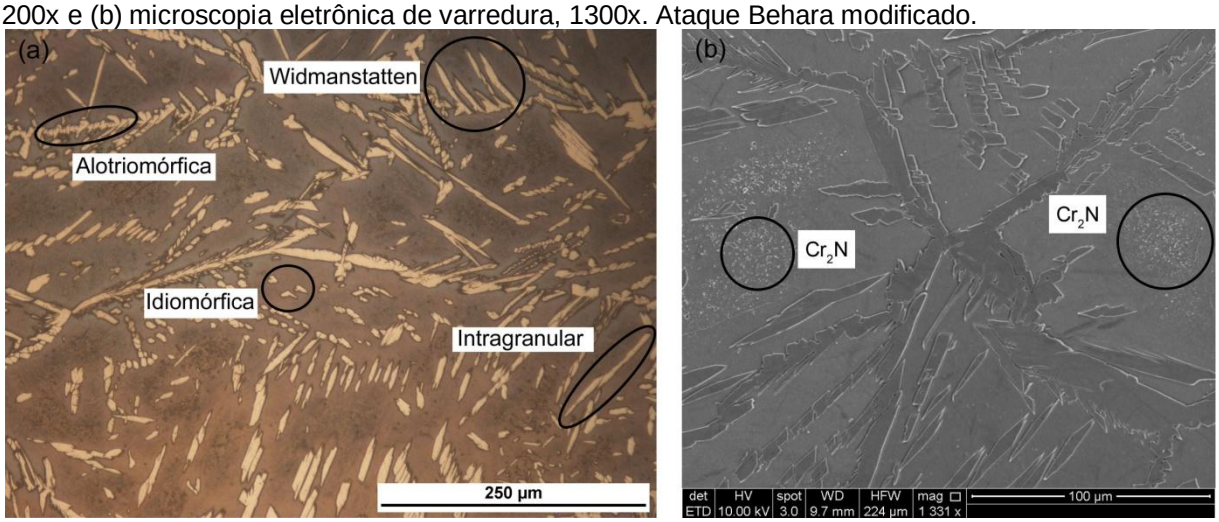


Fonte: [Autor].

A Figura 25(a), obtida através de microscopia ótica (MO), apresenta as diferentes morfologias da austenita encontradas na ZF da amostra soldada sem tratamento térmico, enquanto a Figura 25(b), obtida por MEV, destaca a presença de precipitados na matriz ferrítica. Esses precipitados são consequência do processo de soldagem autógena, onde o aumento da temperatura seguido de resfriamento relativamente rápido provoca: (a) uma elevada quantidade de ferrita; (b) modificação da quantidade de austenita formada, que se distancia do valor de equilíbrio, e (c)

modificação no conteúdo de nitrogênio, que não consegue chegar até a austenita, se precipitando na ferrita como nitreto de cromo (Cr_2N) [13,14,44].

Figura 25 – Zona fundida da amostra do AID UNS S32304 somente soldada: (a) Microscopia óptica, 200x e (b) microscopia eletrônica de varredura, 1300x. Ataque Behara modificado.

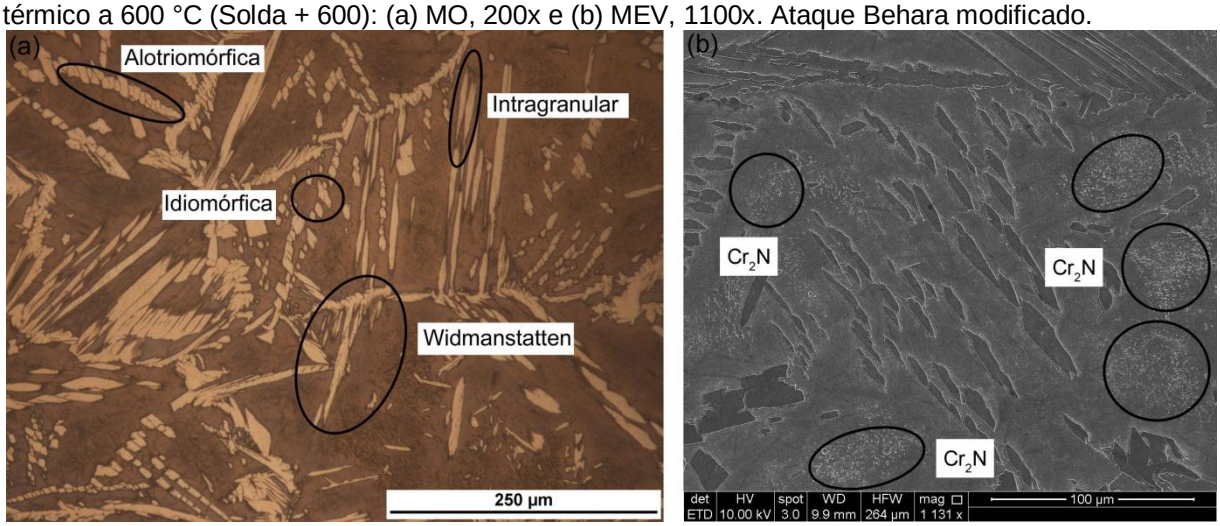


Fonte: [Autor].

Durante o resfriamento a partir do campo ferrítico, ocorre uma competição entre a formação da austenita e a precipitação do nitreto de cromo. Se a quantidade de austenita formada for próxima do valor de equilíbrio, praticamente todo o nitrogênio estará dissolvido nela, portanto, a quantidade de nitreto de cromo na ferrita é praticamente nula. No entanto, se a precipitação da austenita for retardada ou impedida, como por exemplo, com as altas taxas de resfriamento do processo de soldagem, a ferrita torna-se supersaturada em nitrogênio, precipitando como nitreto de cromo [Nilsson, Jonsson e Wilson *apud* [44]]. Por serem ricos em Cr, os nitretos podem provocar um empobrecimento desse elemento ao redor da sua região de precipitação, reduzindo a resistência à corrosão desses locais [13].

A Figura 26(a), obtida através de MO, apresenta as diferentes morfologias da austenita encontradas na ZF da amostra soldada com subsequente tratamento térmico a 600 °C (Solda + 600), e a Figura 26(b), obtida por MEV, destaca a precipitação de colônias de Cr_2N, que foram favorecidas com a temperatura de tratamento térmico, quando comparada a condição soldada sem tratamento térmico.

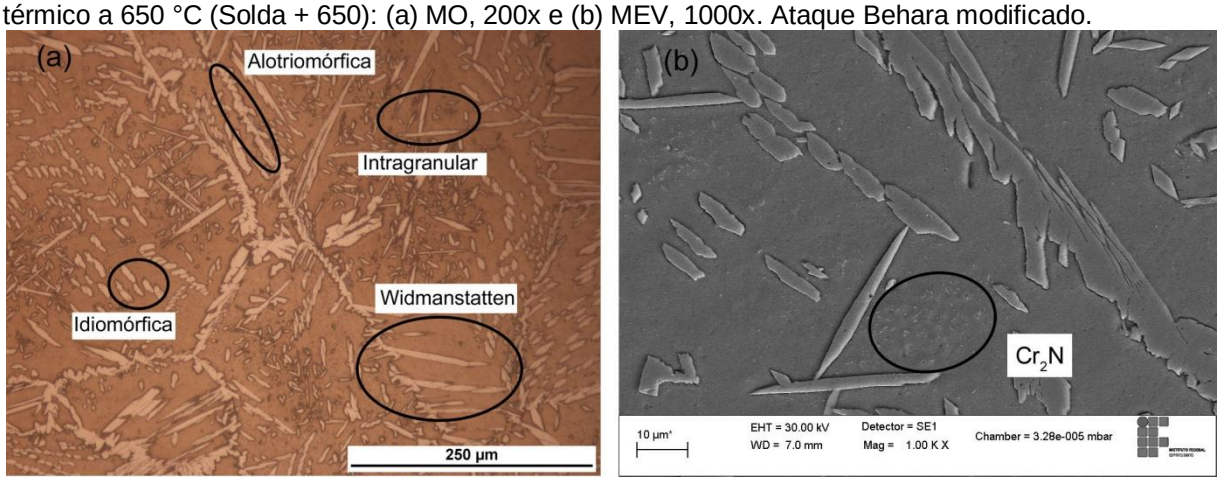
Figura 26 – Zona fundida da amostra do AID UNS S32304 soldada com subsequente tratamento térmico a 600 °C (Solda + 600): (a) MO, 200x e (b) MEV, 1100x. Ataque Behara modificado.



Fonte: [Autor].

A Figura 27 apresenta as mesmas condições citadas anteriormente agora para a amostra soldada com subsequente tratamento térmico a 650 °C (Solda + 650). Apesar do pequeno aumento de temperatura em relação à condição anterior (Solda + 600), como a precipitação de Cr_2N para esta condição se mostrou reduzida, os precipitados podem ter começado a se dissolver.

Figura 27 – Zona fundida da amostra do AID UNS S32304 soldada com subsequente tratamento térmico a 650 °C (Solda + 650): (a) MO, 200x e (b) MEV, 1000x. Ataque Behara modificado.

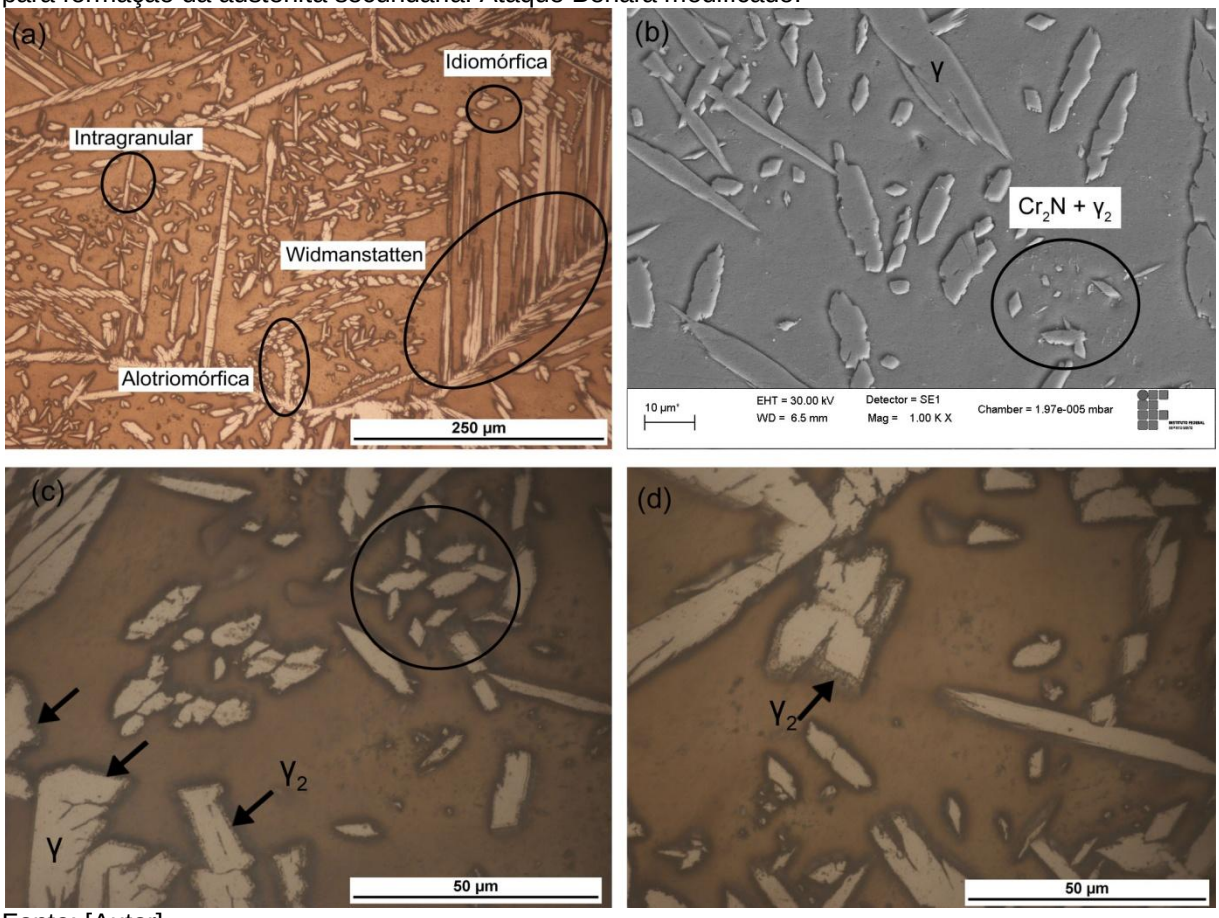


Fonte: [Autor].

Para as amostras soldadas com subsequente tratamento térmico a 700 °C (Solda + 700) e 750 °C (Solda + 750), além das morfologias da austenita (Figura 28(a) e Figura 29 (a)) observadas nas condições anteriores, foi possível comprovar através do MEV que as colônias de Cr_2N diminuíram em relação às condições anteriores (Figura 28(b) e Figura 29 (b)). Isto pode ser justificado pelo aumento na formação γ_2, que ocorreu por dois mecanismos diferentes: a partir dos Cr_2N (Figura 28 (c) e Figura 29 (d)) e formadas a partir de austenitas pré-existentes, (Figura 29 (c)). Os

dois tipos de austenita foram possíveis de ser identificadas devido à coloração diferente que apresentam após o ataque químico, e devido à formação de um degrau entre a austenita primária (γ) e a secundária (γ_2), conforme destacado na literatura [20]. Assim, foi possível identificar quando as austenita intragranulares eram primárias ou secundárias, conforme circulado na Figura 28 (c) para a amostra tratada a 700 °C e Figura 29 (d) para 750 °C.

Figura 28 – Zona fundida da amostra do AID UNS S32304 soldada com subsequente tratamento térmico a 700 °C (Solda + 700): (a) MO, 200x, (b) MEV, 1000x e (c) e (d) MO, 1000x com destaque para formação da austenita secundária. Ataque Behara modificado.

