

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

CARULINE DE SOUZA CARVALHO MACHADO

**PERFIS DE TENSÃO RESIDUAL DO AÇO DUPLEX UNS S32304
SUBMETIDO A DIFERENTES PROCESSOS DE SOLDAGEM TIG E
CONDIÇÕES DE TRATAMENTO TÉRMICO.**

Vitória
2015

CARULINE DE SOUZA CARVALHO MACHADO

**PERFIS DE TENSÃO RESIDUAL DO AÇO DUPLEX UNS S32304
SUBMETIDO A DIFERENTES PROCESSOS DE SOLDAGEM TIG E
CONDIÇÕES DE TRATAMENTO TÉRMICO.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para a obtenção do 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: Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo

Vitória
2015

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”

Caruline de Souza Carvalho Machado

COMISSÃO EXAMINADORA



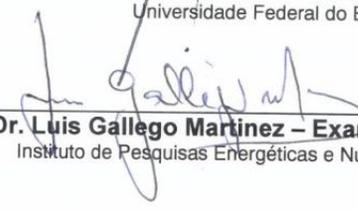
Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando – Orientador
Universidade Federal do Espírito Santo – UFES



Prof. Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo – Co-orientador
Universidade Federal do Espírito Santo – UFES



Prof. Dr. Temistocles de Souza Luz - Examinador interno
Universidade Federal do Espírito Santo – UFES



Prof. Dr. Luis Gallego Martinez – 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.

Caroline de Souza Carvalho Machado
Caroline de Souza Carvalho Machado

AGRADECIMENTOS

A Deus pelo dom da vida e sustento em todo o tempo.

Ao meu orientador Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando pelo apoio, incentivo e conhecimento compartilhado.

Ao meu co-orientador Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo, pela orientação e revisão do trabalho.

Ao professor Dr. Temístocles de Sousa Luz pelo suporte no decorrer da pesquisa.

Aos professores Dr. Luis Gallego Martinez e Dr. Jesualdo Luíz Rossi pela experiência trocada e utilização do laboratório.

À engenheira Mariana Xavier Milagre pelas experiências trocadas e suporte durante a pesquisa.

Ao doutorando Francisco Ceoni pelo apoio.

À Yukio Nishida, Arthur Cavichini, Panmela Merlo, Mariana Bertonceli e alunos de iniciação científica pelo suporte em algumas etapas do projeto.

Aos amigos e colegas do mestrado, em especial: Mariana Xavier, Leandro Entringer, Victor Gomez, Vinicius Peluchi e Panmela Merlo, vocês tornaram a trajetória ainda mais prazerosa.

Aos meus pais Arlindo e Glória e a minha irmã Poliana pela compreensão, suporte e incentivo durante toda esta jornada.

Ao IPEN/USP, UFES, pelos laboratórios e estrutura que foram utilizadas.

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

RESUMO

Visando a aplicação do aço UNS S32304 em embalados para transporte de material radioativo, amostras soldadas por processo TIG, com diferentes gases de proteção, foram submetidas a tratamentos térmicos nas temperaturas de 475°C, 600°C e 750°C por 8 horas, seguidas de resfriamento ao ar, a fim de analisar o efeito de temperaturas críticas no perfil de tensões residuais e microestrutura. A difratometria de raios X foi utilizada para determinação das tensões residuais, em diferentes condições (amostras como recebidas e apenas tratadas termicamente) e o perfil de tensões residuais total das amostras soldadas é apresentado para cada fase (austenita e ferrita). As tensões residuais das fases foram determinadas pela técnica $\sin^2\psi$, utilizando um difratômetro com fonte de radiação CuK_α ($\langle\bar{\lambda}\rangle = 0,1542 \text{ nm}$) para a fase austenita e radiação CrK_α ($\langle\bar{\lambda}\rangle = 0,2291 \text{ nm}$) para a fase ferrita. Avaliaram-se ainda o teor de ferrita, microdureza e microestrutura dos materiais, os quais foram relacionados aos perfis obtidos. Verificou-se que tanto a temperatura quanto a variação do gás de proteção influenciam no perfil de tensões para as diferentes fases deste aço.

Palavras chave: Aço inoxidável duplex UNS S32304. Soldagem TIG. Tratamento térmico. Tensão residual. Difração de raios X.

