

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

**MARIANA XAVIER MILAGRE**

**PERFIS DE TENSÃO RESIDUAL DO AÇO DUPLEX UNS S32304  
SUBMETIDO À PROCESSO DE SOLDAGEM TIG E DIFERENTES  
CONDIÇÕES DE TRATAMENTO TÉRMICO DE TEMPERA.**

**Vitória  
2015**

MARIANA XAVIER MILAGRE

**PERFIS DE TENSÃO RESIDUAL DO AÇO DUPLEX UNS S32304  
SUBMETIDO À PROCESSO DE SOLDAGEM TIG E DIFERENTES  
CONDIÇÕES DE TRATAMENTO TÉRMICO DE TEMPERA.**

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 grau de Mestre em Engenharia Mecânica, na área de concentração de Materiais e Processos de Fabricação.

Orientador: Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando.

Co-orientador: Temístocles de Sousa Luz.

Vitória

2015

Dados Internacionais de Catalogação-na-publicação (CIP)  
(Biblioteca Setorial Tecnológica,  
Universidade Federal do Espírito Santo, ES, Brasil)

---

Milagre, Mariana Xavier, 1987-

M637p Perfis de tensão residual do aço duplex UNS S32304 submetido à processo de soldagem TIG e diferentes condições de tratamento térmico de tempera / Mariana Xavier Milagre. – 2015.

128 f. : il.

Orientador: Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando.

Coorientador: Temístocles de Souza Luz.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) –  
Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico.

1. Aço inoxidável. 2. Raios X – Difração. 3. Tensões residuais. 4. Aço – Tratamento térmico. 5. Soldagem. I. Orlando, Marcos Tadeu D'Azeredo. II. Luz, Temístocles de Souza. III. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro Tecnológico. IV. Título.

CDU: 621

---

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

“PERFIS DE TENSÃO RESIDUAL DO AÇO DUPLEX UNS 32304  
SUBMETIDO À PROCESSO DE SOLDAGEM TIG E DIFERENTES  
CONDIÇÕES DE TRATAMENTO TÉRMICO DE TEMPERA”

**Mariana Xavier Milagre**

COMISSÃO EXAMINADORA



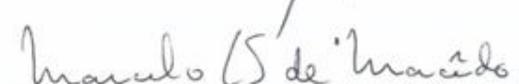
**Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando – Orientador**

Universidade Federal do Espírito Santo – UFES



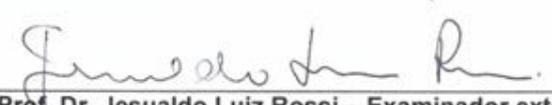
**Prof. Dr. Temistocles de Souza Luz – Co-orientador**

Universidade Federal do Espírito Santo – UFES



**Prof. Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo - Examinador interno**

Universidade Federal do Espírito Santo – UFES



**Prof. Dr. Jesualdo Luiz Rossi – Examinador externo**

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN / USP

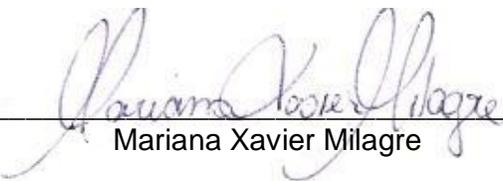
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação  
em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do  
Espírito Santo como parte dos requisitos necessários à  
obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica

Vitória (ES), 13 de maio de 2015.

## DECLARAÇÃO DO AUTOR

Declaro, para os devidos fins de pesquisa acadêmica, didática e técnico-científica, que a presente Dissertação de Mestrado pode ser parcial ou totalmente utilizada desde que se faça referência à fonte e aos autores.

Vitória, 13 de maio de 2015.



---

Mariana Xavier Milagre

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus pela vida, por guiar-me em minhas escolhas e pelas pessoas que tem colocado em meu caminho fazendo de cada momento um momento único.

À minha família pelo apoio e incentivo. Meu pai José Luiz (em memória), minha mãe Cláudia Regina, irmãos João Vitor e Ana Carolina, tios e avós que em muitos momentos também foram pais e mães Manoel, Izabel (em memória), Leonice, Maria Luiza, José Antônio e Izabel Cristina.

Aos amigos Caruline, Leandro, Victor e Vinicius pelo apoio, conselhos e companhia.

Ao Professor Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando pela confiança, apoio e orientação.

Ao Professor Dr. Temístocles de Sousa Luz, pela orientação e auxílio na etapa experimental de soldagem.

Ao Professor Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo, pela orientação neste trabalho.

Aos Professores Dr. Luiz Martinez Gallego e Dr. Jesualdo Luis Rossi pelo auxílio nas medidas de difração de raios X.

Aos Engenheiros Caruline Machado, Leandro Falqueto, Panmela Merlo e Mariana Bertonceli pelo auxílio nas etapas experimentais.

Aos Mestres Arthur Cavichini e Francisco Ceoni pelo auxílio nas etapas experimentais.

Ao engenheiro Yukio Nishida.

Aos engenheiros e técnicos do laboratório Tricorrmat.

Aos alunos de iniciação científica que participaram deste trabalho.

A CAPES - Pró-Estratégia 2224/2012 pela bolsa de Mestrado.

“O conhecimento da natureza é o  
caminho para a admiração do Criador”.  
*Justus von Liebig*

## RESUMO

Falhas estruturais podem ocorrer por uma combinação dos efeitos das tensões de serviço e das tensões residuais. Estas são geradas após deformação plástica não uniforme causada por processos mecânicos, térmicos ou químicos. Neste trabalho investigaram-se os valores médios das tensões residuais de amostras de aço inoxidável duplex UNS S32304, submetidas a diferentes condições de tratamento térmico e processo de soldagem TIG, por técnica de difração de raios X. A partir dos valores de tensões médias construíram-se perfis de tensões residuais. Para isto, acompanhou-se o comportamento do plano 420 da austenita com radiação  $\text{CuK}_\alpha$  ( $\bar{\lambda} = 0,1542$  nm) e o plano 211 da ferrita com radiação  $\text{CrK}_\alpha$  ( $\bar{\lambda} = 0,2291$  nm). As amostras foram tratadas a 475, 600 e 750 °C por 8 horas em atmosfera ambiente e resfriadas em água do mar. Os resultados foram analisados pelo método do  $\text{sen}^2\psi$  e indicam que as variações microestruturais e térmicas, relacionadas às diferentes condições experimentais, influenciam o valor médio das tensões residuais do material e conseqüentemente o perfil de tensões.

Palavras-chave: Aço inoxidável duplex. Difração de raios X. Tensões residuais. Tratamentos térmicos. Soldagem TIG.

## ABSTRACT

*Structural failures can occur by a service and residual stresses combination effects. These are generated on the material after the non-uniform plastic deformation originated by mechanical, thermal or chemical process. In this work, the residual stresses mean values are investigated by X ray diffraction technique. Samples of duplex stainless steel UNS S32304 subjected to different heat treatment conditions and TIG welding process are used. From the total mean stress values the residual stress profiles are obtained. This was possible by the 420 austenite plane behavior analysis with  $\text{CuK}_\alpha$  radiation ( $\bar{\lambda} = 0.1542$  nm) and the 211 ferrite plane analysis with  $\text{CrK}_\alpha$  radiation ( $\bar{\lambda} = 0.2291$  nm). The samples were heat treated at 475 °C, 600 °C and 750 °C for 8 h at air atmosphere and cooled in sea water. The results were analyzed by the  $\text{sen}^2\psi$  method and indicate that the thermal and microstructural variations related to different experimental conditions change the material total mean residual stresses and consequently the stress profile.*

*Key-words: Duplex stainless steel. X ray diffraction. Residual stress. Heat treatment. TIG welding.*

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Elipsóide de tensão-deformação usando unidades utilizadas na análise de tensões por difração de raios X.....	24
Figura 2 - Representação de raios X sendo difratados pelos planos A-A' e B-B'. .....	26
Figura 3 - Tensão em um sistema biaxial. (a) definição do sistema de coordenadas; (b) detalhe do sistema para um retículo cristalino. ....	28
Figura 4 - Tensão compressiva em um material policristalino e isotrópico.....	29
Figura 5 - Diferentes tipos de curva $\epsilon \times \sin^2\psi$ .....	32
Figura 6 – Desenho esquemático mostrando surgimento de tensões residuais por deformação em um sistema bifásico cujas fases estão orientadas paralelamente ao eixo de aplicação da tensão. ....	33
Figura 7 – Escala de atuação dos diferentes tipos de tensões em materiais bifásicos .....	34
Figura 8 - Ajuste de um difratograma pelo método de Rietveld para um aço inoxidável duplex.....	38
Figura 9 - Microestrutura típica de um aço inoxidável duplex laminado a quente. A fase escura corresponde a ferrita ( $\delta$ ) e a clara corresponde a austenita ( $\gamma$ )..	38
Figura 10 – (a) Diagrama de equilíbrio de fases para o UNS S32304, onde a linha tracejada indica o teor de nitrogênio; (b) variação da fração molar das fases com a temperatura.....	42
Figura 11 - (a) Diagrama isotérmico de fase típica dos aços duplex. (b) Precipitação de fase típica que pode ocorrer em aços duplex .....	43
Figura 12 - (a) Processo esquemático da soldagem TIG. (b) Equipamento básico para soldagem. ....	46
Figura 13 - Diagrama esquemático da microestrutura de uma junta soldada de AID .....	48
Figura 14 - Diferentes microconstituintes encontrados na liga UNS S32304. (a) Amostra da liga UNS S32304 atacada com reagente Behara, setas indicam a formação de austenitas de Widmanstätten, a presença de austenitas intragranulares e a presença de austenitas alotriomórficas (b) Amostra atacada	

com ácido oxálico 10%, as setas indicam a presença de Cr <sub>2</sub> N; (c) Diferenciação entre $\gamma$ e $\gamma_2$ na liga UNS S32205 após reaquecimento a 1000°C por 1s MEV-EC. .....	48
Figura 15 - Distribuição esquemática de tensões residuais em uma junta de topo. (a) Distribuição longitudinal; (b) Distribuição transversal.....	49
Figura 16 - Tira de aço UNS 32304 na condição como recebida. A seta indica a direção paralela à laminação (RD) .....	51
Figura 17 - Fluxograma da metodologia utilizada neste trabalho .....	52
Figura 18 - Tensão em uma chapa plana após remoção de camada. ....	54
Figura 19 - Amostra soldada com pontos representando as regiões iluminadas pelo feixe difratado para a construção dos perfis de difração. Os pontos azuis relacionam-se a austenita já os vermelhos a ferrita. ....	59
Figura 20 - Amostra CR, a ferrita apresenta coloração escura enquanto a austenita (claro) não é atacada. Microscopia Ótica, ataque KOH 10N. A seta indica a direção de laminação. ....	61
Figura 21 - Perfil de difração da amostra CR. Radiação de cobre $\lambda = 015419$ nm. ....	62
Figura 22 - Gráfico $\varepsilon_{\phi\psi} \times \text{sen}^2\psi$ para amostra CR_ORD, sem polimento eletrolítico. ....	63
Figura 23 - Perfil de tensões residuais totais médias da fase austenita em profundidade. ....	64
Figura 24 - Deslocamento do pico difratado para a fase austenita. (a) Amostra ORD, superfície; (b) Amostra 0TD, superfície; (c) Amostra 165RD, 165 minutos de polimento eletrolítico; (d) Amostra 165TD, 165 minutos de polimento eletrolítico. ....	66
Figura 25 - Relação entre a FWHM e o ângulo de Bragg para a amostra ORD. (a) Fase austenita; (b) Fase ferrita. ....	67
Figura 26 - Gráficos obtidos pelos métodos de Rietveld e Williamson-Hall em função da profundidade. (a) tamanho do cristalito; (b) microdeformação; (c) fração mássica; (d) parâmetros de rede.....	68
Figura 27 - Amostras tratadas termicamente, vista superior. (a) Amostra 475T; (b) Amostra 600T; (c) Amostra 750T. Setas indicam a presença de $\gamma_2$ . Microscopia ótica. Ataque KOH 10N. ....	70

Figura 28 – Comparação amostras tratadas termicamente e CR, vista superior. (a) Amostra CR; (b) Amostra 475T; (c) Amostra 600T; (c) Amostra 750T. Setas indicam a presença de $\gamma_2$ . E a possível presença de nitretos precipitados no contorno de grão Microscopia ótica. Ataque oxálico 10%. .....	71
Figura 29 - Comparação entre os perfis de difração de raios X das amostras tratadas termicamente em perspectiva cavaleira (45°). Radiação de cobre $\lambda = 0,15419\text{nm}$ . .....	72
Figura 30 - Comparação dos resultados de microdureza Vickers das diferentes condições de tratamentos térmicos. Carga de 10 gf. Tempo de 15 s. ....	73
Figura 31 - Fração volumétrica de ferrita obtidas com o auxílio do ferritoscópio das diferentes condições de tratamento térmico avaliadas. ....	73
Figura 32 – Comparação dos resultados de tensão residual média total das amostras apenas tratadas termicamente na direção RD com polimento eletrolítico de 10 min. ....	75
Figura 33 - Comparação entre os resultados de tensão residual média para as amostras tratadas termicamente nas direções TD e RD, plano 420, fase austenita, com polimento eletrolítico de 10 min.....	78
Figura 34 - Resultado gráfico obtido pelos métodos de Rietveld e Williamson-Hall em função da temperatura de tratamento térmico. (a) tamanho do cristalito; (b) microdeformação; (c) fração mássica; (d) parâmetros de rede.....	81
Figura 35 - Estereoscopia das amostras soldadas SA e SAN indicando tamanho do cordão de solda e profundidade de penetração. (a) vista superior SA; (b) vista superior SAN. Ataque Behara.....	82
Figura 36 - Micrografia da amostra apenas soldada (sem tratamento térmico posterior) Mostrando as morfologias típicas de soldagem dos aços duplex. Região da zona fundida. Corte transversal. Ataque ácido oxálico 10%. (a) Amostra SA (b) Amostra SAN. ....	84
Figura 37 – Comparação visual entre o teor de $\text{Cr}_2\text{N}$ formado. (a) Amostra SA, zona termicamente afetada, aumento de 200x. (b) Amostra SAN, zona termicamente afetada. Ataque ácido oxálico 10%.....	86
Figura 38 - Comparação dos resultados de microdureza Vickers para amostra apenas soldada (SA e SAN) e como recebida pelo fabricante(CR). Carga de 10 gf. Tempo de 15s. (a) Fase austenita; (b) Fase ferrita + $\text{Cr}_2\text{N}$ ; (c) Fase ferrita. ....	87

Figura 39 - Comparação dos resultados da fração volumétrica obtidas com o auxílio do ferritoscópio para amostra SA e SAN. ....	88
Figura 40 - Perfis de tensões superficiais das amostras soldadas. As linhas tracejadas indicam a tensão média encontrada na amostra CR. (a) Amostra SA, plano 420 da austenita; (b) Amostra SA, plano 211 da ferrita; (c) Amostra SAN, plano 420 da austenita; (d) Amostra SAN, plano 211 da ferrita. ....	90
Figura 41 - Micrografia da amostra soldada 475SA vista superior. Região da zona fundida onde se observa a presença de buracos na fase austenita, presença de colônias de $Cr_2N$ e $Cr_2N$ no contorno de grão $\gamma/\delta$ . Ataque $HNO_3$ 40%. ....	92
Figura 42 - Micrografia da amostra soldada 475SAN, vista superior. Região da zona fundida. Observa-se a formação de austenita secundária nos contornos da austenita primária e a presença de colônias de $Cr_2N$ . Ataque $HNO_3$ 40%. ..	93
Figura 43 - Comparação dos resultados de microdureza Vickers para amostra apenas soldada, amostras soldadas e tratadas termicamente a 475 °C e apenas tratada a 475 °C. Carga de 10 gf. Tempo de 15s. (a) Fase austenita; (b) Fase ferrita + $Cr_2N$ ; (c) Fase ferrita.....	94
Figura 44 - Comparação dos resultados de fração volumétrica de ferrita obtidas com o auxílio do ferritoscópio para as amostras soldadas e tratadas termicamente a 475 °C.....	94
Figura 45 - Perfis de tensões superficiais das amostras soldadas e tratadas termicamente a 475 °C. As linhas tracejadas indicam a tensão média encontrada na amostra 475T. a) Amostra 475SA, plano 420 da austenita; (b) Amostra 475SA, plano 211 da ferrita; (c) Amostra 475SAN, plano 420 da austenita; (d) Amostra 475SAN, plano 211 da ferrita.....	96
Figura 46 - Micrografia da amostra soldada 600SA, vista superior. Região da zona fundida. Observa-se a formação de austenita secundária nos contornos da austenita primária indicada pela seta. Ataque $HNO_3$ 40%. ....	98
Figura 47 - Micrografia da amostra soldada 600SAN, vista superior. Região da zona fundida. Observa-se a formação de austenita secundária nos contornos da austenita primária indicada pelas setas. Ataque $HNO_3$ 40%. ....	99
Figura 48 - Comparação dos resultados de microdureza Vickers para amostra apenas soldada, amostras soldadas e tratadas termicamente a 600 °C e	

apenas tratada a 600 °C. Carga de 10 gf. Tempo de 15s. (a) Fase austenita; (b) Fase ferrita + Cr <sub>2</sub> N; (c) Fase ferrita.....	100
Figura 49 - Comparação dos resultados de fração volumétrica de ferrita obtidas com o auxílio do ferritoscópio para as amostras soldadas e tratadas termicamente a 600 °C.....	100
Figura 51 - Perfis de tensões superficial das amostras soldadas e tratadas termicamente a 600 °C. As linhas tracejadas indicam a tensão média encontrada na amostra 600T (a) Amostra 600SA, plano 420 da austenita; (b) Amostra 600SA, plano 211 da ferrita; (c) Amostra 600SAN, plano 420 da austenita; (d) Amostra 600SAN, plano 211 da ferrita.....	102
Figura 51 - Micrografia da amostra soldada 750SA, vista superior. Região da zona fundida. Ataque HNO <sub>3</sub> 40%. .....	103
Figura 52 - Micrografia da amostra soldada 750SA, vista superior. Região da zona fundida. Ataque HNO <sub>3</sub> 40%. .....	104
Figura 53 - Comparação dos resultados de microdureza Vickers para amostra apenas soldada, amostras soldadas e tratadas termicamente a 750 °C e apenas tratada a 750 °C. Carga de 10 gf. Tempo de 15s. (a) Fase austenita; (b) Fase ferrita + Cr <sub>2</sub> N; (c) Fase ferrita.....	105
Figura 54 - Comparação dos resultados de fração volumétrica de ferrita obtidas com o auxílio do ferritoscópio para as amostras soldadas e tratadas termicamente a 750 °C.....	105
Figura 55 - Perfis de tensões superficial das amostras soldadas e tratadas termicamente a 750 °C. As linhas tracejadas indicam a tensão média encontrada na amostra 750T . (a) Amostra 750SA, plano 420 da austenita; (b) Amostra 750SA, plano 211 da ferrita; (c) Amostra 750SAN, plano 420 da austenita; (d) Amostra 750SAN, plano 211 da ferrita.....	107

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Fases secundárias típicas e intermetálicos presentes nos aços inoxidáveis duplex. ....	44
Tabela 2 - Composição química fornecida pelo fabricante (% em massa).....	51
Tabela 3 - Dimensões das amostras de aço segundo os procedimentos utilizados neste trabalho.....	53
Tabela 4 - Identificação da amostra para perfil tensões em função da profundidade. ....	54
Tabela 5 - Nomenclatura e descrição das condições experimentais.....	56
Tabela 6 - Constantes elásticas das fases analisadas na direção RD e TD. ...	58
Tabela 7 - Resultado comparativo obtido por FRX e dados fornecidos pelo fabricante, % em massa.....	61
Tabela 8 - Resultados obtidos nos ensaios de microdureza Vickers (carga de 10 gf) e caracterização da fração volumétrica de ferrita utilizando ferritoscópio para amostra CR.....	62
Tabela 9 - Resultados de tensão média total calculada e corrigida para as diferentes profundidades avaliadas na fase austenita.....	64
Tabela 10 - Caracterização da amostra CR em profundidade pelo método de Rietveld e Williamson-Hall.....	67
Tabela 11 - Macro e microtensões para amostras tratadas termicamente em MPa, os valores de macro e microtensão foram obtidos fazendo-se a correção das tensões da ferrita.....	79
Tabela 12 - Caracterização das amostras tratadas termicamente pelo método de Williamson-Hall e Rietveld.....	81
Tabela 13 - Tabela resumo fases e morfologias encontradas para as condições avaliadas. ....	108

## LISTA DE ABREVIATURAS

DRX – difração de raios X

UNS - *Unified Numbering System*

TIG – *tungsten inert gas*

AILD – aço inoxidável *lean* duplex

AID – aço inoxidável duplex

FWHM – *full width at half maximum* – largura à meia altura

ZF – zona fundida

ZTA – zona termicamente afetada

MB – metal base

RD – *rolling direction* – direção paralela à direção de laminação

TD – *transversal direction* – direção transversal à direção de laminação

FRX – fluorescência de raios X

MO – microscopia ótica

HV<sub>10</sub> – *Vickers hardness* – microdureza Vickers com carga de 10gf

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\text{CrK}_\alpha$  - radiação característica do alvo de cromo produzida pela transição do elétron do nível atômico L para o K.

$\text{CuK}_\alpha$  - radiação característica do alvo de cobre produzida pela transição do elétron do nível atômico L para o K.

$\lambda$  - comprimento de onda

$\theta$  - ângulo de Bragg

$\varepsilon_{\phi\phi}$  - componente de deformações normal

$\sigma_{\phi\psi}$  - vetor tensão normal

$\psi$  - inclinação do plano difratado

$\phi$  - direção principal da amostra

$\nu$  - coeficiente de Poisson

E - módulo de elasticidade

$d_{hkl}$  - espaçamento interplanar

$\langle {}^t\sigma_{ij}^\alpha \rangle$  - tensão média total do tensor de tensões

${}^M\sigma_{ij}$  - macrotensão ou tensões do tipo I

${}^\mu\sigma_{ij}^\alpha$  - microtensão ou tensão tipo II

V - fração volumétrica.

$\beta$  - largura a meia altura do pico de difração amostral

D - tamanho da partícula

$\varepsilon$  - microdeformação

$\gamma$  - fase austenita

$\delta$  - fase ferrita

$\text{Cr}_2\text{N}$  - fase nitreto de cromo

$\gamma_2$  - fase austenita secundária

$\alpha'$  - fase alfa linha

# SUMÁRIO

<b>1.</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>20</b>
<b>2.</b>	<b>OBJETIVO.....</b>	<b>21</b>
2.1.	OBJETIVO GERAL.....	21
2.2.	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	21
<b>3.</b>	<b>REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>22</b>
3.1.	TENSÕES RESIDUAIS.....	22
3.1.1.	Técnicas de medição de tensões residuais.....	23
3.1.2.	Relações elementares de tensão e deformação para o comportamento linear elástico.....	23
3.2.	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX).....	25
3.2.1.	A Lei de Bragg.....	26
3.2.2.	Avaliação das tensões residuais por DRX.....	27
3.2.3.	Relações elementares de tensão e deformação associadas à técnica de DRX.....	28
3.2.4.	Método do $\text{sen}^2\psi$ .....	31
3.2.5.	Técnica de DRX e materiais multifásicos.....	32
3.2.5.1.	Tensões residuais médias, macrotensão e microtensão.....	34
3.2.6.	Método de Williamson-Hall e refinamento de Rietveld.....	35
3.3.	AÇOS INOXIDÁVEIS <i>LEAN</i> DUPLEX (AID's).....	38
3.3.1.	Tensões residuais nos AID's devido a processos termomecânicos.....	40
3.4.	TRATAMENTO TÉRMICO.....	41
3.4.1.	Efeito do tratamento térmico nos AID's.....	42
3.4.2.	Tensões residuais em tratamentos térmicos.....	45
3.5.	O PROCESSO DE SOLDAGEM.....	45

3.5.1.	<b>Soldagem a arco com eletrodo de tungstênio e proteção gasosa (TIG)</b> .....	46
3.5.2.	<b>Metalurgia da soldagem para aços inoxidáveis duplex</b> .....	46
3.5.3.	<b>Tensões residuais em soldagem</b> .....	49
4.	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	51
4.1.	<b>MATERIAL</b> .....	51
4.2.	<b>MÉTODOS</b> .....	51
4.2.1.	<b>Preparação das amostras</b> .....	53
4.2.1.1.	Corte das amostras.....	53
4.2.1.2.	Preparação para DRX.....	53
4.2.2.	<b>Preparação para ensaio de fluorescência de raios X, microscopia e microdureza</b> .....	55
4.2.3.	<b>Espectroscopia de fluorescência de raios X (FRX)</b> .....	55
4.2.4.	<b>Soldagem TIG</b> .....	55
4.2.5.	<b>Tratamento térmico</b> .....	56
4.2.6.	<b>Estereoscopia</b> .....	56
4.2.7.	<b>Microscopia óptica</b> .....	56
4.2.8.	<b>Difração de raios X</b> .....	57
4.2.8.1.	Medidas da tensão residual média total.....	57
4.2.8.2.	Medidas de macro e microtensão .....	59
4.2.8.3.	Medidas da microdeformação e tamanho do cristalito.....	59
4.2.9.	<b>Microdureza Vickers</b> .....	60
4.2.10.	<b>Determinação da fração volumétrica de ferrita</b> .....	60
5.	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	61
5.1.	<b>AMOSTRA COMO RECEBIDA (CR)</b> .....	61
5.1.1.	<b>Caracterização da amostra</b> .....	61
5.1.2.	<b>Perfil de tensões residuais em profundidade</b> .....	63
5.1.3.	<b>Método de Williamson-Hall e refinamento Rietveld</b> .....	66

5.2.	AMOSTRAS TRATADAS TERMICAMENTE .....	69
5.2.1.	Caracterização das amostras .....	69
5.2.2.	Tensão residual média total.....	75
5.2.3.	Micro e macrotensões .....	79
5.2.4.	Método de Williamson-Hall e refinamento Rietveld .....	81
5.3.	AMOSTRAS SOLDADAS .....	82
5.3.1.	Caracterização das amostras sem tratamento térmico (SA e SAN) .....	82
5.3.2.	Perfil de tensões médias superficial das amostras SA e SAN.....	90
5.3.3.	Caracterização das amostras 475SA e 475SAN .....	92
5.3.4.	Perfil de tensões superficiais das amostras 475SA e 475SAN .....	96
5.3.5.	Caracterização das amostras 600SA e 600SAN .....	98
5.3.6.	Perfil de tensões superficiais das amostras 600SA e 600SAN ...	102
5.3.7.	Caracterização das amostras 750SA e 750SAN .....	103
5.3.8.	Perfil de tensões superficiais das amostras 750SA e 750SAN ...	106
6.	CONCLUSÕES.....	109
7.	SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS .....	111
	REFERÊNCIAS.....	112
	ANEXO 1.....	118
	ANEXO 2.....	123
	ANEXO 3.....	125
	APÊNDICE A .....	126
	APÊNDICE B .....	127
	APÊNDICE C .....	128

## 1. INTRODUÇÃO

Atualmente os aços inoxidáveis duplex (AID's), devido as suas propriedades, apresentam aplicações distintas como: tanques de armazenamento da indústria da celulose, recipientes para transporte, pontes, indústria petroquímica, nuclear, etc. Porém, os processos de conformação desse material, ou mesmo o seu processo de produção levam ao aparecimento de tensões residuais.

Nenhum material é isento de tensões residuais e estas, associadas às condições de serviço, podem comprometer tanto o seu desempenho como a segurança dos responsáveis por sua manutenção, manuseio ou operação. Por isso, conhecer o nível de tensões é uma etapa importante do projeto mecânico.

Basicamente, os AID's são constituídos de duas fases com propriedades físicas e mecânicas distintas e que responderão de forma diferente as condições de serviço às quais serão submetidas. Portanto, a técnica de difração de raios X (DRX) apresenta vantagens na avaliação do estado de tensões dessa classe de materiais, por ser um método não destrutivo além de seletivo para as fases presentes.

Visando atender as normas de segurança para aplicação desses materiais como componentes de embalados para transporte de materiais radioativos, neste trabalho, investigaram-se os estados de tensões residuais de amostras de aço inoxidável duplex UNS S32304. A escolha desta classe de aço foi baseada nas boas propriedades mecânicas, resistência à corrosão, soldabilidade e baixo custo. Submeteram-se as amostras a diferentes condições de tratamento térmico e processo de soldagem TIG, por técnica de difração de raios X.

## 2. OBJETIVO

### 2.1. OBJETIVO GERAL

Avaliar o estado de tensões residuais em amostras de aço inoxidável duplex UNS S32304 submetido a diferentes condições de soldagem TIG e tratamento térmico de têmpera com resfriamento em água do mar por difração de raios X.

### 2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar o efeito da profundidade sobre o valor das tensões médias obtidas por DRX;
- Avaliar o efeito da temperatura de tratamento térmico sobre as características microestruturais da amostra;
- Avaliar o efeito das modificações microestruturais, sobre o estado de tensões das amostras;
- Avaliar a influência do tipo de proteção gasosa na formação do metal de solda;
- Avaliar os efeitos das modificações microestruturais no perfil superficial de tensões médias das amostras soldadas;

### 3. REVISÃO DA LITERATURA

#### 3.1. TENSÕES RESIDUAIS

Segundo Withers *et al.* (2011), as tensões residuais podem ser definidas como aquelas que permanecem em um corpo que está em repouso e em equilíbrio com seu entorno. Portanto, são essenciais para a manutenção deste equilíbrio.

De acordo com as fontes de indução as tensões são classificadas em:

- Tensões residuais de origem mecânica: são produzidas por processos de fabricação que produzem deformação plástica não uniforme. Como exemplos de operações que produzem tensões tem-se a trefilação, usinagem e a jato-percussão;
- Tensões geradas termicamente: surgem macroscopicamente como resultado de um aquecimento não uniforme, ou pelas operações de arrefecimento. São uma consequência da variação dos coeficientes de expansão térmica entre diferentes fases ou constituintes;
- Tensões residuais de origem química: são produzidas devido às mudanças de volume associadas às reações químicas e precipitação ou transformações de fase. São exemplos de processos que introduzem esse tipo de tensão os tratamentos químicos superficiais como a nitretação e a cementação.

Na prática não se garante que um material produzido será totalmente livre de tensões residuais. Além disso, a falha estrutural é causada por uma combinação dos efeitos das tensões residuais e das tensões de serviço. Portanto, o conhecimento do estado de tensões residuais torna-se importante para determinar as cargas efetivas experimentadas por um componente.

### **3.1.1. Técnicas de medição de tensões residuais**

A tensão é uma propriedade extrínseca do material e, portanto, não pode ser medida diretamente. As medidas de tensões residuais são, então, obtidas através de relações com propriedades intrínsecas.

Os métodos de medição de tensões residuais podem ser classificados em métodos destrutivos e não destrutivos e, dentre os métodos não destrutivos, a difração de raios X (DRX) e a difração de nêutrons (DN) utilizam a teoria linear elástica para calcular a tensão a partir de medidas de deformação do material. Nestes casos, a deformação é obtida pela variação da distância interplanar com o nível de tensão presente e é considerada uniforme ao longo da região analisada. Ambas as técnicas podem ser utilizadas para materiais que se encontram no estado triaxial de tensões, porém a técnica de DRX pode ser aplicada nos casos de biaxialidade. Outra vantagem da utilização da técnica de DRX está no fato de não ser necessário conhecer o valor do espaçamento interatômico do material livre de tensões (SAE INTERNACIONAL, 2003).

As técnicas que não se utilizam da teoria linear elástica são muito sensíveis a outras propriedades do material como: textura, tamanho de grão e dureza. Por este motivo, a separação desses efeitos das medidas de tensões residuais torna-se difícil, requerendo um grande volume de amostras com alto grau de reprodutibilidade (WITHERS *et al.*, 2011).

### **3.1.2. Relações elementares de tensão e deformação para o comportamento linear elástico**

O tratamento de tensões em um meio isotrópico pode ser realizado utilizando-se um elemento esférico de volume, conforme Figura 1 (SAE INTERNACIONAL, 2003). Estas são obtidas a partir da conversão das relações obtidas para um elemento cúbico (Anexo 1).

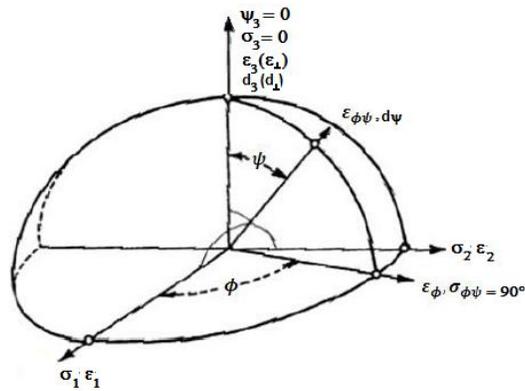


Figura 1 - Elipsóide de tensão-deformação usando unidades utilizadas na análise de tensões por difração de raios X.  
Fonte: SAE INTERNACIONAL, 2003.

Para as tensões principais ou deformações paralelas aos eixos ortogonais a equação da deformação é dada por:

$$\frac{x^2}{\varepsilon_1} + \frac{y^2}{\varepsilon_2} + \frac{z^2}{\varepsilon_3} = 1 \quad (1)$$

As componentes das deformações normais  $\varepsilon_{\phi\psi}$  são representadas por qualquer ponto na superfície do elipsóide e sua direção e magnitude são aproximadamente os mesmos do vetor raio. O vetor  $\varepsilon_{\phi\psi}$  pode, então, ser expresso por:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \varepsilon_1 \alpha_1^2 + \varepsilon_2 \alpha_2^2 + \varepsilon_3 \alpha_3^2 \quad (2)$$

Da mesma forma pode-se definir o vetor para a tensão normal ( $\sigma_{\phi\psi}$ ) dado por:

$$\sigma_{\phi\psi} = \sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2 + \sigma_3 \alpha_3^2 \quad (3)$$

Onde  $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  são os cossenos diretores.

O vetor deformação é mais útil no cálculo de tensões, já que estas não podem ser medidas diretamente. Então, a equação que relaciona as medidas de

deformação em qualquer direção  $\phi, \psi$  de um elipsóide elementar em um corpo sobre o qual atuam tensões principais, é dada por:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1 + \nu}{E} (\sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2 + \sigma_3 \alpha_3^2) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \quad (4)$$

### 3.2. DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Raios X são radiações eletromagnéticas com comprimento de onda menor que 1,0 nm e que apresentam propriedades típicas de ondas como polarização, interferência e difração assim como a luz.

Para emissão de raios X um feixe de elétrons de alta energia é desacelerado ao atingir um alvo. Essa desaceleração ocorre devido à interação do feixe com elétrons das subcamadas internas do alvo. Os elétrons do feixe fornecem energia para os elétrons das subcamadas. Estes podem ser retirados do seu nível energético negativo e ejetados do átomo, passando para um estado de alta excitação. Assim, ao retornar a seu estado fundamental, um conjunto de fótons de alta energia, ou seja, de alta frequência e, portanto, pequeno comprimento de onda, é emitido pelo átomo. Tem-se, então, um espectro discreto característico do alvo.

Sabendo-se que um mesmo alvo pode produzir diferentes comprimentos de onda característicos ( $K_{\alpha 1}$ ,  $K_{\alpha 2}$ , etc.) e que estes também variam de acordo com o material do alvo, os espectros de raios X discretos tornam-se interessantes do ponto de vista prático e podem ser utilizados em diversas aplicações tecnológicas (BLEICHER *et al.*, 2000).

Atualmente, aparatos sofisticados existem para a realização da investigação de materiais. Por meio de DRX, além da determinação da estrutura cristalina consegue-se analisar quimicamente um material de forma qualitativa e quantitativa, e também determinar a magnitude das tensões residuais e o tamanho do cristalito.

### 3.2.1. A Lei de Bragg

A lei de Bragg prevê sob quais condições é possível a ocorrência de DRX do feixe que incide sobre um cristal.