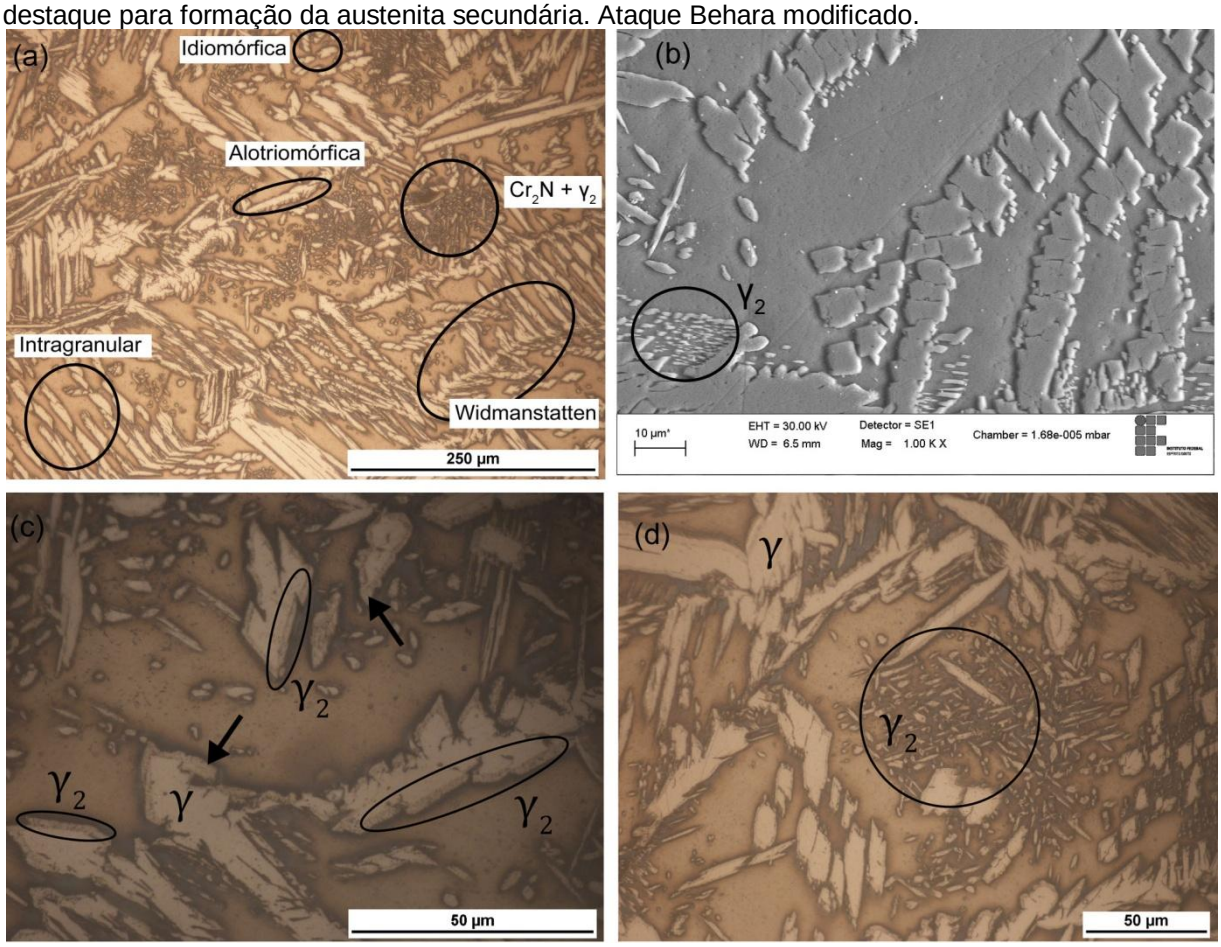


Fonte: [Autor].

O mecanismo de formação da γ_2 a partir da precipitação de Cr_2N é explicado na literatura [14]. Os autores propõem um mecanismo de precipitação cooperativa entre Cr_2N e γ_2 nas interfaces α/γ, conforme mostra a Figura 30. De acordo com esse mecanismo, durante a exposição a altas temperaturas tem-se a precipitação de Cr_2N na interface α/γ, que cresce para dentro da ferrita empobrecendo a vizinhança em Cr, Mo e V (elementos estabilizadores da ferrita). Devido à difusividade do N, o seu suprimento para formação desses precipitados tem origem na formação da ferrita. Assim a ferrita ao redor dos nitretos fica empobrecida em elementos ferritizantes e

enriquecida em elementos austenitizantes. Com o suprimento do N, elemento fortemente estabilizador da austenita, tem-se as condições favoráveis para o crescimento da austenita, na forma de austenita secundária (γ_2). Após algum tempo os Cr_2N deixam de crescer e a γ_2 continua crescer sozinha [14].

Figura 29 – Zona fundida da amostra do AID UNS S32304 soldada com subsequente tratamento térmico a 750 °C (Solda + 750): (a) MO, 200x, (b) MEV, 1000x, (c) MO, 1000x e (d) MO, 500x com destaque para formação da austenita secundária. Ataque Behara modificado.

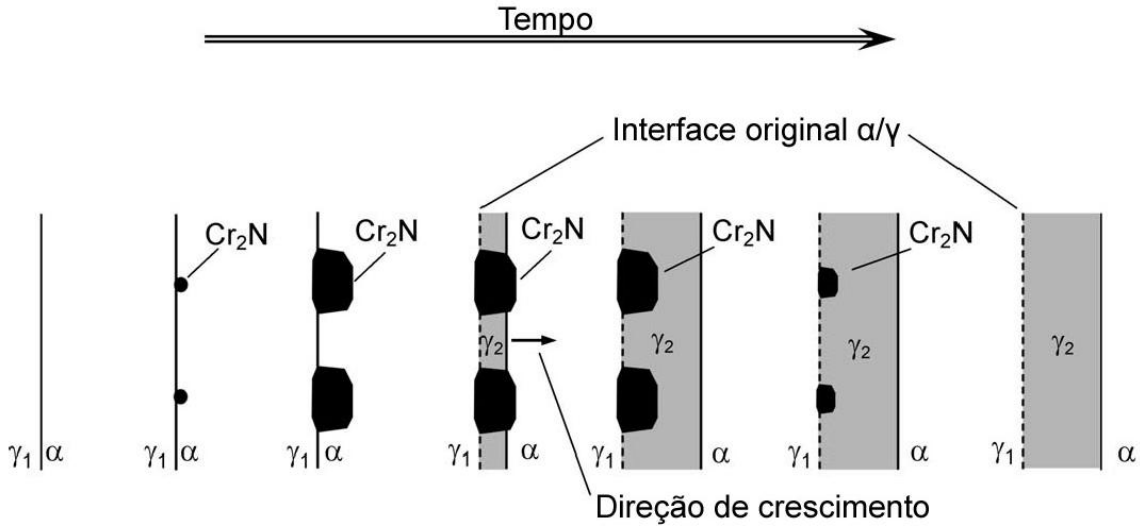


Fonte: [Autor].

Contudo, nem todos os nitretos darão origem a partículas de γ_2, muitos deles dissolverão antes que isso aconteça, e essa dissolução garante o suprimento de N que será empregado na precipitação da γ_2 intragranular conforme destacado nas Figura 28 (c) e Figura 29 (d).

Na literatura [45] foi confirmado que a γ_2 tem uma concentração significativamente menor de Cr, Mo e N em comparação com a austenita primária. Sendo assim, a presença da γ_2 por si só pode ser responsável por reduzir a resistência à corrosão por pite do AID, conforme explicado no item 3.1.1. Adiciona-se aqui que, quando o Cr_2N se precipita cooperativamente, o efeito deletério é ainda maior [6,9,12,45].

Figura 30 - Representação esquemática do mecanismo de precipitação cooperativa de nitretos e austenita secundária na interface ferrita/austenita.



Fonte: Adaptado de [14].

Apesar dos precipitados (γ_2 e Cr_2N) terem sido revelados através da MO e MEV, a análise realizada através do EDS (MEV) não mostrou variações percentuais significativas na composição química de nenhuma condição estudada. Os valores médios encontrados para cada fase estão expostos na Tabela 6.

Tabela 6 - Percentual médio da composição química por fase em cada condição estudada, obtido por EDS.

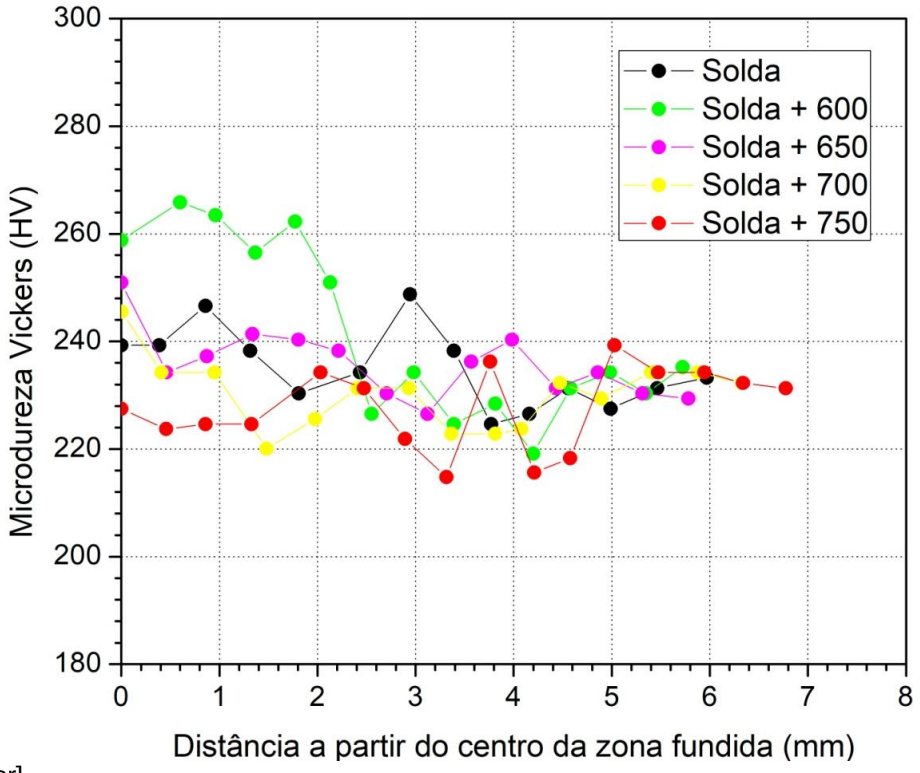
Condição	Fase	% Fe	% Cr	% Ni	% Mn	% Si	% Cu
Solda	Austenita	70,3 (1)	23,1 (1)	3,9 (1)	1,6 (1)	0,5 (1)	0,6 (1)
	Ferrita	70,2 (3)	23,3 (1)	3,9 (1)	1,4 (1)	0,5 (1)	0,6 (1)
Solda + 600	Austenita	70,6 (2)	23,2 (2)	3,8 (1)	1,5 (2)	0,4 (1)	0,4 (1)
	Ferrita	70,1 (3)	23,4 (2)	3,8 (3)	1,6 (1)	0,4 (1)	0,7 (1)
Solda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

Fonte: [Autor].

5.1.4 Microdureza Vickers

A medida de microdureza fornece uma visão qualitativa das mudanças microestruturais que ocorrem no material [46]. A Figura 31 apresenta o perfil de microdureza Vickers medido a partir do centro do cordão de solda (ZF) em direção ao MB para todas as condições estudadas. O aumento da dureza com a proximidade à ZF do material em relação ao material de base ocorre devido aos seguintes fatores: (a) tensões induzidas pelo aquecimento; (b) compressão da região durante o resfriamento no processo de soldagem [12] e (c) devido à presença do nitrogênio, que aumenta a dureza em ambas as fases [46].

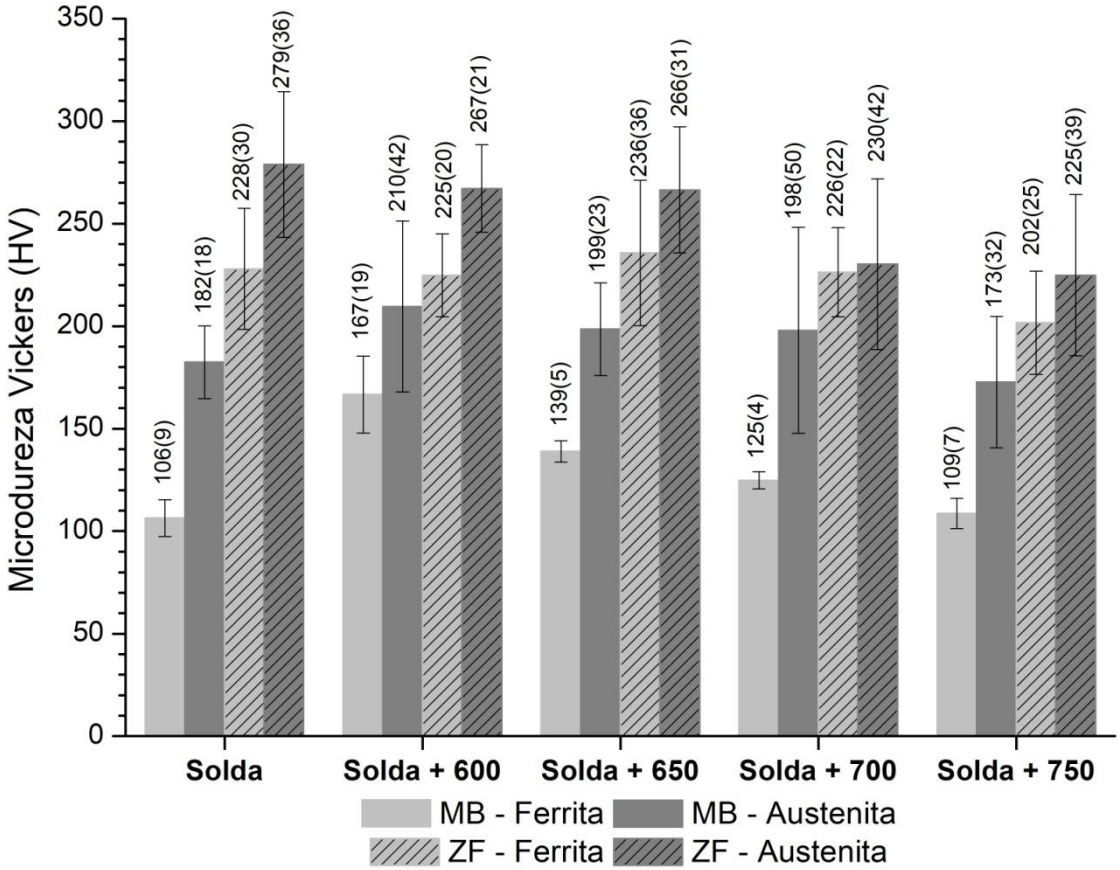
Figura 31 - Perfil de microdureza Vickers para as diferentes condições estudadas do AID UNS S32304. Carga de 1006 gf.