ABSTRACT

Aiming the implementation of duplex UNS S32304 steel as a packed for radioactive material transport, TIG welded samples, with different shielding gas, were subjected to heat treatments at different temperatures, 475 °C, 600 °C and 750 °C, for 8 hours followed by air cooling, in order to examine the critical temperatures effect on the steel residual stress profile and microstructure. The X-ray diffraction was used as a non-destructive technique to determine the residual stresses at different conditions (samples received and only heat treated) and the profile of the total residuals stresses welded samples is analysed for each phase (austenite and ferrite). The residual stresses of the phases was determined by $\sin^2\psi$. For austenite phase it was used $\text{CuK}\alpha$ radiation source ($\langle\bar{\lambda}\rangle = 0.1542 \text{ nm}$) and for the ferrite phase it was used $\text{CrK}\alpha$ radiation ($\langle\bar{\lambda}\rangle = 0.2291 \text{ nm}$). It was also measured the ferrite contents, Vickers microhardness and microstructure of the materials was investigated. These results were related to the obtained profiles. It was found that both, the temperature and the variation of the shielding gas, influence on the stresses profile for the different phases in the steel.

Keywords: Duplex stainless steel. TIG weld. Heat treatment. Residual stress. X-ray diffraction.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Secção vertical com Fe constante 70% do diagrama ternário Fe-Cr-Ni.....	20
Figura 2 - Efeito dos elementos de liga na formação de vários precipitados....	21
Figura 3 - Diferença entre austenita primária (γ_1) e austenita secundária (γ_2) no UNS S 32205.	24
Figura 4 - Diagrama Tempo x Temperatura x Transformação para diferentes aços duplex.	25
Figura 5 - Efeito dos tratamentos térmicos na dureza Vickers do AID UNS S 32304.	25
Figura 6 - Diagrama esquemático processo de soldagem GTAW.....	27
Figura 7- Diagrama das mudanças ocorridas na junta soldada dos AID's.	28
Figura 8 - Região da solda para o aço inoxidável UNS 32304. Ataque eletrolítico com solução 10% ácido oxálico, 7V, 30s.....	29
Figura 9 - Detalhe da morfologia da austenita precipitada a partir da ferrita....	29
Figura 10 - Solubilidade do nitrogênio na fase ferrita e na austenita.....	31
Figura 11 - Tensões residuais de acordo com a escala de comprimento.....	33
Figura 12 - Tensões induzidas termicamente - modelo três barras.....	35
Figura 13 - Variação da temperatura e tensões durante a soldagem.....	36
Figura 14 - Esquema do espalhamento das ondas de raio-X segundo a Lei de Bragg.....	38
Figura 15 - Efeitos das tensões uniformes (compressiva e trativa) e não uniformes sobre a estrutura cristalina.....	40
Figura 16 - Tensões normais (σ) e a tensão de cisalhamento (τ).....	40
Figura 17 - Elipsóide de tensão - deformação.....	44
Figura 18 - Tensões em um sistema biaxial.....	46
Figura 19 - Tira de aço inoxidável UNS S32304, como recebida. A seta indica a direção de laminação (DL).	52
Figura 20 - Fluxograma da metodologia.....	53
Figura 21 - Procedimento de corte para preparação de corpos de prova.	54
Figura 22 - Corpos de prova produzidos para diferentes ensaios. (a) fluorescência, (b) microdureza e microscopia ótica.....	55
Figura 23 - Aparato montado para realização da solda.....	58

Figura 24 - Localização das medidas, em mm, de tensão residual da fase austenita nas amostras soldadas.	59
Figura 25 - Micrografia amostra como recebida: região clara (austenita), região escura (ferrita). Ataque eletrolítico com KOH 10N.	62
Figura 26 - Micrografia das amostras tratadas termicamente. Ataque eletrolítico com KOH 10N. (a) 475°C, (b) 600°C, (c) 750°C.....	63
Figura 27 - Micrografia das amostras tratadas termicamente. Ataque eletrolítico com ácido oxálico 10%. (a) Amostra CR, (b) 475°C, (c) 600°C, (d) 750°C.	64
Figura 28 - Extensão da ZF e ZTA obtidas através do estereoscópio.....	65
Figura 29 - Ataque com ácido oxálico 10%; (a) Amostra TAN (b) TA.....	66
Figura 30 - Ataque com ácido oxálico; (a) Amostra TAN, (b) TA.....	67
Figura 31 - Ataque com ácido nítrico; (a) Amostra TAN 7, (b) TA 7	68
Figura 32 - Difratoograma do aço inoxidável duplex UNS S 32304 no estado como recebido. Radiação de Cobre $\lambda=0,1542\text{nm}$	70
Figura 33 - Comparação dos difratogramas das amostras submetidas a diferentes temperaturas. Radiação de Cobre $\lambda = 0,1542 \text{ nm}$	71
Figura 34 - Fração volumétrica das fases (obtidas por refinamento de Rietveld)	72
Figura 35 - Fração volumétrica de ferrita obtida através do ferritoscópio.....	74
Figura 36 - Teor de ferrita nas amostras soldadas obtidas através do ferritoscópio.....	75
Figura 37 - Microdureza Vickers das amostras apenas tratadas termicamente e como recebida.....	77
Figura 38- Perfil de microdureza das amostras soldadas sem tratamento térmico posterior.....	79
Figura 39- Perfil de microdureza das amostras soldadas com posterior tratamento térmico a 475°C (a) Soldadas com argônio; (b) soldadas com argônio e nitrogênio.....	81
Figura 40 - Perfil de microdureza das amostras soldadas com posterior tratamento térmico a 600°C (a) Soldadas com argônio; (b) soldadas com argônio e nitrogênio.....	82
Figura 41 - Perfil de microdureza das amostras soldadas com posterior tratamento térmico a 750°C (a) Soldadas com argônio; (b) soldadas com argônio e nitrogênio.....	83