Dada a Figura 2, quando um feixe de raios X de comprimento de onda  $\lambda$  paralelo, monocromático e coerente incide sobre a família de planos de átomos A-A' e B-B' separados por um espaçamento interplanar  $d_{hkl}$ , segundo um ângulo  $\theta$ , a interferência construtiva dos raios espalhados só ocorrerá num ângulo  $\theta$  aos dois planos, se a diferença de caminho percorrido pela onda, ou seja,  $\overline{SQ} + \overline{QT}$  for igual a um número inteiro  $n$ , de comprimento de onda.

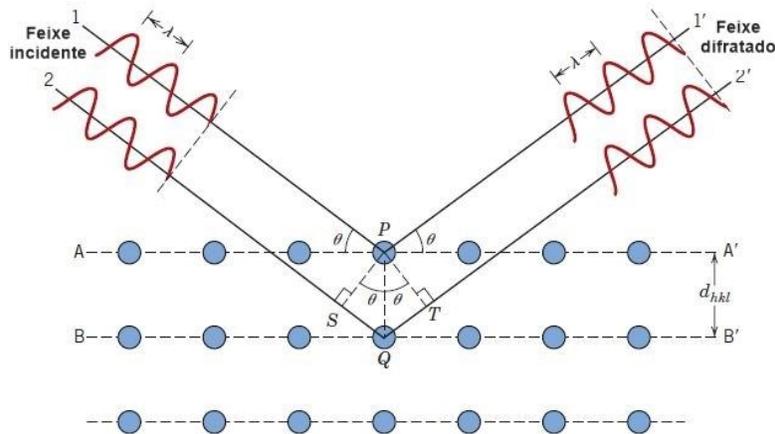


Figura 2 - Representação de raios X sendo difratados pelos planos A-A' e B-B'.  
Fonte: CALLISTER, 2007.

Então

$$n\lambda = \overline{SQ} + \overline{QT} \quad (5)$$

Utilizando-se relações trigonométricas, chega-se a:

$$n\lambda = d_{hkl}\text{sen}\theta + d_{hkl}\text{sen}\theta \quad (6)$$

Ou

$$n\lambda = 2d_{hkl}\text{sen}\theta \quad (7)$$

Esta é a lei de Bragg que, associada às relações de tensão deformação da teoria linear elástica, permite o cálculo das tensões residuais em termos da posição angular.

### **3.2.2. Avaliação das tensões residuais por DRX**

Em materiais policristalinos, ou seja, materiais constituídos de inúmeros cristais com orientações aleatórias, alguns desses cristais podem estar orientados de forma que os planos cristalográficos estejam disponíveis para a difração obedecendo à lei de Bragg. Com isso, obtêm-se medidas de deformação que são funções da variação do espaçamento interplanar  $e$ , de posse desses dados, utilizando a teoria linear elástica, consegue-se avaliar as tensões residuais.

Tensões de compressão se espalham para além dos planos de átomos paralelos à superfície (e perpendicular à tensão), resultando em picos de difração a ângulos de incidência inferiores (SAE INTERNACIONAL, 2003). Quando a amostra está em um determinado plano, apenas certo conjunto de planos sofre difração e ao se inclinar a amostra diferentes conjuntos de cristais difratam. Se a amostra é comprimida a partir dos lados, o espaçamento entre planos de cristais orientados paralelamente a superfície irá aumentar mais do que aqueles orientados segundo um ângulo em relação à superfície e com isso, a posição do pico irá mudar durante a inclinação (CRYOGENIC PROCESSES, 2013).

Em termos de cálculo, as tensões residuais podem ser obtidas considerando que o material encontra-se no estado biaxial de tensões. Essa aproximação pode ser feita devido à pequena penetração efetiva do feixe em materiais metálicos e cerâmicos, o que permite desconsiderar a componente de tensão perpendicular. As relações da teoria linear-elástica relacionadas com a técnica de DRX são apresentadas a seguir.

### 3.2.3. Relações elementares de tensão e deformação associadas à técnica de DRX

Como visto anteriormente, a Equação 4 relaciona as medidas de deformação em qualquer direção  $\phi, \psi$  de um elipsóide elementar sobre o qual atuam tensões principais.

Analogamente para o estado biaxial de tensões a equação pode ser escrita da seguinte forma:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1 + \nu}{E} (\sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (8)$$

Substituindo os valores de cossenos diretores, conforme Figura 3, tem-se:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1 + \nu}{E} (\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi) \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (9)$$

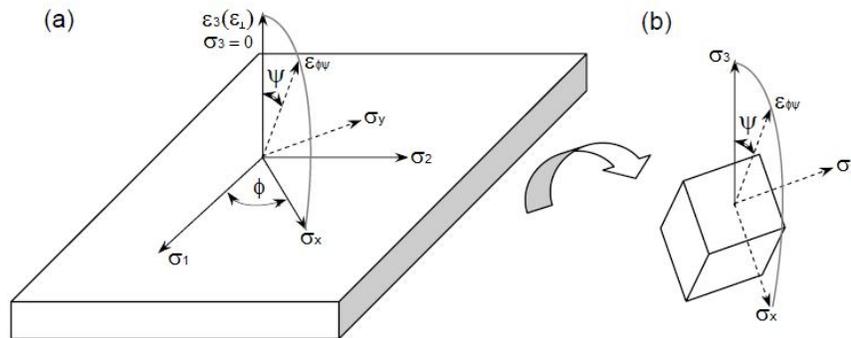


Figura 3 - Tensão em um sistema biaxial. (a) definição do sistema de coordenadas; (b) detalhe do sistema para um retículo cristalino.

Fonte: Adaptado de SILVA, 2007.

Ainda, observando a Figura 3 verifica-se que, quando  $\psi = \pi/2$ , a tensão resultante é dada por:

$$\sigma_{\phi} = \sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi \quad (10)$$

Logo:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \left(\frac{1+\nu}{E}\right)\sigma_{\phi}\text{sen}^2\psi - \frac{\nu}{E}(\sigma_1 + \sigma_2) \quad (11)$$

Esta é a equação básica que relaciona a deformação da rede pelo método de DRX com tensão de superfície  $\sigma_{\phi}$  em qualquer direção.

Dada a Figura 4, quando  $\psi = 0^{\circ}$ , os planos que sofreram reflexão serão aqueles paralelos à superfície, assim o espaçamento interplanar medido será perpendicular à superfície  $d_{\perp}$ .

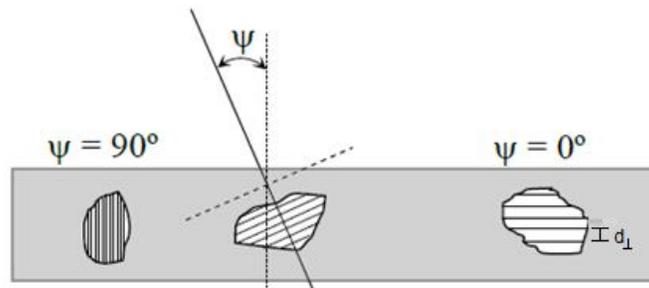


Figura 4 - Tensão compressiva em um material policristalino e isotrópico.  
Fonte: EIGENMANN et al., 1996 .

Sendo  $d_0$  o espaçamento interplanar do material não tensionado e sabendo que a deformação  $\varepsilon_{\phi_0}$  equivale à variação entre o espaçamento interplanar do material tensionado e não tensionado, a seguinte relação pode ser escrita:

$$\varepsilon_{\phi_0} = \frac{d_{\perp} - d_0}{d_0} \quad (12)$$

Analogamente, para um plano que difrata com uma inclinação  $\psi$  em relação à normal da superfície:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{d_{\psi} - d_0}{d_0} \quad (13)$$

Pela relação básica entre tensão-deformação (Equação 11), quando  $\psi = 0^\circ$ , tem-se:

$$\varepsilon_{\phi 0} = -\frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (14)$$

Pode-se, então, escrever:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \left(\frac{1 + \nu}{E}\right) \sigma_{\phi} \text{sen}^2\psi + \varepsilon_{\phi 0} \quad (15)$$

E isolando a tensão superficial  $\sigma_{\phi}$ :

$$\sigma_{\phi} = (\varepsilon_{\phi\psi} - \varepsilon_{\phi 0}) \left(\frac{E}{1 + \nu}\right) \left(\frac{1}{\text{sen}^2\psi}\right) \quad (16)$$

Sendo a variação de deformação,  $\varepsilon_{\phi\psi} - \varepsilon_{\phi 0}$ , expressa por:

$$\varepsilon_{\phi\psi} - \varepsilon_{\phi 0} = \frac{d_{\psi} - d_0}{d_0} - \frac{d_{\perp} - d_0}{d_0} = \frac{d_{\psi} - d_{\perp}}{d_0} \quad (17)$$

A determinação de  $d_0$  não é fácil, principalmente em amostras onde as linhas de difração são largas. Além disso, soluções sólidas ou precipitados influenciam o espaçamento da rede. Assim, pode-se considerar  $d_{\perp} \cong d_0$ , com um erro desprezível, então:

$$\varepsilon_{\phi\psi} - \varepsilon_{\phi 0} = \frac{d_{\psi} - d_{\perp}}{d_{\perp}} \quad (18)$$

Logo:

$$\sigma_{\phi} = \left(\frac{d_{\psi} - d_{\perp}}{d_{\perp}}\right) \left(\frac{E}{1 + \nu}\right) \left(\frac{1}{\text{sen}^2\psi}\right) \quad (19)$$

Atualmente o método mais empregado na determinação das tensões residuais por DRX é o de múltiplos ângulos ou  $\text{sen}^2\psi$ .

#### **3.2.4. Método do $\text{sen}^2\psi$**

O método consiste em medir o espaçamento interplanar para diferentes inclinações de  $\psi$  ao longo das direções principais da amostra ( $\phi = 0^\circ$  e  $90^\circ$ ) e, devido à relação de proporcionalidade entre o  $\text{sen}^2\psi$  e a deformação  $\varepsilon_{\phi\psi}$ , obter-se uma curva a partir da qual se pode calcular o valor das tensões. Tal método é recomendado quando se deseja melhor precisão nas medidas e, quando a amostra apresenta certo grau de textura (SAE INTERNACIONAL, 2003).

A tensão é obtida pela Equação 21, enquanto a deformação é função da variação do espaçamento interplanar conforme a Equação 18.

Para se obter um resultado preciso, no mínimo três medidas da deformação da rede em diferentes  $\psi$  devem ser realizadas ao longo de uma direção  $\phi$ . Os valores de  $\psi$  devem ser escolhidos de modo que os valores apresentem intervalos aproximadamente parecidos, para uma boa construção da curva  $\varepsilon_{\phi\psi} \times \text{sen}^2 \psi$ .

Normalmente a dependência de  $\varepsilon_{\phi\psi}$  com o  $\text{sen}^2 \psi$  é linear, mas na prática são encontradas situações de engenharia em que essa dependência é não linear conforme a Figura 5.

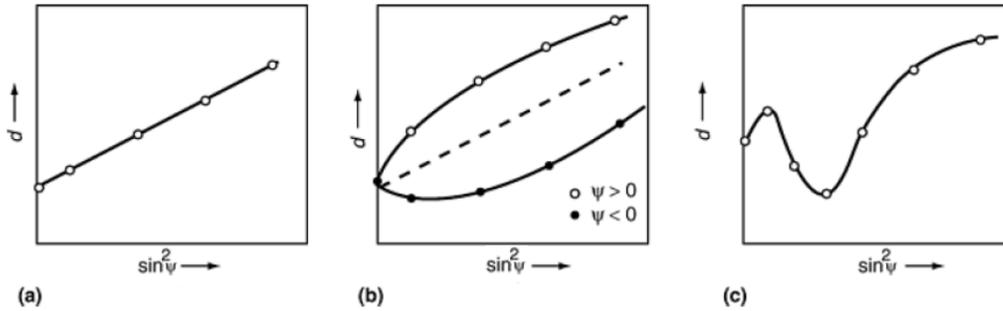


Figura 5 - Diferentes tipos de curva  $\varepsilon \times \sin^2\psi$   
 Fonte: CULLITY, 2001

Na Figura 5a é mostrado o comportamento esperado para um estado biaxial ou uniaxial de tensões. Na Figura 5b é mostrado o comportamento *psi splitting* que indica a presença de um estado triaxial de tensões com tensões cisalhantes perpendiculares à superfície. Já a Figura 5c indica tensões oscilantes com um nível de textura significativo (CULLITY, 2001).

Outras causas de não linearidade são erros na determinação da posição do pico e desalinhamento do instrumento (SAE INTERNACIONAL, 2003).

Para a condição de linearidade, o coeficiente angular da reta ( $m$ ) pode ser obtido a partir da derivada de  $\varepsilon_{\phi\psi}$  em relação ao  $\sin^2\psi$ . Tem-se, então:

$$m = \frac{\delta\varepsilon_{\phi\psi}}{\delta\sin^2\psi} = \left(\frac{1 + \nu}{E}\right)\sigma_{\phi} \quad (20)$$

Logo:

$$\sigma_{\phi} = \left(\frac{E}{1 + \nu}\right)m \quad (21)$$

### 3.2.5. Técnica de DRX e materiais multifásicos

No caso de materiais multifásicos, a técnica é seletiva com relação às fases presentes e apenas as tensões em uma das fases é medida por vez. As fases

presentes podem estar submetidas a diferentes magnitudes de tensões, resultando em tensões interfaciais diferentes das tensões residuais macroscópicas, mas que permanecem em equilíbrio ao longo de todo o corpo. Essas diferentes respostas das fases presentes em um material tensionado estão relacionadas aos diferentes coeficientes de expansão térmica, variações volumétricas durante transformações de fases, diferentes limites de escoamento, etc. (SAE INTERNACIONAL, 2003). A Figura 6 representa esquematicamente a criação de tensões residuais por deformação de um sistema que contém duas fases, em tração uniaxial, cujas fases estão orientadas paralelamente ao eixo de aplicação da tensão.

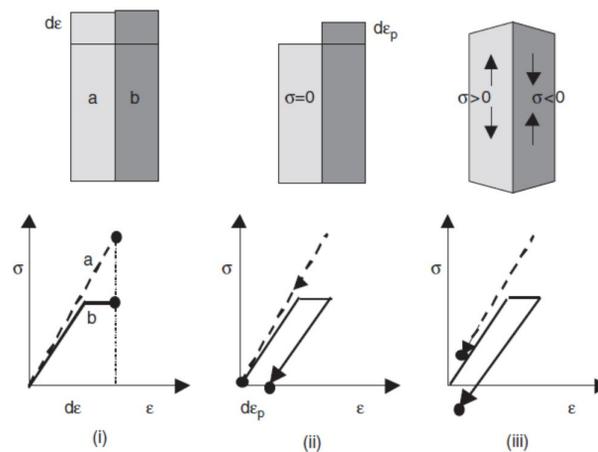


Figura 6 – Desenho esquemático mostrando surgimento de tensões residuais por deformação em um sistema bifásico cujas fases estão orientadas paralelamente ao eixo de aplicação da tensão.

Fonte: VERLINDEN, 2007.

Observa-se que em (i) ambas as fases são deformadas a uma dada tensão de valor  $d\epsilon$ , a fase mais resistente deforma-se elasticamente e a fase mais dúctil deforma-se inicialmente elasticamente e em seguida plasticamente. Em (ii) representa-se a situação de descarregamento, se ambas as fases forem separadas, b seria deformada plasticamente por  $d\epsilon_p$ . Já em (iii) a situação real no descarregamento é apresentada: as duas se unem de modo que uma é tracionada e a outra é comprimida (VERLINDEN, 2007).

### 3.2.5.1. Tensões residuais médias, macrotensão e microtensão.

De acordo com a escala de atuação as tensões residuais podem ser macroscópicas (tensões residuais do tipo I) e microscópicas (tipo II e III) sendo a tensão residual total a soma de todos os três tipos de tensões (Figura 7). Esta definição foi feita pela escola alemã que ressalta a existência de um tipo intermediário, tensões tipo II, especialmente adequada para descrever a situação de tensões residuais em aços duplex (CAMPOS, 2006).

Para materiais multifásicos as tensões obtidas por DRX representam a tensão média total do tensor de tensões,  $\langle {}^t\sigma_{ij}^\alpha \rangle$ , de cada fase analisada, do qual se extrai o tensor da macro e microtensão.

Segundo Johansson *et al.* (1999) e Lindgren *et al.* (2003) a macrotensão ( ${}^M\sigma_{ij}$ ), ou tensões do tipo I, é homogênea e por definição sua magnitude é a mesma para ambas as fases e está relacionada a carregamentos externos ou regiões do material com diferentes graus de deformações. Já a microtensão ( ${}^\mu\sigma_{ij}^\alpha$ ), ou tensões tipo II, também homogênea, origina-se nas interfaces entre diferentes fases ou grãos com orientações diferentes. Não se deve confundir a microtensão do tipo II, com a microtensão do tipo III. Esta última é não homogênea e atua na escala atômica do material.

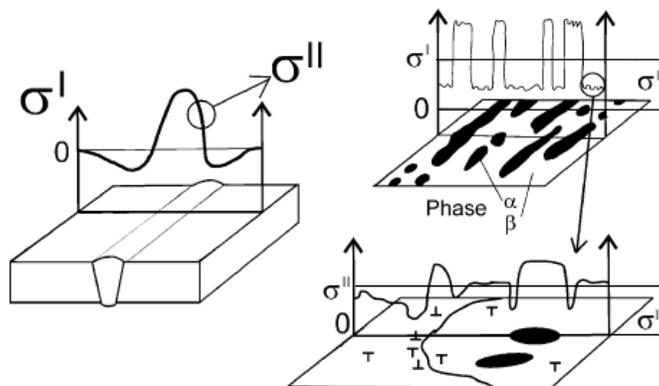


Figura 7 – Escala de atuação dos diferentes tipos de tensões em materiais bifásicos  
Fonte: LINDGREN *et al.*, 2003.

Tanto a macrotensão como a microtensão do tipo II, provocam deslocamentos no pico difratado, enquanto a microtensão do tipo III provoca um alargamento do pico.

Assim, o tensor médio de tensões para materiais bifásicos pode ser escrito como:

$$\langle {}^t\sigma_{ij}^\alpha \rangle = {}^M\sigma_{ij} + \langle {}^\mu\sigma_{ij}^\alpha \rangle \quad (22)$$

Utilizando a condição de equilíbrio:

$$V_\alpha \langle {}^t\sigma_{ij}^\alpha \rangle + V_\beta \langle {}^t\sigma_{ij}^\beta \rangle = {}^M\sigma_{ij} \quad (23)$$

Onde V é a fração volumétrica das fases.

### 3.2.6. Método de Williamson-Hall e refinamento de Rietveld

O método de Williamson e Hall (1953) permite obter de forma quantitativa a microdeformação e o tamanho de partícula a partir do alargamento dos picos de difração. O método é baseado na construção de uma reta obtida a partir da seguinte equação:

$$\frac{\beta \cos \theta}{\lambda} = \frac{1}{D} + \frac{4\epsilon \sin \theta}{\lambda} \quad (24)$$

Onde  $\beta$  é a largura a meia altura (FWHM) do pico de difração amostral, ou seja, subtraindo-se a contribuição instrumental; D é o tamanho da partícula;  $\epsilon$  é a microdeformação;  $\lambda$  o comprimento de onda dos raios X difratados;  $\theta$  o ângulo de Bragg da reflexão.

Normalmente a dependência de  $\beta \cos \theta / \lambda$  com o  $4\epsilon \sin \theta / \lambda$  é linear, entretanto pode-se obter uma curva semelhante a uma parábola, quando a amostra não é

homogênea, com formato aproximadamente esférico e distribuição de tamanhos larga.

As variáveis necessárias para o cálculo da microdeformação e tamanho da partícula são obtidas a partir da modelagem do perfil de difração a partir de uma função analítica. A função pseudo-voigt tem sido empregada com grande sucesso uma vez que os perfis de difração se aproximam de gaussianas em baixos ângulos e lorentzianas em altos ângulos.

A contribuição instrumental é obtida com a modelagem da função analítica em uma amostra padrão. Uma amostra é assim denominada, quando possui um tamanho de partícula elevado, baixa microdeformação e alta homogeneidade. Com isso, a função modelada irá reproduzir o alargamento dos picos do perfil de difração devido ao instrumento.

No Anexo 2 mostra-se como é obtida a relação da FWHM do pico de difração amostral.

A modelagem da função de perfil é realizada com auxílio do método de Rietveld (1963) que utiliza um programa de mínimos quadrados para encontrar os valores dos parâmetros estruturais, de modo que intensidade calculada concorde, da melhor forma possível, com a intensidade medida.

O perfil de difração observado é definido pela intensidade dos pontos medidos ( $y_{oi}$ ) num processo de varredura passo-a-passo com incremento  $\Delta 2\theta$  constante. Em seguida, o padrão calculado é obtido pela introdução de informações sobre a simetria do grupo espacial, parâmetros de rede, posições atômicas, posições de ocupação dos átomos, encontrados em bases de dados específicas além do modelamento de uma função analítica (SILVA, 2012).

O difratograma calculado é definido pelos pontos calculados ( $y_i$ ) segundo a expressão abaixo:

$$y_i = \phi_{rsi} \sum_{\phi} S_{\phi} \sum_{h\phi} J_{h\phi} L_{p_{h\phi}} |F_{(hkl)\phi}|^2 G_{h\phi i} a_{h\phi i} K_{h\phi} + y_{bi} \quad (25)$$

Onde  $\phi_{rsi}$  é a correção da rugosidade superficial no ponto  $i$ ,  $S$  é o fator de escala,  $J_h$  é a multiplicidade da reflexão  $h$ ,  $L_{p_h}$  é o fator de Lorentz e de polarização,  $F_h$  é o fator de estrutura,  $G_{hi}$  e  $a_{hi}$  são, respectivamente, os valores da função de perfil e da função assimetria no  $i$ -ésimo ponto,  $P_h$  é a função para corrigir a orientação preferencial, e  $y_{bi}$  a intensidade da radiação de fundo no  $i$ -ésimo ponto. Nessa equação, é considerado que apenas um pico de Bragg está contribuindo para a intensidade nesse ponto. A somatória em " $\phi$ " leva em consideração todas as fases presentes na amostra e a somatória em " $h\phi$ " leva em consideração a superposição de picos de todas as fases.

A quantidade a ser minimizada é dada pela equação abaixo:

$$M = \sum_j w_j (y_{oi} - y_i)^2 = \sum_j w_j (\varepsilon_i)^2 \quad (26)$$

Com o peso:

$$w_i = 1/y_{oi} \quad (27)$$

Onde a qualidade de refinamento é controlada pelo índice:

$$R_{wp} = 100 \left( \frac{\sum_j w_j (y_{oj} - y_j)^2}{\sum_j w_j y_{oj}^2} \right) \quad (28)$$

Na Figura 8 é mostrado um difratograma de um aço duplex no qual se utilizou o método de Rietveld. Os pontos observados são representados pelo símbolo (+) enquanto o perfil calculado é dado pela linha vermelha. Já o resíduo é representado pela linha azul.

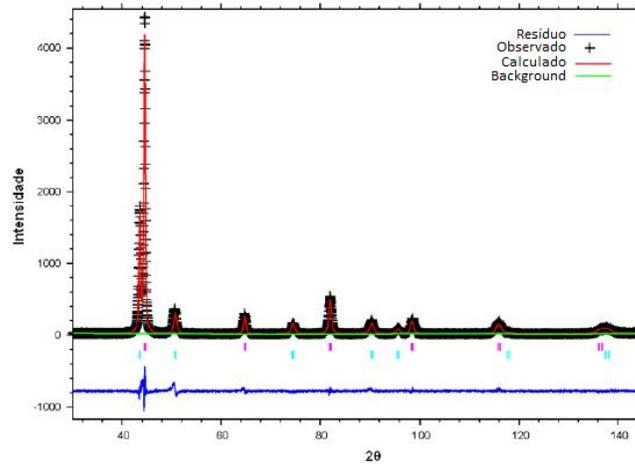


Figura 8 - Ajuste de um difratograma pelo método de Rietveld para um aço inoxidável duplex.  
Fonte: Adaptado de SANTOS, 2012.

### 3.3. AÇOS INOXIDÁVEIS *LEAN* DUPLEX (AILD's)

Dentre as diferentes classes de aços inoxidáveis encontram-se os aços inoxidáveis duplex (AID's). Estes surgiram na década de 30, porém foi na década de 70 que sua produção e aplicação se desenvolveram (IMOA, 2010). Consistem basicamente de uma microestrutura de cerca de 50% de ferrita e 50% de austenita (Figura 9) cujo desempenho final combina as propriedades de ambas as fases.

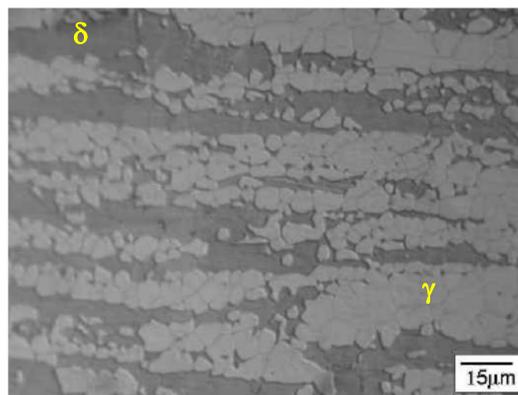


Figura 9 - Microestrutura típica de um aço inoxidável duplex laminado a quente. A fase escura corresponde a ferrita ( $\delta$ ) e a clara corresponde a austenita ( $\gamma$ ).  
Fonte: Adaptado de ALVAREZ-ARMAS, 2008.

A austenita ( $\gamma$ ) proporciona uma elevada resistência mecânica e à corrosão sob tensão, enquanto a ferrita ( $\delta$ ) contribui com uma boa ductilidade e resistência à corrosão em geral. A resistência mecânica elevada também contribui para uma elevada resistência à fadiga e condições abrasivas (GUNN, 2003).

O número de aplicações que exigem a utilização de aços duplex tem crescido constantemente, por este motivo, novas ligas são continuamente desenvolvidas. A substituição, por exemplo, do níquel pelo nitrogênio (aços *lean duplex*) pode aumentar o teor de austenita na região da solda, sem alterar o seu teor no metal base. Com isso tem-se uma redução de custos sem grandes perdas para a qualidade do produto final (WESTIN, 2010).

Os aços inoxidáveis *lean duplex* (AILD's), apresentam tipicamente 20 - 24% em massa de cromo, 1 - 5% de níquel, 0,1 - 0,3% de molibdênio e, 0,10 - 0,22% de nitrogênio diferenciando-se da maioria dos outros duplex, por apresentar pequenas quantidades de elementos de liga (WESTIN, 2010; CHARLES, 2007).

Entre as diferentes ligas padronizadas de AILD's tem-se a liga UNS S32304 cuja característica principal é o seu baixíssimo teor de Mo (*Mo free*). Esta liga foi desenvolvida para competir principalmente com os aços austeníticos AISI 316L. Segundo a EURO INOX (2014) esta liga apresenta uma composição de 22 - 24% em massa de cromo, 3,5 - 5,5% de níquel, adições de molibdênio de até 0,6%, nitrogênio e manganês  $\leq 2,0\%$  que garante o dobro de limite de escoamento e melhor resistência a corrosão sob tensão induzida por cloreto (SCC).

A PRE (equivalente de resistência ao pite) desta liga é cerca de 24 - 25, sendo aproximadamente igual aos valores encontrados para o AISI 316L, dando resistência corrosão igual ou mesmo superior.

Assim, a partir das características apresentadas, pode-se aplicar este material em tanques de armazenamento da indústria da celulose, pontes, tubulação de

tratamento de água, mineração, plataformas offshore, etc. A soldabilidade, deste tipo de aço duplex é considerada boa, principalmente quando consumíveis são utilizados, porém é inferior a dos aços inoxidáveis austeníticos, sendo que o maior desafio é manter a proporção  $\gamma/\delta$  na junta soldada sem que haja precipitação de fases deletérias.

### **3.3.1. Tensões residuais nos AID's devido a processos termomecânicos**

Para as ligas padronizadas de AID's, o processo de solidificação ocorre no campo ferrítico. Assim, com o resfriamento a partir da temperatura de fusão, tem-se a decomposição parcial da ferrita em austenita que nucleia e cresce nos contornos de grão formando a estrutura bifásica dessa classe aços.

Apesar da importância da composição química desses aços, são os processos termomecânicos de laminação e tratamento térmico de solubilização que garantem a estrutura dos AID's.

A laminação a quente ocorre no campo bifásico austenítico-ferrítico. Após esta etapa é necessário realizar um tratamento de solubilização seguido de resfriamento em água para restauração completa das propriedades mecânicas e resistência a corrosão. O tempo e temperatura de solubilização devem ser suficientes para que ocorra a completa dissolução das fases intermetálicas e o resfriamento rápido até a temperatura ambiente evita a precipitação.

Os efeitos das tensões residuais nos AID's são mais significativos que nos aços que apresentam apenas uma fase. Tensões internas podem ser geradas após resfriamento e deformação, já que as fases apresentam diferentes propriedades físicas como: limites de escoamento, coeficiente de expansão térmica, solubilidade de elementos de liga, etc.

No processo de laminação o nível de tensões internas é função de fatores como o diâmetro do cilindro, grau de deformação e direção de laminação. Se a laminação é realizada em uma determinada direção com baixa penetração o

material experimentará tensões residuais compressivas na superfície e trativas no interior. Isto acontece porque, ao ser aliviada a carga, o centro do metal que experimentou um escoamento menor tende a voltar para o seu comprimento inicial forçando as partes externas a se encurtarem. Caso a penetração seja profunda, um comportamento inverso é esperado (SAE INTERNACIONAL, 2003; GUIMARÃES, 1990).

Os AID's apresentam excelente conformabilidade a quente, para baixas cargas, quando a conformação se dá em temperaturas de até 1230 °C. Entretanto, quando a temperatura de conformação é baixa, a deformação é acumulada na ferrita, o que pode resultar em acúmulo de tensões com posterior trincamento desta região deformada. Além disso, fases deletérias podem se precipitar a baixas temperaturas de conformação (IMOA, 2010). Outro problema que pode levar ao aparecimento de tensões internas é o aquecimento não uniforme da peça.

Na etapa de resfriamento rápido, devido ao fenômeno de contração dos metais, a superfície em contato com o meio refrigerante, no caso a água, contrai mais que o interior da chapa criando assim, uma pressão contra o centro (SAE INTERNACIONAL, 2003). Além disso, microscopicamente, as diferentes densidades das fases formadas, durante uma transformação de fases, podem levar ao desenvolvimento de tensões internas.

### 3.4. TRATAMENTO TÉRMICO

Os principais objetivos dos tratamentos térmicos são: remoção de tensões, diminuição da dureza, aumento da resistência mecânica, melhora da ductilidade, usinabilidade, resistência ao desgaste, propriedades de corte, resistência à corrosão, resistência ao calor, além de modificar as propriedades elétricas e magnéticas.

No caso dos AID's o uso de tratamentos térmicos para alívio de tensões não são recomendados, uma vez que não há temperatura satisfatória na qual as tensões são aliviadas sem que haja a precipitação de intermetálicos. Assim, o controle de temperatura e o tempo de tratamento, tornam-se parâmetros importantes (SMUK, 2004; IMO A 2010).

### 3.4.1. Efeito do tratamento térmico nos AID's

Os tratamentos térmicos exercem influência sobre a microestrutura dos AID's, em particular, na formação de fases secundárias. Para o conhecimento perfeito desses aços é necessário o estudo de seu diagrama de equilíbrio, Figura 10.

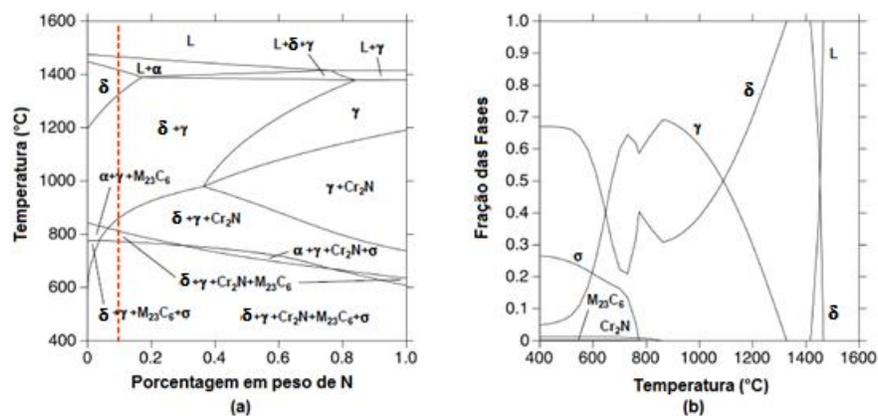


Figura 10 – (a) Diagrama de equilíbrio de fases para o UNS S32304, onde a linha tracejada indica o teor de nitrogênio; (b) variação da fração molar das fases com a temperatura. Fonte: Adaptado de LODOÑO, 2001.

Sabe-se que o processo de solidificação dessa classe de aços ocorre no campo ferrítico. Neste caso, tem-se o resfriamento a partir da temperatura de fusão e em seguida a decomposição parcial da ferrita em austenita, que nucleia e cresce nos contornos de grão encontrando orientações cristalográficas favoráveis no interior dos grãos. As concentrações de Cr, Ni, Mo, C e N levam a formação de soluções sólidas substitucionais e intersticiais.

Assim, à medida que a temperatura diminui, o teor de ferrita também diminui e fases intermetálicas podem ser formadas. Isto porque, a transformação é reversível e aumentos de temperatura levam a um aumento do teor de ferrita e

a uma redução no particionamento dos elementos de liga entre as fases. Com o resfriamento rápido, a estrutura, que é estável em altas temperaturas, torna-se metaestável à temperatura ambiente, o que significa que espontaneamente, o material não irá atingir a condição de estabilidade termodinâmica sozinho. Desta forma, a busca termodinâmica por uma condição de equilíbrio mais estável se inicia e, com isso, a precipitação de fases secundárias (MARTINS, 2007; GUNN 2003; KIM, 2004).

Na Figura 11 são apresentados os diagramas isotérmicos típicos de aços duplex e a dependência da precipitação das fases com a temperatura. A Tabela 1, apresenta um resumo com as características das fases previstas para o aço inoxidável duplex.

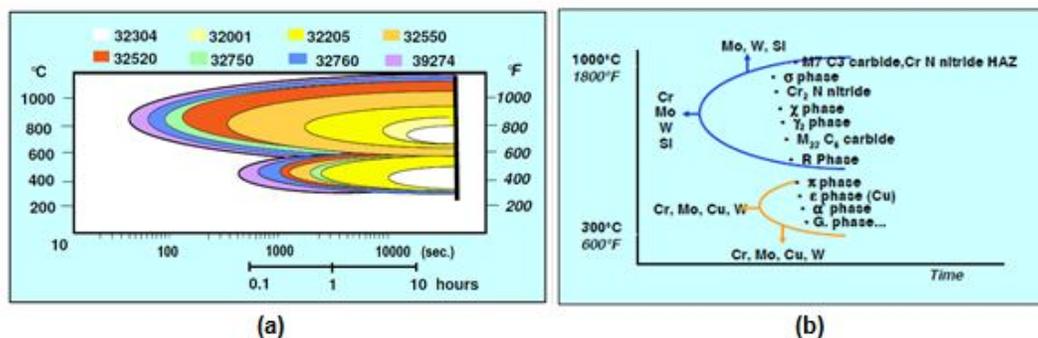


Figura 11 - (a) Diagrama isotérmico de fase típica dos aços duplex. (b) Precipitação de fase típica que pode ocorrer em aços duplex  
Fonte: CHARLES, 2007.

As ligas *lean* duplex UNS S32304 são menos propensas a formação de fase intermetálicas, pois exigem a exposição de pelo menos 10 a 20 horas para iniciar a precipitação em temperaturas inferiores a 900 °C. Também são menos sensíveis ao endurecimento em temperaturas em torno de 300 °C a 600 °C (GUNN, 2003).

Fases como carbonetos ( $M_{23}C_6$ ), nitretos ( $Cr_2N$ ) e fase sigma ( $\sigma$ ) são previstas pelo diagrama de fases, Figura 10. A precipitação das fases  $\sigma$  e  $\chi$  (chi) requer tempos de tratamento de mais de 10 horas. Já a precipitação de  $Cr_2N$  é mais frequente e reduz propriedades como resistência à corrosão e tenacidade em temperaturas em torno de 600 °C a 850 °C (CHARLES, 2010).