Fonte: [Autor].

Também foram realizadas medidas de microdureza por fase, ferrítica e austenítica (Figura 32), para que pudessem ser observadas as mudanças microestruturais individuais com o aumento da temperatura. Foram feitas 10 medidas em cada fase, sendo que nessas medidas foi utilizado o critério de Chauvenet, que utiliza a razão entre o desvio individual e desvio padrão para eliminar valores duvidosos. Os valores expostos representam a dureza média para cada fase em cada região, sendo que a barra de erros é o desvio padrão.

Figura 32 - Microdureza Vickers por fase para as diferentes condições estudadas do AID UNS S32304 no metal base (1 gf) e na zona fundida (2 gf).



Fonte: [Autor].

O aumento da dureza observado na Figura 31 na ZF em relação ao MB também ocorreu na análise individual de cada fase em todas as condições (Figura 32).

Apesar das grandes barras de erros encontradas em algumas condições, de modo geral a fase austenítica apresenta maior dureza do que a ferrítica, o que segundo a literatura [12,46] é justificado pela presença do nitrogênio, já que essa fase pode dissolver cerca de cinco vezes mais nitrogênio do que a ferrita, como consequência de seu arranjo cristalino e parâmetros de rede.

Devido o baixo teor de nitrogênio na ferrita, como pode ser observado na Figura 6, dois mecanismos são responsáveis pelo endurecimento da fase ferrita na ZF: o endurecimento por solução sólida substitucional e o endurecimento devido à presença de precipitados de Cr_2N [46]. Essa descrição está de acordo com a Figura 32, já que foi comprovada a grande incidência de Cr_2N especialmente na amostra soldada com subsequente tratamento térmico a 600 °C (Figura 26), condição que apresentou maior dureza para fase ferrítica. O aumento da dureza na ferrita do MB

das amostras soldadas e tratadas a 600 e 650 °C pode indicar a presença de segundas fases, apesar de não ter sido observado na análise por MO e MEV.

5.1.5 Processamento e análise de imagens

A partir das imagens obtidas por MO e MEV, foi realizada a quantificação do teor das fases ferrítica e austenítica no MB e ZF de todas as condições estudadas, para garantir maior precisão da análise. A Tabela 7 mostra a quantificação percentual média e o erro obtido através dos softwares FIJI (ImageJ) e SVRNA.

Tabela 7 - Quantificação percentual das fases ferrítica e austenítica do AID UNS S32304 no metal base e zona fundida das condições estudadas obtidas no FIJI (ImageJ) e SVRNA.

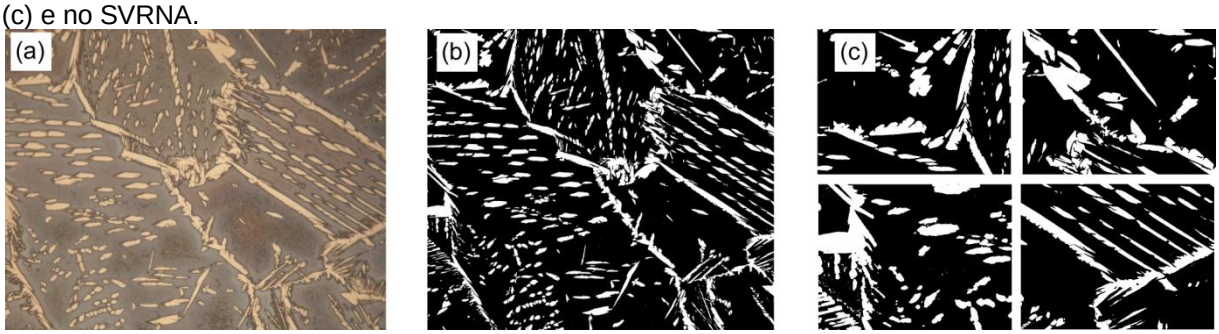
Condição	Região	FIJI (ImageJ)		SVRNA		Incerteza média entre os softwares (%)
		(%) Ferrita	(%) Austenita	(%) Ferrita	(%) Austenita	
Solda	**MB**	55,8 ± 5,3	44,2 ± 5,3	60,0 ± 6,6	40,0 ± 6,6	8,34
	ZF	83,9 ± 1,1	16,1 ± 1,1	82,4 ± 4,5	17,6 ± 4,5	4,91
Solda + 600	**MB**	53,1 ± 2,0	46,9 ± 2,0	58,3 ± 8,7	41,7 ± 8,7	9,94
	ZF	78,2 ± 3,9	21,8 ± 3,9	75,6 ± 4,3	24,4 ± 4,3	7,01
Solda + 650	**MB**	51,4 ± 4,4	48,6 ± 4,4	57,3 ± 5,5	42,7 ± 5,5	11,28
	ZF	78,1 ± 1,2	21,9 ± 1,2	79,4 ± 0,9	20,6 ± 0,9	3,91
Solda + 700	**MB**	44,6 ± 2,3	55,4 ± 2,3	52,3 ± 7,1	47,7 ± 7,1	14,28
	ZF	76,9 ± 2,3	23,1 ± 2,3	77,0 ± 4,2	23,0 ± 4,2	0,27
Solda + 750	**MB**	43,2 ± 2,0	56,8 ± 2,0	52,1 ± 2,6	47,9 ± 2,6	16,33
	ZF	66,8 ± 2,7	33,2 ± 2,7	76,8 ± 2,8	23,2 ± 2,8	21,51

Fonte: [Autor].

A diferença encontrada nas medidas está relacionada à capacidade de análise e processamento de cada programa. A seleção inicial do objeto de interesse para quantificação em cada um dos programas é diferente e tem efeito direto no resultado final. A ferramenta de seleção do objeto de interesse do ImageJ possui menor tamanho quando comparada a ferramenta de seleção do SVRNA, possibilitando a seleção de regiões menores e mais específicas, em contrapartida as imagens analisadas pelo SVRNA são menores, tornando a análise mais discretizada. Contudo, ambos os programas se baseiam na binarização de imagem para quantificação.

A maior dificuldade para melhorar a precisão foi encontrada na etapa de preparação. O ataque químico não diferenciou de forma eficiente os microconstituintes, gerando dificuldade em ambos os programas para distinguir as fases, devido o baixo contraste obtido em algumas imagens. Para ilustrar o comportamento encontrado, a Figura 33 mostra uma imagem, com bom contraste, que apresentou um bom resultado de diferenciação e quantificação das duas fases nos dois programas. De forma antagônica a Figura 34 mostra uma imagem que, além do baixo contraste, possui partículas muito pequenas. A Figura 34 (b) e (c) exemplifica que o resultado da binarização para este tipo de imagem não foi boa para os dois programas utilizados, especialmente no SVRNA. Isso justifica a diferença encontrada na quantificação de fases, particularmente para as amostras com tratamentos térmicos a 700 e 750 °C, que apresentaram uma maior quantidade de grãos pequenos.

Figura 33 - (a) Imagem original obtida por MO da amostra soldada. (b) Binarização realizada no FIJI (c) e no SVRNA.



Fonte: [Autor].

Figura 34 – (a) Imagem original obtida por MO da amostra soldada com subsequente tratamento térmico a 750 °C. (b) Binarização realizada no FIJI (c) e no SVRNA.

Fonte: [Autor].

A maior diferença encontrada na quantificação de fases foi para amostra soldada com tratamento térmico a 750 °C (Solda + 750), o que pode ser justificado pela grande quantidade de γ_2, já que esta fase deve ser quantificada junto com a austenita primária, entretanto, devido às dificuldades explícitas no parágrafo anterior, e justificado na Figura 34, referente a revelação dos microconstituintes, essa fase foi revelada com a tonalidade bem próxima da fase ferrítica, o que dificultou para o

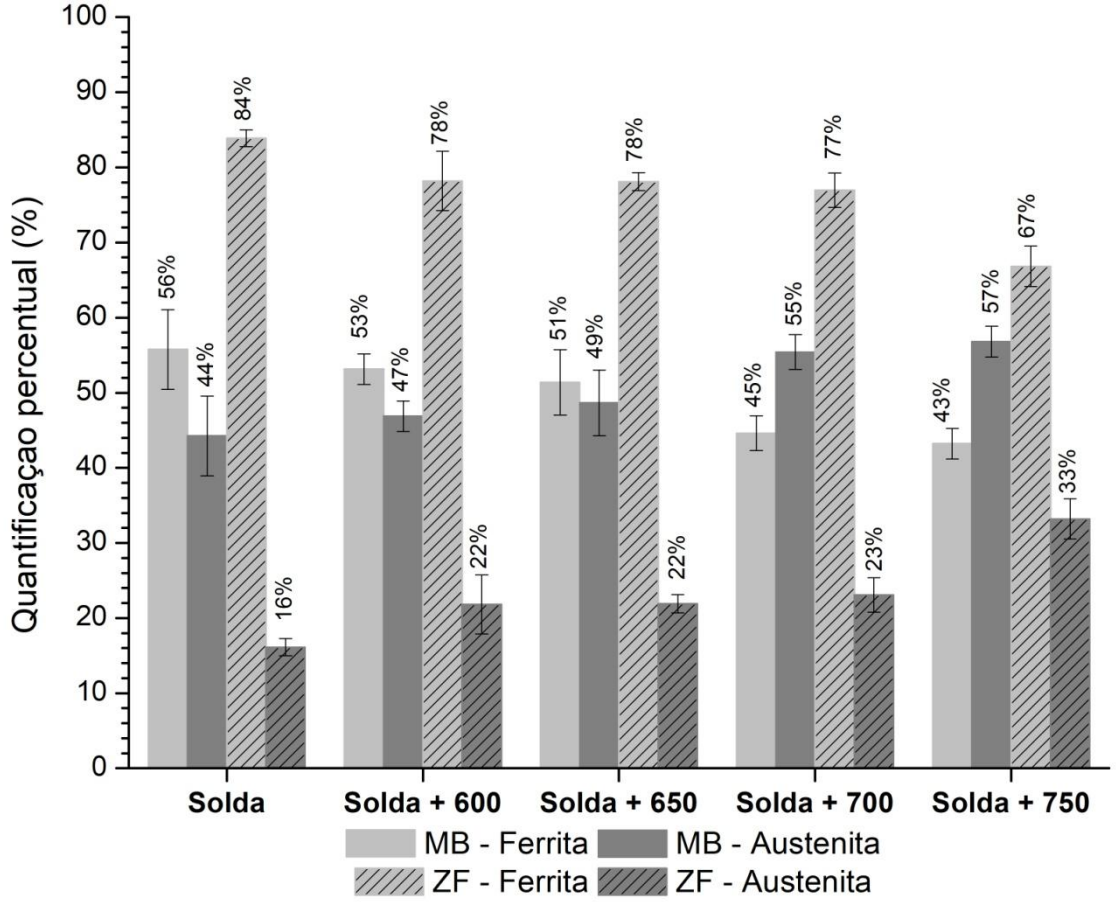
programa SVRNA o seu reconhecimento. No FIJI esse problema não foi tão evidente, devido a maior facilidade de selecionar áreas menores, proporcionada por este software.

A maior limitação encontrada no SVRNA foi referente às partículas muito pequenas ou quando o contraste não foi suficiente para diferenciar as microestruturas, não sendo possível selecionar e relacioná-las a uma das classes analisadas, ficando a "critério" do programa classificá-las em alguma das duas fases. Contudo, para as imagens com partículas maiores e melhor contraste, a binarização do programa foi eficiente. Por outro lado, a análise realizada com o FIJI revelou melhor os constituintes, mas requereu um longo tempo de processamento da imagem onde havia partículas muito pequenas ou quando o contraste não era suficiente, devido à necessidade de uma grande quantidade de marcações.

Com relação à variação entre os valores encontrados para os dois softwares utilizados, o ideal seria uma quantificação mais precisa das fases, como por exemplo, por raios X ou EBSD para ter certeza de quais valores encontrados estão mais corretos. Contudo, para o MB, os dois programas apresentaram valores consistentes com a literatura e condiz com as micrografias analisadas. Já para a ZF os valores encontrados nos dois programas foram próximos e também estão de acordo com a análise qualitativa feita pelas imagens de MO para todas as amostras, com exceção da amostra soldada com tratamento térmico de 750 °C, onde ficou evidente o aumento da fase austenítica pelas imagens, e como essa condição apresentou uma grande quantidade de austenita secundária, que foi difícil de evidenciá-las no SVRNA, o valor encontrado no FIJI se mostra mais confiável.

Como o FIJI se mostrou mais eficaz, a Figura 35 mostra a variação percentual de forma gráfica por fase, em cada região, para melhor comparação da evolução percentual com aumento da temperatura de tratamento térmico nas amostras soldadas.

Figura 35 - Quantificação percentual das fases em cada condição estudada do AID UNS S32304, através do FIJI (ImageJ).



Fonte: [Autor].