Figura 42 - Comparação da tensão residual total (austenita) das amostras CR, T 475 e T600 em diferentes direções: DL (direção de laminação), DT (direção transversal).....	84
Figura 43 - Tensão residual Macro (austenita), na direção de laminação, das amostras CR e tratadas termicamente.	85
Figura 44 - Perfis de tensão residual das fases austenita (a) e ferrita (b): amostras apenas soldadas. A linha azul informa o valor na amostra recebida.....	88
Figura 45 - Perfis de tensão residual das fases austenita (a) e ferrita (b): amostras soldadas e tratadas a 475°C. A linha azul informa o valor na amostra tratada a 475°C.	90
Figura 46 - Perfis de tensão residual das fases austenita (a) e ferrita (b): amostras soldadas e tratadas a 600°C. A linha azul informa o valor na amostra tratada a 600°C.	91
Figura 47 - Perfis de tensão residual das fases austenita (a) e ferrita (b): amostras soldadas e tratadas a 750°C. A linha azul informa o valor na amostra tratada a 750°C.	92
Figura 48 - Efeito do tratamento térmico a 475°C. TA somente soldada; TA 4 soldagem com gás argônio e posterior tratamento a 475°C. Fase Ferrita.	92
Figura 49 - Efeito do tratamento térmico a 475°C. TA somente soldada; TA 4 soldagem com gás argônio e posterior tratamento a 475°C. Fase austenita. ..	93
Figura 50 - Efeito do tratamento térmico a 475°C. TAN somente soldada; TAN 4 soldagem com mistura gasosa (argônio + 2% nitrogênio) e posterior tratamento a 475°C. Fase Ferrita.	94
Figura 51 - Efeito do tratamento térmico a 475°C. TAN somente soldada; TAN 4 soldagem com mistura gasosa (argônio + 2% nitrogênio) e posterior tratamento a 475°C. Fase Austenita.....	94
Figura 52 - Efeito do tratamento térmico a 600°C. TA somente soldada; TA 6 soldagem com argônio e posterior tratamento a 600°C. Fase Ferrita.....	95
Figura 53 - Efeito do tratamento térmico a 600°C. TA somente soldada; TA 6 soldagem com argônio e posterior tratamento a 600°C. Fase Austenita.	96
Figura 54 - Efeito do tratamento térmico a 600°C. TAN somente soldada; TAN 6 soldagem com mistura gasosa (argônio + 2% nitrogênio) e posterior tratamento a 600°C. Fase Ferrita.	96

Figura 55 - Efeito do tratamento térmico a 600°C. TAN somente soldada; TAN 6 soldagem com mistura gasosa (argônio + 2% nitrogênio) e posterior tratamento a 600°C. Fase austenita.....	97
Figura 56 - Efeito do tratamento térmico a 750°C. TAN somente soldada; TAN 7 soldagem com argônio e posterior tratamento a 750°C Fase Ferrita.....	98
Figura 57 - Efeito do tratamento térmico a 750°C. TA somente soldada; TA 7 soldagem com argônio e posterior tratamento a 750°C. Fase austenita.....	98
Figura 58 - Efeito do tratamento térmico a 750°C. TAN somente soldada; TAN 7 soldagem com mistura gasosa (argônio + 2% nitrogênio) e posterior tratamento a 750°C Fase Ferrita.	99
Figura 59 - Efeito do tratamento térmico a 750°C. TAN somente soldada; TAN 7 soldagem com mistura gasosa (argônio + 2% nitrogênio) e posterior tratamento a 750°C. Fase Austenita.....	99
Figura 60- Amostra TAN 4. Ataque com ácido oxálico 10% (a) vista geral, (b) ZTA, (c) ZF	108
Figura 61 - Amostra TA 4. Ataque com ácido oxálico 10% (a) vista geral, (b) ZTA, (c) ZF	109
Figura 62 - Amostra TAN 6. Ataque com ácido oxálico 10% (a) vista geral, (b) ZTA, (c) ZF.....	109
Figura 63 - Amostra TA 6. Ataque com ácido oxálico 10% (a) vista geral, (b) ZTA, (c) ZF.....	110
Figura 64 - Amostra TAN 7. Ataque com ácido oxálico 10% (a) vista geral, (b) ZTA, (c) ZF.....	110
Figura 65 - Amostra TA 7. Ataque com ácido oxálico 10%, MB, ZTA e ZF....	111
Figura 66 - Ajuste dos difratogramas das amostras não soldadas. Comparação entre o padrão calculado (vermelho) e o observado (preto). Radiação de Cobre $\lambda = 0.1542\text{nm}$	114