Tabela 1 - Fases secundárias típicas e intermetálicos presentes nos aços inoxidáveis duplex.

Fase	T <sub>ppt</sub> (°C)	Formação	Efeitos	Grupo Espacial	Parâmetros de rede
$\alpha'$	300 - 525	Diferença de miscibilidade no sistema Fe-Cr; Decomposição espinodal da ferrita; Nos AILD's o tempo deposição é de aproximadamente 10 horas.	Endurecimento e fragilização a 475 °C	I4/m32/m	a = 2,86 -2,88
$\sigma$	600 -1000	Decomposição eutetóide: $\delta \rightarrow \sigma + \gamma$ , Nucleação nos contornos de grão ferrítico e nas interfaces ferrita/austenita, Presença cromo e molibdênio (estabilizadores da ferrita) favorecem sua formação;	Reduz a resistência à corrosão e tenacidade; Apresenta elevada dureza e fragilidade.	P4 <sub>2</sub> /mnm (136)	a = 8,79 c = 4,54
M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	950 - 1050	Precipitam-se preferencialmente nas interfaces $\delta/\gamma$	Endurecimento.	Pnma (62)	a = 4,52 b = 6,99 c = 12,11
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	650 - 950	Precipitam na interface $\delta/\gamma$ ; Também são encontrados nas interfaces $\delta/\gamma$ , $\delta/\delta$ , $\gamma/\gamma$ ; Em menor incidência no interior dos grãos.	Endurecimento.	Fm3m (225)	a = 10,56-10,65
Cr <sub>2</sub> N	700 - 900	Supersaturação do nitrogênio na ferrita durante o resfriamento; Precipitação preferencial nas interfaces $\delta/\delta$ ou $\gamma/\delta$ ; Pode ocorrer intragranularmente	Empobrecimento em cromo no grão e seus contornos; Diminuição da resistência à corrosão.	P3 <sub>1</sub> m (162)	a = 4,80 c = 4,47
R (Fe <sub>2</sub> Mo)	550 - 650	Fase rica em molibdênio; Forma-se tanto intergranularmente quanto intragranularmente.	Reduz a resistência à corrosão por pite; Diminui a tenacidade.	R3 (146:H)	a = 10,90 c = 19,34
$\chi$ (Fe <sub>36</sub> Cr <sub>12</sub> Mo <sub>10</sub> )	700 - 900	Rica em cromo e molibdênio; Para os <i>lean</i> duplex sem molibdênio, para ocorrer a precipitação da fase chi, nesta faixa de temperatura, o tempo de exposição deve ser maior.	Efeito adverso sobre a dureza e propriedades de corrosão	143m (217)	a = 8,92
$\gamma_2$	700 - 900	Decomposição eutetóide da ferrita; $\delta \rightarrow \sigma + \gamma$ Rápida difusão ao longo dos contornos de grão $\delta/\gamma$ ; Facilitada pela formação de fases ricas em Cr e precipitação de nitretos e carbonetos.	Diminuição da resistência à corrosão.	Fm3m (225)	a = 3,539
$\pi$ (Fe <sub>7</sub> Mo <sub>13</sub> N)	550 - 600	Rico em Cr e Mo; Identificado em cordões de solda após tratamento térmico a 600°C.	Diminuição da resistência a corrosão.	P4 <sub>3</sub> 2 (213)	a = 6,47
G (Ti <sub>6</sub> Ni <sub>16</sub> Si <sub>7</sub> )	300 - 500	Decomposição espinodal da ferrita por longas exposições (7500-70000h); Mecanismos de Fragilização a 475°C; Nucleação na interface rica/empobrecida em Cr	Analisado em conjunto com a decomposição espinodal	Fm3m (225)	a = 10,9 – 11,6
$\tau$	550 - 650	Formam-se quando a liga é submetida a longos tempos de tratamento; Preferencialmente nos contornos de grão $\delta/\delta$ . Apresenta-se na forma de agulhas.	-	Fmmm (69)	a = 4,05 b = 4,84 c = 2,86
$\epsilon$	~ 500	Ocorre em ligas contendo cobre e tungstênio e está relacionado a supersaturação da ferrita, devido à diminuição da solubilidade a baixas temperaturas;	-	Fm3m (225)	a = 3,615

Fonte: Adaptado de GUNN, 2003.

### 3.4.2. Tensões residuais em tratamentos térmicos

Variáveis como velocidade de resfriamento, aquecimento e tempo de tratamento térmico, influenciam o estado de tensões do material.

Quanto mais rápido o resfriamento da peça, ou seja, quanto maior a severidade do choque térmico, mais acentuados são os gradientes de tensões entre o centro e a superfície da peça. Essas tensões estão associadas à contração do aço durante o resfriamento, expansão associada à transformação de fase e mudanças bruscas de seção e outros concentradores de tensão.

Um aquecimento muito lento, apesar de favorecer a completa dissolução, pode acarretar em um excessivo crescimento de grão.

A influência do tempo de tratamento, também está relacionada à dissolução das fases e ao tamanho de grão resultante além de promover a oxidação do material.

## 3.5. O PROCESSO DE SOLDAGEM

Segundo Marques *et al.* (2011) e Okumura *et al.* (1982) a soldagem baseia-se na união pela aproximação de átomos ou moléculas, das partes a serem unidas, à distância suficientemente pequenas para a formação de ligações químicas.

A escolha de um processo de soldagem é feita com base nas partes a serem unidas, geometria da junta, a posição de soldagem, produção, propriedades mecânicas desejadas, grau de automatização, custo, etc. No caso de aços inoxidáveis duplex, todos os métodos de soldagem por fusão podem ser utilizados, mas os procedimentos devem ser controlados para se evitar grandes variações de propriedades em relação ao metal base. Com isso, o processo TIG torna-se um dos principais processos empregados, pois oferece um

elevado grau de controle e um bom perfil de raiz com boas propriedades mecânicas e resistência à corrosão que se aproximam do metal base.

### 3.5.1. Soldagem a arco com eletrodo de tungstênio e proteção gasosa (TIG)

A soldagem a arco com eletrodo de tungstênio e proteção gasosa (TIG) é um processo de união de peças metálicas estabelecido entre um eletrodo de tungstênio não consumível e a peça a unir. A proteção da poça é feita por gás inerte e podem ser utilizados metais de adição (consumíveis), conforme é mostrado na Figura 12 (MARQUES *et al.*, 2011).

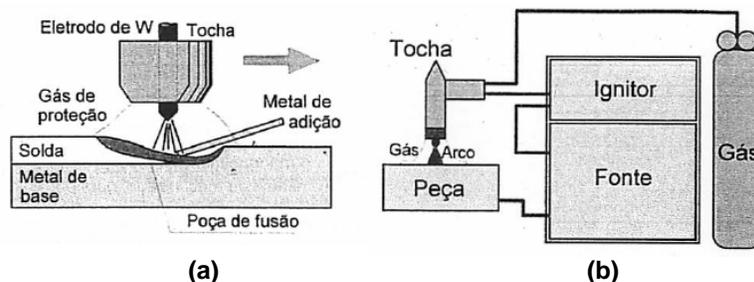


Figura 12 - (a) Processo esquemático da soldagem TIG. (b) Equipamento básico para soldagem.

Fonte: MARQUES *et al.*, 2011.

No caso das ligas duplex, o processo TIG autógeno é indicado na soldagem de ligas leves, como por exemplo, S31803 e S32304, para chapas de pequena espessura (processo limitado a espessura de até 2 mm) em ambientes pouco corrosivos (GUNN, 2003).

### 3.5.2. Metalurgia da soldagem para aços inoxidáveis duplex

A solda por fusão pode ser dividida em três regiões básicas: zona fundida (ZF) zona termicamente afetada (ZTA) e metal base (MB).

O metal base (Figura 13) é a região mais afastada do cordão de solda cuja temperatura de pico atingida é insuficiente para que ocorram alterações nas propriedades do material ou mudanças microestruturais.

Segundo Gunn (2003), a zona termicamente afetada (ZTA) dos aços inoxidáveis duplex pode ser dividida em duas regiões. Em temperaturas elevadas tem-se a ZTATE que é definida como a região ao redor da poça de fusão onde são atingidas temperaturas entre a *líquidus* da liga e a temperatura de *solvus* da ferrita sendo, portanto, a região que durante o aquecimento torna-se quase completamente ferrítica. Já a baixas temperaturas tem-se a ZTATB que atinge temperaturas abaixo da *solvus* da ferrita sendo, portanto, a região onde o equilíbrio de fases é mantido. A temperatura máxima atingida e o tempo de exposição no campo 100% ferrítico controlam a dissolução da austenita e o tamanho de grão ferrítico. Assim, a ZTATE apresenta grãos grosseiros de ferrita e a austenita inicialmente se precipita a partir dos contornos de grãos (austenita alotriomórfica – Figura 14a) ferríticos crescendo em direção ao centro do grão, como austenita de Widmanstätten (Figura 14a). Além disso, fases intermetálicas também podem ser formadas. Na Figura 14b e Figura 14c são apresentadas algumas precipitações típicas ( $\text{Cr}_2\text{N}$  e  $\gamma_2$ ). A ZTATB por atingir temperaturas menores é passível de formação de fases intermetálicas principalmente em aços superduplex. No caso de aços com baixo teor de elementos de liga essas fases podem ser formadas quando o resfriamento é lento.

Na ZF durante a solidificação, o crescimento dendrítico inicial é orientado em relação ao gradiente térmico produzindo uma estrutura ferrítica colunar que fornece condições para outras transformações de estado sólido. A formação da austenita inicia-se abaixo da temperatura *solvus* sendo inicialmente intergranular e, em seguida, tem-se a formação de austenitas de Widmanstätten ou placas intragranulares (Figura 14a), dependendo do tamanho de grão ferrítico e da taxa de resfriamento.

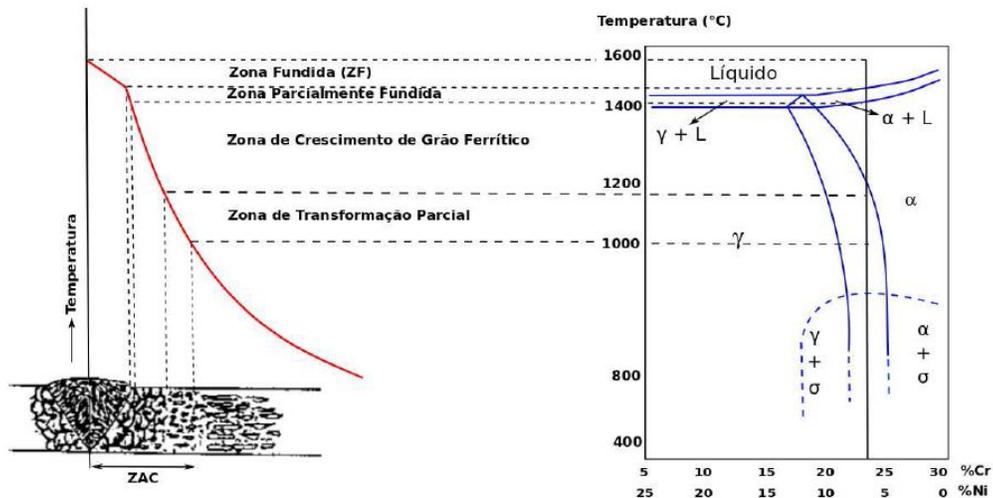


Figura 13 - Diagrama esquemático da microestrutura de uma junta soldada de AID  
Fonte: TURIBUS, 2014.

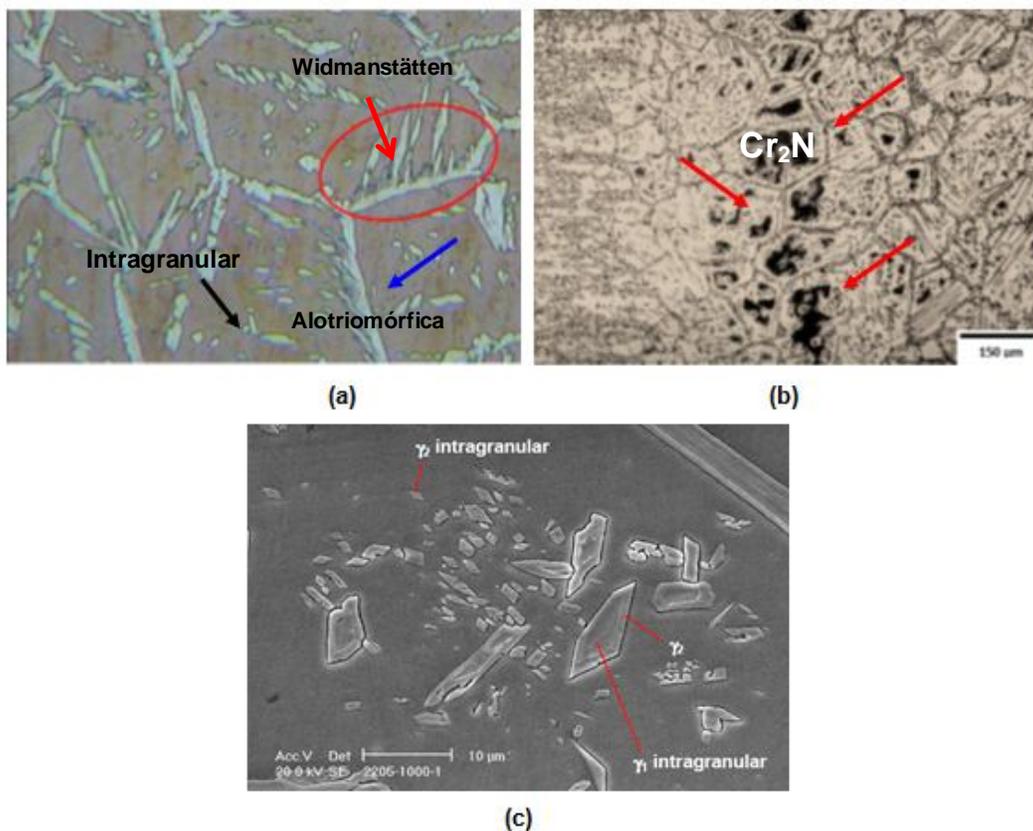


Figura 14 - Diferentes microconstituintes encontrados na liga UNS S32304. (a) Amostra da liga UNS S32304 atacada com reagente Behara, setas indicam a formação de austenitas de Widmanstätten, a presença de austenitas intragranulares e a presença de austenitas alotriomórficas (b) Amostra atacada com ácido oxálico 10%, as setas indicam a presença de Cr<sub>2</sub>N; (c) Diferenciação entre γ e γ<sub>2</sub> na liga UNS S32205 após reaquecimento a 1000°C por 1s MEV-EC.

Fonte: (a,b) Adaptado de PALÁCIO (2010); (c) LODOÑO, 2001.

### 3.5.3. Tensões residuais em soldagem

Segundo Okumura *et al.* (1982) e Kou (2003) as tensões residuais vão se desenvolvendo devido ao gradiente de temperatura durante o processo de soldagem. As regiões aquecidas sofrem expansão ou contração, porém às regiões frias impõem restrições ao processo.

Com o aumento da temperatura o limite de escoamento tende a diminuir, assim, as tensões residuais surgem com o aparecimento de deformações elásticas seguidas de deformações plásticas, quando o limite de escoamento é atingido. E como consequência desta última, permanecem após o término da operação.

A distribuição das tensões residuais varia de acordo com a geometria da junta soldada. Para uma união de topo plana (Figura 15) a tensão longitudinal atinge o limite de escoamento na linha de fusão e gradualmente diminui ao longo dela, atingindo valores nulos nas bordas da chapa. Na direção transversal o equilíbrio é mantido com zonas de tração e compressão e tendem a diminuir ao se aproximar da borda da chapa. Já, ao longo da linha de solda, o equilíbrio na direção transversal também é mantido.

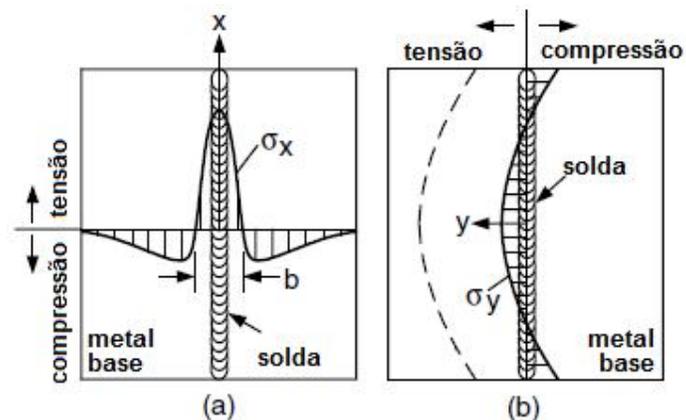


Figura 15 - Distribuição esquemática de tensões residuais em uma junta de topo. (a) Distribuição longitudinal; (b) Distribuição transversal.  
Fonte: KOU, 2003.

O controle das tensões residuais em relação à soldagem torna-se, então, um parâmetro de controle importante para averiguar o quanto os níveis de tensões estão abaixo do limite de escoamento do material.

Os níveis de tensão residual influenciam o comportamento das partes soldadas em relação à fratura. Neste caso, a presença de tensões residuais trativas torna o material propenso à formação de trincas, ocorrência de fadiga ou fratura frágil e perda da estabilidade dimensional.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. MATERIAL

Utilizou-se um aço inoxidável duplex de baixa liga UNS S32304. O material foi fornecido, pela empresa APERAM, em forma de tiras com dimensões de 72,0 mm de largura por 1,8 mm de espessura, conforme Figura 16.

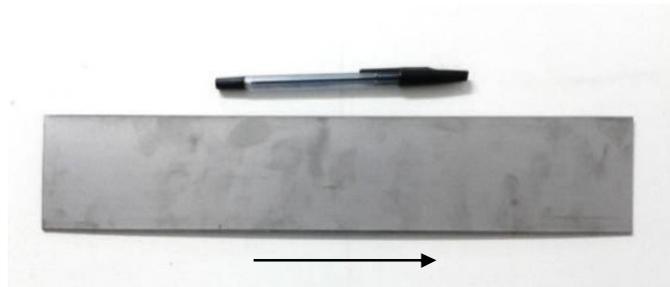


Figura 16 - Tira de aço UNS S32304 na condição como recebida. A seta indica a direção paralela à laminação (RD).

Estas tiras foram produzidas por processo de laminação seguido de tratamento a 1050°C e resfriamento ao ar. A especificação do material enviada pelo fabricante é mostrada na Tabela 2 e Anexo 3.

Tabela 2 - Composição química fornecida pelo fabricante (% em massa).

C	Mn%	Si%	P%	S%	Cr%	Ni%	Mo%	N <sub>ppm</sub>	Ti%	Cu%	Co%	PREN
0,016	1,4	0,25	0,023	0,001	22,2	3,52	0,255	1030	0,0041	0,4171	0,09	24,691

### 4.2. MÉTODOS

O fluxograma a seguir, Figura 17, resume os procedimentos utilizados neste trabalho.

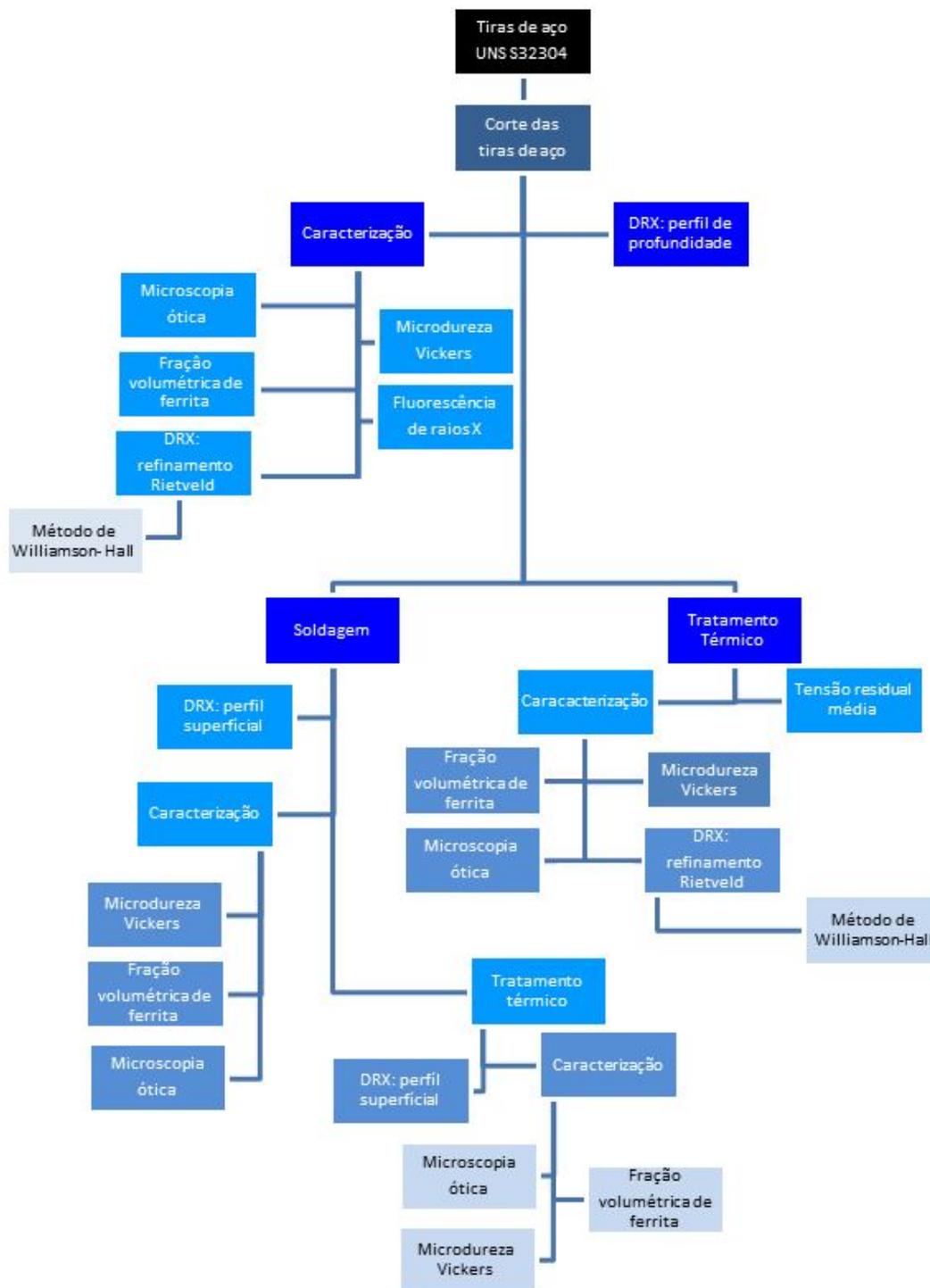


Figura 17 - Fluxograma da metodologia utilizada neste trabalho.

## 4.2.1. Preparação das amostras

### 4.2.1.1. Corte das amostras

Realizou-se o corte automático das amostras no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (Tricorrmat) do Departamento de Engenharia Mecânica (DEM) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). As amostras foram cortadas segundo as dimensões mostradas na Tabela 3.

Tabela 3 - Dimensões das amostras de aço segundo os procedimentos utilizados neste trabalho.

Procedimento	Dimensões
Fluorescência de raios X	Ø de 30 mm
Caracterização das tiras recebidas e Tratamento Térmico	1,8 x 72 x 72 mm
Soldagem	1,8 x 36 x 72 mm

### 4.2.1.2. Preparação para DRX

Antes da realização das medidas de DRX preparou-se a superfície das amostras com desbaste eletroquímico, para remoção da camada de óxidos formada, conforme a norma ASTM-E1558 (2009). Utilizou-se solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 25% por 10 minutos.

A amostra como recebida (CR) passou por diferentes etapas de polimento eletrolítico variando-se o tempo a fim de ser construído um perfil de tensões residuais em função da profundidade. Foram feitas medidas de tensão nas direções paralela (RD) e transversal (TD) a direção de laminação. Os diferentes tempos de polimento são mostrados na Tabela 4.

A remoção de camadas tensionadas pode influenciar o estado de tensões sub-superficial. Portanto, é necessária a utilização de correções para estimar o verdadeiro valor de tensão que existia antes do procedimento. A equação de correção para chapas planas é mostrada a seguir (ASTM INTERNACIONAL, 2012).

$$\sigma(z_1) = \sigma_m(z_1) + \left( -4\sigma_m(H) \left( \frac{\Delta z_1}{H} \right) \right) \quad (29)$$

Onde,  $\sigma(z)$  é a tensão corrigida para a espessura  $z$ ;  $\sigma_m$  é o valor de tensão medido e;  $H$  é a espessura inicial da peça, conforme Figura 18.

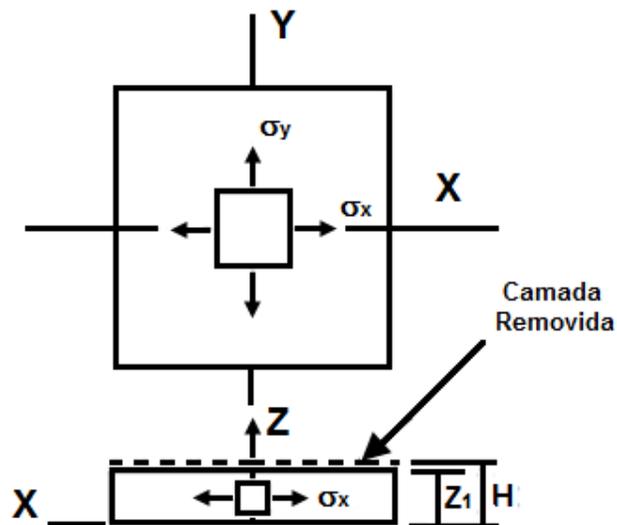


Figura 18 - Tensão em uma chapa plana após remoção de camada.  
Fonte: Adaptado de FITZPATRICK *et al.*, 2005.

Tabela 4 - Identificação da amostra para perfil tensões em função da profundidade.

Tempo de polimento (min)	Identificação
0	0RD
	0TD
15	15RD
	15TD
30	30RD
	30TD
45	45RD
	45TD
60	60RD
	60TD
75	75RD
	75TD
90	90RD
	90TD
105	105RD
	105TD
135	135RD
	135TD
165	165RD
	165TD

#### **4.2.2. Preparação para ensaio de fluorescência de raios X, microscopia e microdureza**

Realizou-se a preparação metalográfica das amostras, seguindo as etapas de lixamento e polimento com suspensão de alumina de 1  $\mu\text{m}$ . No caso das amostras destinadas ao ensaio de microdureza Vickers e microscopia ótica (MO), após o preparo, atacaram-se as amostras com solução de ácido oxálico 10%, 6 V por 20 s, solução 10N de KOH 2,5 V por 5 s e solução de  $\text{H}_2\text{NO}_3$  40% 2,0 V por 40 s. Para a caracterização por estereoscopia utilizou-se o ataque Behara.

#### **4.2.3. Espectroscopia de fluorescência de raios X (FRX)**

Realizou-se a caracterização química por espectroscopia de fluorescência de raios X em um espectroscópio do fabricante Shimadzu modelo EDX-720 pertencente ao Departamento de Engenharia Ambiental da UFES. Para este ensaio utilizou-se duas amostras retiradas de tiras distintas.

#### **4.2.4. Soldagem TIG**

Soldaram-se os corpos de prova produzidos nas dimensões de 36 x 72 x 18 mm aos pares (junta de topo) de forma autógena (devido à pequena espessura da chapa) pelo processo TIG no laboratório de Soldagem do DEM da UFES. Utilizou-se corrente pulsada e polaridade direta. A corrente média, tensão e velocidade empregados foram 143 A, 13 V, 35 cm/min, respectivamente. Produziu-se um lote de amostras soldada com gás de proteção de argônio comercial e outro com uma mistura de argônio (Ar) e 2% de nitrogênio ( $\text{N}_2$ ). A vazão de gás em ambos os casos foi de 10 L/min. Utilizou-se a mesma variação de composição para o gás de purga. Fixaram-se as amostras, a fim de se reproduzir o processo convencional de soldagem.

#### 4.2.5. Tratamento térmico

Tratou-se a amostras termicamente em forno tipo mufla programável, às temperaturas de 475 °C, 600 °C e 750 °C sob uma atmosfera ambiente com tempo de tratamento de 8 horas e resfriadas em água do mar convencional, retirada do litoral da região. Agruparam-se as amostras em 4 grupos, conforme Tabela 5.

Tabela 5 - Nomenclatura e descrição das condições experimentais.

Grupo	Amostras	Condições experimentais
	CR	Como recebida pelo fabricante
CR	SA	Apenas soldada com gás argônio (Ar)
	SAN	Apenas soldada com mistura Ar-2%N <sub>2</sub>
	475T	Apenas tratada termicamente a 475°C
475	475SA	Soldada com gás argônio e tratada termicamente a 475°C
	475SAN	Soldada com mistura Ar-2%N <sub>2</sub> e tratada termicamente a 475°C
	600T	Apenas tratada termicamente a 600°C
600	600SA	Soldada com gás argônio e tratada termicamente a 600°C
	600SAN	Soldada com mistura Ar-2%N <sub>2</sub> e tratada termicamente a 600°C
	750T	Apenas tratada termicamente a 750°C
750	750SA	Soldada com gás argônio e tratada termicamente a 750°C
	750SAN	Soldada com mistura Ar-2% N <sub>2</sub> e tratada termicamente a 750°C

#### 4.2.6. Estereoscopia

Para análise do tamanho das regiões ZF e ZTA das amostras soldadas utilizou-se uma lupa estereoscópica digital pertencente ao Laboratório de Caracterização de Superfícies de Materiais (LCSM- DEM – UFES).

#### 4.2.7. Microscopia óptica

Realizou-se a microscopia óptica das amostras em um microscópio ótico digital pertencente ao Laboratório Tricormat ( DEM – UFES).

## 4.2.8. Difração de raios X

### 4.2.8.1. Medidas da tensão residual média total

Programou-se o difratômetro de raios X para medidas de tensão residual média total, a fim de se construir os perfis de tensões em profundidade da amostra CR, os perfis superficiais das amostras soldadas, e para o cálculo da tensão média nas amostras apenas tratadas termicamente.

Para as medidas de tensão residual da fase austenita utilizou-se um difratômetro de raios X, da marca Rigaku, numa geometria Bragg-Brentano e radiação  $\text{CuK}_\alpha$  ( $\bar{\lambda} = 0,1542 \text{ nm}$ ) pertencente ao Laboratório de Difração de Raios X do DEM da UFES. Acompanhou-se o comportamento do pico 420, conforme a norma SAE HS-784 (2003), utilizando o intervalo angular de  $142 - 152^\circ$ , modo  $\theta$  fixo e  $2\theta$  móvel com tempo de 20 s, fenda de divergência de 0,05 mm, fenda de divergência horizontal de 10 mm, fenda de espalhamento de  $\frac{1}{2}^\circ$ , fenda receptora 0,3 mm, passos angulares de  $0,04^\circ$  nos ângulos  $\psi$  de  $0^\circ$ ,  $15^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $45^\circ$  e  $60^\circ$ .

Para as medidas de tensão residual da fase ferrita utilizou-se um difratômetro de raios X, da marca Rigaku, numa geometria pseudo-paralela e radiação  $\text{CrK}_\alpha$  ( $\bar{\lambda} = 0,2291 \text{ nm}$ ) pertencente ao Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais (CCTM) do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN - CNEN/SP). Acompanhou-se o comportamento do pico 211, conforme a norma SAE HS-784 (2003), utilizando o intervalo angular de  $152,5 - 159^\circ$ , modo  $\theta$  fixo e  $2\theta$  móvel com tempo de 10 s, fenda de divergência de  $\frac{1}{2}^\circ$ , fenda de divergência horizontal de 5 mm, fenda de espalhamento aberta, fenda receptora aberta, passos angulares de  $0,1^\circ$  e ângulo  $\psi$  de  $0^\circ$ ,  $15^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $45^\circ$  e  $60^\circ$ . A abertura das fendas foi compensada com o auxílio de uma máscara superficial feita de folhas de chumbo autoadesivas com abertura de 2 mm.

Fixou-se a amostra na posição  $\phi = 0^\circ$  e, em alguns casos,  $\phi = 90^\circ$  que representam respectivamente a direção RD e TD à direção de laminação.

Calcularam-se as tensões residuais pelo método do  $\sin^2\psi$ . Para a determinação da posição  $2\theta$  do pico analisado utilizou-se o método de localização em função da intensidade por meio da função matemática Pearson7A (WITHERS, 2011; SILVA 2007) com o auxílio do programa gráfico FityK (WOJDYR, 2010). A escolha da função foi baseada na literatura e nas correlações obtidas, quando comparados os resultados com outras funções. Para esta análise, as constantes elásticas são mostradas na Tabela 6.

Tabela 6 - Constantes elásticas das fases analisadas na direção RD e TD.

<b>Fase</b>	<b>Coefficiente de Poisson (<math>\nu</math>)</b>	<b>Módulo de elasticidade (E)</b>
Austenita RD	0,305	190 GPa
Austenita TD	0,281	186 GPa
Ferrita RD	0,186	201 GPa
Ferrita TD	0,333	226 GPa

Fonte: JOHANSSON *et al.*, 1999.

A Figura 19 apresenta uma amostra soldada com os pontos que representam a região iluminada pelo feixe de difração para a construção do perfil de tensão residual média superficial. Para a ferrita mediu-se 10 pontos (vermelhos) e para a austenita 7 pontos (azuis). No apêndice C constam as posições dos pontos em relação ao centro da amostra.

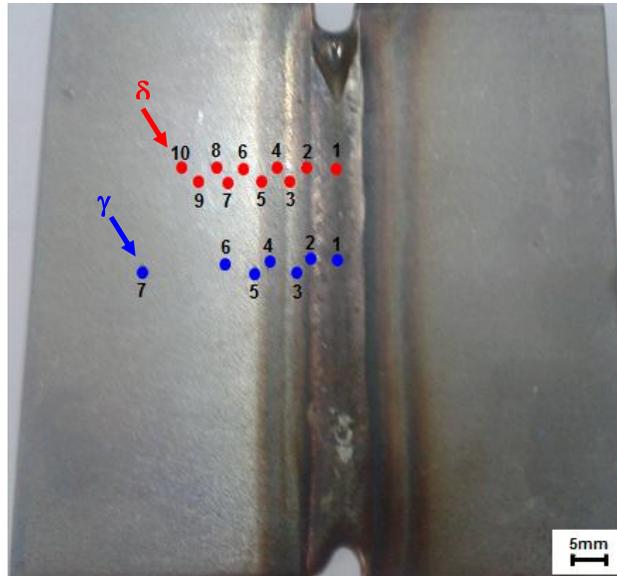


Figura 19 - Amostra soldada com pontos representando as regiões iluminadas pelo feixe difratado para a construção dos perfis de difração. Os pontos azuis relacionam-se a austenita já os vermelhos a ferrita.

#### 4.2.8.2. Medidas de macro e microtensão

A partir dos resultados de tensão residual média total para as amostras CR e tratadas termicamente e com base nas Equações 22 e 23, discutidas anteriormente, calculou-se as macro e microtensões das amostras.

#### 4.2.8.3. Medidas da microdeformação e tamanho do cristalito

Obteve-se a microdeformação por meio do método proposto por Williamson-Hall.

Para essas medidas, utilizou-se o mesmo difratômetro de raios X com radiação  $\text{CuK}_\alpha$  ( $\bar{\lambda} = 0,1542 \text{ nm}$ ). Varreu-se a amostra no intervalo angular de  $10\text{-}155^\circ$ , modo *step scan* com tempo de 2s, fenda de divergência de  $\frac{1}{2}^\circ$  mm, fenda de divergência horizontal de 10 mm, fenda de espalhamento de  $\frac{1}{2}^\circ$ , fenda receptora 0,3 mm, passos angulares de  $0,02^\circ$ . Refinou-se o padrão de difração pelo método de Rietveld com o auxílio do *software General Structure Analysis*

*System* (LARSON *et al.*, 2004) com a interface EXPGUI (TOBY, 2001). As fichas CIF utilizadas para as fases austenita e ferrita apresentam os parâmetros propostos por Ridley *et al.* (1970) e Kochanovska (1949), respectivamente. Escolheu-se a função de refino 2, com base na qualidade do ajuste obtido pelo padrão de óxido de cério (MARTINEZ, 2014), que foi desenvolvida a partir de uma pseudo-voigt baseada nos estudos de Howard (1982) e Thompson *et al.* (1987).