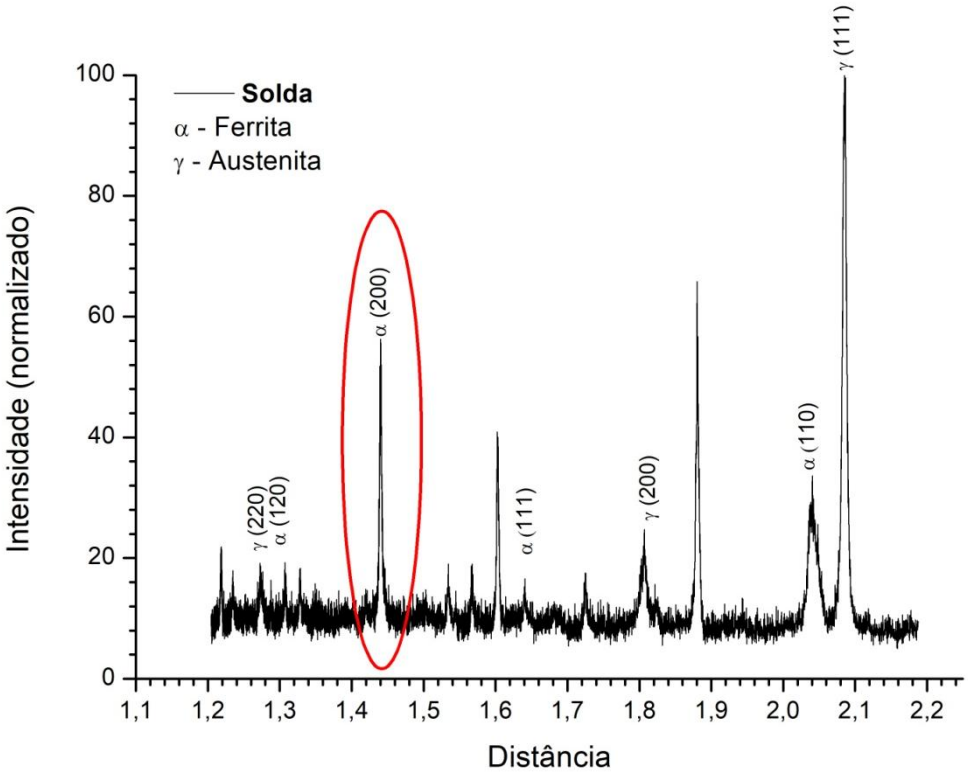
Foi confirmado que com o aumento da temperatura de tratamento térmico ocorre o aumento da fração percentual da fase austenítica no MB e na ZF, e esse aumento fica ainda mais evidente para o tratamento térmico de 750 °C. O que está coerente à avaliação qualitativa feita a partir das imagens de MO (Figura 24).

A variação aceitável no equilíbrio de fases para uma solda em um AID é maior que a do metal base. Se a tenacidade e a resistência à corrosão forem aceitáveis, uma faixa de 25 a 75% de ferrita pode oferecer as propriedades desejadas [8]. Entre as amostras analisadas apenas a tratada a 750 °C atende esta condição, entretanto, o equilíbrio de fases pode ser conseguido mediante o controle da taxa de resfriamento durante o processo de soldagem, que normalmente é elevada o suficiente para impedir a formação da austenita, assim como confirmado nos estudos de [34] e [47], que comprovaram que a diminuição na taxa de resfriamento no processo de soldagem aumenta o teor de austenita de forma significativa em um AID.

5.1.6 Identificação das fases por difração de raios X

Foram realizadas medidas de difração de raios X com alta definição, no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), nas amostras soldadas. A Figura 36 exibe um padrão de difração característico da amostra soldada sem tratamento térmico (Solda) na direção perpendicular à laminação. Os picos não identificados correspondem ao Y_2O_3 utilizado como calibre interno.

Figura 36 - Difratograma da amostra soldada sem tratamento térmico. Direção perpendicular à laminação. Radiação Síncrotron λ = 0,203497 nm.

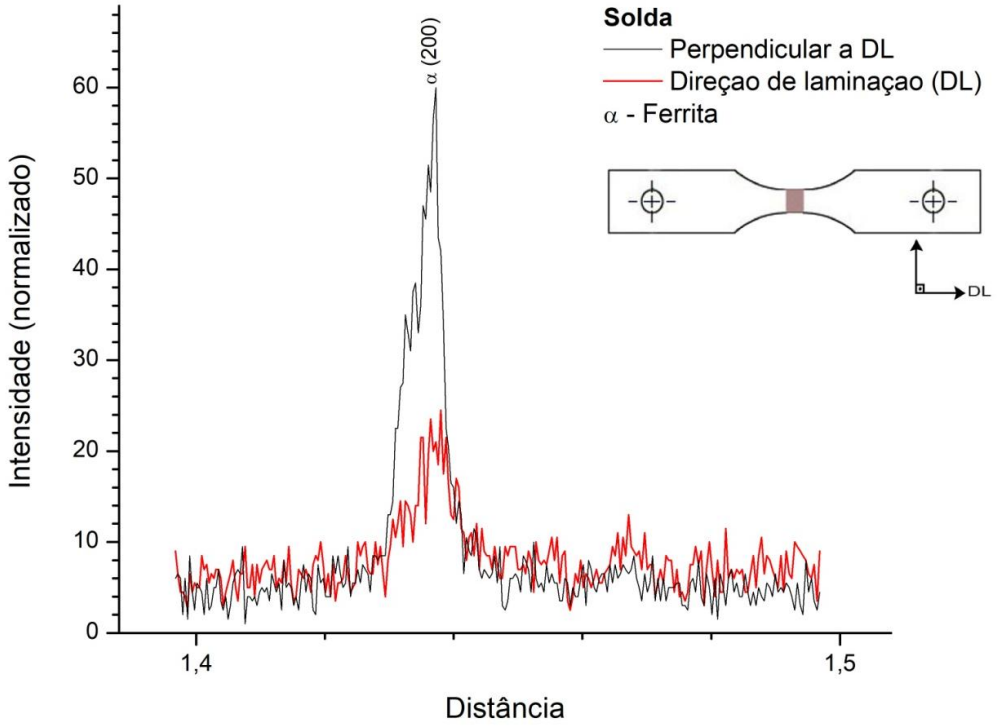


Fonte: [Autor].

Com objetivo de verificar a aleatoriedade dos grãos na zona fundida, também foram realizadas medidas paralelas à direção de laminação (DL).

A Figura 36 destaca um pico de difração que foi avaliado nas duas direções medidas por DRX, a saber: paralela a DL e perpendicular a DL. O resultado destas medidas comparativas se encontra na Figura 37, que destaca a variação que ocorreu para o pico da ferrita associado ao plano (200).

Figura 37 - Difratograma na direção de laminação e perpendicular a DL da amostra soldada sem tratamento térmico indicando a mudança na intensidade do pico associado ao plano (200) da ferrita.



Fonte: [Autor].

A mudança de intensidade do pico associado ao plano (200) da ferrita, destacado na Figura 37, revela que a difração de raios X, apesar de ter sido realizada em alta resolução, não apresenta a precisão necessária (menor que 5%) para quantificar as fases ferrítica e austenítica presentes na região de solda.

A variação de intensidade em função da DL ou perpendicular a DL foi verificada em outros picos da ferrita e da austenita para todas as amostras soldadas deste trabalho. A Tabela 8 exemplifica quais os picos apresentaram as maiores variações na intensidade (maior que 20%) na amostra soldada sem tratamento térmico.

Tabela 8 - Picos que apresentaram variação de intensidade com a mudança de posicionamento nas medidas de DRX com luz síncrotron na amostra soldada.

Fase	Plano	Distância
Austenita	111	2,08
Austenita	200	1,8
Ferrita	200	1,43
Ferrita	211	1,167
Ferrita	220	1,01
Ferrita	310	0,9095

Fonte: [Autor].

A variação da intensidade dos picos de difração com o posicionamento de ensaio da amostra é um indicativo inequívoco da não aleatoriedade perfeita dos grãos na amostra mensurada. Esta constatação diverge do que foi descrito na literatura [48], onde se afirma que não existe orientação preferencial dos grãos na região de solda. Medidas de textura se fazem necessária para verificar o grau de não aleatoriedade dos grãos.

As medidas obtidas por difração de raios X se mostraram inadequadas para quantificação das fases ferrítica e austenítica presentes na região de solda, tendo em vista o efeito de textura descrito no parágrafo anterior.

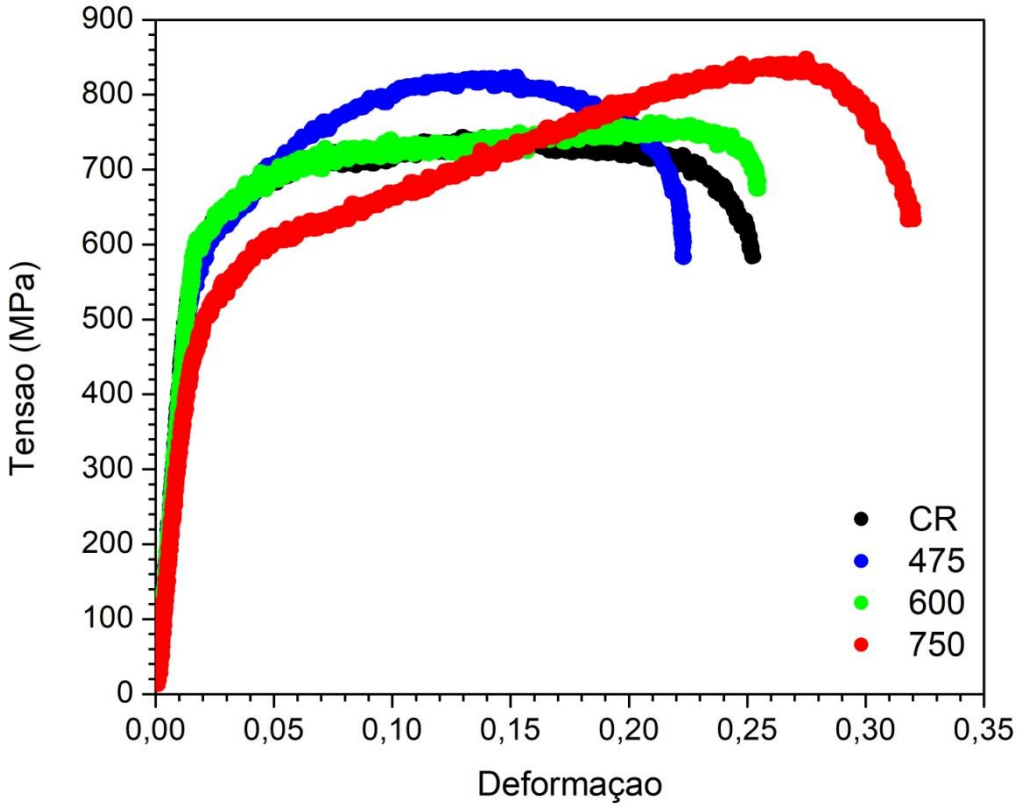
5.2 ENSAIO MECÂNICO

As amostras ensaiadas foram divididas em dois grupos, como citado no item 4.2.5: amostras ensaiadas na Gleeble® 3800 (P1), que inclui as amostras na condição como recebida e tratada termicamente, e o grupo das amostras ensaiadas na Gleeble® 3500 (P2), que inclui as amostras na condição soldada com subsequente tratamento térmico.

5.2.1 Amostras tratadas termicamente

O simulador termomecânico fornece os valores de tensão e deformação de engenharia. A partir destes, foi possível plotar as curvas tensão versus deformação de engenharia, para cada condição analisada. A Figura 38 mostra as curvas das amostras nas condições: como recebida (CR), tratadas termicamente a 475 °C (475), 600 °C (600) e 750 °C (750). Essas condições foram submetidas ao ensaio de tração apenas para complementar os resultados encontrados por Machado [41] e para servir de premissa no estudo das chapas soldadas, que é o foco deste trabalho. Como a caracterização microestrutural para estas condições foi realizada em estudo prévio [41], não foi repetida neste trabalho.

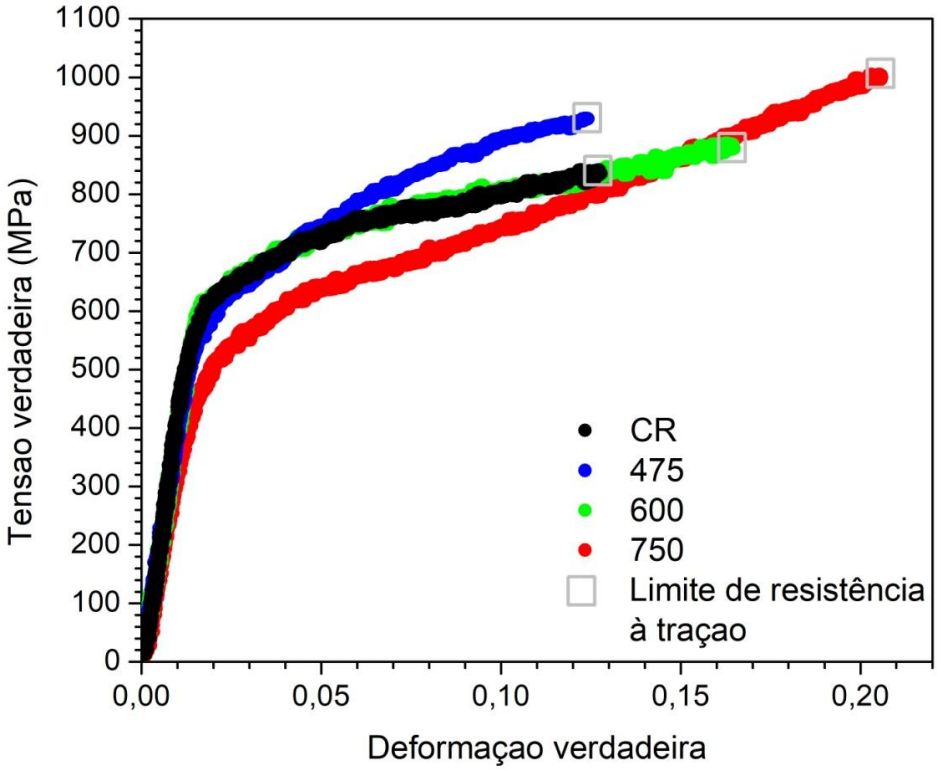
Figura 38 - Curvas tensão-deformação de engenharia das amostras do AID UNS S32304 nas condições como recebida, tratadas termicamente por 8h a 475, 600 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar, obtidas no simulador Gleeble® 3800.



Fonte: [Autor].

A curva tensão-deformação de engenharia não dá uma indicação verdadeira das características de deformação do metal porque ela é inteiramente baseada nas dimensões originais do corpo de prova, e essas dimensões mudam continuamente durante a deformação [24]. Sendo assim, a partir das curvas de engenharia foram encontradas as tensões de escoamento convencional (a partir de uma reta paralela à porção elástica na deformação de 0,2%) e o limite de resistência à tração para cada condição analisada, e através das Equações (1) e (2), foi possível obter as curvas tensão verdadeira versus deformação verdadeira (Figura 39).