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação de algumas técnicas de medição das tensões residuais.....	37
Tabela 2 - Relação entre tensão e deformação nas diferentes direções	43
Tabela 3 - Composição química das tiras (como recebido, informada pelo fabricante)	52
Tabela 4 - Métodos utilizados para a caracterização das amostras.....	53
Tabela 5 - Identificação das amostras tratadas termicamente na temperatura indicada e resfriadas ao ar.	57
Tabela 6 - Identificação das amostras soldadas e amostras soldadas submetidas a tratamento térmico nas diferentes temperaturas resfriadas ao ar.	58
Tabela 7- Resultados e condições experimentais dos ensaios realizados.....	59
Tabela 8 - Composição química das tiras obtida via fluorescência.....	61
Tabela 9 - Tabela resumo das fases e morfologias encontradas nas micrografias para as diferentes condições analisadas.....	69
Tabela 10 - Microdeformação e tamanho de cristalito obtidos através do gráfico Williamson Hall.....	73
Tabela 11 - Tensão residual (MPa) em diferentes níveis para as fases austenita e ferrita medidas na direção de laminação.....	86
Tabela 12 - Fases observadas nos AID's.....	107
Tabela 13 - Parâmetros ajustados refinamento de Rietveld das amostras tratadas termicamente e na condição como recebida	112
Tabela 14 - Tensão residual total das amostras soldadas e soldadas com posterior tratamento térmico. Fase Austenita.....	115
Tabela 15 - Tensão residual total das amostras soldadas e soldadas com posterior tratamento térmico. Fase Ferrita	115

LISTA DE ABREVIATURAS

AID	Aço inoxidável duplex
CP	Corpo de prova
CCTM	Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais
DL	Direção de laminação
DT	Direção transversal
GTAW	<i>Gas Tungsten Arc Welding</i> (Soldagem arco com eletrodo de Tungstênio)
IPEN	Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MB	Metal base
TIG	<i>Tungsten Inert Gas</i> (Soldagem com eletrodo de Tungstênio e gás inerte)
TTT	Tempo, temperatura, transformação
UNS	<i>Unified Numbering System for Metals and Alloys</i> (Sistema numérico unificado para metais e ligas)
ZTA	Zona termicamente afetada
ZF	Zona fundida

LISTA DE SÍMBOLOS

α	Fase Ferrita alfa
γ	Fase Austenita
δ	Fase Ferrita delta
α'	Fase Alfa linha
σ	Fase Sigma
χ	Fase Chi
γ_2	Fase Austenita secundária
n	Número inteiro
λ	Comprimento de onda
θ	Ângulo de Bragg
d	Distância interplanar
σ_i	Tensões normais
τ_{ij}	Tensões de cisalhamento
Ψ	Ângulo de giro da amostra
ν	Coefficiente de Poisson
E	Módulo de elasticidade
ε	Deformação
σ_ϕ	Tensão residual
D	Tamanho médio do cristalito
β	Largura do pico de difração à meia altura (FWHM)
κ	Constante associada ao fator de forma

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	16
2. OBJETIVO	18
2.1. OBJETIVO GERAL.....	18
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	18
3. REVISÃO DA LITERATURA	19
3.1. AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX (AID).....	19
3.2. SOLDAGEM TIG	26
3.2.1. Soldagem dos aços inoxidáveis duplex.....	27
3.2.1.1. Efeito do nitrogênio na soldagem de AID's	30
3.2.1.2. Efeito do nitrogênio no gás de proteção da soldagem	32
3.3. TENSÕES RESIDUAIS	32
3.3.1. Tensões residuais em solda.....	34
3.4. MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE TENSÕES RESIDUAIS.....	37
3.5. DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	38
3.5.1. Princípios da medida de tensão residual por difração de raios X ...	40
3.5.1.1. Relações elementares	40
3.5.1.2. Relação tensão-deformação.....	42
3.5.1.3. Relações da equação da deformação com a análise das tensões por difração de raios X	45
3.5.1.4. Avaliação das tensões residuais pelo método $\text{sen}^2 \psi$	47
3.5.1.5. Tensões residuais em aço duplex.....	48
3.6. DETERMINAÇÃO DA MICRODEFORMAÇÃO E DO TAMANHO DO CRISTALITO	49
4. MATERIAIS E MÉTODOS	52
4.1. MATERIAL.....	52
4.2. MÉTODOS	52