#### **4.2.9. Microdureza Vickers**

Avaliou-se a microdureza das fases formadas utilizando-se um durômetro da marca Pantec modelo HXD – 1000TM pertencente ao Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT – DEM – UFES), com uma carga de 10 gf e tempo de 15 s. Para cada fase foram realizadas 15 medições. Nas amostras soldadas, fez-se um perfil médio de microdureza para cada fase desde o centro do cordão de solda até a distância de 6 mm com espaçamento entre os pontos de 0,5 mm. Os pontos médios foram obtidos a partir de 3 medidas de dureza para cada fase.

#### **4.2.10. Determinação da fração volumétrica de ferrita**

A determinação da fração volumétrica de ferrita foi realizada utilizando um ferritoscópio Fischer® devidamente calibrado pertencente ao Laboratório de Soldagem – DEM - UFES. Foram realizadas 20 medidas de maneira aleatória. Nas amostras soldadas, analisaram-se as três regiões (MB, ZTA, e ZF).

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. AMOSTRA COMO RECEBIDA (CR)

#### 5.1.1. Caracterização da amostra

Na Tabela 7 são mostrados os resultados quantitativos da composição química média das tiras de aço recebidas. Os resultados (média de duas amostras) corroboram com os fornecidos pela empresa fabricante (Anexo 3).

Tabela 7 - Resultado comparativo obtido por FRX e dados fornecidos pelo fabricante, % em massa.

Elemento	Fe (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mn (%)	Cu (%)	Mo (%)
FRX	73(1)	22,6(1)	3,5(1)	1,57(2)	0,36(1)	0,2(2)
Fabricante	71,7	22,2	3,52	1,4	0,4171	0,255

A micrografia da amostra CR é mostrada na Figura 20. Não foi observada a presença de fases deletérias. Foram observadas apenas as ilhas de austenita envoltas em uma matriz ferrítica, conforme reportado na literatura. Este resultado confirmou-se por meio do espectro de difração, Figura 21, que, apenas, indicou a presença dos picos referentes à fase austenita ( $\gamma$ ) e ferrita ( $\delta$ ).

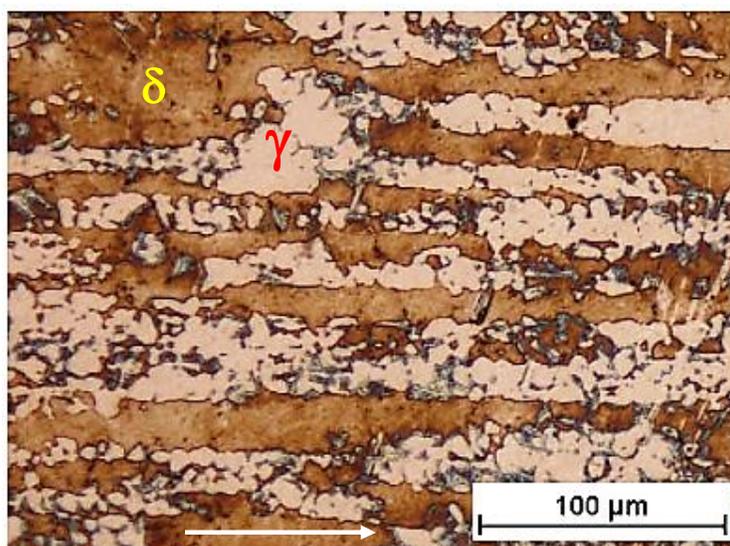


Figura 20 - Amostra CR, a ferrita apresenta coloração escura enquanto a austenita (claro) não é atacada. Microscopia Ótica, ataque KOH 10N. A seta indica a direção de laminação.

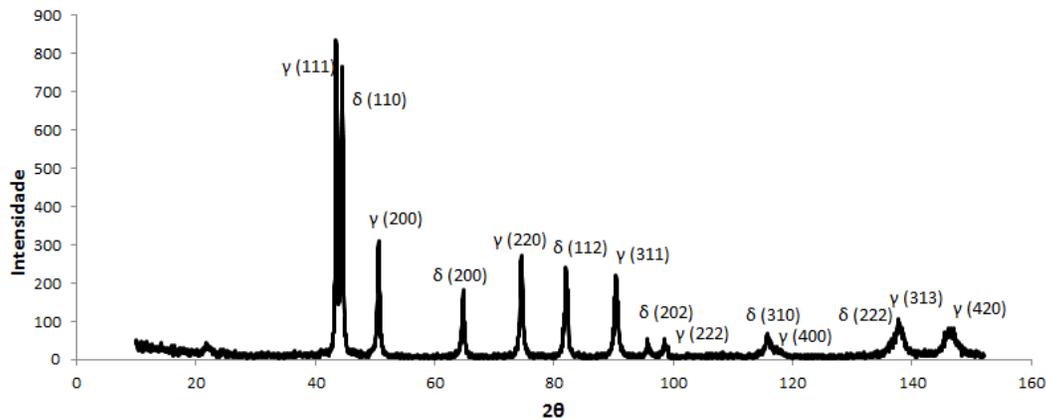


Figura 21 - Perfil de difração da amostra CR. Radiação de cobre  $\lambda = 01542$  nm.

A Tabela 8 apresenta os resultados de microdureza Vickers e fração volumétrica de ferrita.

Tabela 8 - Resultados obtidos nos ensaios de microdureza Vickers (carga de 10 gf e tempo de 15 s) e caracterização da fração volumétrica de ferrita utilizando ferritoscópio para amostra CR.

Resultado	Fração volumétrica	HV <sub>10</sub>	
		Austenita	Ferrita
	0,483(2)	208(13)	199(14)

Os resultados apresentam coerência com a literatura pesquisada. Para aços duplex a proporção ideal das fases é de 1:1, porém são aceitas variações no teor de ferrita entre 30 a 70% (GUNN, 2003).

Para a amostra CR, observa-se que a austenita apresenta maior dureza que a ferrita.

Segundo Horvarth *et al.* (1998) a microdureza fornece informações qualitativas sobre como processos como recuperação, precipitações, interações de discordâncias, etc., influenciam o comportamento plástico das fases presentes. O maior valor de microdureza encontrado na fase austenita pode estar relacionado a sua maior capacidade de dissolver nitrogênio (até 5 vezes mais que a ferrita) que atua como endurecedor por solução sólida intersticial e; ao efeito da temperatura de solubilização sobre o particionamento do nitrogênio em ambas as fases.

### 5.1.2. Perfil de tensões residuais em profundidade

Construiu-se o perfil de tensão residual em profundidade a partir das medidas de tensões residuais totais médias em cada profundidade da fase austenita.

Para o cálculo da tensão total média pelo método do  $\text{sen}^2\psi$  é necessário construção de curvas do tipo  $\epsilon_{\phi\psi} \times \text{sen}^2\psi$ , conforme Figura 22. Como discutido anteriormente, a dependência de  $\epsilon_{\phi\psi}$  com o  $\text{sen}^2\psi$ , pode não ser linear, com pontos oscilantes, que indicam certo nível de textura (LINDGREN *et al.* 2003). Observou-se este comportamento, com pontos oscilantes, na amostra CR para todas as profundidades analisadas.

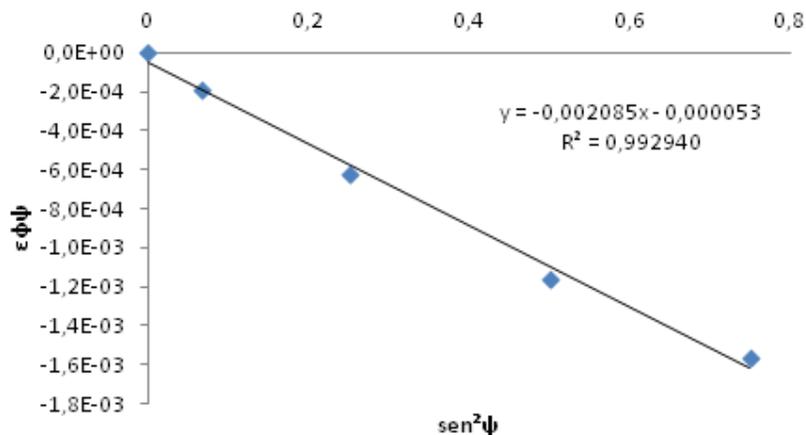


Figura 22 - Gráfico  $\epsilon_{\phi\psi} \times \text{sen}^2\psi$  para amostra CR\_0RD, sem polimento eletrolítico.

Orientações preferenciais já eram esperadas para o material uma vez que este foi fabricado pelo processo de laminação. A relação linear entre  $\epsilon_{\phi\psi}$  com o  $\text{sen}^2\psi$  é obtida considerando o material como sendo isotrópico. Entretanto, os diferentes coeficientes de expansão térmicos das fases, associados à tensão aplicada pelos cilindros durante a laminação e o resfriamento fazem com que a deformação não seja uniforme. O material apresentará anisotropia e, portanto, os pontos obtidos não se ajustam bem a uma reta. Com isso, o valor de  $R^2$  pode ser um indicador qualitativo da existência de textura ao qual a amostra está submetida.

Apresenta-se na Tabela 9 os valores de tensão residual média total para as diferentes profundidades avaliadas. Na Figura 23, os resultados obtidos são apresentados na forma de um gráfico de tensão x profundidade.

Tabela 9 - Resultados de tensão média total calculada e corrigida para as diferentes profundidades avaliadas na fase austenita.

Nomenclatura	Profundidade ( $\mu\text{m}$ )	Tensão residual (MPa)	Tensão residual corrigida (MPa)
0RD	0,000	-382(49)	-382(49)
0TD		-360(16)	-360(16)
15RD	12,950(2)	-223(20)	-212(20)
15TD		-237(21)	-227(21)
30RD	29,400(2)	-57(22)	-32(22)
30TD		-170(19)	-147(19)
45RD	45,100(2)	-96(8)	-58(8)
45TD		-124(8)	-88(8)
60RD	62,900(2)	-62(8)	-9(8)
60TD		-114(11)	-64(11)
75RD	75,300(2)	-63(9)	0(9)
75TD		-62(9)	-3(9)
90RD	90,600(2)	-48(3)	28(3)
90TD		-44(28)	28(28)
105RD	117,526(3)	40(7)	139(7)
105TD		-78(17)	15(17)
135RD	143,526(4)	-34(8)	87(8)
135TD		-57(3)	57(4)
165RD	117,000(6)	45(24)	194(24)
165TD		-31(16)	110(16)

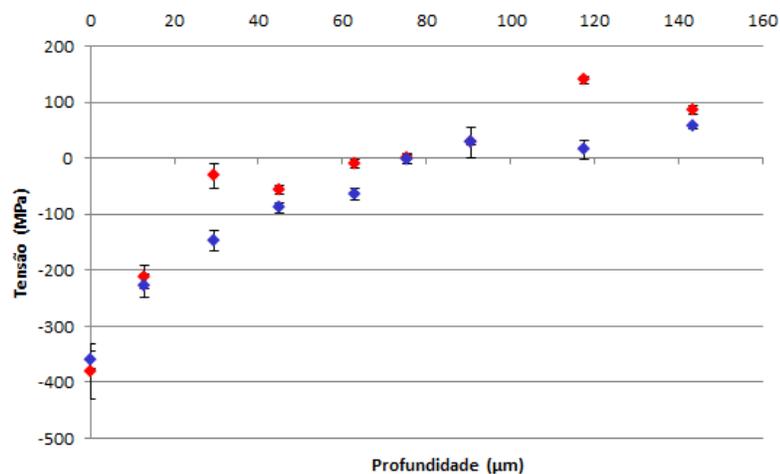


Figura 23 - Perfil de tensões residuais totais médias da fase austenita em profundidade.

Observa-se um relaxamento das tensões à medida que se aproxima do centro da placa.

Este comportamento está relacionado ao processo de laminação. Neste processo, o escoamento plástico ocorre somente próximo às superfícies da chapa. Os grãos da superfície são deformados e tendem a se alongar, enquanto que os grãos do centro da chapa permanecem sem serem afetados. Como a chapa deve se manter contínua, suas regiões superficial e central devem se sujeitar a uma acomodação de deformações. As fibras centrais tendem a impedir as fibras superficiais de se alongarem, enquanto as fibras superficiais procuram esticar aquelas localizadas na parte central. Como resultado, obtém-se uma distribuição de tensões residuais na chapa, que consiste em elevadas tensões compressivas na superfície e tensões trativas no centro. Em geral, o sinal da tensão residual que é produzida por deformação não homogênea será oposto ao sinal da deformação plástica que produziu a tensão residual. Para o caso da chapa laminada, as fibras superficiais que foram alongadas na direção longitudinal pela laminação permanecem em um estado de tensões residuais compressivo quando a carga externa de laminação é removida (DIETER, 1981).

O relaxamento das tensões próximo à superfície mostrou-se mais acentuado do que o observado à medida que se aproxima do centro da amostra. Além do efeito de compressão de conformação e contração do metal aquecido que são maiores na superfície, a remoção da camada de óxido que se forma a partir da oxidação da ferrita rica em Cr também influencia essa variação acentuada de tensão. Inicialmente, a fração de ferrita é menor devido à presença da camada passiva de óxido formada, porém com a remoção dessa camada, o balanço de fases se modifica e o teor de ferrita aumenta. Assim, para manter o equilíbrio a fase austenita tende a relaxar (LINDGREN *et al.*, 2003; HARJO *et al.*, 2002).

Com relação às direções TD e RD observa-se que em média o material na direção RD tende a sofrer um relaxamento maior das tensões do que na direção TD. Este comportamento pode estar relacionado ao processo de recristalização sofrido pela austenita que é impedido de ocorrer em todas as direções devido à presença da ferrita que atua como uma barreira conforme é observado na micrografia, Figura 20, (BADJI, 2011).

Observou-se, também, que a microtensão heterogênea (tipo III) é reduzida na medida em que se avança em profundidade, conforme pode ser visto nos picos difratados da condição 0RD/TD e 165RD/TD, Figura 24. Sabe-se que a microdeformação é dada pelo alargamento do pico e ao analisar-se a Figura 24, verifica-se que na superfície, devido ao maior alargamento do pico, não se distingue as radiações  $K_{\alpha 1}$  e  $K_{\alpha 2}$ , já na profundidade de 117  $\mu\text{m}$  (Figura 24c e d) é nítida a separação.

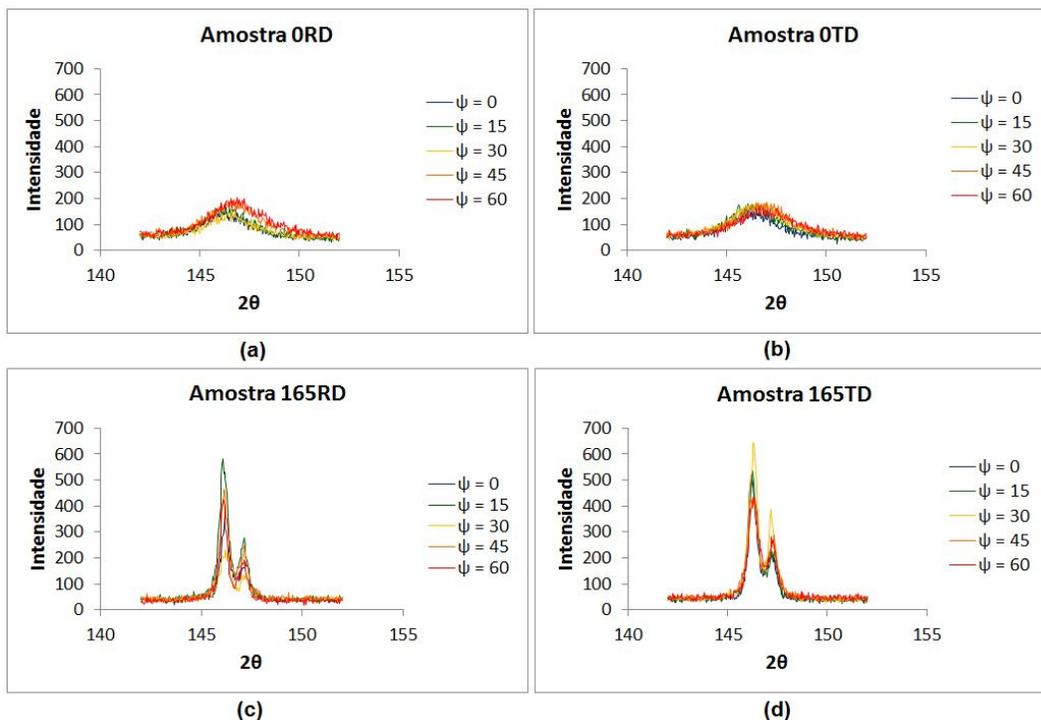


Figura 24 - Deslocamento do pico difratado para a fase austenita. (a) Amostra 0RD, superfície; (b) Amostra 0TD, superfície; (c) Amostra 165RD, 165 minutos de polimento eletrolítico; (d) Amostra 165TD, 165 minutos de polimento eletrolítico.

### 5.1.3. Método de Williamson-Hall e refinamento Rietveld

A partir do método proposto por Williamson-Hall, obteve-se a relação entre a FWHM e o ângulo de Bragg (Figura 25) para algumas profundidades e caracterizou-se a amostra segundo a microdeformação, tamanho do cristalito e fração volumétrica das fases. Os resultados são mostrados na Tabela 10 e Figura 26.

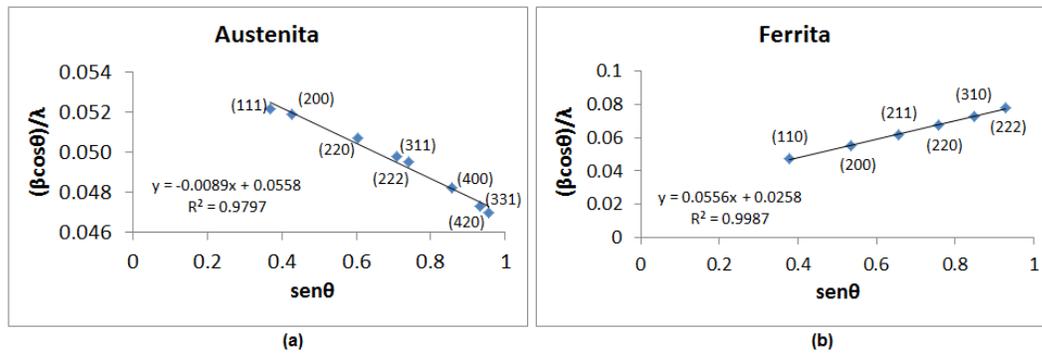


Figura 25 - Relação entre a FWHM e o ângulo de Bragg para a amostra ORD. (a) Fase austenita; (b) Fase ferrita.

Observou-se que não só para a amostra 0CR, mas para todas as condições avaliadas a ferrita apresentou um ajuste melhor, indicando que os grãos austeníticos são menos homogêneos. Quando o gráfico tem comportamento parabólico, a amostra é cristalograficamente heterogênea e apresenta duas regiões distintas, uma sob compressão e outra onde ocorre expansão da rede cristalina (FERREIRA, 2003).

Tabela 10 - Caracterização da amostra CR em profundidade pelo método de Rietveld e Williamson-Hall.

Nomenclatura	Fase	Micro deformação %	Tamanho do cristalito (nm)	Fração em mássica das fases	Parâmetros de rede (nm)
ORD	$\gamma$	0,222(1)	4,47(5)	0,435(2)	0,36044(2)
	$\delta$	0,175(4)	3,3(1)	0,565(1)	0,28769(2)
0TD	$\gamma$	0,222(1)	4,47(5)	0,557(1)	0,36014(1)
	$\delta$	0,175(4)	3,29(8)	0,443(1)	0,28756(2)
30TD	$\gamma$	0,079(1)	14,0(3)	0,488(2)	0,36021(1)
	$\delta$	0,1198(3)	45(1)	0,512(2)	0,28745(1)
45TD	$\gamma$	0,057(1)	11,3(3)	0,482(2)	0,36011(1)
	$\delta$	0,082(1)	16,2(7)	0,518(2)	0,28741(1)
75TD	$\gamma$	0,0609(1)	55,2(6)	0,537(2)	0,359999(5)
	$\delta$	0,045(1)	12,6(4)	0,463(2)	0,28735(1)
105RD	$\gamma$	0,0566(5)	52(1)	0,557(2)	0,360039(5)
	$\delta$	0,042(1)	18,1(6)	0,443(2)	0,28740(1)
105TD	$\gamma$	0,0454(2)	29,9(8)	0,477(2)	0,360016(5)
	$\delta$	0,057(1)	34(1)	0,523(3)	0,28732(1)
165RD	$\gamma$	0,0415(1)	58(1)	0,507(2)	0,359967(5)
	$\delta$	0,050(1)	6,69(8)	0,493(2)	0,287294(4)
165TD	$\gamma$	0,0444(2)	70(1)	0,545(2)	0,35997(1)
	$\delta$	0,0535(1)	103(3)	0,455(2)	0,287294(4)

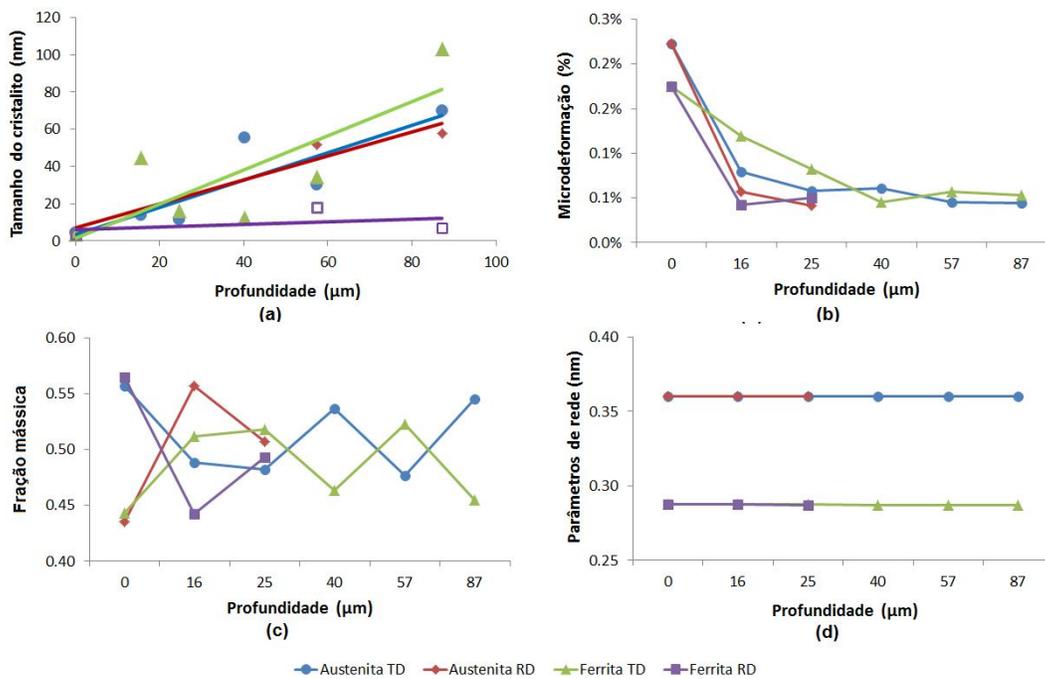


Figura 26 - Gráficos obtidos pelos métodos de Rietveld e Williamson-Hall em função da profundidade. (a) tamanho do cristalito; (b) microdeformação; (c) fração mássica; (d) parâmetros de rede.

Os resultados da Tabela 10 e Figura 26 mostrados acima são para fins de registro. A discussão dos resultados obtidos requer um estudo mais aprofundado de como o processo de fabricação, bem como as propriedades mecânicas e térmicas das fases presentes, influenciam no valor do tamanho do cristalito e microdeformação obtido.

Comparando-se os resultados para as fases ferrita e austenita, observou-se uma tendência de aumento do tamanho do cristalito e da microdeformação da ferrita em relação à austenita na direção TD. Já na direção RD, observou-se o comportamento inverso. Percebe-se na Figura 26b que a microdeformação no cristalito da ferrita TD é mais suave em função da profundidade quando comparado com os demais comportamentos. Porém, as flutuações observadas do balanço de fase, Figura 26c, à medida que se avança na profundidade pode ser um indicativo de que a remoção das camadas tensionadas está influenciando o ajuste da função de perfil, conforme apêndice A. Este comportamento está relacionado aos diferentes potenciais eletroquímicos

apresentados por cada fase, com isso a remoção torna-se não uniforme gerando rugosidade (ASTM INTERNACIONAL, 2012).

## 5.2. AMOSTRAS TRATADAS TERMICAMENTE

### 5.2.1. Caracterização das amostras

Na Figura 27 e Figura 28 são mostradas as micrografias por MO. Observa-se a presença de  $\gamma_2$ , região clara no interior do grão ferrítico (indicada pelas setas) e a possível presença de  $\text{Cr}_2\text{N}$  precipitados nos contornos de grão da austenita secundária formada (Figura 28). Este comportamento também foi observado por Calliari *et al.* (2015) e Zanotto, *et al.* (2015).

Em relação à amostra CR, observa-se o aumento da precipitação nos contornos de grão para a amostra 475T, Figura 28b. Kobayashi *et al.* (2001) reportam a precipitação de  $\text{Cr}_2\text{N}$  em temperaturas acima de 450 °C e sua atuação como sítio preferencial para a precipitação de  $\gamma_2$ . Calliari *et al.* (2015) observaram para a liga UNS S2304 a precipitação de  $\text{Cr}_2\text{N}$  nos contornos de grão ferríticos ao realizar tratamentos isotérmicos entre 600 °C a 650 °C e também observaram a presença de  $\text{Cr}_2\text{N}$  para temperaturas entre 750 °C a 850 °C nos contornos de grão austeníticos proveniente da precipitação no interior do grão austeníticos. Para a liga comercial 2101, Zanotto *et al.* (2015) também observaram a precipitação de  $\text{Cr}_2\text{N}$  nos contornos de grão  $\delta/\delta$ ,  $\gamma/\gamma$  e  $\delta/\gamma$ .

Também se observou a presença de  $\text{Cr}_2\text{N}$  e/ou carbonetos na amostra CR, Figura 28a, provenientes do processo de fabricação. Uma análise da composição química desses precipitados, por EDS, por exemplo, seria necessária para saber qual é a verdadeira natureza desses precipitados.

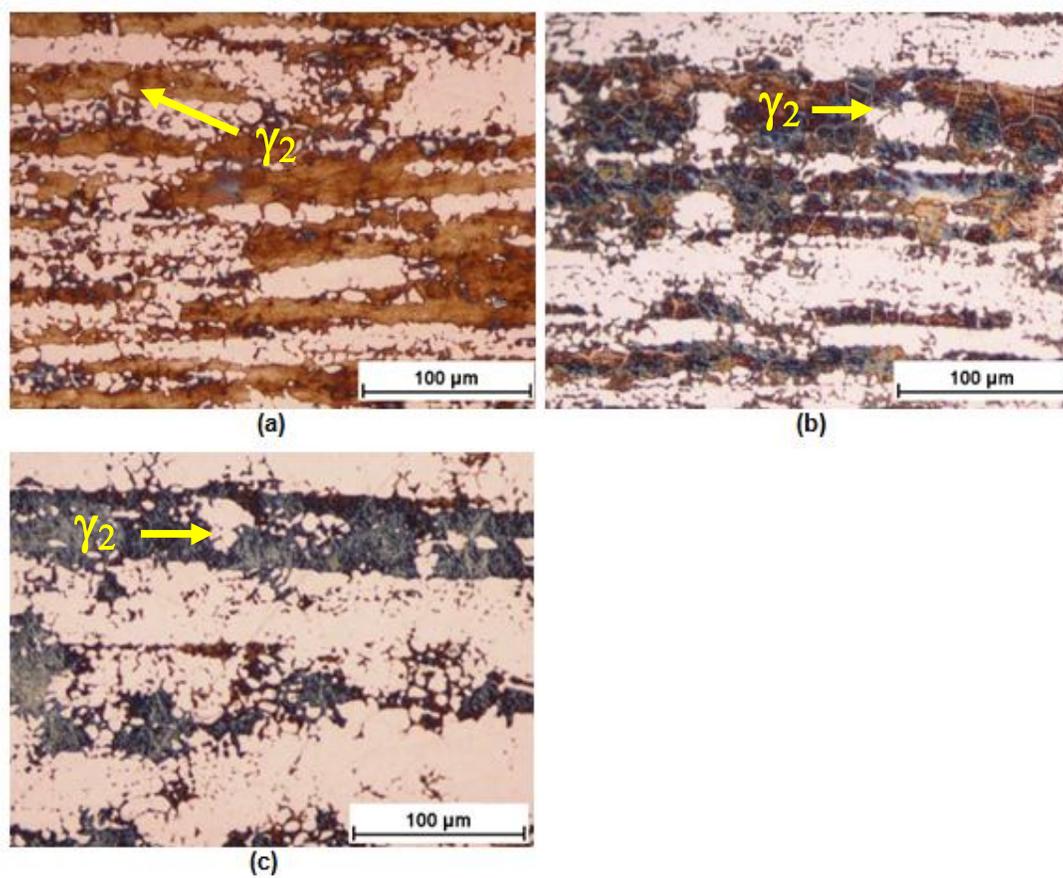


Figura 27 - Amostras tratadas termicamente, vista superior. (a) Amostra 475T; (b) Amostra 600T; (c) Amostra 750T. Setas indicam a presença de  $\gamma_2$ . Microscopia ótica. Ataque KOH 10N.

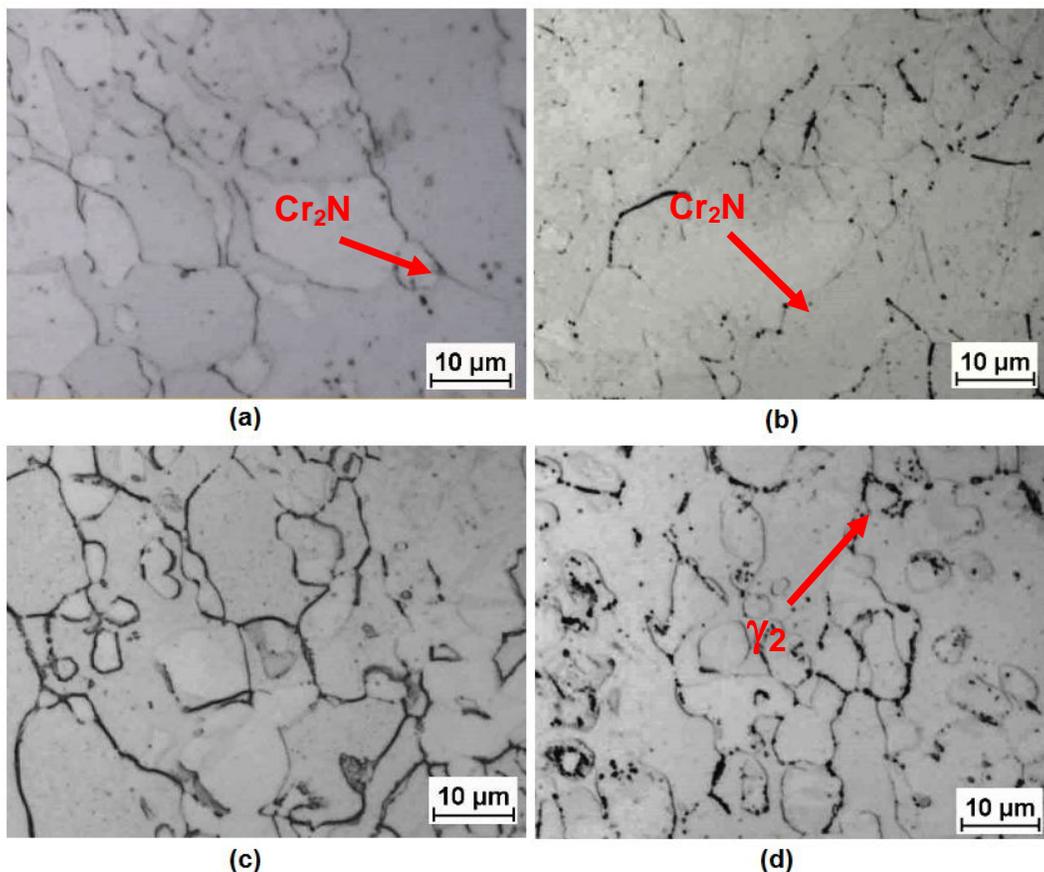


Figura 28 – Comparação amostras tratadas termicamente e CR, vista superior. (a) Amostra CR; (b) Amostra 475T; (c) Amostra 600T; (c) Amostra 750T. Setas indicam a presença de  $\gamma_2$ . E a possível presença de nitretos precipitados no contorno de grão Microscopia ótica. Ataque oxálico 10%.

Os espectros de raios X, Figura 29, indicam apenas variações nas intensidades dos picos das fases austenita e ferrita. Este comportamento pode estar relacionado à variações na orientação dos grãos que se alteram com o tratamento térmico. Outras variações microestruturais também podem ser responsáveis por essa modificação.

A  $\gamma_2$  possui a mesma geometria espacial da austenita e uma pequena variação no parâmetros de rede (Tabela 1) o que pode levar a alterações na simetria do pico austenítico. Da mesma forma a fase fragilizante  $\alpha'$ , por ser fina, não é observada ao MO, mas possui geometria e parâmetro de rede, próximos aos da ferrita.

Outra fase prevista pelo diagrama de fases seria o  $\text{Cr}_2\text{N}$  que também apresenta diferente geometria e parâmetros de rede. A baixa fração volumétrica desse precipitado não é suficiente para que a intensidade de outros picos fosse percebida no espectro de difração. Mas, como observado por Londoño (2001) e Kobayashi *et al.* (2001) apresenta relação de orientação com a ferrita.

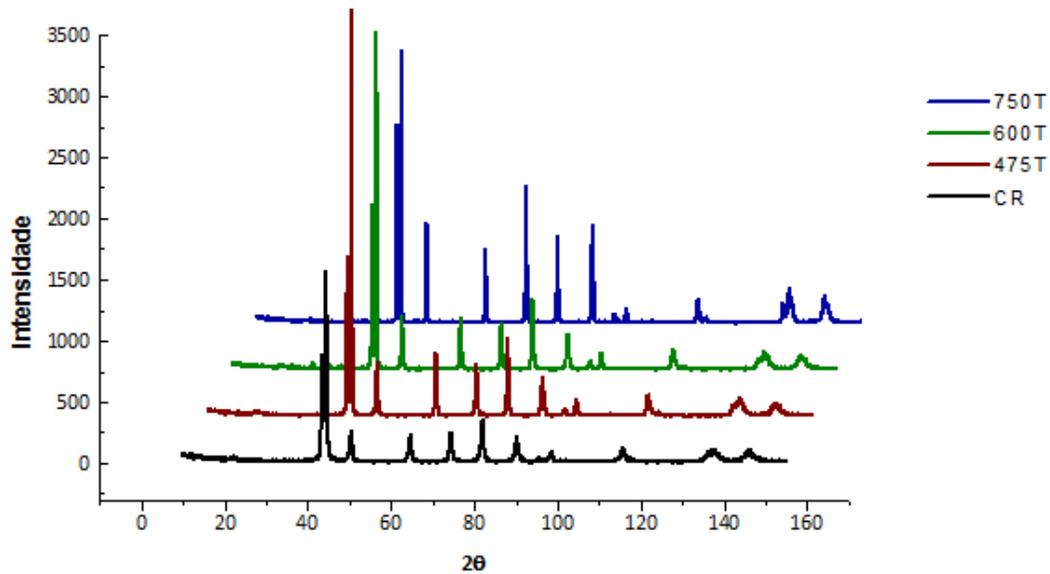


Figura 29 - Comparação entre os perfis de difração de raios X das amostras tratadas termicamente em perspectiva cavaleira ( $45^\circ$ ). Radiação de cobre  $\lambda = 0,1542 \text{ nm}$ .