Figura 39 - Curvas tensão verdadeira - deformação verdadeira das amostras do AID UNS S32304 nas condições como recebida, tratadas termicamente por 8h a 475, 600 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar.

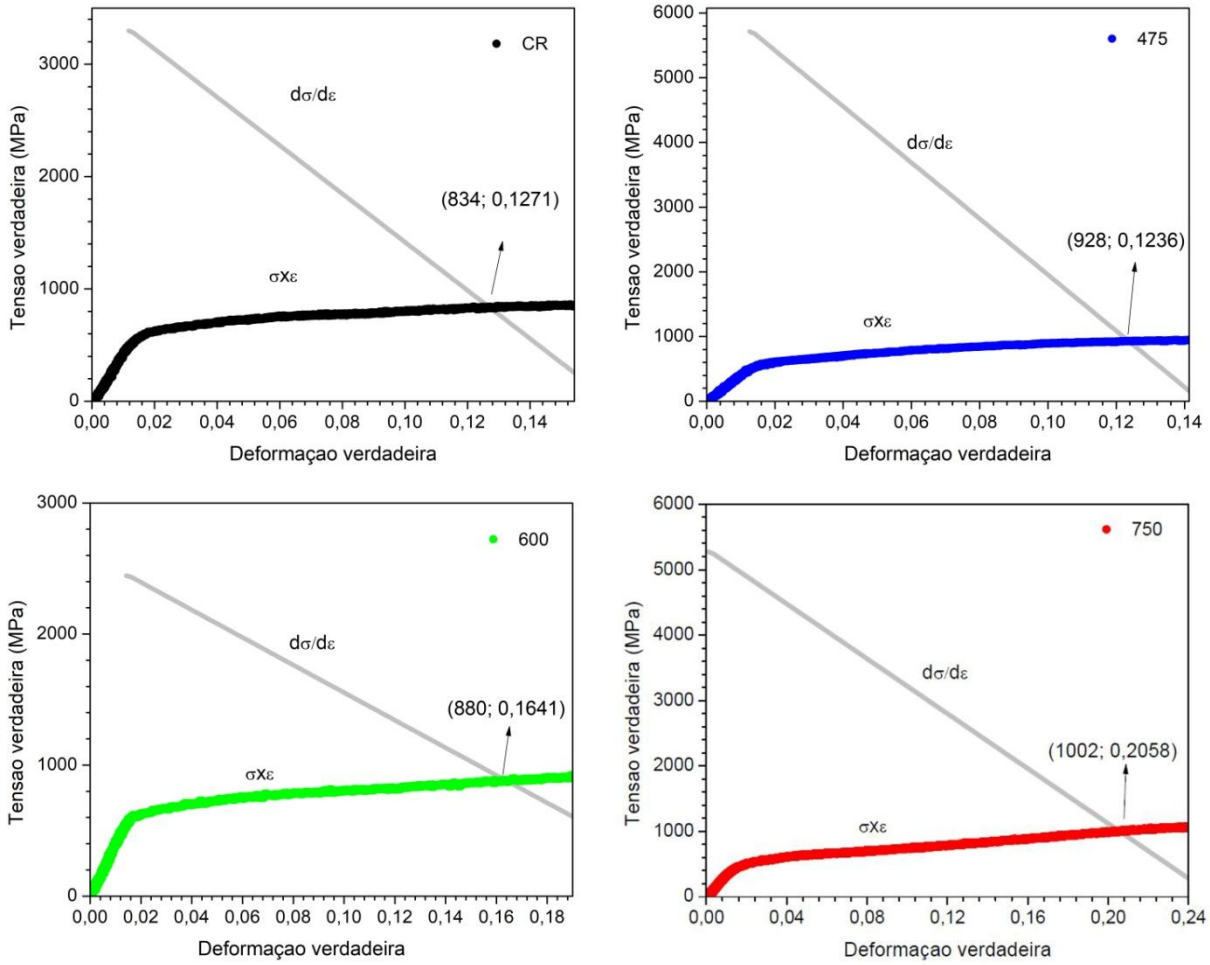


Fonte: [Autor].

A partir do gráfico de tensão verdadeira – deformação verdadeira (Figura 39) foi utilizado o Critério de Considére, como explicado no item 3.1.2, para encontrar o valor do limite de resistência à tração verdadeira. A Figura 40 destaca o ponto correspondente ao limite de resistência à tração verdadeira e a deformação uniforme (alongamento) obtidos através do Critério de Consideré.

E a partir das Figura 39 e Figura 40 foi possível obter a evolução das principais propriedades mecânicas (limite de resistência à tração, tensão de escoamento e alongamento), expostos graficamente na Figura 41.

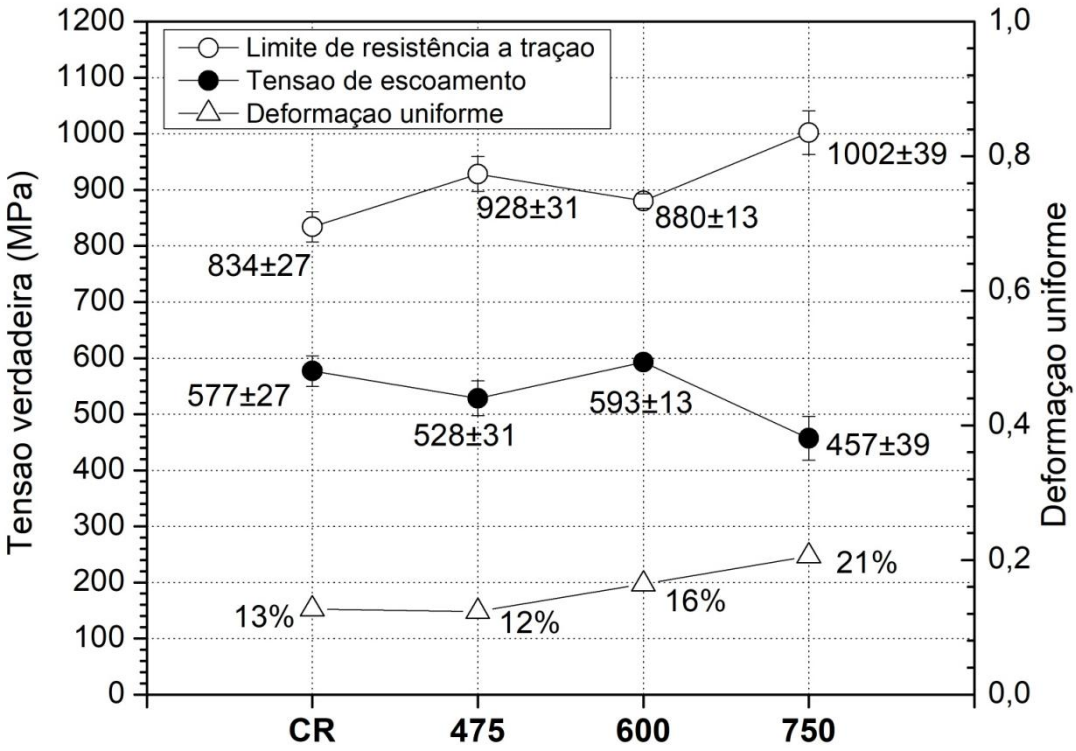
Figura 40 - Gráficos de σ x Ɛ e (dσ/dƐ) x Ɛ segundo o critério de Consideré, com destaque para os valores do limite de resistência à tração e deformação uniforme, entre parênteses, das amostras do AID UNS S32304 nas condições como recebida, tratadas termicamente por 8h a 475, 600 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar.



Fonte: [Autor].

A amostra tratada a 475 °C apresentou o menor alongamento, em relação às demais condições, e um pequeno aumento na resistência mecânica em relação à amostra CR. Esse comportamento pode estar relacionado à precipitação de fases deletérias, especialmente a fase conhecida como alfa linha (α'), que é a principal causa do endurecimento, fragilização e perda de tenacidade dos AIDs nesta temperatura, sendo conhecida como temperatura de fragilização [12,14]. A presença desta fase justifica o aumento da resistência mecânica e a redução da ductilidade. Além disso, esta fase também provoca a diminuição da resistência à corrosão do material [8,12,14]. As outras fases precipitadas podem ser a austenita secundária (γ_2) e nitreto de cromo (Cr_2N), que foram observadas por [6,7,20,41].

Figura 41 - Correlação das propriedades mecânicas obtidas após ensaio de tração em função dos tratamentos térmicos para as amostras do AID UNS S32304 nas condições como recebida, tratadas termicamente por 8h a 475, 600 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar.



Fonte: [Autor].

O tratamento térmico a 600 °C manteve a característica da curva tensão-deformação e suas principais propriedades mecânicas bem próximas da amostra como recebida, o que é justificado tendo em vista a menor precipitação de fases deletérias nesta temperatura, conforme investigado por outros autores [6,8,9,15,49].

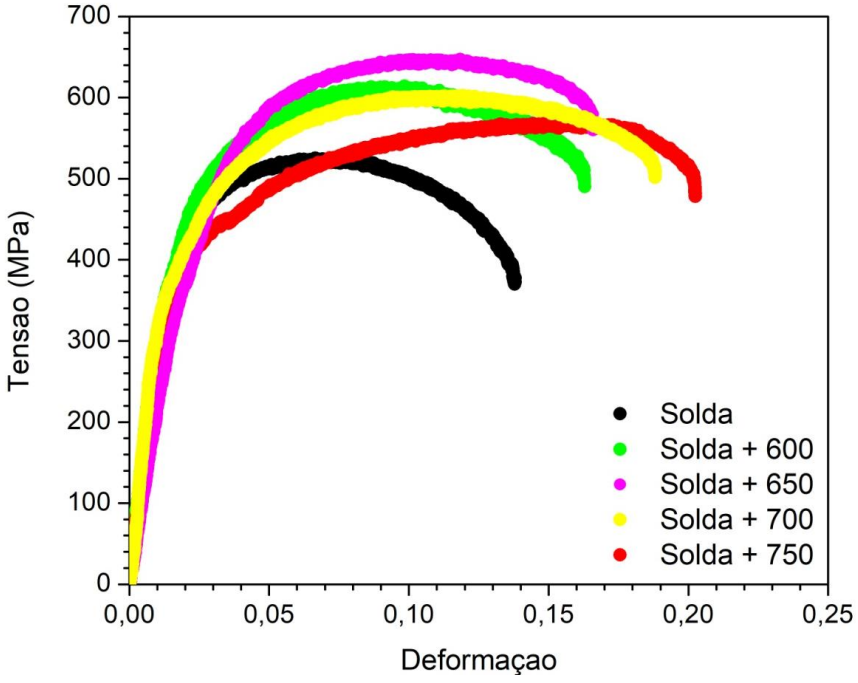
A temperatura de tratamento térmico de 750 °C, mostrou os melhores valores de limite de resistência à tração e alongamento em relação as demais condições, entretanto, de acordo com a literatura [9,12,20,41,49], essa temperatura favorece a precipitação de fases deletérias, como γ_2, Cr_2N e fase sigma (σ). Na literatura encontra-se o trabalho [41] que estudou a influência de diferentes condições de tratamento térmico no AID UNS S32304, constatando que o aumento da temperatura promoveu o alívio da tensão residual. Mais especificamente, é indicado que a temperatura de tratamento de 750 °C a produz a menor tensão residual total no material. Por outro lado, outro autor [50], estudou a influência de diferentes tratamentos térmicos na resistência à corrosão deste mesmo material, indicando que o tratamento térmico de 750 °C resultou na diminuição significativa da resistência à corrosão localizada, quando comparado ao tratamento de 600 °C.

Pode-se resumir que os ensaios mecânicos indicam o tratamento térmico de 600 °C como o que manteve as propriedades bem próximas da amostra na condição como recebida, o que é benéfico tendo em vista a manutenção das características do material original. Por outro lado, o tratamento térmico de 750 °C promoveu a melhora tanto do limite de resistência à tração como da ductilidade. Portanto, para a próxima análise das amostras soldadas destacaremos a análise e a evolução no comportamento do material entre essas duas temperaturas, comparado à amostra soldada sem tratamento térmico.

5.2.2 Amostras soldadas com subsequente tratamento térmico

Para as amostras soldadas foi utilizada a mesma metodologia explicada no item anterior, para as amostras sem solda. A partir do ensaio de tração foi possível obter as curvas tensão-deformação de engenharia das condições: soldadas sem tratamento térmico (Solda), com subsequente tratamento térmico a 600 °C (Solda + 600), 650 °C (Solda + 650), 700 °C (Solda + 700) e 750 °C (Solda + 750), conforme mostra a Figura 42.

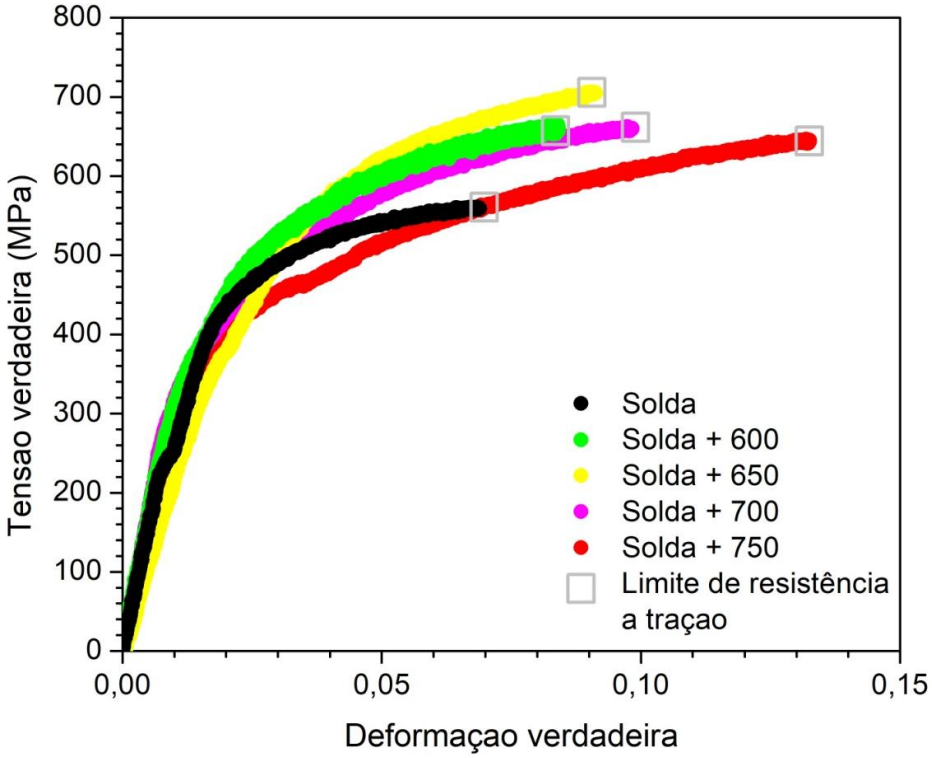
Figura 42 - Curvas tensão-deformação de engenharia das amostras do AID UNS S32304 nas condições soldada e soldada com subsequentes tratamentos térmicos por 8h a 600, 650, 700 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar, obtidas no simulador Gleeble® 3500.