4.2.1. Caracterização das amostras	53
4.2.1.1. Fluorescência.....	53
4.2.1.2. Microscopia ótica	54
4.2.1.3. Identificação das fases por difração de raios X.....	55
4.2.1.4. Determinação da microdeformação e tamanho do cristalito na amostra CR	56
4.2.2. Determinação da fração volumétrica de ferrita	56
4.2.3. Microdureza	56
4.2.4. Amostras tratadas termicamente	57
4.2.5. Soldagem	57
4.2.6. Tensões residuais	58
4.2.6.1. Medida da tensão residual (Total).....	58
4.2.6.2. Medida da tensão residual (Macro e Micro).....	60
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	61
5.1. CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	61
5.1.1. Espectroscopia por Fluorescência de raios X	61
5.1.2. Microscopia ótica	61
5.1.2.1. Amostra como recebida (CR).....	61
5.1.2.2. Amostras tratadas termicamente	62
5.1.2.3. Amostras soldadas.....	65
5.1.3. Caracterização por Difração de raios X	69
5.1.4. Determinação da fração volumétrica de ferrita	74
5.1.4.1. Amostras tratadas termicamente	74
5.1.4.2. Amostras Soldadas	75
5.1.5. Microdureza	77
5.1.5.1. Amostras apenas tratadas termicamente.....	77
5.1.5.2. Amostras soldadas.....	79

5.1.6. Tensões Residuais	84
5.1.6.1. Amostras tratadas termicamente	84
5.1.6.2. Perfil de tensões nas amostras soldadas.....	87
6. CONCLUSÕES	101
REFERÊNCIAS	102
ANEXO A	107
APÊNDICE A	108
APÊNDICE B	112
APÊNDICE C	113
APÊNDICE D	115

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex (AID's) são utilizados em situações onde a resistência mecânica e à corrosão são requeridas. Setores como petroquímico, químico, nuclear, papel e celulose são alguns exemplos de ambientes agressivos, nos quais a utilização dos AID's é observada. Devido às suas características superiores, há um número cada vez maior de estudos referentes à caracterização desses aços, a fim de se fornecer dados para melhorar o desempenho do produto e até mesmo ampliar sua utilização.

A elevada resistência mecânica e à corrosão desses aços tem sido associadas à microestrutura, composta por ferrita (δ) e austenita (γ), melhor obtida com fração volumétrica de 50%, na qual aproveitam-se as melhores propriedades de cada fase. No entanto, os AID's requerem uma atenção especial quanto ao processamento e utilização em serviço, pois os mesmos podem comprometer este balanço (GUNN, 1997).

Os AID's apresentam forte tendência à precipitação de fases secundárias, trazendo limitações técnicas em relação à temperatura em serviço. Um ciclo térmico inapropriado pode levar à precipitação de fases indesejáveis, alterando as principais propriedades que tornam interessantes a sua utilização. Entretanto, a severidade da precipitação varia em função da temperatura, composição química e tempo de exposição a que está submetido o AID. No caso dos aços *lean* duplex, o baixo teor de molibdênio torna esse aço menos susceptível à precipitação de fases deletérias, como, por exemplo, da fase sigma (σ), que é uma das principais fases fragilizantes (NILSSON, 1992).

A soldagem é um dos processos de fabricação mais comumente empregados na produção de componentes mecânicos. Na soldagem dos AID's, além do efeito da temperatura no desbalanceamento das fases, tem-se também a geração de tensões residuais, que podem prejudicar o desempenho dos materiais. Quando apresentam caráter trativo na superfície, as tensões

residuais facilitam a propagação de trincas, uma vez que a tensão aplicada é somada às tensões residuais existentes no material (KANDIL *et al.*, 2001).

A variedade e versatilidade dos processos de soldagem existentes podem acarretar modificações nas propriedades mecânicas dos AID's. Torna-se, portanto, fundamental a avaliação de como alterações nas variáveis do processo modificam, por exemplo, o perfil de tensões residuais.

Diferentes técnicas para a determinação das tensões residuais podem ser empregadas. Dentre estas se encontra a difração de raios X, que apresenta a vantagem de ser uma técnica não destrutiva de elevado grau de confiabilidade. Porém, apresenta a limitação de ser uma técnica de medição superficial, devido à baixa penetração do feixe (CEGLIAS, 2012).