Nos gráficos a seguir são comparados os resultados de microdureza Vickers (Figura 30) e fração volumétrica de ferrita obtidos com o ferritoscópio (Figura 31) de todas as condições de tratamento térmico e da amostra CR.

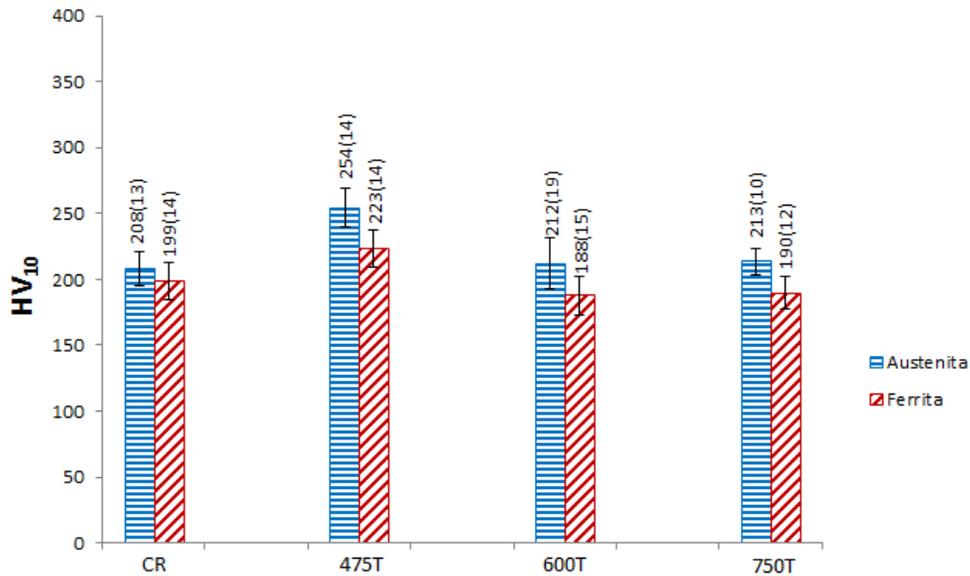


Figura 30 - Comparação dos resultados de microdureza Vickers das diferentes condições de tratamentos térmicos. Carga de 10 gf. Tempo de 15 s.

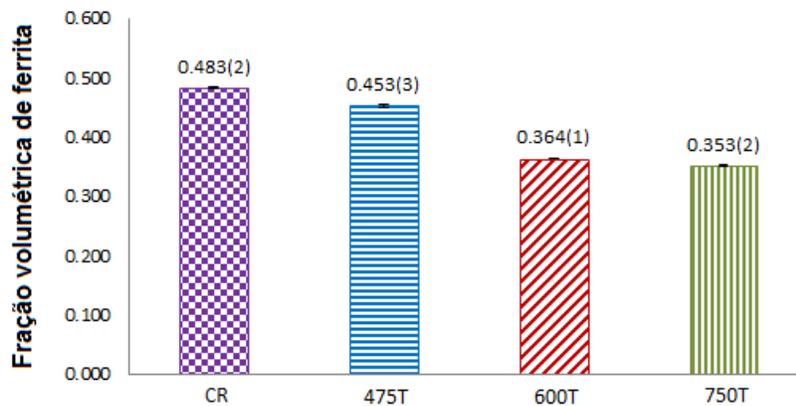


Figura 31 - Fração volumétrica de ferrita obtidas com o auxílio do ferritoscópio das diferentes condições de tratamento térmico avaliadas.

O aumento da microdureza, Figura 30, bem como a redução da fração volumétrica de ferrita, com o aumento da temperatura de tratamento, Figura 31, podem estar associados à formação de segundas fases não magnéticas e não observadas pelo microscópio ótico.

Na amostra 475T não se observou grande variação na fração volumétrica de ferrita (Figura 31), porém é evidente o aumento da microdureza das fases (Figura 30). O aumento da dureza da ferrita em relação à amostra CR é indicativo da presença da  $\alpha'$ . A formação desta fase é prevista no intervalo de

temperatura entre 300 °C a 550 °C, porém é a 475 °C que a cinética da reação é acelerada. Como esta fase é fragilizante e endurecedora, esta temperatura ficou conhecida como temperatura de fragilização. Sua formação ocorre pelo mecanismo de decomposição espinoidal da ferrita. O processo de endurecimento ocorre devido à mudança no parâmetro de rede que introduz tensões internas reduzindo a movimentação das discordâncias, além disso, as fases  $\alpha/\alpha'$  apresentam diferentes módulos de elasticidade (NILSSON *et al.*, 1991; HÄTTESTRAND *et al.*, 2009; VRINAT *et al.*, 1986; NYSTROM *et al.*, 1996; BACZMANSKI, 2008). Segundo Baczanski (2008), a austenita é estável termicamente a 475 °C, portanto ao realizar as medidas de microdureza na região superficial das amostras, o seu aumento pode estar ligado aos grãos ferríticos imediatamente abaixo da superfície medida.

A presença de  $\gamma_2$  observadas pelas micrografias, Figura 27 e Figura 28, também observadas por Kobayashi *et al.* (2001), a partir de 450 °C, podem influenciar no valor de microdureza obtido. Segundo Southwick *et al.* (1980) a formação de  $\alpha'$  é favorecida na ponta do campo de deformação da  $\gamma_2$  de formação martensítica (adifusional).

Para as amostras 600T e 750T, a redução da fração volumétrica de ferrita (Figura 31), pode estar relacionada à decomposição da ferrita em  $\gamma_2$  como observado por Southwick *et al.* (1980), Redjaimia *et al.* (2001), Nilsson *et al.* (1995), Calliari *et al.* (2015) e Zanotto *et al.* (2015). Segundo Southwick *et al.* (1980), tratamentos isotérmicos entre 300 °C a 650 °C levam à decomposição da ferrita em austenita por reação martensítica já para temperaturas entre 650 °C a 1200 °C o mecanismo observado foi de nucleação e crescimento.

Com relação à microdureza (Figura 30), quando comparados os resultados com a amostra CR, observou-se uma ligeira queda da dureza na ferrita enquanto a austenita não apresentou variação. Nestas temperaturas são previstas a formação das fases  $\gamma_2$  (SOUTHWICK *et al.*, 1980; REDJAIMIA *et al.*, 2001; NILSSON *et al.*, 1995, etc.) e  $\text{Cr}_2\text{N}$  (SIMMONS, 1996; STRAFFELINI, *et al.* 2009; CALLIARI, *et al.* 2015; ZANOTTO, *et al.* 2015). Porém, a sua

formação indicada pela variação no teor de ferrita, não foi significativa para um aumento da microdureza. Além disso, a diminuição da concentração de nitrogênio em solução sólida na ferrita para a formação do  $\text{Cr}_2\text{N}$  pode estar relacionada à uma queda do endurecimento. Além disso, nesta faixa de temperatura processos como recuperação, recristalização e crescimento de grão também podem contribuir com a redução da microdureza da ferrita (HORVARTH *et al.*, 1998).

### 5.2.2. Tensão residual média total

No gráfico a seguir, Figura 32, são apresentados os resultados de tensão obtidos pelo método do  $\text{sen}^2\psi$ .

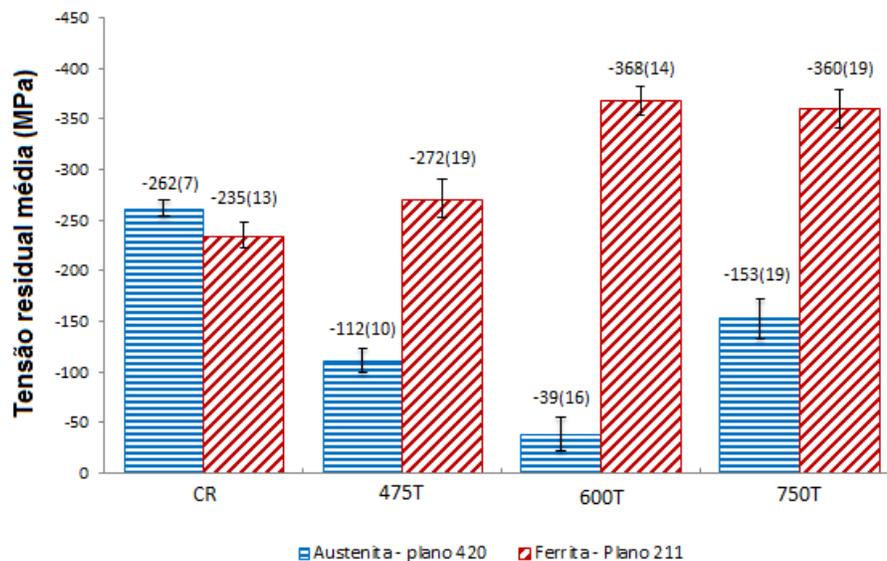


Figura 32 – Comparação dos resultados de tensão residual média total das amostras apenas tratadas termicamente na direção RD com polimento eletrolítico de 10 min.

As variações observadas estão relacionadas com as diferentes propriedades mecânicas e diferentes coeficientes de expansão térmica das fases austenita e ferrita que são os grandes responsáveis pelo desenvolvimento de tensões residuais.

Como mencionado anteriormente a tensão residual medida por DRX, é uma medida média, que não separa os valores da macro (tipo I) e microtensão (tipo II), e superficial da ordem de poucos micrometros. Portanto, o fato de as duas fases apresentarem em média tensão residual compressiva, está relacionado à magnitude da macrotensão proveniente do processo de laminação e resfriamento, que é compressiva superficialmente e maior que a microtensão.

Segundo Johansson *et al.* (1999) e Harjo *et al.* (2002) devido às suas propriedade térmicas, já mencionadas, a austenita contrai-se primeiro que a ferrita. Assim, a ferrita apresentará uma tensão residual compressiva, enquanto a austenita será tracionada. Neste estudo, porém, observou-se que na amostra CR a austenita apresentava um estado compressivo maior. Além do erro do método de DRX que, como citado pelos próprios autores, pode chegar a 30 MPa. Lindgren *et al.* (2003), também encontraram valores diferentes dos reportados pela literatura ao utilizar diferentes comprimentos de onda, para o cálculo da tensão residual na fase ferrítica. Neste estudo, cada fase foi medida com diferentes comprimentos de onda que apresentam diferentes profundidades de penetração no ferro. Portanto, ao valor de tensão medido está associado um erro referente à penetração. Segundo Fitzpatrick (2005), para a radiação de Cr a penetração na ferrita (plano 211) é, em média, de 5,5  $\mu\text{m}$ , enquanto a penetração do Cu na austenita (plano 420) é de 2  $\mu\text{m}$ .

Ao se avaliar o perfil de tensões obtidos para a fase austenita, Figura 23, o gradiente de tensão residual é de 17 MPa/ $\mu\text{m}$ , considerando o intervalo de profundidade de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$ . Com esse gradiente e uma diferença de 1,7  $\mu\text{m}$  entre as profundidades de penetração da radiação do cobre e do cromo, estimou-se uma correção de -30 MPa no valor da tensão residual total da fase ferrita para todas as condições avaliadas.

Observou-se que ambas as fases sofreram alterações significativas quando comparados os resultados de tensão com a amostra CR. A austenita, tende a relaxar, tornando-se “mais trativa” com o tratamento térmico. Já a ferrita inicialmente menos comprimida aumenta seu estado de tensões compressivo.

Tratamentos térmicos induzem mudanças microestruturais, subgrãos, Figura 27 e; mudanças cristalográficas, variações nos espectros de difração, Figura 29. Estas variações influenciam, não só a microdureza e a fração das fases, como observado na Figura 31 e Figura 32, mas também o nível de tensões macroscópicas e microscópicas dos materiais.

Sabe-se que a difusividade dos elementos de liga é da ordem de 100x maior na ferrita (GUNN, 2003), portanto, a precipitação de segundas fases ocorre a partir da decomposição da ferrita. Assim, a presença dessas fases pode levar a compressão da mesma, uma vez que uma redução do teor de ferrita deve ser compensada com um aumento de sua tensão para a manutenção do equilíbrio (Equações 22 e 23). Além disso, Behnken *et al.* (2000), assim como Lindgren *et al.* (2003) Harjo *et al.* (2002) e Monin *et al.* (2014), observaram que a expansão térmica da austenita é maior que a da ferrita, então, a tensão compressiva na austenita diminui com o aumento da temperatura e para a manutenção do equilíbrio a tensão na ferrita aumenta.

O tratamento térmico a 600 °C apresentou a maior variação da tensão (Figura 32) em relação à amostra CR. Nesta temperatura, não é prevista a formação de segundas fases para esses aços, Figura 11, apenas um processo de recozimento para alívio de tensões. Durante este tipo de tratamento térmico as principais transformações que ocorrem no material são a recuperação e a recristalização das fases encruadas. Porém, as micrografias (Figura 27 e Figura 28), microdureza (Figura 30) e teor de ferrita (Figura 31) indicam a presença de segundas fases e, neste caso, além da compressão sofrida pela presença da austenita devido aos processos de recristalização e crescimento de grão, a formação de outras fases pode estar contribuindo para o aumento do estado compressivo da ferrita para que o equilíbrio de tensões seja atingido.

Este aumento da tensão residual (Figura 32) em relação à amostra CR também é observado na amostra 475T, o que também pode indicar a presença da fase  $\alpha'$  que se decompõe a partir da ferrita, aumentando o seu estado compressivo.

Sua formação associada às modificações no parâmetro de rede leva ao aparecimento de tensões entre fases (BACZMANSKI, 2008).

No caso da amostra 750T o estado compressivo da fase ferrita (Figura 32) não apresentou grande variação em relação a amostra 600T, porém o estado compressivo da austenita aumentou o que pode ser um indicativo da presença de  $\text{Cr}_2\text{N}$  que geralmente são formados nos contornos de grão por um mecanismo de precipitação celular, mas também podem ser formados internamente à matriz em algumas ligas (SIMMONS, 1996). A presença de  $\gamma_2$ , também cria tensões de interface e altera o balanço de fases que, por consequência, altera o equilíbrio de tensões. Além disso, o efeito brusco de contração da superfície, devido ao choque térmico em água do mar, a essa temperatura, pode ter sido mais significativo que o alívio de tensões promovido pelas 8h de recozimento.

Para as amostras CR, 475T e 600T também foram medidas as tensões totais médias na direção TD para a fase austenita. A Figura 33, compara os resultados entre as direções TD e RD dessas amostras.

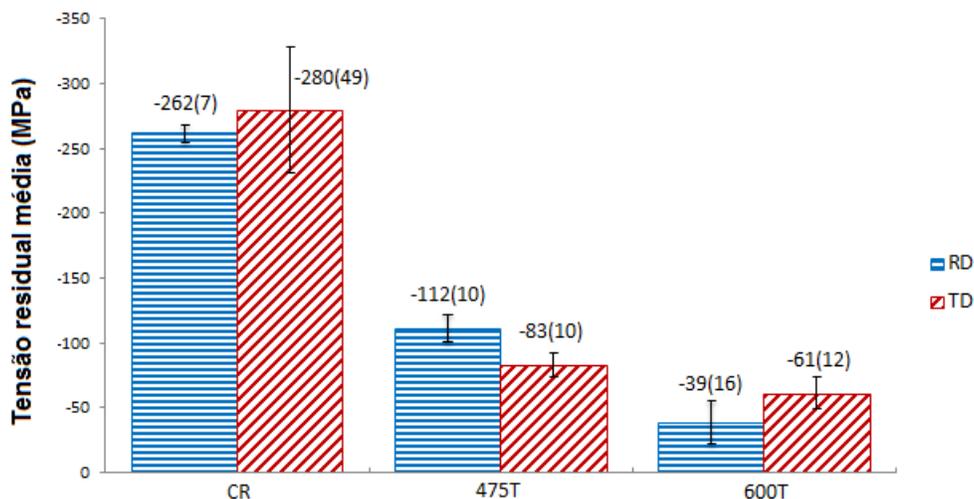


Figura 33 - Comparação entre os resultados de tensão residual média para as amostras tratadas termicamente nas direções TD e RD, plano 420, fase austenita, com polimento eletrolítico de 10 min.

As amostras para análise de tensões médias sofreram polimento eletrolítico por 10 min (aproximadamente 10  $\mu\text{m}$  de profundidade). Observou-se que para esta profundidade analisada as tensões na direção TD tendem a ser mais compressivas, o que pode estar relacionado à presença da fase ferrita, atuando como barreira para a recristalização em todas as direções da austenita (BADJI, 2011). Mas, dentro do erro do método, observa-se que não há variação significativa entre os valores de tensão nas direções TD e RD para a profundidade avaliada.

### 5.2.3. Micro e macrotensões

Calculou-se a macrotensão (Tipo I) e microtensão (Tipo II) das amostras tratadas a partir da tensão média das fases austenita e ferrita, admitindo-se que a fração volumétrica das possíveis fases deletérias formadas é muito pequena. Os resultados são mostrados na Tabela 11.

Convém ressaltar que foram utilizadas radiações com diferentes comprimentos de onda para a medida das tensões residuais. Portanto, devido à diferença de penetração do feixe de raios X, é necessário fazer uma correção em uma das radiações para utilização das Equações 22 e 23. Nesse caso corrigiu-se a diferença de profundidade da radiação do cromo em relação ao cobre, conforme citado anteriormente.

Tabela 11 - Macro e microtensões para amostras tratadas termicamente em MPa, os valores de macro e microtensão foram obtidos fazendo-se a correção das tensões da ferrita.

Amostra	$\langle t_{\sigma^{\gamma}} \rangle$	$\langle t_{\sigma^{\delta}} \rangle$	$\langle t_{\sigma^{\delta}} \rangle_{\text{Corrigida}}$	$^M\sigma$	$^{\mu}\sigma_{\gamma}$	$^{\mu}\sigma_{\delta}$
CR	-262(7)	-235(13)	-265(13)	-263,58(7)	1(7)	-2(13)
475T	-112(10)	-272(19)	-302(19)	-184,1(1)	72(11)	-117(19)
600T	-39(16)	-368(14)	-398(14)	-159(4)	120(17)	-239(15)
750T	-153(19)	-360(19)	-390(19)	-226,3(2)	73(20)	-164(20)

Os resultados da tensão média obtida para a ferrita concordam com o resultado obtido por Johansson *et al.* (1999). Em seu trabalho utilizando a liga padronizada 2304, laminada a quente e a frio com espessura final de 1,5 mm, encontrou para a fase ferrita, plano 211, uma tensão média de

aproximadamente -271 MPa. Entretanto, para a fase austenita, plano 220, os valores médios encontrados são diferentes, aproximadamente 115 MPa. Porém, apesar de diferente a microtensão apresenta-se trativa para a austenita e compressiva para a ferrita conforme observado.

Segundo Lindgren *et al.* (2003), as tensões de interface, entre a austenita e ferrita, são dependentes do volume das fases, deformações e tratamentos térmicos. Portanto, variações de microtensão ( $^{\mu}\sigma$ ), como as observadas, eram esperadas.

De acordo com Behnken (2002), o recozimento diminui a macrotensão. Este comportamento é observado para as amostras 475T e 600T, quando comparadas a amostra CR, porém para a amostra 750T observou-se um aumento da macrotensão. Este comportamento pode estar relacionado à maior dilatação do material quando aquecido e conseqüentemente maior contração quando resfriado bruscamente e também a precipitação das fases já mencionadas,  $Cr_2N$  e  $\gamma_2$ , que criam tensões de interface e, alteram o balanço de fase e conseqüentemente o equilíbrio de tensões.

Os resultados de microtensão apresentam comportamento semelhante ao avaliado a partir das tensões médias. A austenita tende a relaxar com o aumento da temperatura de tratamento, enquanto a ferrita é cada vez mais comprimida.

Para as amostras 475T, 600T e 750T a modificação das tensões de interface fases  $\gamma/\delta$  estão relacionadas às modificações microestruturais que devem ser compensadas com uma variação das tensões para manutenção do equilíbrio. Essas variações microestruturais estão relacionadas:

- Ao processo de recristalização/recuperação;
- Às diferentes propriedades térmicas das fases e;
- À precipitação de segundas fases.

### 5.2.4. Método de Williamson-Hall e refinamento Rietveld

A partir do refinamento dos espectros de difração pelo método de Rietveld e Williamson-Hall pode-se também caracterizar as amostras quanto ao parâmetro de rede, fração volumétrica das fases e tamanho do cristalito. Os resultados são mostrados na Tabela 12 e Figura 34.

Tabela 12 - Caracterização das amostras tratadas termicamente pelo método de Williamson-Hall e Rietveld.

Nomenclatura	Fase	Micro deformação %	Tamanho do cristalito (nm)	Fração mássica das fases	Parâmetros de rede (nm)
CR	$\gamma$	0,08(3)	2,27(3)	0,386(2)	0,36045(2)
	$\delta$	0,158(4)	2,98(7)	0,614(1)	0,28769(2)
475T	$\gamma$	0,18(1)	8,6(2)	0,447(2)	0,36000(1)
	$\delta$	0,14884(2)	67,2(7)	0,553(1)	0,28748(1)
600T	$\gamma$	0,19(1)	10,2(3)	0,476(2)	0,35979(1)
	$\delta$	0,1897(5)	31,4(8)	0,524(1)	0,28749(1)
750T	$\gamma$	0,0934(6)	27,3(8)	0,574(2)	0,35998(1)
	$\delta$	0,00073(1)	23,0(11)	0,426(3)	0,28755(1)

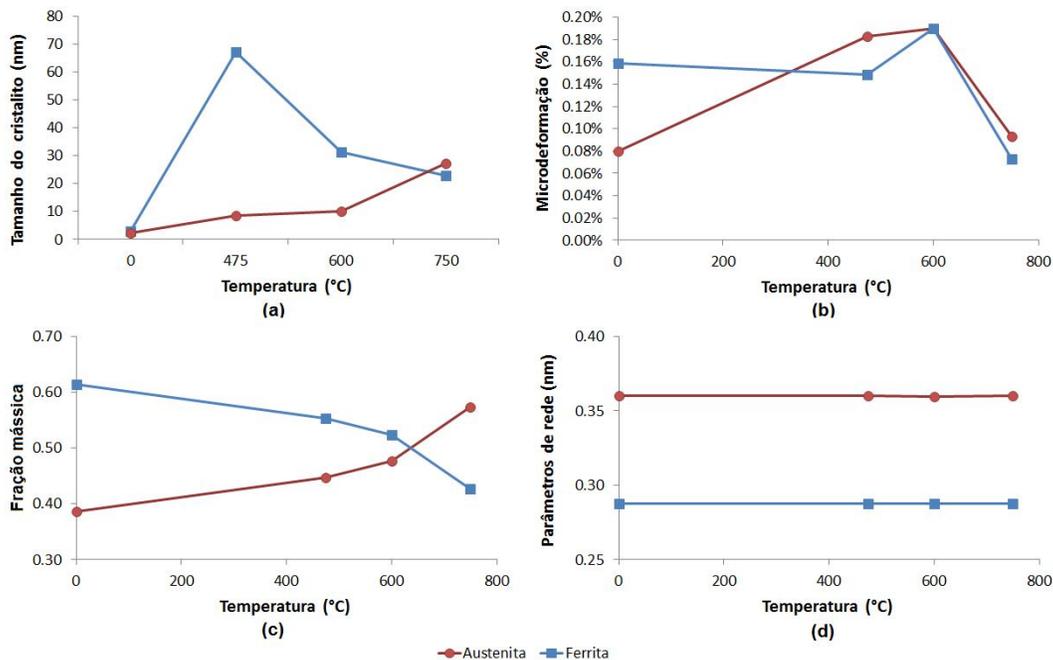


Figura 34 - Resultado gráfico obtido pelos métodos de Rietveld e Williamson-Hall em função da temperatura de tratamento térmico. (a) tamanho do cristalito; (b) microdeformação; (c) fração mássica; (d) parâmetros de rede.

As variações dos parâmetros de rede, tamanhos do cristalito e frações volumétricas colaboram para a hipótese de modificações microestruturais na amostra, não observadas por MO.

Observou-se um aumento do tamanho do cristalito com o aumento da temperatura, sendo este aumento mais significativo na ferrita, o que pode estar relacionado à precipitação de segundas fases que ocorrem a partir da ferrita. Acompanhado do aumento do cristalito houve uma redução dos parâmetros de rede em relação à amostra CR, isto porque variações na temperatura de tratamento podem levar a variações nas proporções das fases associadas às alterações no particionamento dos elementos de liga. Com relação à microdeformação, a exceção da amostra CR, esta foi maior na austenita. Entretanto, a presença de segundas fases e orientações preferenciais, Figura 29, podem influenciar a simetria dos picos tendendo a modificar a qualidade do ajuste da função de perfil, como é mostrado no apêndice B. Assim, a análise dos resultados da Tabela 12 e Figura 34 requer um estudo mais aprofundado.

### 5.3. AMOSTRAS SOLDADAS

#### 5.3.1. Caracterização das amostras sem tratamento térmico (SA e SAN)

A Figura 35 apresenta uma estereoscopia das amostras soldadas não tratadas termicamente com suas respectivas dimensões.

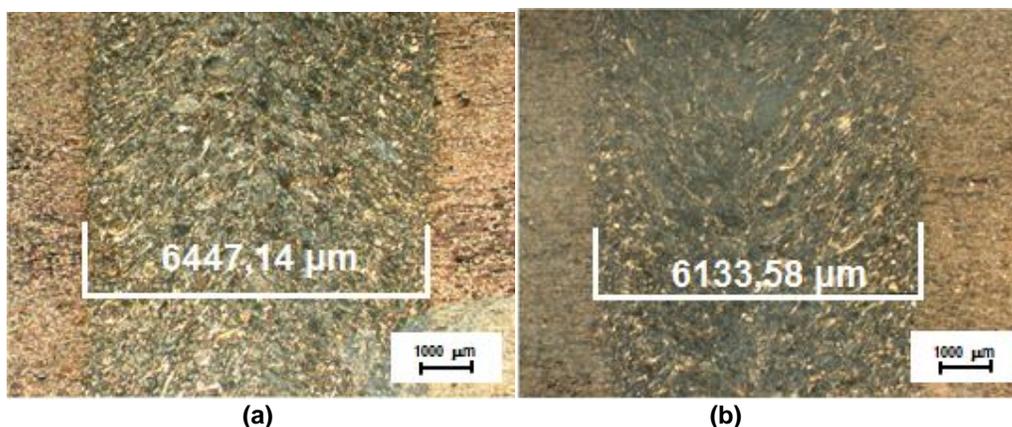
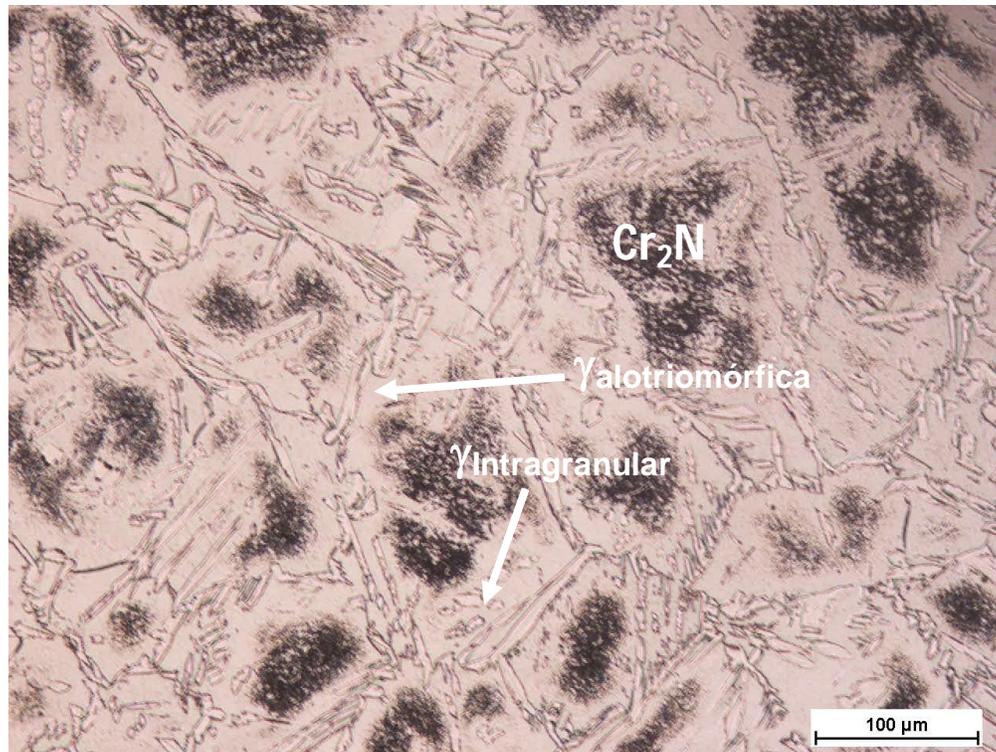


Figura 35 - Estereoscopia das amostras soldadas SA e SAN indicando tamanho do cordão de solda e profundidade de penetração. (a) vista superior SA; (b) vista superior SAN. Ataque Behara.

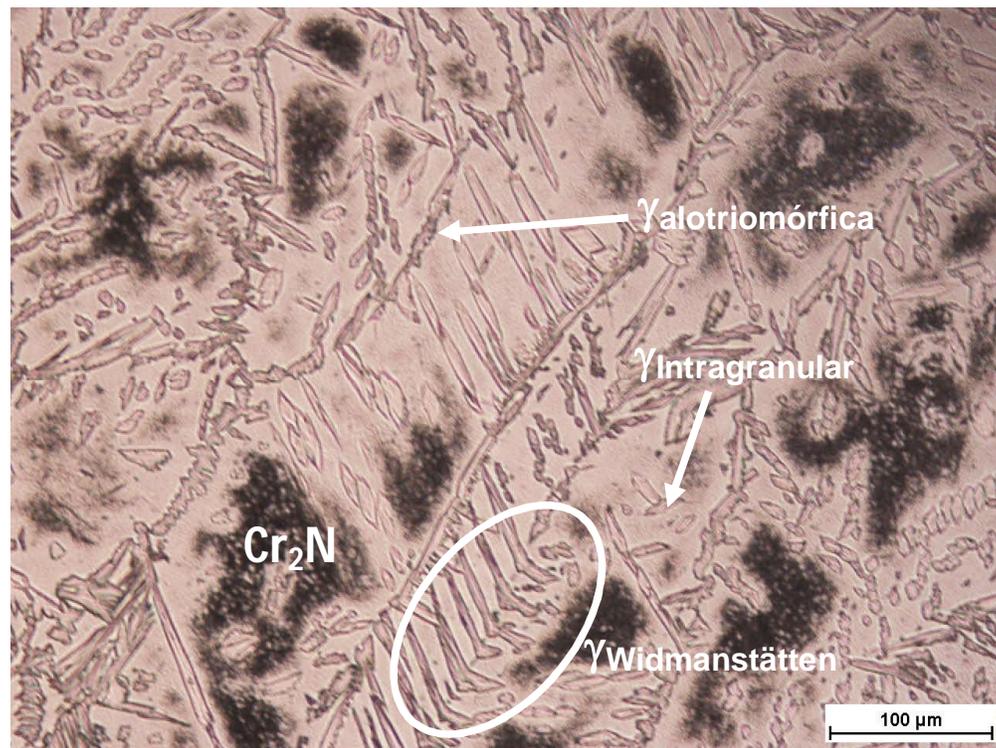
Observa-se que as maiores dimensões foram obtidas para a amostra soldada com argônio comercial. Segundo Lu *et al.* (2009) em seu estudo numérico que compara o efeito do gás de proteção nas propriedades do arco observou que este apresenta-se mais constrito quando um gás contendo 100% de  $N_2$  é utilizado. Segundo o autor, o nitrogênio aumenta a densidade de corrente e a distribuição do fluxo de calor no eixo de soldagem, enquanto a distribuição radial é menor quando comparada com o gás de proteção argônio.

Ainda segundo os autores (LU *et al.*, 2009), a característica mais importante do nitrogênio é seu alto calor específico e sua alta condutividade térmica a baixas temperaturas. Para o nitrogênio o pico do fluxo de calor na superfície do anodo é duas vezes maior que para o argônio principalmente devido à constrição da corrente. O alto calor específico em comparação com o argônio suprime a expansão em regiões de altas temperaturas diminuindo o diâmetro do canal de corrente levando-o a constrição. O resultado do aumento da densidade de corrente é o aumento da força eletromagnética que pode aumentar a velocidade do arco. Por outro lado, o aumento da velocidade do fluxo induz a uma perda de energia na borda do arco, e conseqüentemente, a constrição do plasma acarreta num aumento da tensão. Os valores de tensão média eficaz encontrados para as amostras SA e SAN foram, respectivamente, 12,6 e 11,2 V, corroborando para a hipótese de constrição do arco.

A Figura 36 apresenta respectivamente as micrografias da região fundida por MO das amostras apenas soldadas (não tratadas termicamente) SA e SAN.



(a)



(b)

Figura 36 - Micrografia da amostra apenas soldada (sem tratamento térmico posterior) Mostrando as morfologias típicas de soldagem dos aços duplex. Região da zona fundida. Corte transversal. Ataque ácido oxálico 10%. (a) Amostra SA (b) Amostra SAN.

A microestrutura de soldagem é fortemente dependente da temperatura de pico, energia de soldagem e taxa de resfriamento. A formação das austenitas alotriomórficas e de Widmanstätten ocorrem por transformação reconstrutiva e displaciva, respectivamente e; é favorecida por altas taxas de resfriamento (RAMKUMAR *et al.*, 2015; SATHIYA *et al.*, 2009, MENEZES *et al.*, 2009). A ferrita intragranular forma-se a baixas taxa de resfriamento (MUTHUPANDI *et al.*, 2005). Segundo Badji (2011) morfologias finas de austenita são formadas devido à baixa temperatura do MB antes do processo de soldagem e, portanto, alta taxa de resfriamento. Chen (2012) cita que as altas energias de soldagem e pequenas espessuras da chapa, resultam em baixa taxa de resfriamento o que favorece o balanço  $\gamma/\delta$ , mas também favorece a precipitação de fases intermetálicas.

Assim como observado por Badji (2011), Tan (2012), Chen (2012), Londoño (2001), Gárzon (2006), Jang (2006), também se observaram as morfologias alotriomórfica, intragranulares da austenita e Widmanstätten, Figura 36, bem como a formação de colônia de  $Cr_2N$ .

Visualmente, a presença da morfologia de Widmanstätten é mais evidente nas amostras SAN, Figura 36b. Conforme reportado na literatura, à adição de nitrogênio aumenta a tensão de soldagem e conseqüentemente a energia de soldagem. Como mencionado anteriormente, a morfologia de Widmanstätten é favorecida por altas taxas de resfriamento, portanto a adição de nitrogênio parece ter favorecido a formação desta morfologia. Como a soldagem apenas com argônio (Figura 36a) atinge temperaturas menores a formação de austenita intragranular é favorecida e há uma diminuição da formação de austenitas de Widmanstätten (MUTHUPANDI *et al.*, 2004; LIN *et al.*, 2001).

Conforme observado na Figura 36 e Figura 37, tem-se a presença de  $Cr_2N$  tanto na ZF como na ZTA de ambas as amostras. Entretanto, quando as micrografias são comparadas, visualmente, a precipitação de  $Cr_2N$  na ZTA da amostra SAN foi maior, Figura 37.