Fonte: [Autor].

A partir da Figura 42 e das Equações (1) e (2), foi possível obter as curvas tensão verdadeira versus deformação verdadeira para todas as condições (Figura 43).

Figura 43 - Curvas tensão verdadeira - deformação verdadeira das amostras do AID UNS S32304 nas condições soldada e soldada com subsequentes tratamentos térmicos por 8h a 600, 650, 700 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar.

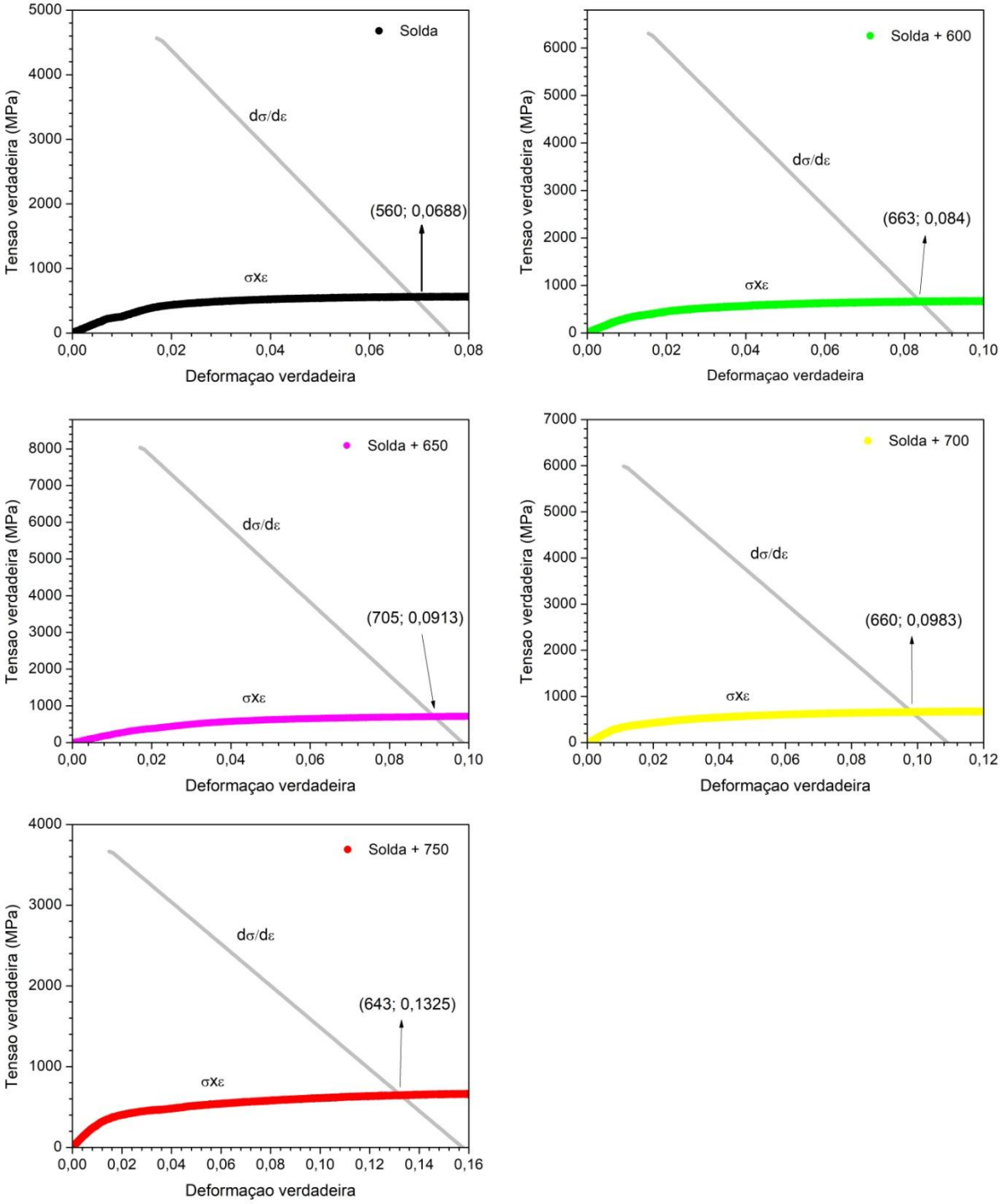


Fonte: [Autor].

Seguindo o mesmo procedimento utilizado anteriormente, a partir do gráfico de tensão verdadeira – deformação verdadeira (Figura 43) foram traçados os gráficos de σ x ε e ($d\sigma$ /$d\varepsilon$) x ε para encontrar os valores de limite de resistência à tração verdadeira e a deformação uniforme (alongamento) obtidos através do Critério de Consideré (Figura 44).

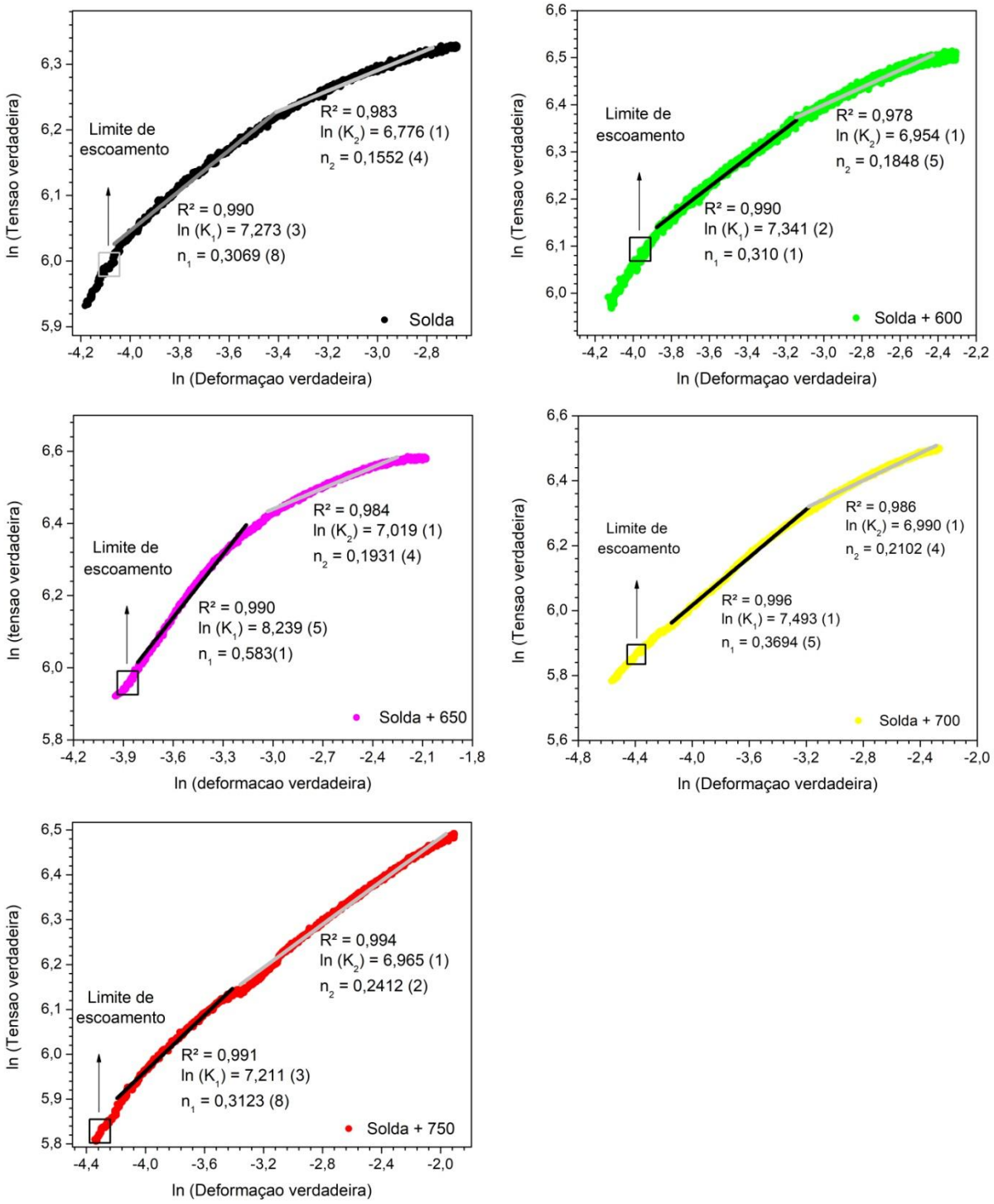
Com objetivo de investigar os mecanismos e as mudanças microestruturais que podem ocorrer durante a deformação do material para cada condição de tratamento térmico em que foram submetidas às amostras soldadas, foram traçadas as curvas logarítmicas da tensão verdadeira versus deformação verdadeira (Figura 45) a partir da Figura 43, considerando somente a região plástica. Essas curvas são utilizadas para determinar o coeficiente de encruamento, conforme explicado no item 3.1.2 e na norma ASTM E646-16 [27] através das Equações (6) e (7).

Figura 44 - Gráficos de σ x Ɛ e (dσ/dƐ) x Ɛ segundo critério de Consideré, com destaque para os valores do limite de resistência à tração e deformação uniforme, entre parênteses, das amostras do AID UNS S32304 nas condições soldada e soldada com subsequentes tratamentos térmicos por 8h a 600, 650, 700 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar.



Fonte: [Autor].

Figura 45 - Curvas logarítmicas (tensão verdadeira versus deformação verdadeira) das amostras do AID UNS S32304 nas condições soldada e soldada com subsequentes tratamentos térmicos por 8h a 600, 650, 700 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar.



Fonte: [Autor].

Foi possível verificar que o comportamento de encruamento para as condições analisadas obedece ao mecanismo de encruamento em duas etapas (n_1 e n_2). Sendo o coeficiente de encruamento no primeiro estágio maior que o segundo para todas as condições. De acordo com a ASTM E646 [27] uma única curva de potência

pode não se ajustar satisfatoriamente para toda a curva tensão-deformação. Nem todos os metais mostram um comportamento linear, em vez disso, uma curva experimental tensão-deformação tem frequentemente uma forma bilinear em dois ou mais estágios. Esse comportamento após o limite de escoamento consiste em duas etapas distintas e independentes, e é dito que o material exibe um comportamento de encruamento em tensão de dois estágios ou "duplo-n" [51].

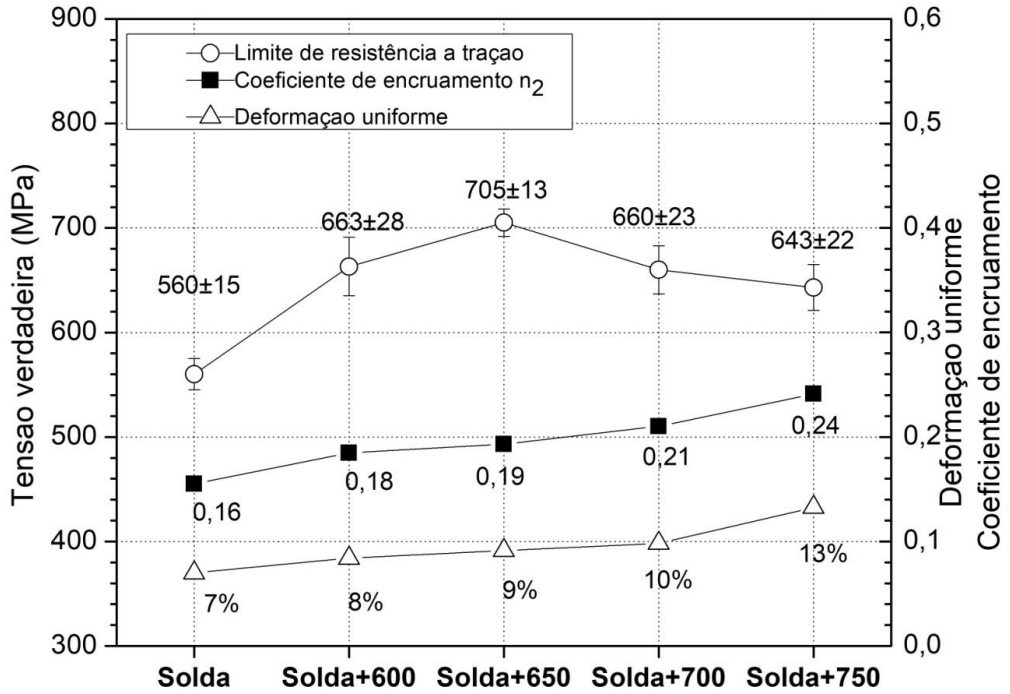
Hertelé, Waele e Denys [51] concluíram que uma variedade de materiais metálicos exibe o fenômeno de dois estágios. Em especial, Simmons [52] estudou um aço inoxidável austenítico e relacionou a variação do coeficiente de encruamento à precipitação de nitretos, que reduz as concentrações de nitrogênio intersticial e a capacidade de encruamento do material. Neste estudo, as condições que apresentaram o menor coeficiente de encruamento (n_2), também apresentaram a maior incidência de nitretos de cromo de acordo com a análise por MO. Ludwigson [53], que também estudou um aço inoxidável austenítico, relacionou o aumento do coeficiente de encruamento à redução da energia de falha de empilhamento das fases CFC (cúbica de fase centrada), com o aumento da temperatura.