Sabe-se que o processo de soldagem visa fornecer a geometria ideal para determinada aplicação e que, em geral, o componente fabricado fará parte de alguma estrutura. Controlar apenas o processo de soldagem não garante o pleno potencial de utilização dos AID's, pois a submissão dos mesmos a temperaturas próximas a 300°C já possibilita a formação de fases deletérias. Assim, avaliar o efeito da variação paramétrica no processo de soldagem, bem como da submissão dessas soldas às temperaturas críticas, mostra-se uma forma mais completa de avaliação do perfil de tensões residuais e suas alterações.

2. OBJETIVO

2.1.OBJETIVO GERAL

Avaliar o estado de tensões residuais em amostras de aço inoxidável duplex UNS S32304 submetidas a diferentes condições de soldagem e tratadas termicamente em diferentes temperaturas.

2.2.OBJETIVOS ESPECÍFICOS

De forma mais detalhada, este trabalho teve como objetivos específicos:

- Empregar a técnica de difração de raios X para se obter o perfil de tensões residuais das amostras;
- Avaliar as tensões residuais da amostra como recebida, comparando-a com as obtidas para as diferentes condições de tratamento térmico;
- Avaliar o efeito da adição de nitrogênio ao gás de proteção sobre os perfis de tensões residuais de amostras soldadas;
- Analisar o efeito sobre a microestrutura da exposição a temperaturas elevadas;
- Investigar a microestrutura resultante de cada condição e relacionar os resultados com os diversos perfis de tensões obtidos.

3. REVISÃO DA LITERATURA

3.1. AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX (AID)

Os aços inoxidáveis duplex possuem uma microestrutura bifásica, composta por austenita e ferrita, onde ambas as fases estão presentes em quantidades significativas (GUNN, 1997). A austenita contribui com a tenacidade ao impacto, enquanto que a ferrita melhora a resistência à tração e soldabilidade (MARTINS *et al.*, 2005, SAHU *et. al.*, 2009). Os AID's são processados através de laminação a quente, realizada no campo bifásico ($\delta+\gamma$), seguido de tratamento de solubilização (que varia entre 1020 a 1100°C) e um resfriamento rápido até a temperatura ambiente (VAROL *et al.*, 1997).

De maneira geral, o teor de ferrita aceitável varia de 30 a 70%, porém, comercialmente, os aços duplex apresentam cerca de 50% em volume de cada fase, permitindo que cada uma delas contribua de maneira considerável nas propriedades finais do aço (IMOA, 2009; GUNN, 1997). Para atingir essa proporção, o controle da composição química, temperatura de recozimento e condições de resfriamento é necessário.

A Figura 1 mostra o diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni. Uma seção através desse diagrama, em 70% de ferro, mostra que esta liga ao ser resfriada, para teor de Cr 27%, solidifica-se como ferrita (δ) e, ao atingir a temperatura de aproximadamente 1000°C, inicia-se uma transformação de fase com a formação de austenita (γ) (GUNN, 1997).

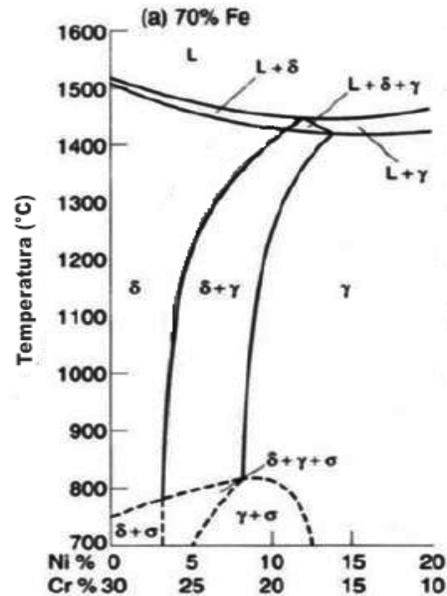


Figura 1 - Secção vertical com Fe constante 70% do diagrama ternário Fe-Cr-Ni.
Fonte: Adaptado de GUNN, 1997.

Embora o diagrama acima seja utilizado como um guia para as transformações metalúrgicas, é difícil prever a microestrutura de uma liga duplex a partir de diagramas simplificados, devido aos efeitos dos outros elementos de liga. Pequenas mudanças na composição química podem levar à variação na fração de fases, devido à tendência de formação de segundas fases. Assim, os elementos de liga podem ser classificados como austenitizantes (ampliam o campo austenítico no diagrama de equilíbrio): N, Ni, Cu, Mn, C ou ferritizantes (ampliam o campo ferrítico): Cr, Mo, Si (IMOA, 2009; GUNN, 1997).

Além de influenciarem no balanço de fases, cada elemento de liga adicionado contribui com características específicas. Abaixo, algumas são mencionadas.

- Cromo: melhora a resistência à corrosão localizada através da formação de um filme passivo de óxido rico em cromo (GUNN, 1997).
- Nitrogênio: aumenta a resistência à corrosão por pite e fendas e aumenta a resistência do aço devido ao endurecimento por solução sólida intersticial. O nitrogênio não previne a formação de intermetálicos, mas atrasa sua formação (IMOA, 2009).