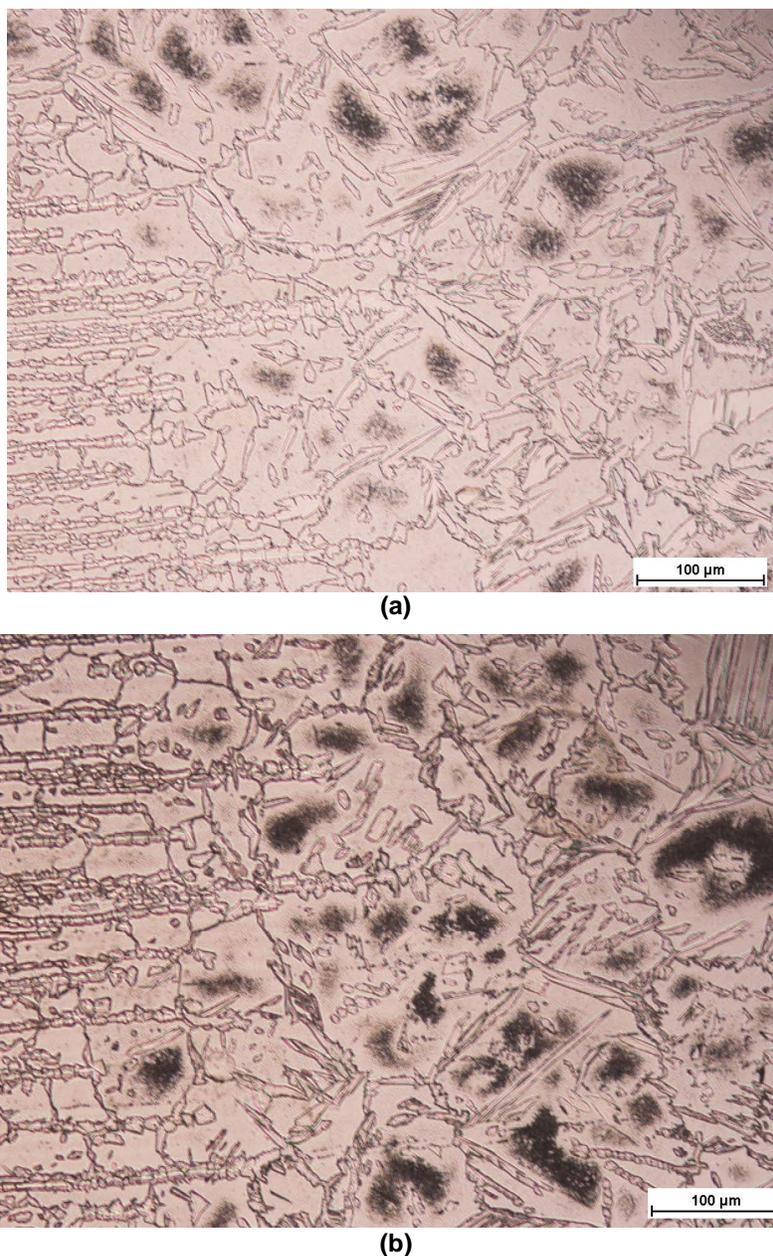


Figura 37 – Comparação visual entre o teor de  $\text{Cr}_2\text{N}$  formado. (a) Amostra SA, zona termicamente afetada, aumento de 200x. (b) Amostra SAN, zona termicamente afetada. Ataque ácido oxálico 10%.

Jang *et al.* (2011) reportam uma diminuição do teor de  $\text{Cr}_2\text{N}$  formado na soldagem de uma liga superduplex utilizando como gás de proteção uma mistura Ar - 5% N. Porém para as condições de soldagem utilizadas esse efeito não foi obtido. A formação de  $\text{Cr}_2\text{N}$  é comum durante a soldagem de aços com alto teor de N. O grão ferrítico grosseiro e a alta taxa de resfriamento resultam

na formação dessa fase nos contornos de grão  $\delta/\delta$ ,  $\delta/\gamma$  e no interior do grão ferrítico.

Para uma dada espessura de placa a velocidade de resfriamento diminui com o aumento da energia de soldagem. Assim a energia de soldagem não pode ser elevada na soldagem de chapas finas. Velocidades muito rápidas de resfriamento suprimem a difusão controlada para a reformação da austenita. Sendo N um forte estabilizador da austenita que atua aumentando a temperatura em que ocorre a transformação  $\delta \rightarrow \gamma$  é possível que a alta taxa de resfriamento não tenha favorecido a cinética da reação de formação da austenita para o teor de  $N_2$  utilizado (JANG *et al.*, 2011).

Nas Figura 38 e Figura 39 são apresentados os resultados de microdureza Vickers e fração volumétrica de ferrita respectivamente.

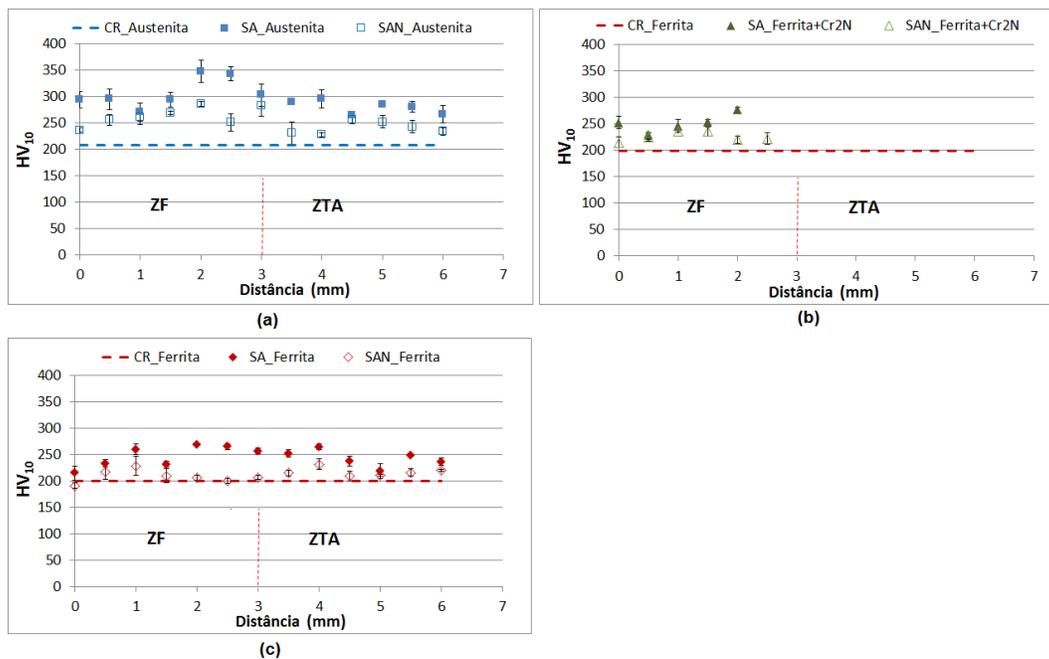


Figura 38 - Comparação dos resultados de microdureza Vickers para amostra apenas soldada (SA e SAN) e como recebida pelo fabricante (CR). Carga de 10 gf. Tempo de 15s. (a) Fase austenita; (b) Fase ferrita + Cr<sub>2</sub>N; (c) Fase ferrita.

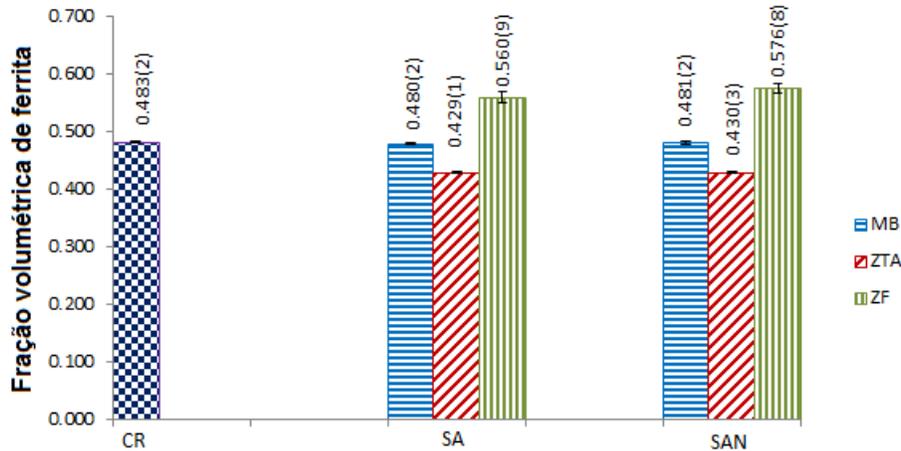


Figura 39 - Comparação dos resultados da fração volumétrica obtidas com o auxílio do ferritoscópio para amostra SA e SAN.

Com relação aos resultados de microdureza, Figura 38, observa-se que para ambas as amostras a soldagem exerce um efeito endurecedor sobre as fases. Comparando as diferentes fases, observa-se um endurecimento na seguinte ordem: região da matriz ferrítica livre de nitretos < matriz ferrítica com nitretos < austenita. Em relação ao efeito do gás de proteção, observou-se em média uma dureza maior do para as amostras soldadas com argônio.

O endurecimento da austenita, Figura 38a, próximo à linha de fusão pode estar relacionado à difusão do átomo de nitrogênio que atua como endurecedor por solução sólida intersticial da austenita. Para regiões mais afastadas a dureza diminui devido às baixas temperaturas atingidas, tornando a cinética de difusão do nitrogênio para a austenita mais lenta. Associada à menor partição de nitrogênio, a recuperação da austenita pode contribuir para a diminuição da dureza (GENG *et al.*, 2015; GUNN, 2003; SATHIYA *et al.*, 2009, HOVARTH *et al.*, 1998).

Segundo Hovarth *et al.* (1998) o nitrogênio atua como endurecedor de ambas as fases, porém a austenita dissolve cinco vezes mais nitrogênio que a ferrita. Os mecanismos mais eficientes para o aumento de dureza da ferrita são a solução sólida substitucional e o endurecimento por precipitação. Assim, o aumento de dureza da ferrita (Figura 38b e c) está associado à precipitação e interações entre partícula-discordância ou entre discordância-discordância.

Hsieh *et al.* (2008) observaram que a ZTA apresenta regiões com grãos grosseiros próximos a fonte de calor e grãos finos em regiões afastadas. Este comportamento está relacionado a recristalização e posterior crescimento de grão próximo a fonte de calor. Observou, também, que os grãos grosseiros são maiores nos aços ferríticos que nos aços austeníticos uma vez que o início da recristalização da ferrita a altas temperaturas ocorre em um curto período de tempo. Assim, o aumento do grão ferrítico contribui para a diferença de microdureza das fases principalmente nas regiões próximas a fonte de calor.

A comparação entre os diferentes gases de proteção indica uma menor dureza das fases para as amostras soldadas com adição de 2% de N<sub>2</sub>, o que pode estar relacionado à perda do nitrogênio para a precipitação de Cr<sub>2</sub>N. Além disso, a maior energia de soldagem, obtida com a adição de N<sub>2</sub>, aumenta da temperatura de pico e diminui a taxa de resfriamento favorecendo os processos de recristalização e crescimento de grão.

Constatou-se que, em relação à fração volumétrica de ferrita (Figura 39), o balanço das fases pouco se alterou no metal base quando comparado com a amostra CR. Percebe-se uma queda da fração de ferrita na ZTA e um aumento do teor de ferrita na zona fundida. Esperava-se que a mistura de argônio com 2% de nitrogênio reduzisse o desbalanceamento das fases. (GUNN, 2003; JANG *et al.*, 2011; SATHIYA *et al.*, 2009; LIN *et al.*, 2001, MUTHUPANDI *et al.*, 2004 e 2005), mas o aumento no percentual de ferrita na zona fundida manteve-se em ambas as amostras. Com relação à redução do teor de ferrita na ZTA, esta pode estar relacionada à precipitação do Cr<sub>2</sub>N que é uma fase não magnética. Lindgren *et al.* (2003) ao utilizar outra técnica magnética cita que campos de desmagnetização são comumente gerados nos contornos de grão e que a textura pode contribuir com a diferença do sinal magnético. Além disso, deve-se ressaltar que a medida da fração volumétrica de ferrita pelo ferritoscópio é influenciada pela geometria da amostra e; a alteração da superfície devido à presença do cordão de solda e a pequena dimensão da ZTA podem influenciar o resultado por um possível contato irregular da sonda.

### 5.3.2. Perfil de tensões médias superficial das amostras SA e SAN

A seguir, Figura 40, são apresentados os resultados dos perfis de tensões médias para ambas as fases do material avaliado. Os valores de tensão para cada ponto do perfil são apresentados no apêndice C. Os resultados de tensão residual da ZF não são apresentados graficamente, pois foram inconclusivos devido à grande incerteza associada.

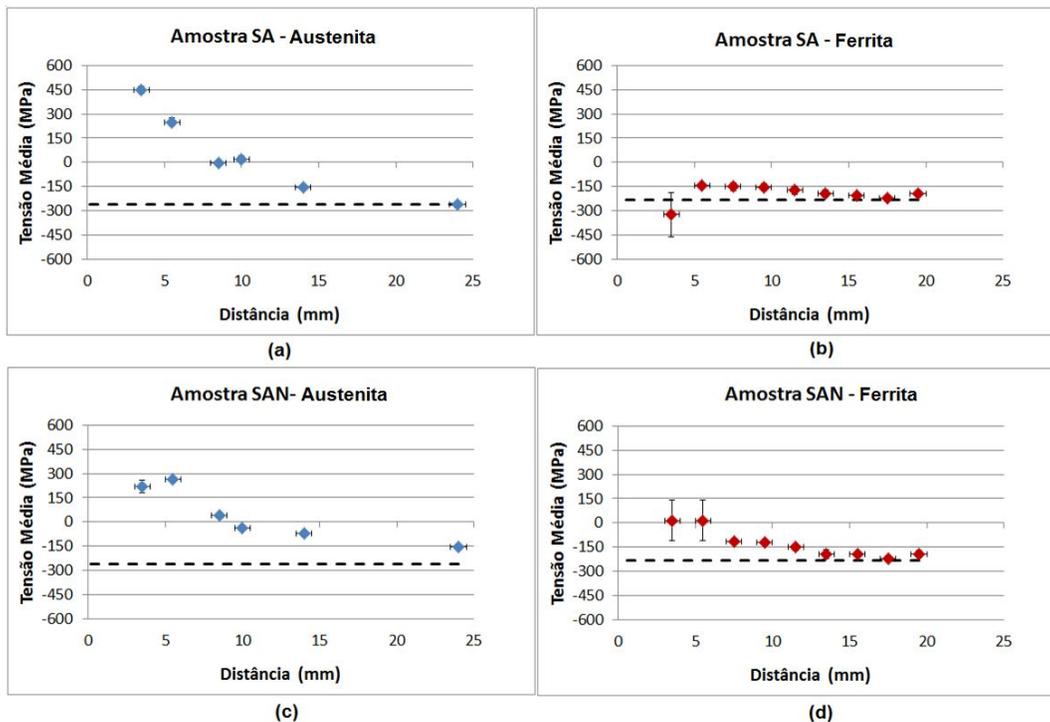


Figura 40 - Perfis de tensões superficiais das amostras soldadas. As linhas tracejadas indicam a tensão média encontrada na amostra CR. (a) Amostra SA, plano 420 da austenita; (b) Amostra SA, plano 211 da ferrita; (c) Amostra SAN, plano 420 da austenita; (d) Amostra SAN, plano 211 da ferrita.

Os resultados mostram que, para ambas as amostras, o perfil de tensões segue uma tendência na qual as tensões são mais trativas à medida que se aproxima da ZF. A tensão trativa na ZF está relacionada à contração durante o resfriamento da amostra, conforme reporta a literatura (OKUMURA *et al.*, 1982; KOU, 2003; MONIN *et al.*, 2014). Já as tensões compressivas, à medida que se afasta da ZF, estão relacionadas ao equilíbrio de tensões residuais na direção longitudinal, sendo satisfeito pelos diferentes sinais de tensão das regiões básicas de solda. Porém, na direção transversal o equilíbrio é mantido

com variações da tensão em profundidade, o que torna a sua avaliação importante para análise completa do estado de tensões da amostra soldada (MONIN *et al.*, 2002 e 2014).

Observou-se, também, que a austenita apresenta-se mais trativa que a ferrita à medida que se aproxima do cordão de solda. Este padrão de comportamento é o mesmo observado para as amostras tratadas termicamente e está relacionado às propriedades térmicas da austenita que sofre contração mais rapidamente e a maior deformação plástica, desenvolvendo tensões entre fases trativas enquanto a ferrita é comprimida (JOHANSSON *et al.*, 1999; MONIN *et al.*, 2014; HARJO *et al.*, 2002).

Para regiões próximas a fonte de calor os resultados de tensão obtidos para a ferrita mostram em média um aumento da tensão em relação ao valor encontrado para a amostra CR o que pode estar relacionado à recristalização/crescimento de grão da fase nesta região (HSIEH *et al.*, 2008).

Com a adição de nitrogênio tem-se um ligeiro aumento das tensões das fases. Segundo Muthupandi *et al.* (2004), a mistura Ar-N<sub>2</sub> apresenta um potencial de ionização maior, aumentando a energia de soldagem e também a temperatura de pico. Lu *et al.* (2009) em seu estudo numérico que compara o efeito do gás de proteção nas propriedades do arco observaram que este apresenta-se mais constricto quando o N<sub>2</sub> é utilizado. Neste estudo utilizaram-se como gases diferentes argônio e nitrogênio puro. Lundin *et al.* (1997) descrevem que adições de gases diatômicos causam contração nos contornos do plasma próximo ao anodo, além disso citam que a adição de nitrogênio aumenta a eficiência do arco diminuindo as perdas de calor. Já LIN *et al.* (2001), observaram que com a adição de nitrogênio a temperatura de pico aumenta e conseqüentemente as tensões residuais dos aços austeníticos também aumentam.

Com relação ao erro da medida quanto mais próximo da ZF menos precisa é o valor de tensão encontrado devido à irregularidade da superfície a ser difratada e as variações microestruturais bruscas a curtas distâncias.

### 5.3.3. Caracterização das amostras 475SA e 475SAN

A Figura 41 e Figura 42 apresentam as micrografias da ZF por MO das amostras soldadas e tratadas termicamente a 475 °C.

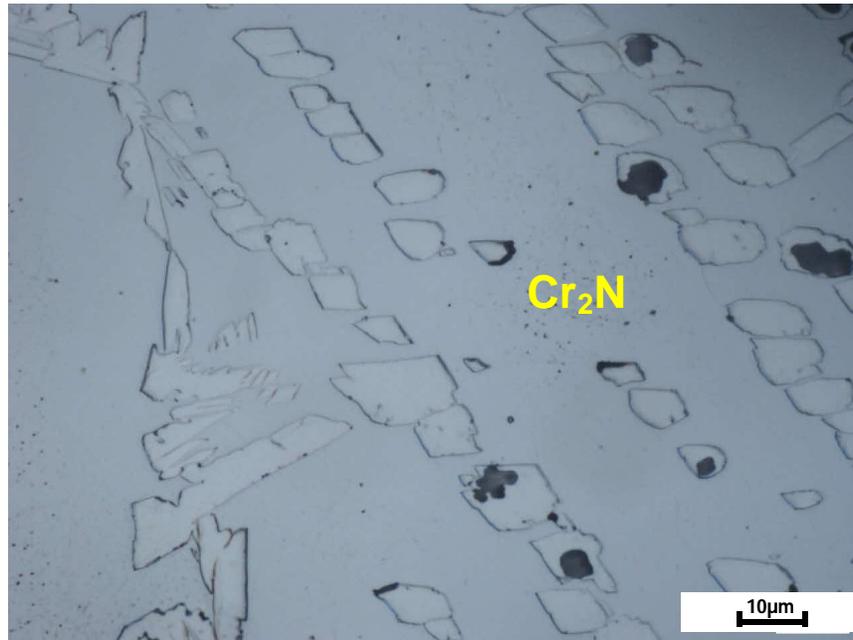


Figura 41 - Micrografia da amostra soldada 475SA vista superior. Região da zona fundida onde se observa a presença de buracos na fase austenita, presença de colônias de Cr<sub>2</sub>N e CrN no contorno de grão  $\gamma/\delta$ . Ataque HNO<sub>3</sub> 40%.

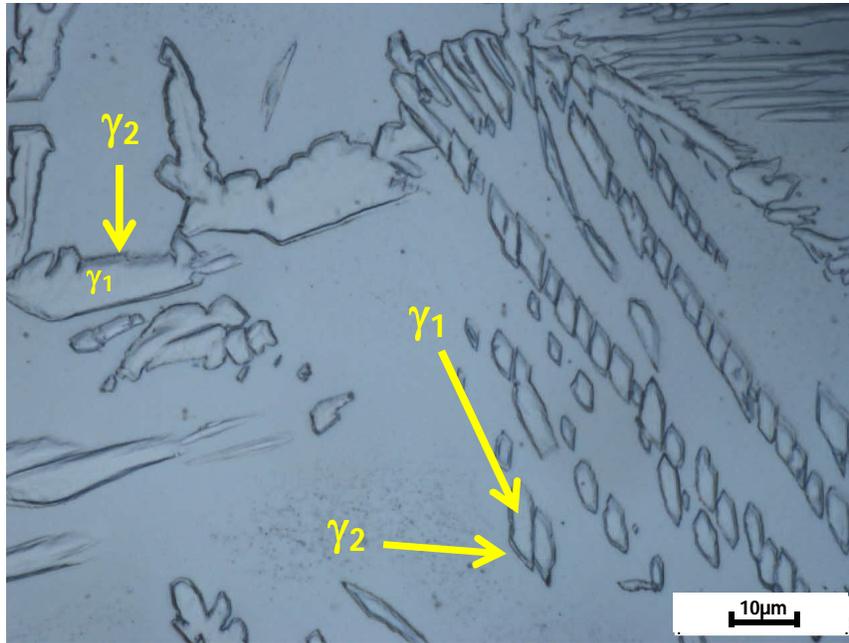


Figura 42 - Micrografia da amostra soldada 475SAN, vista superior. Região da zona fundida. Observa-se a formação de austenita secundária nos contornos da austenita primária e a presença de colônias de  $\text{Cr}_2\text{N}$ . Ataque  $\text{HNO}_3$  40%

Novamente, observou-se a presença de  $\text{Cr}_2\text{N}$  tanto na ZF como na ZTA de ambas as amostras, as morfologias alotriomórficas, intragranulares e Widmanstätten da austenita também foram observadas. Com o ataque de  $\text{HNO}_3$  também foi possível observar a presença da  $\gamma_2$  conforme é indicado pela seta. Esta estrutura também foi observada por Londoño (2001), Figura 14c, em seu trabalho sobre a precipitação de fases intermetálicas na ZTA de aços inoxidáveis duplex. Sobre sua formação é interessante notar que a formação de  $\gamma_2$  não é observada na amostra 475SA, o que pode ser um indicativo da influência do teor de nitrogênio na formação dessa fase secundária.

Segundo Londoño (2001) existe uma estreita coexistência de partículas de  $\text{Cr}_2\text{N}$  e  $\gamma_2$  intragranular após reaquecimento que esta relacionada à nucleação de  $\gamma_2$  a partir da dissolução do  $\text{Cr}_2\text{N}$ . Nem todos os  $\text{Cr}_2\text{N}$  darão origem a  $\gamma_2$ , o que garante o suprimento de N empregado na precipitação da mesma. Observou também presença de buracos nas partículas de  $\gamma_2$  após o preparo das amostras, os quais relatou serem bastonetes de  $\text{Cr}_2\text{N}$ .

Nas Figura 43 e Figura 44 são apresentados os resultados de microdureza Vickers e fração volumétrica de ferrita respectivamente.

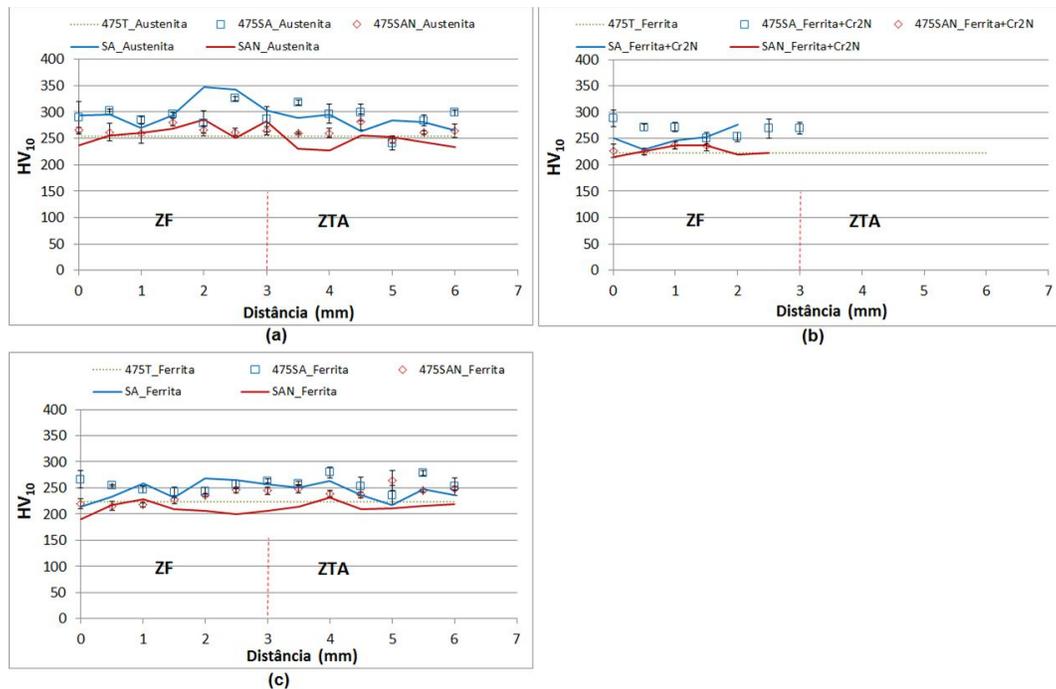


Figura 43 - Comparação dos resultados de microdureza Vickers para amostra apenas soldada, amostras soldadas e tratadas termicamente a 475 °C e apenas tratada a 475 °C. Carga de 10 gf. Tempo de 15s. (a) Fase austenita; (b) Fase ferrita + Cr<sub>2</sub>N; (c) Fase ferrita.

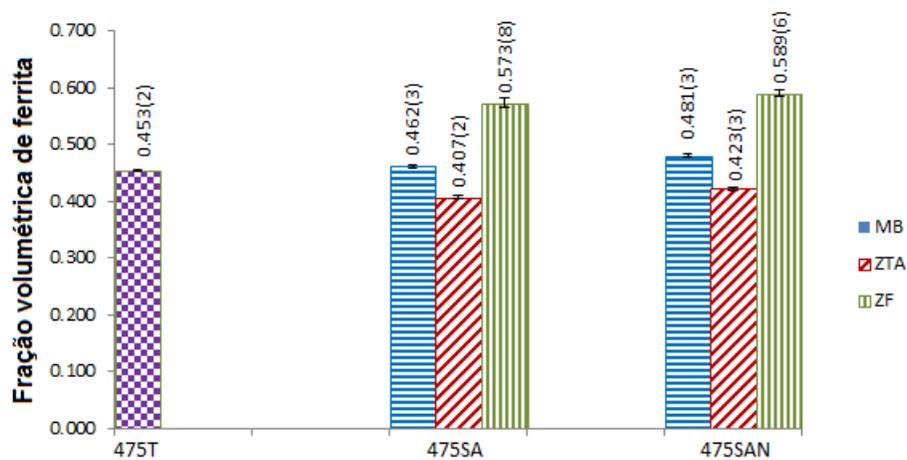


Figura 44 - Comparação dos resultados de fração volumétrica de ferrita obtidas com o auxílio do ferritoscópio para as amostras soldadas e tratadas termicamente a 475 °C.

Os resultados de microdureza, Figura 43, indicam que o tratamento térmico a 475°C não varia muito a dureza das fases com relação às amostras apenas

soldadas, principalmente das amostras soldadas com 100% Ar. Sabe-se que a austenita é estável a 475 °C, portanto não eram esperadas variações de dureza significativas para esta fase (BACZMANSKY *et al*, 2008) . Porém, o aumento de dureza mais significativo na condição 475SAN\_ferrita em relação à condição SAN\_ferrita (Figura 43c) evidencia a formação da fase  $\alpha'$  prevista para essa temperatura de tratamento térmico.

As amostras soldadas apenas com argônio já apresentavam uma dureza das fases mais elevada quando comparados os resultados com as amostras soldada com a adição de 2% de N<sub>2</sub>, Figura 38. Assim o efeito da possível precipitação da fase  $\alpha'$  não foi significativo para esta condição. Porém, para a amostra SAN cuja dureza era menor, o incremento de dureza devido à formação da fase  $\alpha'$  tornou-se evidente.

Observa-se uma redução da dureza da austenita na ZTA e um aumento da dureza na ZF, comportamento contrário ao observado nas amostras apenas soldadas.

Os resultados de fração volumétrica seguem a tendência apresentada para as amostras apenas soldadas. A variação do gás de proteção não demonstrou grande influência sobre o balanço de fase  $\gamma/\delta$  na região soldada. Já a redução do teor de ferrita em relação às amostras apenas soldadas pode estar relacionada à formação da fase  $\alpha'$  não magnética.

Muthupandi *et al.* (2004) reportam que apenas uma região estreita da ZTA próxima a linha de fusão experimenta uma temperatura da linha *solvus*. Portanto, a ferrita próxima a esta região pode apresentar-se metaestável já que o intervalo de tempo entre a temperatura de pico e a temperatura imediatamente abaixo da linha *solvus* é curto. Assim, essa ferrita metaestável pode se transformar em austenita secundária, quando um tratamento isotérmico é realizado, contribuindo para a diminuição do teor de ferrita na ZTA. O que é observado, quando se comparam as amostras apenas soldadas e aquelas que sofreram tratamento térmico pós-soldagem.

### 5.3.4. Perfil de tensões superficiais das amostras 475SA e 475SAN

A seguir, na Figura 45, são apresentados os resultados dos perfis de tensões médias para ambas as fases do material avaliado. Os valores de tensão para cada ponto do perfil são apresentados no apêndice C. Os resultados de tensão residual da ZF não são apresentados graficamente, pois foram inconclusivos devido à grande incerteza associada.

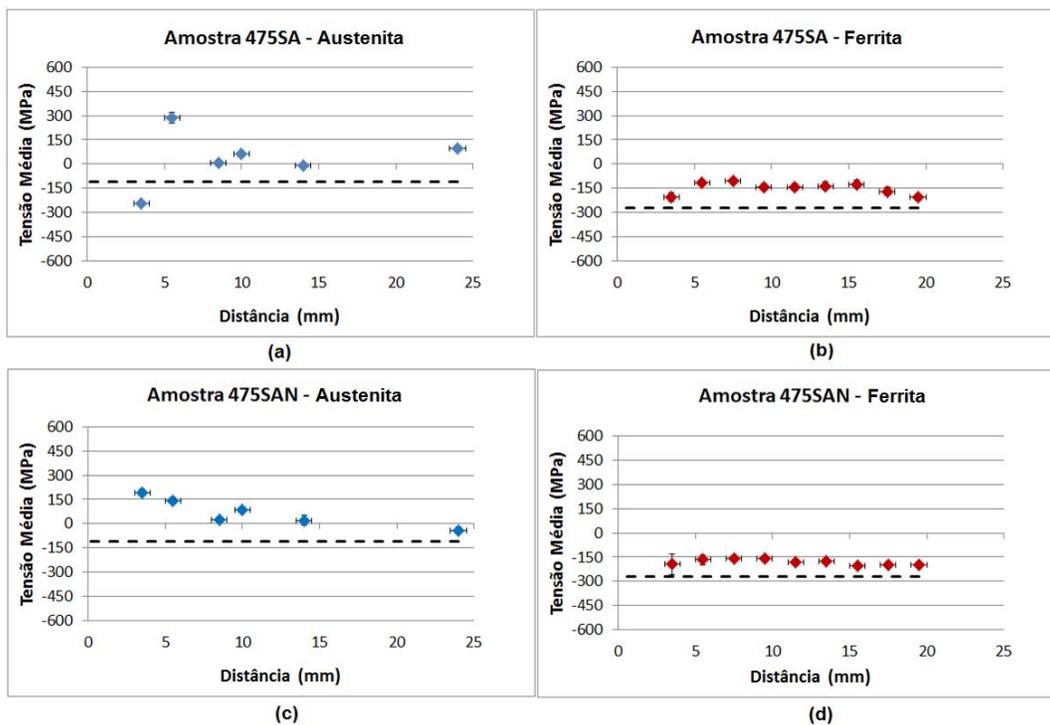


Figura 45 - Perfis de tensões superficiais das amostras soldadas e tratadas termicamente a 475 °C. As linhas tracejadas indicam a tensão média encontrada na amostra 475T. a) Amostra 475SA, plano 420 da austenita; (b) Amostra 475SA, plano 211 da ferrita; (c) Amostra 475SAN, plano 420 da austenita; (d) Amostra 475SAN, plano 211 da ferrita.

Quando comparado o efeito do gás de proteção novamente observou-se em média um aumento da tensão residual para ambas as fases com a adição de 2% de nitrogênio.

Com relação à temperatura de tratamento térmico, a tensão residual da austenita 475SAN, inicialmente menor aumenta em relação à amostra SAN para regiões mais afastadas. Para a amostra 475SA o efeito compressivo

sobre a austenita ocorre até 5 mm aproximadamente. Já a ferrita, apresenta uma redução da tensão residual até 7,5 mm, aproximadamente, para amostra 475SAN, enquanto para amostra SA a tensão aumenta ligeiramente.

O recozimento modifica o estado de tensões macroscópicas e o balanço de fases, ao se comparar as Figura 39 e Figura 44. E para a manutenção do equilíbrio de tensões, uma modificação no perfil de tensões era esperada. A formação de  $\alpha'$ , que se precipita a partir da ferrita, comprime esta última e a austenita tende a relaxar para que o equilíbrio seja mantido.

Próximo ao centro da amostra, para a condição 475SA e 475SAN, ao contrário do observado para as ZF das amostras apenas soldadas, a tensão compressiva macroscópica da contração provocada pelo choque térmico parece ter sido mais influente para a austenita. Além disso, variações microestruturais são identificadas quando comparadas as microdurezas e fração das fases das amostras apenas soldadas desta região. A amostra 475SA, apresentou os menores teores de ferrita (Figura 39 e Figura 44) o que modifica o equilíbrio de tensões.

### 5.3.5. Caracterização das amostras 600SA e 600SAN

A Figura 46 e Figura 47 apresentam as micrografias da ZF por MO das amostras soldadas e tratadas termicamente a 600 °C.

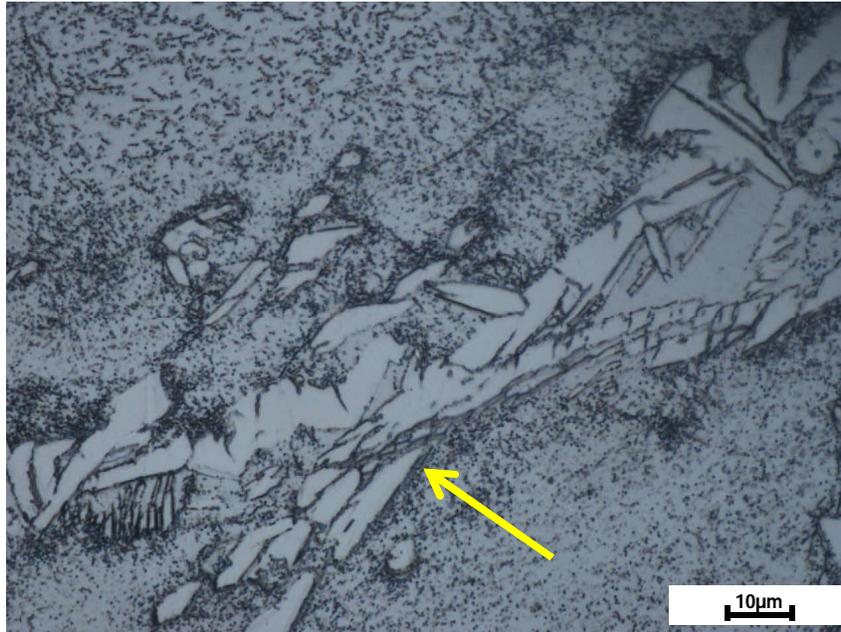


Figura 46 - Micrografia da amostra soldada 600SA, vista superior. Região da zona fundida. Observa-se a formação de austenita secundária nos contornos da austenita primária indicada pela seta. Ataque  $\text{HNO}_3$  40%.