Além disso, outros autores, em diferentes estudos para aço *dual phase*, relacionaram a presença de diferentes estágios de encruamento aos diferentes mecanismos de ativação de encruamento. Podem-se destacar aqui os trabalhos de Jiang [54] e Movahed [55], que relacionaram o primeiro estágio à deformação plástica da ferrita, e o segundo estágio à deformação da ferrita e da martensita simultaneamente. Akbarpour [56] relacionou às fases ferrítica e bainítica.

O primeiro coeficiente de encruamento (n_1), está relacionado ao início da deformação plástica, onde há um aumento abrupto da tensão devido o efeito dominante do encruamento, ou seja, onde há um rápido aumento na densidade de discordâncias [57]. Verifica-se que neste estudo n_1 se manteve praticamente constante, com exceção das amostras soldadas com tratamento térmico a 650 °C e 700 °C. Entende-se que estas constatações necessitam de uma investigação mais profunda, já que não foram observadas alterações microestrutural significativas, quando comparada às demais condições estudadas, especialmente para a amostra com tratamento térmico de 650 °C, que apresentou uma variação significativa. As análises seguintes se basearão no segundo coeficiente de encruamento (n_2).

A avaliação das propriedades mecânicas para as juntas está restrita aos valores do limite de resistência à tração e ductilidade. Isso porque, no ensaio de tração de um corpo de prova soldado, é tensionado simultaneamente o metal de base e o metal de solda, portanto os valores obtidos no ensaio são afetados pelos dois materiais. O limite de resistência à tração e o local de ruptura também são afetados por esta interação, mas ainda assim são determinados para finalidades práticas. A *American Welding Society* (AWS) através da norma AWS B4.0:2007 - Métodos padrão para testes mecânico de soldas [58] diz que para corpos de prova retangulares somente a resistência à tração final é normalmente determinada em amostras ensaiadas transversalmente à linha da solda. Enquanto a norma Europeia BS EM 895:1995 - Ensaios destrutivos em soldas de materiais metálicos [59], diz que ensaios de tração transversais são realizados a fim de determinar a resistência à tração e o local de ruptura da junta soldada. Sendo assim, a partir das Equações (5) e (7), do gráfico de tensão - deformação verdadeira (Figura 43) e das curvas logarítmicas (Figura 45) obteve-se os valores do limite de resistência à tração, alongamento (deformação uniforme) e coeficiente de encruamento de acordo com a temperatura de tratamento térmico nas amostras soldadas, expostos na Figura 46.

Figura 46 - Correlação das propriedades mecânicas obtidas após ensaio de tração em função dos tratamentos térmicos para as amostras do AID UNS S32304 nas condições soldada e soldada com subsequentes tratamentos térmicos por 8h a 600, 650, 700 e 750 °C seguido de resfriamento ao ar.



Fonte: [Autor].

Foi constado o aumento da ductilidade com aumento da temperatura de tratamento térmico, o que pode ser correlacionado ao segundo coeficiente de encruamento (n_2), que também cresceu com aumento da temperatura, já que o coeficiente de encruamento é um indicador da capacidade de alongamento do material, ou seja, quanto maior o valor n, mais o material pode se deformar antes da instabilidade [24,56], o que está de acordo com os dados experimentais encontrados.

O aumento da ductilidade e do coeficiente de encruamento pode estar diretamente relacionado ao aumento no teor da fase austenítica, que foi observado nas imagens de MO (Figura 24) e na quantificação percentual (Tabela 7 e Figura 35). Esse comportamento fica mais evidente para a amostra soldada com subsequente tratamento térmico a 750 °C, que apresentou o maior teor de austenita. A austenita tem estrutura cristalina CFC, estrutura com maior quantidade de planos efetivos de deslizamentos, e maior liberdade para movimentação de discordâncias, portanto apresenta maior capacidade de suportar deformação plástica [60].

Além disso, a amostra soldada com posterior tratamento térmico a 750 °C apresentou a menor dureza média na ZF (Figura 31), quando comparada às demais condições, o que está de acordo com a alta ductilidade e o alto coeficiente de encruamento encontrado para esta condição. Já que o aumento da dureza é sinônimo de uma maior dificuldade de movimentação das discordâncias [60].

Essa condição justifica o comportamento observado para as amostras soldadas e tratadas termicamente a 600, 650 e 700 °C. A tratada a 600 °C apresentou a maior dureza aliada a uma alta resistência mecânica, a amostra tratada a 650 °C apresentou a maior resistência mecânica, que pode ser consequência do acúmulo de discordâncias, e apesar de não ter tido um aumento significativo na dureza, manteve sua média próxima ao valor da amostra somente soldada, assim como a amostra tratada termicamente a 700 °C, que manteve a dureza e apresentou uma alta resistência mecânica. Para essas três condições não houve alteração percentual significativa no teor de austenita (Figura 35).

A variação da dureza entre essas condições pode ser consequência da maior incidência de precipitados de nitretos de cromo (Cr_2N) na amostra tratada a 600 °C, observado através do MEV (Figura 26). Os precipitados atuam como barreira à

movimentação das discordâncias, e o aumento da dureza ou da resistência de um metal está intimamente associado a um aumento da concentração de discordâncias [60]. Para a amostra tratada a 750 °C foi possível observar que o aumento da temperatura promoveu a transformação dos precipitados de Cr_2N em γ_2, podendo também ter influenciado na redução da dureza, além do menor valor de resistência mecânica quando comparada às demais amostras soldadas com subsequente tratamento térmico.

A deformação plástica macroscópica na maioria dos metais corresponde à deformação permanente que ocorre pelo movimento das discordâncias (fenômeno de deslizamento) em resposta a aplicação de uma tensão, e está intimamente ligada ao fenômeno do encruamento [24]. Como o encruamento por deformação surge a partir do movimento das discordâncias, que está bloqueado por um obstáculo que pode ser um limite de grão, limite de subgrão, segunda fase, entre outros, o caminho livre entre as discordâncias pode ser um meio de explicar o comportamento de encruamento por deformação dos metais [61].

Fan, Minshi e Deke [61] estudaram a relação entre o coeficiente de encruamento e a microestrutura dos metais, e concluíram que para os aços carbono simples, o valor de n depende do espaçamento entre partículas de cementitas, que é considerado o caminho livre entre discordâncias, ou seja, à medida que a densidade de discordâncias aumenta, o caminho livre entre elas diminui, resultando em uma diminuição do expoente de encruamento, independentemente da mudança na microestrutura.

Sendo assim, como um fator que controla o comportamento de encruamento por deformação dos materiais é o volume das discordâncias, para uma melhor avaliação em relação aos coeficientes de encruamento encontrados, seria necessária uma investigação através de microscopia eletrônica de transmissão ou EBSD (MEV), para quantificar a densidade de discordâncias e/ou o caminho livre entre elas e então correlacionar com as diferentes condições ensaiadas.

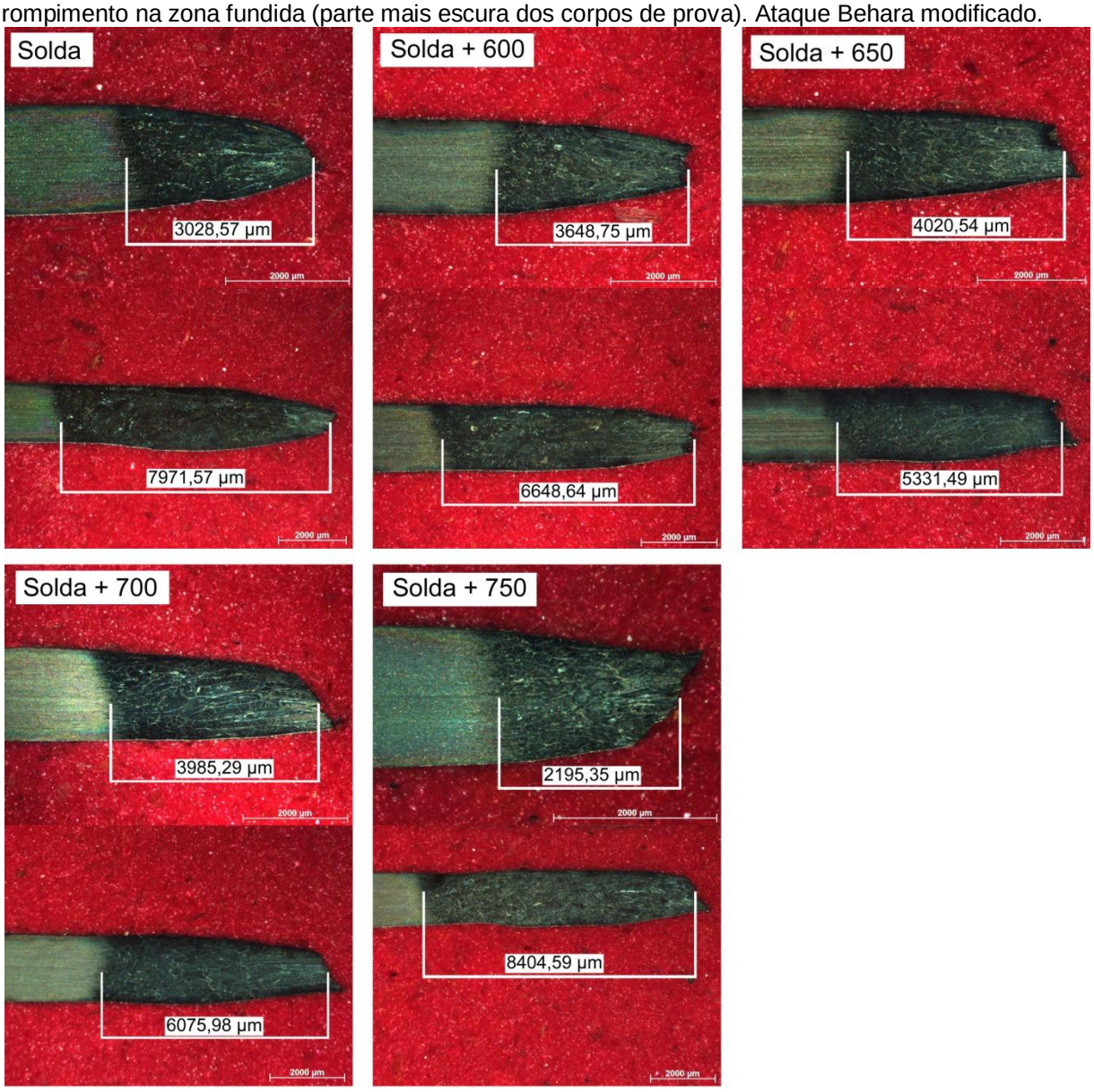
A variação na resistência mecânica das ligas duplex pode ser vista como essencialmente controlada pela ferrita [12], sendo assim a redução encontrada para o limite de resistência à tração na amostra tratada a 750 °C pode estar relacionado à

diminuição percentual do teor da fase ferrítica, em relação às demais condições, comprovado através da quantificação de fases (Figura 35).

Após o ensaio de tração, foi realizada a análise através de estereoscópio para todos os corpos de provas ensaiados, para identificar a região de rompimento. A Figura 47 mostra que todas as amostras romperam na ZF do cordão de solda (região mais escura). O que era esperado, considerando que foi realizada uma solda sem material de adição, portanto não foi adicionado nenhum material com características superiores ao metal base para garantir que o rompimento não ocorresse ali. Além disso, a ZF apresenta microestrutura diferente do MB (Figura 23 e Figura 24), perdendo a estrutura original de lamelas alternadas de ferrita e austenita, se tornando a região mais frágil, dado que o ensaio de tração foi realizado na direção de laminação, e conforme comprovado nas Figura 41 e Figura 46, as amostras soldadas apresentaram menor resistência mecânica quando comparadas às amostras sem solda.

Em alguns ensaios de tração de materiais soldados o corpo de prova tende a romper-se no metal base, entretanto segundo Madeira e Modenesi [10] quando isso ocorre, a junta soldada não foi efetivamente testada e os valores das propriedades mecânicas não devem ser comparados. Caso a ruptura ocorra na junta soldada os valores das propriedades mecânicas estarão relacionados com as propriedades da solda, mas, ainda assim, tende a ter influência da deformação do metal base.

Figura 47 - Estereoscopia das amostras soldadas após o ensaio de tração, destacando a região de rompimento na zona fundida (parte mais escura dos corpos de prova). Ataque Behara modificado.



Fonte: [Autor].

6 CONCLUSÃO

Este estudo forneceu parâmetros inéditos sobre o comportamento mecânico de chapas do aço inoxidável UNS S32304 (1,8 mm de espessura) soldadas e posteriormente tratadas termicamente em diferentes temperaturas. Estes parâmetros são de vital importância para um futuro projeto de fabricação do revestimento externo de recipientes de contenção para o transporte de substâncias de alta radioatividade (^{99}Mo - 99mTc para a medicina nuclear utilizada em hospitais). Este projeto, que tem parceria com Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), atenderá as futuras necessidades previstas com a construção e operação do Reator Nuclear Multipropósito Brasileiro (RMB).

Verificou-se que processo de soldagem promoveu o aparecimento de diferentes morfologias da austenita, conforme reportado na literatura, sendo observadas as morfologias de Widmanstätten, alotriomórfica, idiomórfica e intragranular.

Esta pesquisa não observou alterações microestruturais com o aumento da temperatura de tratamento térmico pós-soldagem para o metal base (MB), entretanto para a zona fundida (ZF) o aumento da temperatura favoreceu o aumento da formação da fase austenítica. Em especial verificou-se o aumento pronunciado da fase austenítica para a amostra tratada termicamente a 750 °C, comprovado pela quantificação de fases através do processamento e análise de imagens.

Também foi observada a presença de nitretos de cromo na amostra somente soldada, soldada com subsequente tratamento térmico a 600 °C e soldada com subsequente tratamento térmico a 650 °C. Para as temperaturas de 700 e 750 °C os nitretos de cromo deram origem à austenita secundária ou se dissolveram.