- Molibdênio: contribui na resistência à corrosão por pite e em fresta (IMOA, 2009; GUNN, 1997).
- Níquel: Confere um aumento significativo na tenacidade, conforme a maior quantidade de austenita precipitada (IMOA, 2009).

Os AID's formam sistemas termodinamicamente metaestáveis na condição solubilizada e resfriada em água. Em temperaturas elevadas a estrutura é estável, mas tornam-se metaestável à temperatura ambiente, pois para qualquer insumo de energia (calor) que receba, haverá uma forte tendência termodinâmica de buscar uma condição de equilíbrio mais estável, resultando em precipitação de fases secundárias (Martins *et al.*, 2007). O anexo A traz informações sobre essas fases. Assim, ao serem submetidos a determinadas faixas de temperaturas, os AID's podem ser fragilizados, limitando a temperatura de serviço em 300°C. A Figura 2 apresenta as fases possíveis de precipitação em função da temperatura. Em geral, no intervalo de temperaturas entre 600 e 1050°C a construção destes diagramas é baseada basicamente em observações por microscopia, ao passo que no intervalo entre 300 e 600°C, a construção das curvas é frequentemente feita por medições de dureza (GUNN, 1997).

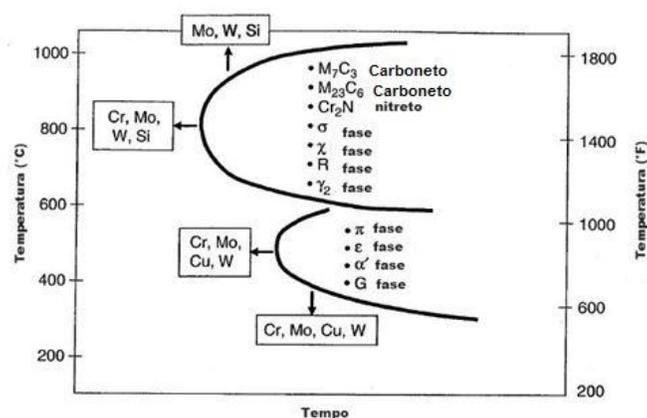


Figura 2 - Efeito dos elementos de liga na formação de vários precipitados.
Fonte: Adaptado de LIPPOLD & KOTECKI, 2005.

Muitas dessas transformações acontecem na ferrita, já que a taxa de difusão nesta fase é cerca de 100 vezes maior que na austenita (MÉSZÁROS *et al.*, 2005; GUNN, 1997). A ferrita é rica em Cr e Mo, os quais promovem a formação de fases intermetálicas. Além disso, a solubilidade dos elementos na ferrita se reduz com a diminuição da temperatura, aumentando a probabilidade de precipitação durante o tratamento térmico. Abaixo são listadas algumas das principais fases deletérias e suas consequências para o desempenho do aço duplex.

- Fase α' : precipita no interior da ferrita entre 300 e 525°C e seus efeitos resultam no endurecimento e fragilidade do aço (IMOA, 2009; GUNN, 1997). Sua formação está associada à decomposição espinoidal da ferrita em ferrita δ (rica em ferro) e α' (rica em cromo) (GUNN, 1997).
- Fase sigma (σ): rica em Mo e Cr, é um precipitado duro e fragilizante que se forma entre 650 e 1000°C. Sua presença é indesejável por reduzir a tenacidade e resistência à corrosão (GUNN, 1997; NILSSON, 1992).
- Fase Chi (χ): forma-se na interface δ/γ , entre 700 e 900°C, e cresce no interior da ferrita. Possui influência similar a fase σ nas propriedades de corrosão e tenacidade, porém, sua fração é menor, comparada à fase σ (GUNN, 1997; NILSSON, 1992).
- Fase R ou Laves (Fe_2Mo): precipita em pequenas quantidades entre 550 e 650 °C após várias horas de exposição, podendo ser encontrada na forma intra ou intergranular. É rica em molibdênio e seu efeito está na redução da resistência à corrosão por pite (GUNN, 1997).
- Nitretos (Cr_2N e CrN): a solubilidade do nitrogênio na austenita é maior que na fase ferrita. Acima da temperatura de recozimento (cerca de 1040 °C), a fração volumétrica de ferrita aumenta e próximo à temperatura de fusão a estrutura é completamente ferrítica. Nestas

temperaturas, a solubilidade do nitrogênio na ferrita é alta, mas no resfriamento ela diminui, resultando em uma ferrita supersaturada em nitrogênio, levando a uma precipitação intragranular de nitretos de cromo (Cr_2N) na forma de agulhas. Já as soldas são favorecidas pela precipitação de outro nitreto, CrN , na ZTA da junta soldada. Tratamentos isotérmicos no intervalo de temperatura de 700 e 950°C produzem Cr_2N nos contornos de grãos ferríticos, depositando-se como finas placas sobre contornos nos subgrãos, nos pontos triplôs e ao longo das discordâncias, afetando a resistência à corrosão por pites (GUNN, 1997).