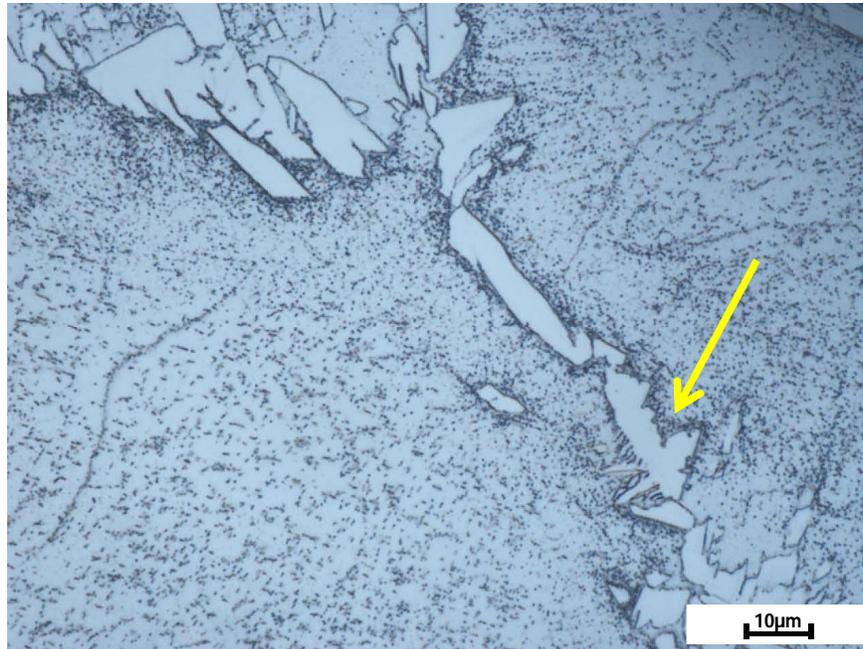


Figura 47 - Micrografia da amostra soldada 600SAN, vista superior. Região da zona fundida. Observa-se a formação de austenita secundária nos contornos da austenita primária indicada pelas setas. Ataque  $\text{HNO}_3$  40%.

Nesta temperatura houve um aumento da dispersão dos  $\text{Cr}_2\text{N}$  formados em ambas as amostras. Observa-se que não há na matriz grandes regiões livres de  $\text{Cr}_2\text{N}$  como observado para as amostras tratadas a  $475^\circ\text{C}$ . Novamente, é observada a formação de austenita secundária, neste caso para as duas condições de soldagem.

Nas Figura 48 e Figura 49 são apresentados os resultados de Microdureza Vickers e fração volumétrica de ferrita respectivamente.

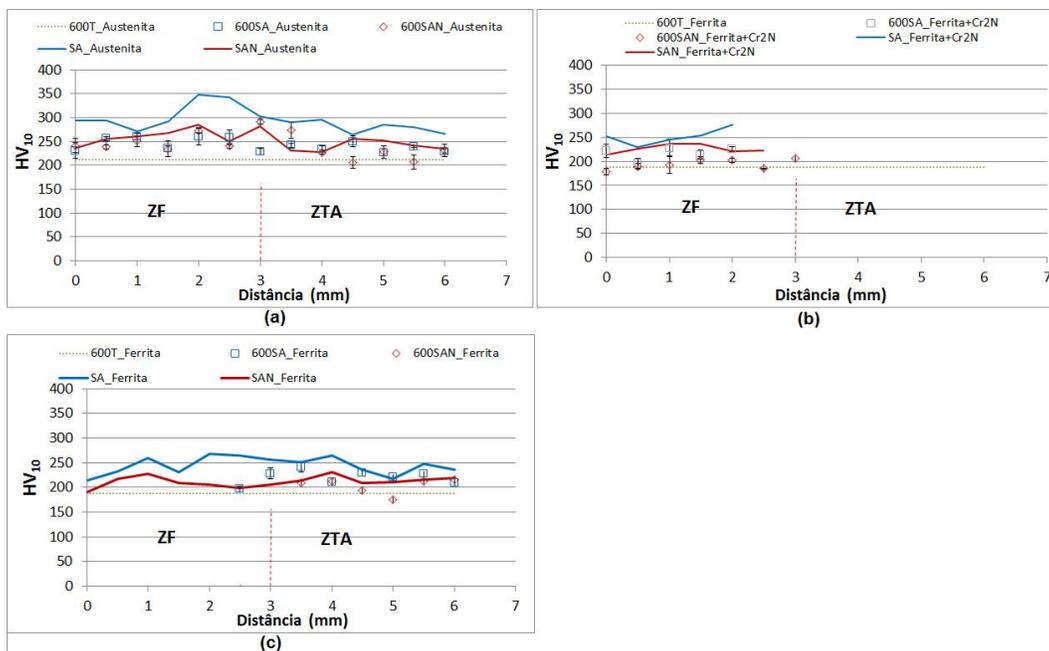


Figura 48 - Comparação dos resultados de microdureza Vickers para amostra apenas soldada, amostras soldadas e tratadas termicamente a 600 °C e apenas tratada a 600 °C. Carga de 10 gf. Tempo de 15s. (a) Fase austenita; (b) Fase ferrita + Cr<sub>2</sub>N; (c) Fase ferrita.

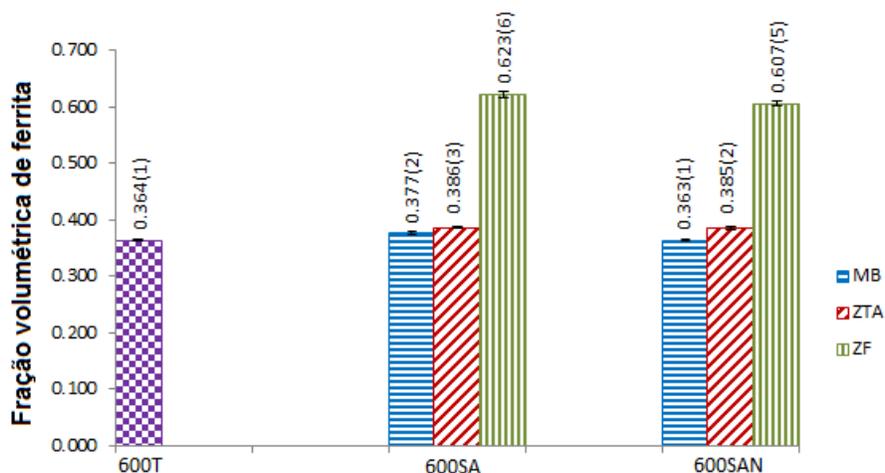


Figura 49 - Comparação dos resultados de fração volumétrica de ferrita obtidas com o auxílio do ferritoscópio para as amostras soldadas e tratadas termicamente a 600 °C.

Como não foram observadas regiões na matriz ferrítica livre de nitretos, Figura 46 e Figura 47, apenas os resultados de austenita e da matriz ferrítica com Cr<sub>2</sub>N são apresentados.

Comparando os diferentes gases de proteção para a austenita, Figura 48a, não houve variação da microdureza. Este resultado pode estar relacionado à perda

de nitrogênio da austenita para a formação de  $\text{Cr}_2\text{N}$ . Além disso, segundo Hovarth *et al.* (1998) a partir de  $500\text{ }^\circ\text{C}$  já se observa o processo de recuperação da austenita. Este processo diminui a densidade de discordâncias e, portanto o efeito do endurecimento por interação discordância-discordância ou mesmo entre partículas de  $\text{Cr}_2\text{N}$  e discordâncias que podem se precipitar na austenita.

Para matriz ferrítica com nitretos e livre de nitretos tem-se uma ligeira variação entre as diferentes amostras o que pode estar relacionado à recristalização da ferrita e crescimento do grão ferrítico associado ao maior temperatura de pico atingida para as amostras soldadas com a mistura com 2% de  $\text{N}_2$ .

Comparando-se as condições de tratamento térmico observa-se uma diminuição da microdureza com o aumento da temperatura de tratamento térmico. Para ambas as amostras, a dureza da austenita na condição apenas tratada e tratada a  $475\text{ }^\circ\text{C}$  não apresenta variação significativa devido à estabilidade da austenita nessa temperatura. Porém a  $600\text{ }^\circ\text{C}$  observa-se uma queda da dureza da austenita relacionada ao processo de recuperação e perda de nitrogênio para a precipitação  $\text{Cr}_2\text{N}$ . A  $475\text{ }^\circ\text{C}$ , a dureza da ferrita com/sem  $\text{Cr}_2\text{N}$  está associada a precipitação da fase  $\alpha'$ , porém a  $600\text{ }^\circ\text{C}$  sua formação é pouco provável e os processos de recuperação e recristalização diminuem a densidade de discordâncias e conseqüentemente efeito dos mecanismos de endurecimento pela interação entre discordâncias e entre discordância-partícula.

Com relação à fração volumétrica de ferrita, Figura 43, a mesma tendência observada para a amostra apenas tratada, ou seja, tem-se uma redução da fração de ferrita. Este comportamento está associado à precipitação de fases não magnéticas, como discutido anteriormente para a amostra 600T. Observou-se, também, que não houve melhora em relação ao balanço das fases quando o processo de soldagem é realizado com a mistura de argônio e nitrogênio.

### 5.3.6. Perfil de tensões superficiais das amostras 600SA e 600SAN

A Figura 50, apresenta os resultados dos perfis de tensões médias para ambas as fases do material avaliado. Os valores de tensão para cada ponto do perfil são apresentados no apêndice C. Os resultados de tensões residuais da ZF não são apresentados graficamente, pois foram inconclusivos devido aos altos valores de incerteza.

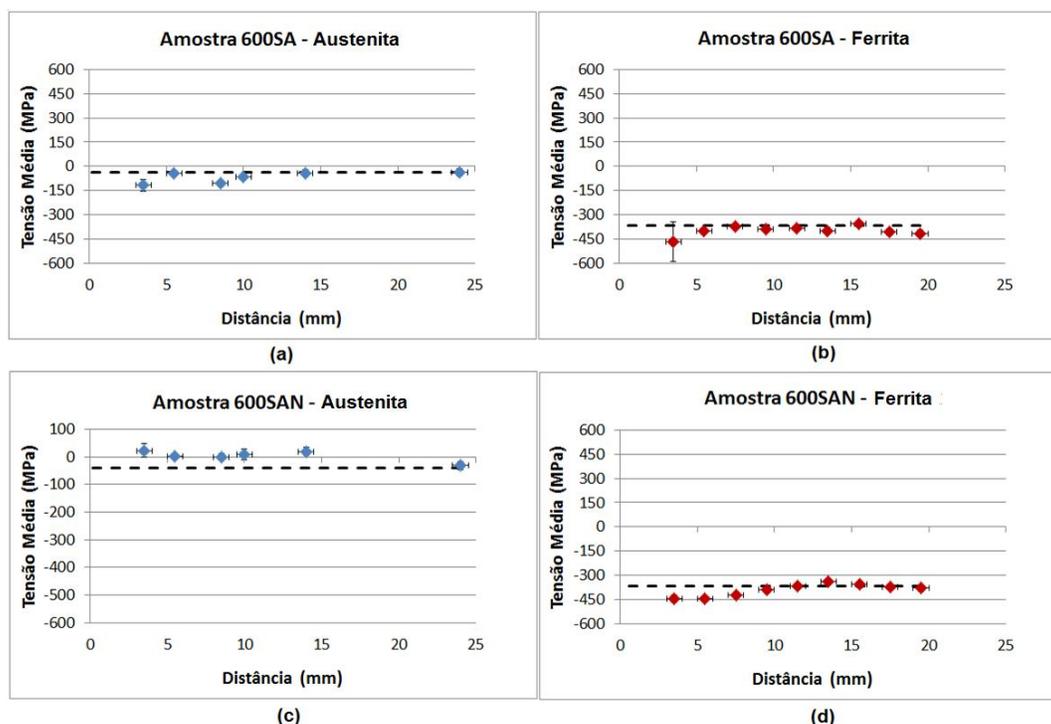


Figura 50 - Perfis de tensões superficial das amostras soldadas e tratadas termicamente a 600 °C. As linhas tracejadas indicam a tensão média encontrada na amostra 600T (a) Amostra 600SA, plano 420 da austenita; (b) Amostra 600SA, plano 211 da ferrita; (c) Amostra 600SAN, plano 420 da austenita; (d) Amostra 600SAN, plano 211 da ferrita.

Os perfis de tensões indicam novamente que as amostras soldadas com adição de 2% aumentam o nível de tensões das amostras para a fase austenita, porém para a ferrita a variação não é significativa. Neste caso o efeito da recuperação/ recristalização devido ao tratamento térmico é mais significativo que o efeito da adição de nitrogênio sobre as perdas térmicas.

Novamente, observou-se que o estado de tensão da austenita é maior que o da ferrita. Além do efeito das propriedades térmicas distintas de ambas as fases,

este comportamento pode estar associado às transformações microestruturais já discutidas para esta faixa de temperatura. A formação de  $\gamma_2$  e  $\text{Cr}_2\text{N}$  nos contornos de grãos, precipitados a partir da ferrita, tornam esta fase mais compressiva enquanto a austenita, para a manutenção do equilíbrio, é tracionada.

Observa-se, também, que o tratamento térmico a 600 °C, em relação às amostras tratadas a 475 °C e apenas soldadas, diminuiu a amplitude da variação de tensões provocadas pelo efeito conjugado das modificações microestruturais e gradiente de temperatura do processo de soldagem. Com isso, obteve-se um nível de tensões mais uniforme ao longo da peça soldada. Este resultado pode estar relacionado ao alívio de tensões proporcionado pela cinética favorável à recuperação/recristalização.

### 5.3.7. Caracterização das amostras 750SA e 750SAN

A Figura 51 e Figura 52 apresentam as micrografias por MO das amostras soldadas e tratadas termicamente a 750 °C.

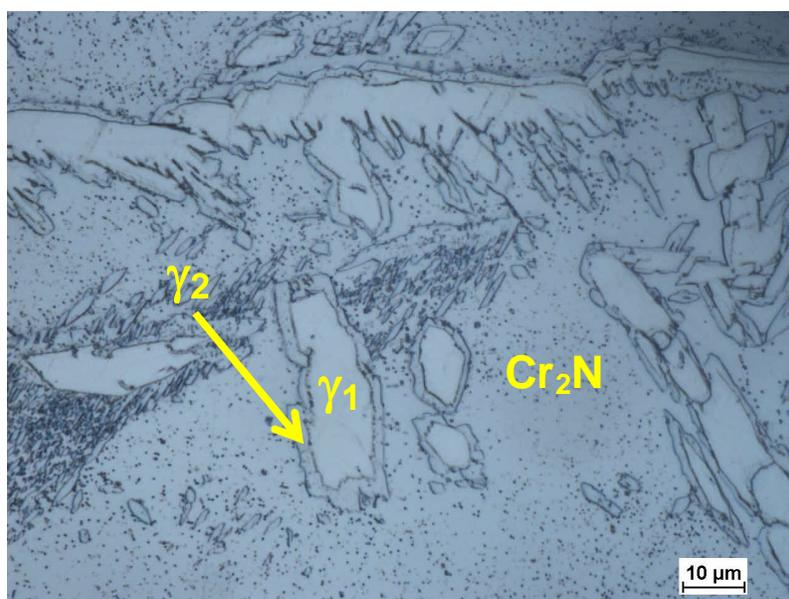


Figura 51 - Micrografia da amostra soldada 750SA, vista superior. Região da zona fundida. Ataque  $\text{HNO}_3$  40%.

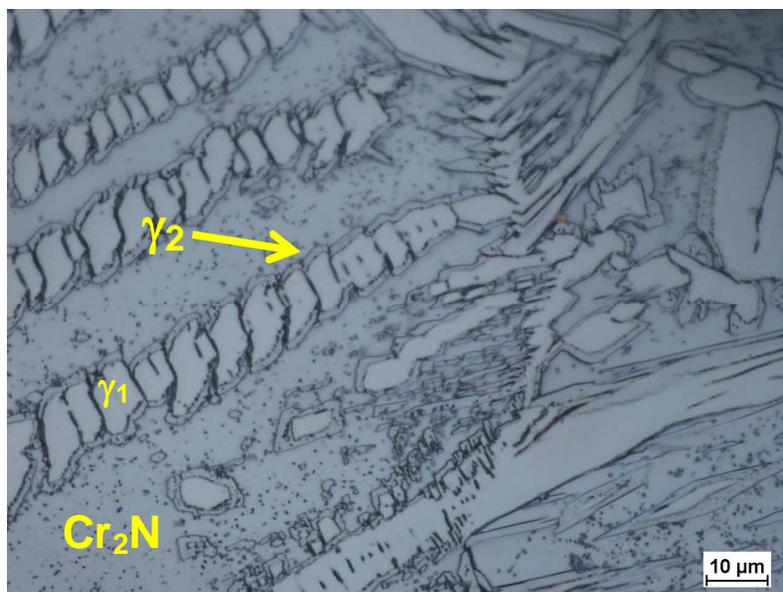


Figura 52 - Micrografia da amostra soldada 750SA, vista superior. Região da zona fundida. Ataque  $\text{HNO}_3$  40%.

Novamente, é evidente que para temperaturas mais elevadas há um aumento da dispersão dos  $\text{Cr}_2\text{N}$  formados em ambas as amostras. Observa-se que não há na matriz regiões livres de nitretos. A temperatura também favoreceu o crescimento da  $\gamma_2$  (indicadas pelas setas).

Nas Figura 53 e Figura 54 são apresentados os resultados de microdureza Vickers e fração volumétrica de ferrita respectivamente.

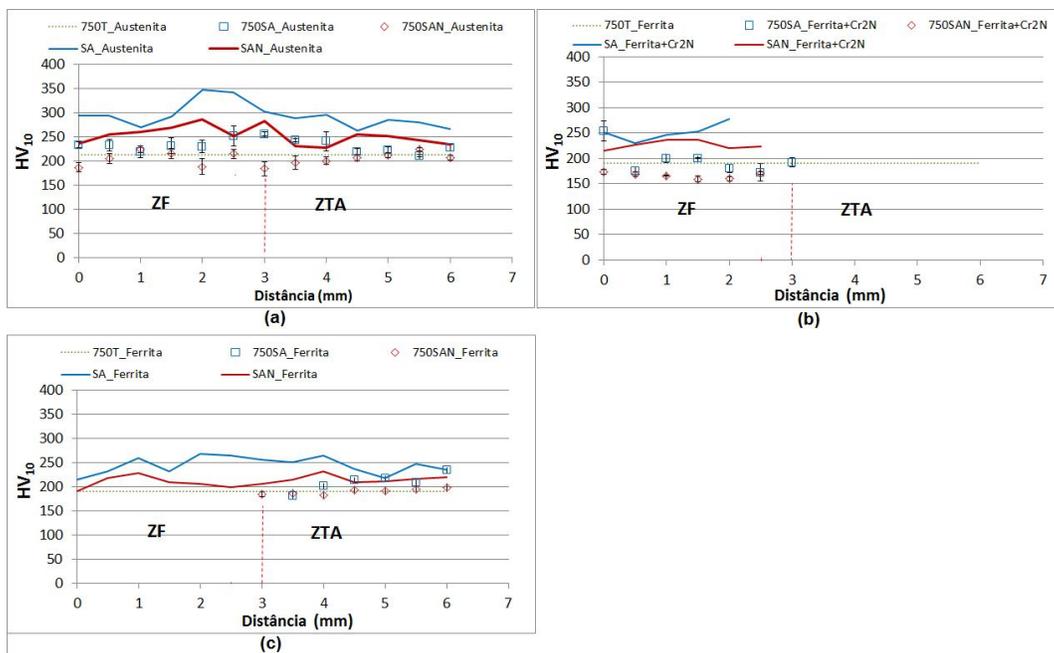


Figura 53 - Comparação dos resultados de microdureza Vickers para amostra apenas soldada, amostras soldadas e tratadas termicamente a 750 °C e apenas tratada a 750 °C. Carga de 10 gf. Tempo de 15s. (a) Fase austenita; (b) Fase ferrita + Cr<sub>2</sub>N; (c) Fase ferrita.

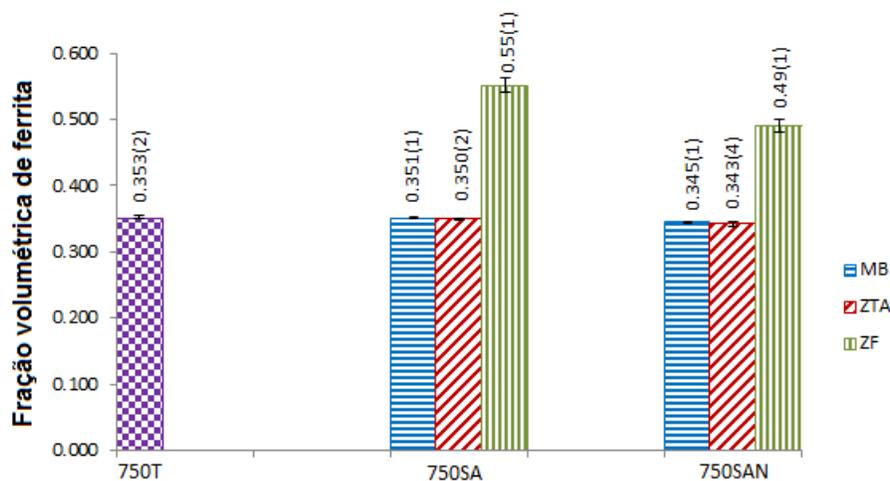


Figura 54 - Comparação dos resultados de fração volumétrica de ferrita obtidas com o auxílio do ferritoscópio para as amostras soldadas e tratadas termicamente a 750 °C

Assim como as amostras tratadas a 600 °C, as amostras tratadas a 750 °C não apresentaram regiões na ZTA e ZF livre de Cr<sub>2</sub>N.

Quando comparados o efeito do gás de proteção sobre a microdureza, Figura 53, observa-se novamente que a dureza das fases da amostra soldada apenas

com argônio (750SA) é maior que a amostra soldada com a adição de 2% de nitrogênio ao gás de proteção (750SAN).

Com relação ao efeito da temperatura, observa-se uma redução da microdureza das fases com o aumento da temperatura de tratamento térmico. Para a austenita não há variação significativa entre a dureza da amostra a 600°C (Figura 48a) e 750 °c (Figura 53a). Já a ferrita com/sem Cr<sub>2</sub>N apresenta uma redução significativa de dureza, Figura 53b-c, em relação à temperatura de 600°C, Figura 48b-c. Como mencionado anteriormente, a diminuição do teor de nitrogênio devido a formação de Cr<sub>2</sub>N, a diminuição da densidade de discordâncias e o favorecimento da cinética de recristalização/crescimento de grão são os responsáveis por esta redução observada.

Os dados de fração volumétrica da ferrita, Figura 54, novamente indicam que houve a precipitação de fases não magnéticas, e para o caso da amostra 750SAN o efeito da mistura Ar com 2% de N<sub>2</sub> foi mais eficiente no balanço das fases.

### **5.3.8. Perfil de tensões superficiais das amostras 750SA e 750SAN**

A Figura 55 apresenta os resultados dos perfis de tensões médias para ambas as fases do material avaliado. Os valores de tensão para cada ponto do perfil são apresentados no apêndice C. Os resultados de tensões residuais da ZF não são apresentados graficamente, pois foram inconclusivos devido aos altos valores de incerteza.

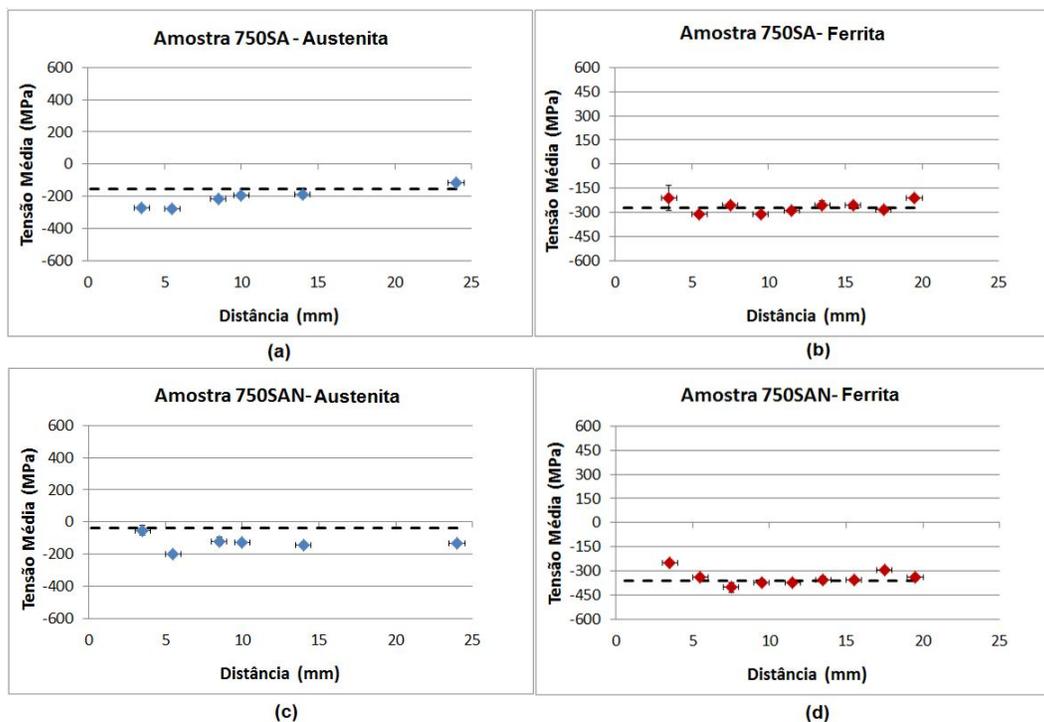


Figura 55 - Perfis de tensões superficiais das amostras soldadas e tratadas termicamente a 750 °C. As linhas tracejadas indicam a tensão média encontrada na amostra 750T . (a) Amostra 750SA, plano 420 da austenita; (b) Amostra 750SA, plano 211 da ferrita; (c) Amostra 750SAN, plano 420 da austenita; (d) Amostra 750SAN, plano 211 da ferrita.

Os perfis de tensões médias da fase ferrita indicam que o efeito de compressão devido à contração do tratamento térmico foi mais influente a esta temperatura. As fases apresentam um estado de tensões mais homogêneas, próximas àquela encontrada para a amostra apenas tratada, ao longo da superfície de soldagem.

Nesta temperatura modificações microestruturais são esperadas e já foram discutidas anteriormente. Assim, existe um efeito conjugado das tensões macroscópicas relacionadas ao processo de soldagem e tratamento térmico e o estado de tensões microscópicas relacionadas às diferentes propriedades térmicas de cada fase e variações volumétricas devido à precipitação de segundas fases.

Novamente, observou-se para a austenita um aumento do estado de tensões com a adição de 2% de nitrogênio, porém para a ferrita as tensões foram maiores para a amostra soldada com apenas argônio. Este resultado pode

estar relacionado ao maior teor de ferrita nas regiões básicas de soldagem para a amostra 750SA.

A Tabela 13 apresenta um resumo com as fases encontradas em todas as condições avaliadas neste trabalho.

Tabela 13 - Tabela resumo fases e morfologias encontradas para as condições avaliadas.

Amostra	$\gamma$	$\delta$	$Cr_2N/MxCy$	$\gamma_2$	$\alpha'$
CR	Sim	Sim	Pouco		Não
475T	Sim	Sim	↑ Aumento	Pouco	Sim
600T	Sim	Sim	↑↑ Aumento	↑↑ Aumento	pouco provável
750T	Sim	Sim	↑↑↑ Aumento	↑↑↑ Aumento	Não
SA/SAN (ZF/ZTA)	Sim	Sim	Sim ( $Cr_2N$ )	provável	Não
475SA/SAN (ZF/ZTA)	Widmanstätten; Alotriomórfica; Intragranular;	Sim	↑ Aumento ( $Cr_2N$ )	Pouco, cresce a partir da $\gamma_2$ (SAN)	Sim
600SA/SAN (ZF/ZTA)	Widmanstätten; Alotriomórfica; Intragranular;	Sim	↑↑ Aumento ( $Cr_2N$ )	↑↑Aumento cresce a partir da $\gamma$	pouco provável
750SA/SAN (ZF/ZTA)	Widmanstätten; Alotriomórfica; Intragranular;	Sim	↑↑↑ Aumento ( $Cr_2N$ )	↑↑↑ Aumento cresce a partir da $\gamma$	Não

Deve-se destacar que para a região do metal base (MB) foram observadas as mesmas variações encontradas nas amostras CR e tratadas.

## 6. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos pela análise de profundidade indicam que à medida que se aproxima do centro da peça as tensões compressivas são aliviadas para a fase austenita.

A avaliação do tamanho do cristalito e microdeformação das amostras indicou uma variação do tamanho do cristalito em função da profundidade da espessura da amostra, estudada através de difração de raios X. Porém os resultados carecem de uma análise mais precisa, ou seja, uma avaliação de tamanho de cristalito por meio de outras metodologias.

A caracterização microestrutural das amostras tratadas a 8h indicou a presença das fases  $\gamma_2$  e  $\text{Cr}_2\text{N}$ .

A avaliação da microdureza Vickers e fração volumétrica de ferrita concordam com a análise da micrografia, indicando a formação de segundas fases não magnéticas. Além disso, indicou a presença da fase  $\alpha'$ , não observada ao microscópio óptico, mas observada pelo aumento da dureza da fase ferrita.

A realização de testes de medição de tensões residuais nas amostras tratadas por técnica de difração de raios X utilizando o método do  $\text{sen}^2\psi$ , indicaram que o efeito do choque térmico em média causa o desenvolvimento de tensões compressivas em ambas as fases dos aços duplex. Este efeito da macrotensão é mais significativo sobre o estado de tensões médio do que a microtensão relacionada às diferentes propriedades térmicas e mecânicas das fases.

Em média a austenita é tracionada enquanto a ferrita é comprimida. Este resultado concorda com os resultados obtidos, quando os efeitos da macro e microtensão são separados o que torna o estudo da tensão média um bom indicador do estado das microtensões.

Observou-se que em relação à amostra CR a ferrita aumentou o seu estado compressivo indicando a formação das fases  $\alpha'$ ,  $\gamma_2$  e  $\text{Cr}_2\text{N}$  que se precipitam a partir da ferrita, enquanto a ferrita aliviou a sua tensão para a manutenção do equilíbrio de tensões. Para a amostra tratada a 750 °C a austenita volta a ser comprimida.

A avaliação do tamanho do cristalito e microdeformação das amostras com o auxílio do refinamento de Rietveld e método de Williamson-Hall indicou que a microdeformação e tamanho do cristalito, sofrem influencia da temperatura de tratamento térmico e suas possíveis variações microestruturais. Porém os resultados necessitam de uma análise mais precisa, ou seja, uma avaliação de tamanho de cristalito por meio de outras metodologias.

Modificações microestruturais, nas amostras soldadas, foram observadas pela microscopia ótica, pelas variações de microdureza e fração volumétrica das fases. Visualmente, observou-se a formação de  $\text{Cr}_2\text{N}$ , e  $\gamma_2$ . As seguintes morfologias de austenita foram observadas: Widmanstätten, alotriomórficas e intragranulares. A microdureza e fração volumétrica das fases indicam a presença de  $\alpha'$ .

Com relação às medidas de tensões residuais por DRX e método do  $\text{sen}^2\psi$  observou-se que a variação o efeito do gradiente de temperatura sobre o estado de tensões ao longo da superfície da amostra ainda é sentido para baixas temperaturas de tratamento, porém a partir de 600 °C, observou-se uma equalização do perfil de tensões para valores próximos àqueles obtidos para a amostra apenas tratada.

Foram observadas modificações no perfil de tensões das amostras soldadas quando se variou o gás de proteção. Em média houve um aumento da tensão para as amostras soldadas com adição de 2% de Ar. Porém, a fase ferrita quando tratada a 750 °C apresentou um comportamento inverso que deve ser investigado com a reprodutibilidade das análises.

## 7. SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se, um trabalho de investigação da tendência da variação do tamanho do cristalito e da microdeformação com a profundidade nas diferentes direções TD e RD.

Em relação às flutuações observadas do balanço de fase e o efeito da rugosidade na qualidade ajuste da função do perfil do espectro difratado, sugere-se uma investigação utilizando critérios estatísticos de imagens de microscópio óptico em função da profundidade.

Para o completo entendimento de como o perfil de tensões médias varia em função da profundidade em aços duplex é necessário à reprodução deste procedimento para fase ferrita o que também proporcionaria avaliação do estado de tensões microscópicas.

Um estudo sobre a influência da radiação utilizada no cálculo das tensões para todas as condições avaliadas podem fornecer informações importantes sobre o erro relacionado às diferenças de profundidade do feixe difratado.

Sugere-se, um trabalho de investigação da tendência da variação do tamanho do cristalito e da microdeformação com a variação de temperatura e sua relação com as possíveis transformações de fases.

Indica-se aqui verificar a existência da fase  $\alpha'$  nas condições avaliadas, por microscopia eletrônica de transmissão, e identificar o mecanismo que proporciona um aumento de dureza nas regiões soldadas que apresentam colônias de  $\text{Cr}_2\text{N}$ .

Indica-se, também, realizar um estudo sobre o perfil de tensões residuais na direção transversal das amostras soldadas e, em profundidade em ambas as direções, para um trabalho mais completo sobre o estado de tensões nas condições avaliadas.

## REFERÊNCIAS

ALVAREZ-ARMAS I. Duplex Stainless Steels: Brief History and Some Recent Alloys. **Recent Patents on Mechanical Engilosneering** 2008, 1, 51-57, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E1558:** Standard guide for electrolytic polishing of metallographic specimens. West Conshohocken, 2009.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E2860:** Standard Test Method for Residual Stress Measurement by X-Ray Diffraction for Bearing Steels. West Conshohocken, 2012.

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

BACZMANSKI, R. *et al.* **Archive of Metallurgy and Materials**, v. 53, p. 89-96, 2008.

BEHNKEN, H. HAUKE, V. Micro-residual stresses caused by deformation, heat, or their combination during friction welding. **Materials Science and Engineering**. v. 289, p.60–69, 2000.

BLEICHER, L. SASAKI, J. M. **Introdução a difração de raios-x em cristais**. Universidade Federal do Ceará, 2000.

CAGLIOTI, G. PAOLETTI, A. RICCI, F. Choice of collimators for a crystal spectrometer for neutron diffraction. **Nuclear Instruments**, v. 3, p. 223-228, 1958

CALLIARI, I. RAMOUS, E. PELLIZZARI, M. **Thermal and mechanical treatments effects on phase transformation in duplex stainless steels**. [http://www.stainless-steelworld.net/pdf/sswNNB\\_duplex\\_padova.pdf?resourceId=105](http://www.stainless-steelworld.net/pdf/sswNNB_duplex_padova.pdf?resourceId=105). Acessado em: 03/05/2015.

CALLISTER, William D. **Ciência e engenharia dos materiais uma introdução**. LTC. Rio de Janeiro, 2007.

CAMPOS, M. MACHADO, R. HIRSCH, T. Tensões residuais em aços avaliadas por difração de raios-x: diferença entre micro e macro tensões residuais. **III Workshop sobre Textura**, p. 115-131, São Paulo, 2006.

CHARLES, J. **Duplex Stainless Steels, a review after DSS '07 held in GRADO**, ARCELOR MITTAL STAINLESS, 2007.

CHARLES, J. CHEMELLE, P. The history of duplex developments, nowadays DSS properties and duplex market future trends. **8th Duplex stainless steels conference**, Beaune, 2010.

CHEN, L. *et al.* Influence of cooling rate on microstructure evolution and pitting corrosion resistance in the simulated heat-affected zone of 2304 duplex stainless steels. **Corrosion Science**. v. 58, p. 168–174, 2012.

CRYOGENIC PROCESSES. **Measurement of residual stress by x-ray diffraction**. <http://cryogenicndt.com/docs/Reaserch/Residualstress.pdf>. Acessado em: 16/11/2013.

CULLITY, B.D. STOCK, S. R. **Elements of x-ray diffraction**. Prentice Hall, New Jersey, 2001.

DIETER, George E. **Metalurgia Mecânica**. Guanabara Dois. Rio de Janeiro, 1981.

EIGENMANN, B.; MACHERAUCH, E. Röntgenographischeuntersuchung von spannungszuständen in werkstoffen. **Materialwissenschaft und Werkstofftechnik**, p. 426-437. 1996.

EURO INOX. The European Stainless Steel Association.[http://www.euro-inox.org/technical\\_tables/index.php](http://www.euro-inox.org/technical_tables/index.php). Acessado em 12/04/2013.

FERREIRA, Nilson dos S. **Morfologia e propriedades estruturais de nanopartículas de ZnO sintetizadas pelo processo sol-gel proteico**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, 2010.