Chama a atenção nos resultados que ocorreu um aumento da dureza com a proximidade à zona fundida em relação ao material de base para todas as condições, o que é consequência das tensões induzidas durante os ciclos térmicos no processo de soldagem e devido à presença do nitrogênio, que aumenta a dureza em ambas as fases. A amostra soldada com subsequente tratamento térmico a 600 °C apresentou a maior dureza média na zona fundida, o que pode estar relacionada à maior precipitação de nitretos de cromo observada para esta condição.

A pesquisa indicou que o comportamento de encruamento de todas as condições analisadas obedece ao mecanismo de encruamento em mais de uma etapa. Mais especificamente, verificou-se que o segundo coeficiente, que é um indicador da capacidade de alongamento do material, aumentou com o aumento da temperatura de tratamento térmico, promovendo o aumento da ductilidade do material. Ambas as propriedades estão relacionadas ao aumento no teor da fase austenítica. Esse comportamento ficou mais evidente para amostra soldada com subsequente tratamento térmico a 750 °C, que apresentou o maior teor de austenita, maior ductilidade e maior coeficiente de encruamento, quando comparada às demais condições ensaiadas. Já a redução na resistência mecânica para essa condição pode estar relacionado à diminuição percentual do teor da fase ferrítica.

Destaca-se nesta pesquisa que a alta dureza aliada à alta resistência mecânica observada nas amostras soldadas e tratadas termicamente a 600, 650 e 700 °C pode ser consequência de uma maior dificuldade de movimentação das discordâncias, devido a menor quantidade de austenita, quando comparada à amostra tratada a 750 °C, e aos precipitados observados nas amostras tratadas a 600 e 650 °C. Para essas três condições não houve alteração percentual significativa no teor de austenita.

Diante das propriedades analisadas neste estudo, a melhor condição de tratamento térmico observada para as amostras soldadas foi a de 650 °C durante 8h com subsequente resfriamento ao ar, considerando o maior valor do limite de resistência à tração e o aumento do alongamento, quando comparada à amostra soldada sem tratamento térmico, associada a menor precipitação de fases deletérias, observado através das análises de microscopia.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar o preaquecimento das chapas no processo de soldagem para aumentar o percentual de austenita no balanço de fases.
- Quantificar e verificar através de EBSD ou microscopia eletrônica de transmissão a influência das discordâncias no encruamento e propriedades mecânicas das diferentes condições estudadas.
- Analisar o comportamento mecânico por deformação das diversas condições aqui estudadas por outras funções matemáticas, como por exemplo, Ludwik, Swift, Ludwigson e Voce.
- Quantificar a influência da austenita secundária na suscetibilidade à corrosão por pite do material.
- Quantificar o tamanho dos grãos através de microtomografia para correlacionar sua influência com as propriedades analisadas neste trabalho.
- Analisar com mais profundidade através de microscopia eletrônica de transmissão a presença e influência dos nitretos de cromo nas propriedades analisadas neste trabalho.
- Quantificar através de textura cristalográfica o grau de não aleatoriedade dos grãos bem como o teor de fases ferrítica e austenítica na região de solda.

REFERÊNCIAS

[1] HARA, D. H. S. et al. Materials selection for a transport packaging of Mo-99. International Nuclear Atlantic Conference - INAC 2015, São Paulo, 2015.

[2] AQUINO, A. R. D.; VIEIRA, M. M. F. Molibdênio-99, crise e oportunidade. UOL - Scientific American Brasil, 2010. Disponivel em: <http://www2.uol.com.br/sciam/artigos/molibdenio-99_crise_e_oportunidade_imprimir.html>. Acesso em: 14 jun. 2018.

[3] CYMBALUK, F.; SOBRINHO, W. P. Brasil terá reator nuclear multipropósito: para que serve e como funciona. Uol notícias - Ciência e Saúde, 2018. Disponivel em: <https://noticias.uol.com.br/saude/ultimas-noticias/redacao/2018/06/12/reator-brasileiro-produzira-material-radioativo-para-tratamento-de-cancer.htm>. Acesso em: 14 jun. 2018.

[4] COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR. CNEN NE 5.01: Transporte de Materiais Radioativos - Resolução CNEN 013/88, Agosto 1988.

[5] BETINI, E. G. et al. Study of the temperature distribution on welded thin plates of duplex steel to be used for the external clad of a cask for transportation of radiopharmaceuticals products. International Nuclear Atlantic Conference - INAC 2015. São Paulo: [s.n.]. 2015.

[6] CHARLES, J. Duplex stainless steels, a review after DSS ' 07 held in Grado. Revue de Métallurgie, Maastricht, 2008. 155 - 171.

[7] SAHU, J. K. et al. Effect of 475 ◦C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel. Materials Science and Engineering A, 508, 2009. 1-14.

[8] IMOA. Orientações práticas para processamento dos aços inoxidáveis Duplex. International Molibydenum Association, Londres, 2012.

[9] NILSSON, J.-O. Super duplex stainless steels. Materials Science and Technology, 1992. 685 - 700.

[10] MADEIRA, R. P.; MODENESI, P. J. Utilização do Ensaio Erichsen para a Avaliação do Desempenho de Juntas Soldadas. Soldagem Insp, v. 15, p. 22-30, 2010.

[11] SILVA, A. L. V. D. C. E.; MEI, P. R. Aços e ligas especiais. 3ª. ed. [S.l.]: Blucher.

[12] GUNN, R. N. Duplex stainless steel: microestructure, properties and application. Abington, England: Woodhead Publishing Ltd, 1997.

[13] LIPPOLD, J. C.; KOTECKI, D. J. Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2005.

[14] RAMIREZ, A. J.; LIPPOLD, J. C.; BRANDI, S. D. The Relationship between Chromium Nitride and Secondary Austenite Precipitation in Duplex Stainless Steels. Metallurgical And Materials Transactions A, 34A, 2003. 1575 - 1597.

[15] POHL, M.; STORZ, O.; GLOGOWSKI, T. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. Materials Characterization, 2007. 65 - 71.

[16] COLPAERT, H. Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns. 4ª. ed. [S.l.]: Blucher, 2008.

[17] SCI - STEEL CONSTRUCTION INSTITUTE. Design manual for structural stainless steel. 4. ed. Berkshire: [s.n.], 2017.

[18] FOURIE, J. W.; ROBINSON, F. P. A. Literature review on the influence of weld heat inputs on the mechanical and corrosion properties of duplex stainless steels. Journal of the South African institute of mining and metallurgy, v. 90, n. 3, p. 59-65, 1990.

[19] BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. W. K. Steels: microstructure and properties. Third. ed. [S.l.]: Butterworth-Heinemann, 2006.

[20] LONDOÑO, A. J. R. Precipitação de fases intermetálicas e austenita secundária na ZAC de soldagens multipasse de aços inoxidáveis duplex. Tese de doutorado: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

[21] SIMMONS, J. W. Overview: high-nitrogen alloying of stainless steels. Materials Science and Engineering A, 207, 1996. 159 - 169.

[22] LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. Recent developments in stainless steels. Materials Science and Engineering R, 2009. 39 - 104.

[23] HOSFORD, W. F. Mechanical Behavior of Materials. [S.l.]: Cambridge University Press, 2005.

[24] DIETER, G. E. Mechanical Metallurgy. New York: McGRaw-Hill Book Company, 1961.

[25] HOLLOMON, J. H. Tensile Deformation. Trans. AIME, v. 162, p. 268-290, 1945.

[26] MONTEIRO, S. N.; REDD-HILL, R. E. An empirical analysis of titanium Stress-Strain curves. Metallurgical Transactions, v. 4, p. 1011–1015, 1973.

[27] ASTM E646-16. Standard Test Method for Tensile Strain-Hardening Exponents (n -Values) of Metallic Sheet Materials. American Society for Testing and Materials, 2016.

[28] WANG, S.; QIHUI MA, Y. L. Characterization of microstructure, mechanical

properties and corrosion resistance of dissimilar welded joint between 2205 duplex stainless steel and 16MnR. Materials and Design, 32, 2011. 831-837.

[29] BADJI, R. et al. Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds. Materials Characterization, 59, 2008. 447–453.

[30] BRANDI, S. D.; WAINER, E.; MELLO, F. D. H. D. Soldagem: Processos e Metalurgia. [S.l.]: Edgard Blucher, 1992.

[31] MARQUES, P. V.; MODENESI, P. J.; BRACARENSE, A. Q. Soldagem. Fundamentos e tecnologia. 3ª. ed. Belo Horizonte: Editora UFMG, 2011.

[32] WIKTOROWICZ, R.; CROUCH, J. Shielding gas developments for TIG welding of duplex and super duplex stainless steels. Welding and metal fabrication, 62, 1994. 379 - 382.

[33] ZHANG, Z. et al. Effects of nitrogen in shielding gas on microstructure evolution and localized corrosion behavior of duplex stainless steel welding joint. Applied Surface Science, 404, 2017. 110-128.

[34] WANG, S.-H. et al. Gamma (γ) phase transformation in pulsed GTAW weld metal of duplex stainless steel. Materials Science and Engineering A, v. 420, p. 26-33, 2006.

[35] ATAMERT, S.; KING, J. E. Super duplex stainless steels - Part 1 Heat affected zone microstructures. Materials Science and Metallurgy, 8, 1992. 896-911.

[36] CHEN, T. H.; YANG, J. R. Microstructural characterization of simulated heat affected zone in a nitrogen-containing 2205 duplex stainless steel. Materials Science and Engineering A, 338, 2002. 166-181.

[37] PALÁCIO, F. O. Estudo do efeito de parâmetros do processo GTAW pulsado na resistência à corrosão intergranular e por pite do aço inoxidável duplex UNS S32304. Dissertação de mestrado: Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2011.

[38] DUBÉ, C. A.; AARONSON, H. I.; MEHL, R. F. La formation de la ferrite proeutectoïde dans les aciers au carbone. Revue de metallurgie, v. 55, n. 3, p. 201-210, 1958.

[39] KRAL, M. V.; SPANOS, G. Three-dimensional analysis and classification of grain-boundary–nucleated proeutectoid ferrite precipitates. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 36A, p. 1199-1207, 2005.

[40] THEWLIS, G. Classification and quantification of microstructures in steels. Materials Science and Technology, v. 20, p. 143-160, 2004.

[41] MACHADO, C. D. S. C. Perfis de tensão residual do aço duplex UNS S32304 submetido a diferentes processos de soldagem TIG e condições de tratamento térmico. Dissertação de Mestrado: Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2015.

[42] ALBUQUERQUE, V. H. C. D. et al. Sistema de segmentação de imagens para quantificação de microestruturas em metais utilizando redes neurais artificiais. Revista Matéria, v. 12, n. 2, p. 394-407, 2007.

[43] FERREIRA, T.; RASBAND, W. ImageJ User Guide , 2012.

[44] LONDOÑO, A. J. R. 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. Dissertação de mestrado: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1997.

[45] NILSSON, J.-O.; KARLSSON, L.; ANDERSSON, J.-O. Secondary austenite formation and its relation to pitting corrosion in duplex stainless steel weld metal. Materials Science and Technology, v. 11, p. 276-283, 1995.

[46] HORVATH, W. et al. Microhardness and microstructure of austenite and ferrite in nitrogen alloyed duplex steels between 20 and 500°C. Materials Science and Engineering , v. A256, p. 227-236, 1998.

[47] SANTOS, R. S. D. Influência do efeito da temperatura de pré-aquecimento, do tipo de corrente e do gás de proteção na soldagem de chapas finas de aço inoxidável duplex UNS S31803. Dissertação de mestrado: Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2016.

[48] BADJI, R.; BACROIX, B.; BOUABDALLAH, M. Texture, microstructure and anisotropic properties in annealed 2205 duplex stainless steel welds. Materials Characterization, n. 62, p. 833-843, 2011.

[49] CALLIARI, I. et al. Microstructural modification during isothermal ageing of a low nickel duplex stainless steel. J Mater Sci, v. 44, p. 3764–3769, 2009.

[50] MERLO, P. P. Correlação entre a resistência à corrosão e as tensões residuais de um aço inoxidável lean duplex UNS S32304 submetido à processo de soldagem TIG e diferentes condições de tratamentos térmicos e resfriamento. Dissertação de Mestrado: Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2016.

[51] HERTELÉ, S.; WAELE, W. D.; DENYS, R. A generic stress–strain model for metallic materials with two-stage strain hardening behaviour. International Journal of Non-Linear Mechanics, v. 46, p. 519–531, 2011.

[52] SIMMONS, J. W. Influence of nitride (Cr2N) precipitation on the plastic flow behavior of high-nitrogen austenitic stainless steel. Scripta Metallurgica et Materialia, v. 32, n. 2, p. 265-270, 1995.

[53] LUDWIGSON, D. C. Modified Stress-Strain Relation for FCC Metals and Alloys. Metallurgical Transactions, v. 2, p. 2825-2828, 1971.

[54] JIANG, Z.; GUAN, Z.; LIAN, J. Effects of microstructural variables on the deformation behaviour of dual-phase steel. Materials Science and Engineering A, v. 190, p. 55-64, 1995.

[55] MOVAHED, P. et al. The effect of intercritical heat treatment temperature on the tensile properties and work hardening behavior of ferrite–martensite dual phase steel sheets. Materials Science and Engineering, v. 518, p. 1-6, 2009.

[56] AKBARPOUR, M. R.; EKRAMI, A. Effect of ferrite volume fraction on work hardening behavior of high bainite dual phase (DP) steels. Materials Science and Engineering A, v. 477, p. 306–310, 2008.

[57] LIN, Y. C.; CHEN, X.-M. A critical review of experimental results and constitutive descriptions for metals and alloys in hot working. Materials and Design, v. 32, p. 1733–1759, 2011.

[58] AWS B4.0:2007. Standard Methods for Mechanical Testing of Welds. American Welding Society, 2007.

[59] BS EN 895:1995. Destructive tests on welds in metallic materials — Transverse tensile test. British Standard, 1999.

[60] REED-HILL, R. E. Physical Metallurgy Principles. Second. ed. [S.l.]: Litton Educational Publishing, 1973.

[61] FAN, Z.; MINGZHI, H.; DEKE, S. The Relationship between the Strain-hardening Exponent n and the Microstructure of Metals. Materials Science and Engineering, v. A122, p. 211-213, 1989.