FITZPATRICK. M.E. *et al.* **Determination of residual stresses by x-ray diffraction: issue 2**. National Physical Laboratory. Teddington. 2005

GARZÓN, C. RAMIREZ, A. Growth kinetics of secondary austenite in the welding microstructure of a UNS S32304 duplex stainless steel. **Acta Materialia**, v. 54 p. 3321–3331, 2006.

GENG, S. *et al.* Evolution of microstructure and corrosion behavior in 2205 duplex stainless steel GTA-welding joint. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 19, p. 32 - 37, 2015.

GUIMARÃES, L. R. **Estudo de parâmetros experimentais envolvidos na determinação de macrotensões residuais, em tubos de aço inoxidável, pelo método da difração de raios-X**, Dissertação de Mestrado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 1990.

GUNN R. N. **Duplex stainless steels: microstructure, properties and applications**, 3ª edição. Woodhead Publishing. Cambridge, 2003.

- HARJO S. *et al.* Residual thermal phase stresses in  $\alpha$ - $\gamma$  Fe–Cr–Ni alloys measured by a neutron diffraction time-of-flight method. **Materials Transactions**, v. 43, n. 7, p. 1696-1702, 2002.
- HÄTTESTRAND, M. *et al.* Study of decomposition of ferrite in a duplex stainless steel cold worked and aged at 450 - 500 °C. **Materials Science and Engineering**, v. 499, p.489 - 492, 2009.
- 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**, p. 227–236, 1998.
- HORWARD, C.J. The approximation of asymmetric neutron powder diffraction peaks by sums of Gaussians. **Journal of Applied Crystallography**, v.15; p. 615-620; 1982.
- HSIEH, C. *et al.* Precipitation and strengthening behavior of massive  $\delta$ -ferrite in dissimilar stainless steels during massive phase transformation. **Materials Science and Engineering**, A 477, p. 328–333, 2008.
- IMOA. **Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels**, Associação Internacional do Molibidênio, 2ª Edição, Londres, 2010.
- JANG, S. *et al.* Effect of shielding gas composition on phase transformation and mechanism of pitting corrosion of hyper duplex stainless steel welds. **Materials Transactions**, v. 52,n. 6, p. 1228- 1236, 2011.
- JOHANSSON, J. ODEN, M. ZENG, H. Evolution of the residual stress state in a duplex stainless steel during loading. **Acta Metallurgica**, v.47, n. 9, p. 2669-2684, 1999.
- KIM, Y. J. **Phase transformations in cast: duplex stainless steels**. Tese de Doutorado. Iowa State University, Iowa, 2004.
- KOBAYASHI, S. NAKAI, K. OHMORI, Y. ISOTHERMAL DECOMPOSITION OF  $\delta$ -FERRITE IN A 25Cr–7Ni–0.14N STAINLESS STEEL. **Acta materialia**, v. 49 p. 1891–1902, 2001.
- KOCHANOVSKA, A. Investigation of thermal dilatation of cubic metals. **Physica (The Hague)**, v.15, p. 191-196, 1949.
- KOU, Sidu. **Welding Metallurgy**. 2ª edição. John Wiley and Sons. Hoboken. 2003.
- LARSON, A. C. VON DREELE, R.B. **General structure analysis system (GSAS)**. Los Alamos National Laboratory.Universidade da California. 2004;
- LIN, Y. CHEN, P. Effect of nitrogen content and retained ferrite on the residual stress in austenitic stainless steel weldments. **Materials Science and Engineering**, A307, p. 165–171, 2001.

LINDGREN, M. LEPISTO, T. Relation between residual stress and Barkhausen noise in a duplex steel. **NDT&E International**, v. 36, p. 279–288, 2003

LONDOÑO, A.J.R. **Precipitação de Fases Intermetálicas na ZAC de Soldagens Multipasse de Aços Inoxidáveis Duplex**. Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

LU, S. *et al.* Numerical study and comparisons of gas tungsten arc properties between argon and nitrogen. **Computational Materials Science**, v. 45, p.327–335, 2009.

LUNDIN, C. RUPRECHT, W. The effect of shielding gas additions on the penetration characteristics of plasma-arc welds. **Supplement to The welding journal**, 1977.

MARQUES, Paulo V. MODENESI, Paulo J. BRACARENCE, Alexandre Q. **Soldagem: fundamentos e tecnologia**. 3ª edição. Editora UFMG. Belo Horizonte, 2011.

MARTINEZ, L. *et al.* Estimation of Mean Crystallite Sizes of XRD Standard Reference Materials produced at IPEN by XLP. **24ª reunião de usuários do LNILS/CNPEM**, v.1, Campinas, 2014.

MARTINS, M. CASTELETTI, L. C. Obtenção e caracterização dos aços inoxidáveis duplex e superduplex. **Fundição e Serviços**, v. 17, p. 108-119, 2007.

MENEZES, J. *et al.* Crystallography of Widmanstätten austenite in duplex stainless steel weld metal. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 14, p. 3 - 10, 2009.

MONIN, V. LOPES, R. TURIBUS, Sergio. X-ray diffraction technique applied to study of residual stresses after welding of duplex stainless steel plates. **Materials Research**. v. 17, p. 64-69, 2014.

MUTHUPANDI, V. *et al.* Effect of nitrogen addition on on the microstructure and mechanical properties of power beam processed duplex stainless steel (UNS 31803) weld metals. **Materials Letters**, v. 59, p. 2305 – 2309, 2005.

MUTHUPANDI, V. *et al.* Effect of nitrogen addition on formation of secondary austenite in duplex stainless steel weld metals and resultant properties. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 9, p. 47-52, 2004.

NILSSON, J. KARLSSON, L. ANDERSSON, J. 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.

NILSSON, J. LIU, P. Aging at 400-600°C of submerged arc welds of 22Cr-3Mo-8Ni duplex stainless steel and its effect on toughness and microstructure. **Materials Science and Technology**, v. 7, p. 853-862, 1991.

- NYSTROM, M. KARLSSON, B. Fatigue of duplex stainless steel influence of discontinuous spinodally decomposed ferrite. **Materials Science and Engineering**, v. 215, p. 26-38, 1996.
- OKUMURA, Toshie. TANIGUCHI. Célio. **Engenharia de Soldagem e aplicações**, LTC. Rio de Janeiro, 1982.
- PALÁCIO, Felipe 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.
- RAMKUMAR, K. *et al.* Investigations on structure–property relationships of activated flux TIG weldments of super-duplex/austenitic stainless steels. **Materials Science and Engineering**, A 638, p.60–68, 2015.
- REDJAIMIA, A. METAUER, G. Diffusion controlled precipitation of austenitic bi-crystals possessing twin related orientation in the ferrite of a duplex stainless steel. **Journal of Materials Science**, v. 36, p.1717-1725, 2001.
- RIDLEY, N. STUART, H. Partial molar volumes from high-temperature lattice parameters of iron-carbon austenite. **Metal Science Journal**, v.4; p. 219-222; 1970.
- RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. **Journal of Applied Crystallography**, v. 2; p. 65-71. 1969.
- SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS. SAE HS-784: Residual stress measurement by x-ray diffraction, Warrendale, 2003.
- SANTOS, Camila Z. **Estudo da tensão residual através de difração de raios X em aço inoxidável duplex submetido a diferentes tratamentos térmicos**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Espírito Santo. Vitória, 2012.
- SATHIYA, P. *et al.* Effect of shielding gases on mechanical and metallurgical properties of duplex stainless-steel welds. **Journal of Materials Science**, v. 44, p. 114–121, 2009.
- SILVA, Cleiton C. **Avaliação das tensões residuais de soldagem em tubulações de pequeno diâmetro usadas em refinaria de petróleo**. Dissertação de Mestrado. Universidade do Ceará. Fortaleza, 2007.
- SIMMONS, J. W. Overview: high-nitrogen alloying of stainless steels. **Materials Science and Engineering**, v. 207, p. 159-169, 1996.
- SOUTHWICK, P. HONEYCOMBE, R. Decomposition of ferrite to austenite in 26%Cr-5%Ni stainless steel. **Metal Science**, p. 253-261, 1980.

SMUK, Olena. **Microstructure and properties of modern p/m super duplex stainless steels**, Tese de Doutorado, Royal institute of Technology, Estocolmo, 2004.

STRAFFELINI, G. et. al. Effect of aging on the fracture behavior of lean duplex stainless steels. **Metallurgical and materials transactions**, v. 40A, p. 2616-2621, 2009.

TAN, Hua. Influence of welding thermal cycles on microstructure and pitting corrosion resistance of 2304 duplex stainless steels. **Corrosion Science**. v. 55; p. 368-377; 2012.

THOMPSON P. COX, D. HASTINGS, J. Rietveld refinement of Debye-Scherrer synchrotron x-ray data from  $Al_2O_3$ . **Journal of Applied Crystallography**, v.20; p. 79-83; 1987.

TOBY, B.H. EXPGUI, a graphical user interface for GSAS. **Journal of Applied Crystallography**, v. 34; p. 210-213; 2001.

TURIBUS, S.N. **Análise por difração de raios-x do estado de tensões residuais em chapas de aço inoxidável duplex após soldagem**. Tese de Doutorado. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro; 2014.

VERLINDEN, Bert. *et al.* **Thermo-Mechanical Processing of Metallic Materials**, Elsevier, p. 187-201, Amsterdam, 2007.

VRINAT, M. COZAR, R. MEYZAUD, Y. Precipitated phases in the ferrite of aged cast duplex stainless steels. **Scripta Metallurgica**, v. 20, p. 1101-1106, 1986.

WESTIN, Elin M. **Microstructure and properties of welds in the lean duplex stainless steel LDX 2101**. Tese de Doutorado, Royal institute of Technology. Estocolmo, 2010.

WILLIAMSON, G.K. HALL, W.H. X-ray line broadening from fided aluminium and wolfram. *Acta Metallurgica*.v.1; p. 22-31. 1953.

WITHERS, P. J. BHADESHIA, H. K. D. H. **Residual stress part 1: Measurement techniques**, *Materials Science and Technology*, v. 17, p. 355-365, 2011.

WITHERS, P. J. BHADESHIA, H. K. D. H. **Residual stress part 2: Nature and origins**, *Materials Science and Technology*, v. 17, p. 366-375, 2011.

WOJDYR, M. Fityk: a general-purpose peak fitting program. **Journal of Applied Crystallography**, v.43, p. 1126-1128, 2010.

ZANOTTO, F., *et al.* Effect of brief heat treatments performed between 650 and 850 °C on corrosion behaviour of a lean duplex stainless steel. **Corrosion Science**. v. 94, p. 38–47, 2015.

## ANEXO 1

### Dedução das relações elementares de tensão e deformação para um cubo unitário

Considerando um cubo unitário elementar, figura 1, é conveniente resolver as tensões atuantes em um ponto em componentes normais e cisalhantes. Estas, por formarem ângulos arbitrários com os eixos coordenados devem ser de igual modo, rebatidas novamente em duas outras componentes (DIETER, 1981).

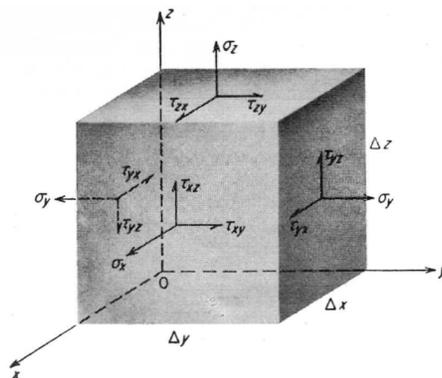


Figura 1 - Tensões atuantes em um cubo unitário elementar.  
Fonte: DIETER, 1981.

As tensões normais que atuam sobre as faces dos cubos perpendiculares aos eixos são representadas por  $\sigma_x$ ,  $\sigma_y$ ,  $\sigma_z$  e as tensões cisalhantes paralelas as faces do cubo por  $\tau_{yx}$ ,  $\tau_{zx}$ ,  $\tau_{xy}$ ,  $\tau_{zy}$ ,  $\tau_{xz}$ , e  $\tau_{yz}$ . Sob condições de equilíbrio não há translação do cubo elementar, logo  $\sigma_x = -\sigma_x$ ,  $\sigma_y = -\sigma_y$ ,  $\sigma_z = -\sigma_z$ . Onde o sinal negativo representa as tensões compressivas.

Ao admitirmos que as áreas das faces do cubo unitário são pequenas de forma que a variação de tensões seja desprezada, tem-se em relação ao eixo z:

$$(\tau_{xy}\Delta_y\Delta_z)\Delta_x = (\tau_{yx}\Delta_x\Delta_z)\Delta_y \quad (1)$$

Assim, a igualdade dos momentos das tensões cisalhantes leva a  $\tau_{zx} = \tau_{xz}$ ,

$$\tau_{xy} = \tau_{yx} \text{ e } \tau_{yz} = \tau_{zy}.$$

Com isso o estado de tensões de qualquer elemento em um sólido homogêneo e isotrópico pode ser descrito por seis componentes três tensões normais ( $\sigma_x$ ,  $\sigma_y$  e  $\sigma_z$ ) e por três tensões cisalhantes ( $\tau_{xy}$ ,  $\tau_{yz}$ , e  $\tau_{zx}$ ).

Então, para um sistema tridimensional o estado geral de tensões em qualquer plano pode ser expresso por uma componente de tensões normal e outra cisalhante dada por:

$$\sigma_\phi = \sigma_1\alpha_1^2 + \sigma_2\alpha_2^2 + \sigma_3\alpha_3^2 \quad (2)$$

$$\tau_\phi = [(\sigma_1 - \sigma_2)^2\alpha_1^2\alpha_2^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2\alpha_1^2\alpha_3^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2\alpha_2^2\alpha_3^2]^{1/2} \quad (3)$$

Onde:

$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  = tensões principais paralelas aos eixos

$\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  = cossenos diretores entre  $\tau_\phi$  e  $\sigma_\phi$

Considerando uma chapa fina, ou seja, a espessura é muito menor que as demais dimensões do corpo, no plano da chapa não existirá tensão atuando na direção perpendicular à superfície. Assim, quando  $\sigma_z = 0$  tem-se o estado plano de tensões ou estado biaxial de tensões. O sistema então contará com duas tensões normais  $\sigma_x$  e  $\sigma_y$  e uma tensão cisalhante  $\tau_{xy}$ .

A figura 2 apresenta um plano oblíquo, normal ao plano do papel e sujeito a um estado plano de tensões.

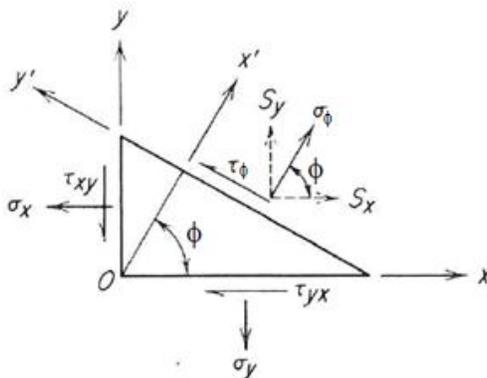


Figura 2 - Plano oblíquo em duas dimensões.  
Fonte: Adaptado de DIETER, 1981.

Observa-se que o plano faz um ângulo  $\phi$  com o eixo do  $x$ . Seja  $x'$  a direção normal a este plano e  $y'$  uma direção pertencente ao plano oblíquo, as tensões atuantes neste plano são a tensão normal  $\sigma_\phi$  e a tensão cisalhante  $\tau_\phi$ . Sendo os cossenos diretores entre  $x'$  e  $x$  e  $x'$  e  $y$ , pela geometria, iguais a  $\cos \phi$  e  $\sin \phi$  e  $A$ , a área do plano oblíquo, então as áreas dos lados do elemento perpendiculares a  $x$  e  $y$  são  $A \cos \phi$  e  $A \sin \phi$ . Como  $S_x$  e  $S_y$  são as componentes nas direções  $x$  e  $y$  da tensão total atuando na face inclinada, tem-se então:

$$\sigma_\phi = \sigma_x \cos^2 \phi + \sigma_y \sin^2 \phi + 2\tau_{xy} \sin \phi \cos \phi \quad (4)$$

E a tensão cisalhante é dada por:

$$\tau_\phi = \tau_{xy} (\cos^2 \phi - \sin^2 \phi) + (\sigma_y - \sigma_x) \sin \phi \cos \phi \quad (5)$$

Pode-se então inferir que uma tensão cisalhante e, por consequência, uma deformação sempre existirão em um plano que não é paralelo a direção principal. Assim, escolhendo-se as orientações paralelas ao eixo principal os cálculos são simplificados (SAE INTERNACIONAL, 2003).

Sendo  $x$  e  $y$  as direções principais então,  $\sigma_1 = \sigma_x$ ,  $\sigma_2 = \sigma_y$  e  $\tau_{xy} = 0$ . Logo  $\phi = 0$  e:

$$\sigma_{\phi} = \sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi \quad (6)$$

$$\tau_{\phi} = \tau_{xy} = 0 \quad (7)$$

Para se relacionar o tensor de tensão com o tensor de deformação as propriedades do material devem ser levadas em consideração. Sabe-se que para sólidos elásticos isotrópicos a tensão elástica se relaciona linearmente com a deformação elástica através do módulo de elasticidade ( $E$ ) e esta relação é conhecida como Lei de Hooke.

$$\sigma_x = E \varepsilon_x \quad (8)$$

Quando uma tensão trativa, por exemplo, é aplicada na direção  $x$ , produzirá não apenas uma deformação linear em  $x$ , mas também uma contração nas direções transversais  $y$  e  $z$  uma vez que o volume do material permanece constante. Experimentalmente, observou-se que a deformação transversal é uma fração proporcional da deformação na direção longitudinal. Esta constante de proporcionalidade é conhecida como módulo de Poisson e é representada por  $\nu$  (DIETER, 1981).

A relação entre a tensão longitudinal e as deformações transversais é mostrada a seguir:

$$\varepsilon_y = \varepsilon_z = -\nu \varepsilon_x = -\frac{\nu \sigma_x}{E} \quad (9)$$

Aplicando-se o princípio da superposição e admitindo-se que as tensões elásticas são pequenas e o material é isotrópico, de modo que a tensão normal  $\sigma_x$  não produz deformação cisalhante nos planos  $x$ ,  $y$  e  $z$  e que uma tensão cisalhante  $\tau_{xy}$  não produz deformações normais nestes mesmos planos (SAE INTERNACIONAL, 2003). A deformação produzida por mais de uma componente de tensão é dada por:

$$\varepsilon_1 = \frac{1}{E} [\sigma_1 - \nu (\sigma_2 + \sigma_3)] \quad (10)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{1}{E} [\sigma_2 - \nu (\sigma_3 + \sigma_1)] \quad (11)$$

$$\varepsilon_3 = \frac{1}{E} [\sigma_3 - \nu (\sigma_1 + \sigma_2)] \quad (12)$$

Para o estado plano de tensões  $\sigma_3 = 0$ , logo:

$$\varepsilon_1 = \frac{1}{E} (\sigma_1 - \nu \sigma_2) \quad (13)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{1}{E} (\sigma_2 - \nu \sigma_1) \quad (14)$$

$$\varepsilon_3 = \frac{-\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (15)$$

Observa-se que mesmo quando  $\sigma_3 = 0$  a deformação  $\varepsilon_3$  é diferente de zero mesmo para  $\sigma_1 = -\sigma_2$ .

Em uma situação de deformação plana  $\varepsilon_3 = 0$ , quando, por exemplo, uma das dimensões é muito maior que as outras duas, tem-se:

$$\varepsilon_1 = \frac{1 + \nu}{E} [(1 - \nu)\sigma_1 - \nu\sigma_2] \quad (16)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{1 + \nu}{E} [(1 - \nu)\sigma_2 - \nu\sigma_1] \quad (17)$$

Para tal, é necessário existir algum tipo de restrição física para limitar a deformação em uma direção. E existirá uma tensão mesmo que a deformação seja zero dada por:

$$\sigma_3 = \nu(\sigma_1 + \sigma_2) \quad (18)$$

## ANEXO 2

### Obtenção da largura a meia altura (FWHM) do pico de difração amostral

Como mencionado anteriormente, a função pseudo-voigt tem sido bastante empregada na modelagem do perfil de difração e consiste de uma combinação linear de uma função gaussiana ( $F_G$ ) e uma função lorentziana ( $F_L$ )

$$F_{PV} = \eta F_L + (1 - \eta) F_G \quad (1)$$

Onde  $\eta$ , é um fator de proporcionalidade entre as duas funções que é função da FWHM total ( $\Gamma$ ) e FWHM lorentziana ( $\gamma$ ). E de acordo com THOMPSON e HASTINGS (1987) é dado por:

$$\eta = 1.36603(\gamma/\Gamma) - 0.47719(\gamma/\Gamma)^2 + 0.11116(\gamma/\Gamma)^3 \quad (2)$$

$\Gamma$  é função da FWHM gaussiana ( $\Gamma_g$ ) e  $\gamma$ :

$$\Gamma = \sqrt[5]{\Gamma_g^5 + 2.69269\Gamma_g^4\gamma + 2.42843\Gamma_g^3\gamma^2 + 4.47163\Gamma_g^2\gamma^3 + 0.0782\Gamma_g\gamma^4 + \gamma^5} \quad (3)$$

E:

$$\Gamma_g = \sqrt{8\ln 2\sigma^2} \quad (4)$$

Com:

$$\sigma^2 = U \tan^2\theta + V \tan\theta + W + \frac{P}{\cos^2\theta} \quad (5)$$

Onde U, V e W são parâmetros que modelam a largura experimental definidos CAGLIOTI et. al (1958) e P é o coeficiente gaussiano de Scherrer para o alargamento do pico.

Já  $\gamma$  é dado por:

$$\gamma = \frac{X + X_e \cos\phi}{\cos\theta} + (Y + Y_e \cos\phi + \gamma_L d^2) \tan\theta \quad (6)$$

E desconsiderando a anisotropia tem-se:

$$\gamma = \frac{X}{\cos\theta} + Y \tan\theta \quad (7)$$

Onde  $X$  é o coeficiente lorentziano de Scherrer para o alargamento e  $Y$  é o coeficiente relacionado ao alargamento devido à deformação.

Para calcular o tamanho do cristal e a microdeformação deve-se descontar a contribuição instrumental para o alargamento do pico. Assim:

$$\beta = \sqrt[5]{\beta_g^5 + 2.69269\beta_g^4\beta_l + 2.42843\beta_g^3\beta_l^2 + 4.47163\Gamma\beta_g^2\beta_l^3 + 0.0782\beta_g\beta_l^4 + \beta_l^5} \quad (8)$$

Com:

$$\beta_g = \sqrt{\Gamma_{g_{exp}}^2 - \Gamma_{g_{inst}}^2} \quad (9)$$

E:

$$\beta_l = \gamma_{exp} - \gamma_{inst} \quad (10)$$

# ANEXO 3

## Ficha do material fornecida pelo fabricante

Pág. 1/1

Aperam Inox América do Sul S.A.

1078



Head Office: Av. Carandal, nº 1115, 23º Andar - Centro - Belo Horizonte - MG - 30130-915 - Brazil  
 Plant: Praça 1º de Maio, nº 9 - Centro - Trindade - MG - 35160-918 - Brazil  
 Branches: Av. Mercedes Benz, nº 1.420 - Distrito Industrial - Campinas - SP - 13054-760 - Brazil  
 Rodovia RSC 453, Km 2,2 - S/N - Distrito Industrial - Caxias do Sul - RS - 95110-590 - Brazil

### QUALITY CERTIFICATE

Number: 1495807  
 APERAM Order: 73256501  
 Date: 28/05/2013  
 Invoice: 342791

Customer:  
 FLEXIBRAS TUBOS FLEXIVEIS LTDA  
 R ERWIN BALLE 1329, ST A GALP2  
 29135000 - VIANA - ES  
 BRASIL  
 P.O.NR.: PO 245683

IN ACCORDANCE WITH

MP887N

Steel grade: UNS S32304 Finish: 2B Product: COIL  
 Dimensions: 1,80 mm x 72 mm  
 Marks:

#### Chemical composition

Heat nr.	C %	Mn %	Si %	P %	S %	Cr %	Ni %	Mo %	N PPM	Ti %	Cu %	Co %	PREN.
302123E	0,018	1,36	0,310	0,020	0,001	22,36	3,59	0,229	1073	0,0043	0,4257	0,097	24,841
302122G	0,016	1,40	0,250	0,023	0,001	22,20	3,52	0,255	1030	0,0041	0,4171	0,090	24,691

#### Results

Test/Variable	Unit	302123E5082B		302122G3084B		302122G3085B							
		H	T	H	T	H	T	H	T	H	T	H	T
Tensile Strength	MPA	728,00	723,00	735,00	729,00	735,00	729,00						
Yield Strength 0.2%	MPA	560,00	555,00	577,00	571,00	577,00	571,00						
Elongation 2"	%	33,00	34,00	28,00	24,00	28,00	24,00						
Bend Test (180) L.	S	S	S	S	S	S	S						
Hardness RC	HRC	16,66	16,66	16,00	16,00	16,00	16,00						
Ferrite	%	50,7	50,7	50,9	50,7	50,9	50,7						
Net Weight	Kg	2.259		1.602		1.602							
Gross Weight	Kg	2.339		1.662		1.692							

Heat & Lot identification (U.M.): Ok  
 Surface quality / dimensions: Ok  
 Heat treatment: Minimun Solution anneal temp.1900 F  
 Standards: ASTM A480/A480M 11B ASTM A240/A240M 12A FLEXIBRA FE08-REV.04 09  
 FLEXIBRA FE04FE0801AS 100 DIN EN 10088-2 05 DIN EN ISO 6892-1 09E  
 DIN EN ISO9445-2 10

- Remarks:
- a) Free from mercury contamination.
  - b) Material free of contamination from radioactivity. (Guarantee while stored under responsibility of Aperam Inox América do Sul S.A.).
  - c) Certify that the results above are correct and in acc. with the specifications of accepted concession.
  - d) Quality management system certified acc to standard ISO 9001 - Certificate ABS QE Nº 30071.
  - e) Quality management system certified acc to standard ISO/TS 16949 - Certificate ABS QE Nº 38324.
  - f) Environmental management system certified acc to standard ISO 14001 - Certificate ABS QE Nº 65989.
  - g) Country of Melt: Brazil. Country of manufacture: Brazil.

Julio Cesar Sartório da Trindade  
 Burgau, MG  
 19/07/13

Paulo Sérgio Ribeiro  
 Qualified Inspector  
 Aperam South America

Technip INSPECTION  
 REVIEW

21 JUN. 2013

Valdir Pereira  
 IDP

## APÊNDICE A

### Comparação dos resultados de Refinamento para diversas profundidades da amostra CR

Condição	0TD	0RD	30TD	45TD	75TD	105TD	105RD	165TD	165RD	CeO <sub>2</sub>										
<b>Qualidade do Perfil Ajustado</b>																				
R <sub>p</sub>	0.1502	0.1562	0.1924	0.2313	0.1793	0.198	0.2235	0.197	0.2067	0.185										
R <sub>wp</sub>	0.199	0.2054	0.2448	0.2815	0.2316	0.2639	0.2966	0.268	0.2762	0.2604										
χ <sup>2</sup>	1.823	1.895	2.59	3.355	2.198	2.904	3.252	3.009	2.989	2.092										
<b>Parâmetros da Função de Refino</b>																				
Fase	γ	α	γ	α	γ	α	γ	α	γ	α	γ	α	γ	α	γ	α	γ	α	γ	α
GU	249.49	416.963	471.94	486.212	88.3082	149.453	65.4371	101.24	38.8885	52.6414	33.5709	46.5251	38.5298	35.8539	27.354	35.586	27.5786	36.1367	7.1896	
GV	-	-	-	-	-	-	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452
GW	17.1034	101.663	17.1034	103.492	22.9462	18.737	31.3728	29.831	17.2112	17.337	19.2858	20.0452	17.9645	23.8487	17.4417	17.4417	17.4675	17.4675	17.1034	
LX	18.941	14.2661	29.0856	23.0536	8.67079	5.03199	5.40424	3.87624	4.85827	4.28092	4.77976	3.89535	4.30806	3.74487	4.09232	3.52381	4.10001	17.4675	2.42612	
LY	11.7637	14.383	8.33822	8.50496	1.24503	1.24503	4.11563	2.92366	2.98076	2.58043	1.37497	1.63279	2.21078	0.97419	1.24503	1.24503	0.246514	4.2072	1.24503	
GP	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.333312	0.0493806	-
<b>Características das Fases</b>																				
G. E.	F m -3 m	l m -3 m	F m -3 m	l m -3 m	F m -3 m	l m -3 m	F m -3 m	l m -3 m	F m -3 m	l m -3 m	F m -3 m	l m -3 m	F m -3 m	l m -3 m	F m -3 m	l m -3 m	F m -3 m	l m -3 m	F m -3 m	l m -3 m
P.R.	3.6014(1)	2.87556(2)	3.6044(2)	2.8769(2)	3.6021(1)	2.8745(1)	3.60112(9)	2.87408(9)	3.59999(5)	2.87350(6)	3.60016(5)	2.873213(5)	3.60039(5)	2.8740(1)	3.59971(6)	2.87294(4)	3.59967(5)	2.87292(5)	5.41024(2)	
Volume(A)	46.708(5)	23.779(4)	46.828(7)	23.811(4)	46.737(3)	23.751(2)	46.700(4)	23.741(2)	46.656(2)	23.726(1)	46.662(2)	23.719(1)	46.671(2)	23.738(2)	46.645(3)	23.713(1)	46.643(2)	23.712(1)	158.361(2)	
Wt%	55.7(1)	44.3(1)	43.5(2)	56.5(1)	48.8(2)	51.2(2)	48.8(2)	51.2(2)	53.7(2)	46.3(2)	47.7(2)	52.3(3)	55.7(2)	44.3(2)	54.5(2)	45.5(2)	50.7(2)	49.3(2)	-	
F. E.	17.4(1)	26.4(2)	14.2(1)	35.0(2)	12.61(9)	25.2(2)	12.61(9)	25.2(2)	13.75(8)	22.6(1)	35.4(2)	74.0(9)	14.1(1)	21.4(2)	12.7(1)	20.2(1)	38.9(3)	72.1(5)	2.80(1)	
<b>Parâmetros Térmicos</b>																				
U <sub>iso</sub> (C)	0.8	-	0.025	-	0.8	-	0.8	-	0.8	-	0.025	-	0.8	-	0.025	-	0.8	-	-	
U <sub>iso</sub> (Fe)	0.003274	0.006506	0.00006	0.008959	0.00002	0.000084	0.001172	0.002457	0.00158	0.002699	0.025	0.025	0.025	0.025	0.025	0.004235	0.025	0.025	-	
U <sub>iso</sub> (Ce)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.000734	
U <sub>iso</sub> (O)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.009605	
<b>Absorção</b>																				
AB1	0.118612	0.156019	-	-	-	-	-	-	0.050156	0.348144	-	-	-	0.576004	0.417011	-	-	-	-	
AB2	0.0854043	0.0205808	-	-	-	-	-	-	0.001	0.0357513	-	-	-	0.219601	0.0689396	-	-	-	-	

## APÊNDICE B

### Comparação dos resultados de Refinamento para as amostras tratadas termicamente

Amostra	CR		475T		600T		750T		CeO <sub>2</sub>
<b>Qualidade da função de perfil ajustada</b>									
R <sub>p</sub>	0.1562		0.1728		3.503		0.282		0.185
R <sub>wp</sub>	0.2054		0.2231		0.2779		0.3372		0.2604
χ <sup>2</sup>	1.895		2.32		0.229		5.009		2.092
<b>Parâmetros da função de refino</b>									
Fase	γ	α	γ	α	γ	α	γ	α	
GU	471.94	486.212	407.747	397.43	160.734	233.643	105.584	80.3155	7.1896
GV	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452
GW	17.1034	103.492	37.1298	17.957	34.58	19.348	21.7327	24.5151	17.1034
LX	29.0856	23.0536	13.1741	4.54716	8.57566	5.73226	5.02222	3.66322	2.42612
LY	8.33822	8.50496	0.374293	1.46963	2.03392	1.94773	1.24503	1.24503	1.24503
GP	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<b>Características das Fases</b>									
G. E.	F m -3 m	I m -3 m	F m -3 m	I m -3 m	F m -3 m	I m -3 m	F m -3 m	I m -3 m	F m -3 m
P. R.	3.6044(2)	2.8769(2)	3.6000(1)	2.8748(1)	3.5969(2)	2.8741(1)	3.5998(1)	2.8755(1)	5.41024(2)
Volume (A)	46.828(7)	23.811(4)	46.654(6)	23.759(2)	46.575(6)	23.761(2)	46.649(4)	23.776(3)	158.361(2)
Wt%	43.5(2)	56.5(1)	44.7(2)	55.3(1)	43.5(2)	56.5(2)	57.4(2)	42.6(3)	-
F. E.	14.2(1)	35.0(2)	13.66(9)	32.2(2)	13.2(1)	32.6(2)	13.6(1)	19.3(2)	2.80(1)
<b>Parâmetros Térmicos</b>									
U <sub>iso</sub> (C)	0.025		0.025	-	0.8	-	0.8	-	-
U <sub>iso</sub> (Fe)	0.00006	0.008959	0.001339	0.003638	0.002948	0.001795	0.000793	0.006361	-
U <sub>iso</sub> (Ce)	-	-							0.000734
U <sub>iso</sub> (O)	-	-							0.009605
<b>Absorção</b>									
AB1	0.156019		-		-		-		-
AB2	0.0205808		-		-		-		-

## APÊNDICE C

### Tensões residuais média das fases austenita e ferrita para cada ponto avaliado das amostras soldadas

Região da amostra (mm)	Plano 211 - Ferrita															
	SA		SAN		475SA		475SAN		600SA		600SAN		750SA		750SAN	
	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza
19.5	-192	17	-194	22	-208	20	-200	12	-416	18	-382	19	-214	11	-342	22
17.5	-223	17	-225	17	-170	26	-200	12	-410	18	-375	15	-286	11	-297	17
15.5	-208	21	-196	15	-125	26	-204	19	-359	14	-359	19	-255	6	-355	14
13.5	-196	23	-195	26	-136	24	-176	15	-400	20	-341	17	-254	24	-358	22
11.5	-174	24	-151	20	-146	21	-179	16	-382	15	-368	18	-291	4	-373	17
9.5	-156	21	-124	11	-141	19	-159	0	-389	13	-391	19	-311	10	-372	15
7.5	-152	23	-116	18	-107	6	-161	9	-374	12	-425	15	-259	14	-403	32
5.5	-144	4	14	126	-115	9	-165	31	-400	13	-444	11	-311	4	-338	16
3.5	-326	138	15	125	-204	27	-194	63	-466	123	-446	24	-214	78	-253	16
0	16	169	825	256	-572	307	767	651	18	231	-422	360	-360	171	-202	174

Região da amostra (mm)	Plano 420 - Austenita															
	SA		SAN		475SA		475SAN		600SA		600SAN		750SA		750SAN	
	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza	$\sigma\phi$	Incerteza
24	-262.6	16.4	-156.1	17.0	96.2	18.9	-41.2	19.1	-37.7	23.0	-31.8	15.8	-115.7	12.0	-131.6	6.2
14	-153.0	11.9	-72.6	17.0	-12.0	12.6	20.1	29.1	-41.0	18.6	19.5	13.6	-191.0	20.0	-145.2	16.3
10	20.9	20.0	-40.1	6.7	64.2	4.2	83.7	17.4	-63.8	8.1	9.6	19.4	-193.8	19.0	-127.8	6.7
8.5	-3.4	5.5	39.1	9.9	5.5	12.8	25.6	7.6	-103.4	7.1	-1.0	11.4	-217.2	8.2	-119.5	27.3
5.5	249.8	24.6	264.7	8.4	286.9	34.1	143.3	19.8	-42.1	16.7	1.6	1.6	-278.7	14.8	-199.4	11.9
3.5	447.4	21.5	220.3	40.6	-243.1	9.0	194.1	19.2	-118.2	34.2	22.8	24.5	-275.1	15.3	-51.9	28.5
0	180.7	46.6	443.1	133.0	-34.2	11.5	104.4	70.3	-46.2	50.6	-46.2	50.6	-87.2	84.3	-81.0	111.8