- Carbonetos (M_{23}C_6 e M_7C_3): M_7C_3 forma-se entre 950°C e 1050°C, nos contornos de grão δ/γ . Nos aços duplex com alto teor de carbono (0,03%), o tipo M_{23}C_6 pode se precipitar rapidamente entre 650°C e 950°C, predominantemente nos contornos δ/γ , onde a ferrita, rica em cromo, faz fronteira com a austenita, rica em carbono. Para os aços que contém um teor de carbono inferior a 0,02%, ambos os carbonetos raramente são observados (GUNN, 1997). Os carbonetos se formam preferencialmente nos contornos de grão, causando um empobrecimento de cromo em regiões ao seu entorno ou até mesmo na própria matriz. O baixo teor em cromo nestas regiões resulta na perda de resistência à corrosão e pode-se dizer que este aço encontra-se sensibilizado (NILSSON, 1992, LO *et al.*, 2009).
 - Austenita secundária (γ_2): pode ser formada relativamente rápido, por diferentes mecanismos, dependendo da temperatura (GUNN, 1997; NILSSON, 1992).
- a) Processo martensítico: abaixo de cerca de 650°C, a γ_2 tem uma composição semelhante à da ferrita, sugerindo uma transformação adifusional, com características semelhantes a formação da martensita.

- b) Precipitados como Widmanstätten: entre 650°C e 800°C, onde a difusão é mais rápida, pode ocorrer a precipitação de austenita (γ_2) com morfologia de Widmanstätten. Nesta faixa de temperatura a formação da γ_2 envolve difusão, tornando-se enriquecida em Ni (em comparação com a matriz ferrítica). Mesmo que ocorra enriquecimento de nitrogênio na γ_2 , em comparação com a matriz de ferrita, o teor de Cr e N na γ_2 é inferior ao da austenita primária.
- c) Reação eutetóide ($\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$): na faixa de temperatura de 700 a 900°C, a reação eutetóide pode ocorrer. A γ_2 formada absorve Ni e, em certa medida, rejeita Cr e Mo, incentivando a formação de precipitados ricos em Cr e Mo, tal como a fase sigma. Do mesmo modo, a γ_2 que se forma no contornos δ/γ é empobrecida em Cr, especialmente se ela é co-precipitada com Cr_2N . Qualquer uma destas reações controladas por difusão pode tornar a área suscetível à corrosão por pite.

Ramirez *et al.*, (2003), estudaram a austenita secundária apresentando dois mecanismos para sua formação: a austenita secundária cresce a partir da austenita já existente ou é nucleada dentro da ferrita associada à nitretos de cromo precipitados anteriormente. A Figura 3 apresenta tais diferenças.

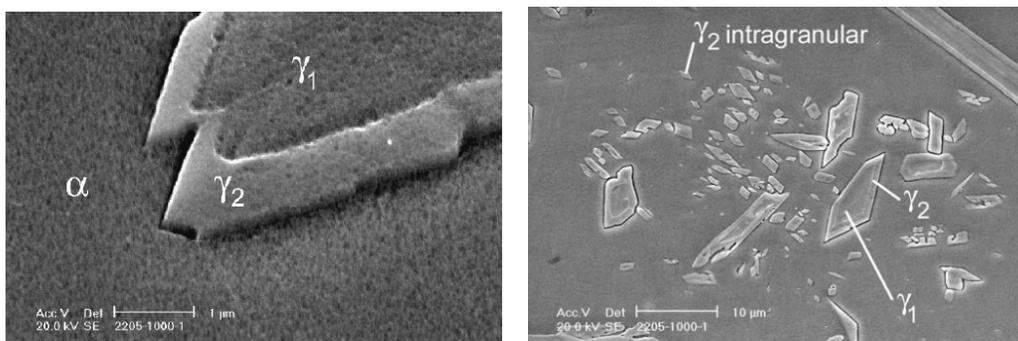


Figura 3 - Diferença entre austenita primária (γ_1) e austenita secundária (γ_2) no UNS S 32205. Fonte: RAMIREZ *et al.*, 2003.

O aparecimento de fases intermetálicas varia em função da classe de aços duplex que se analisa. A Figura 4 apresenta o diagrama TTT para diferentes

AID's. Observa-se que para o aço UNS S32304 a cinética de precipitação é mais lenta, pois este aço tem menores teores de elementos de liga.

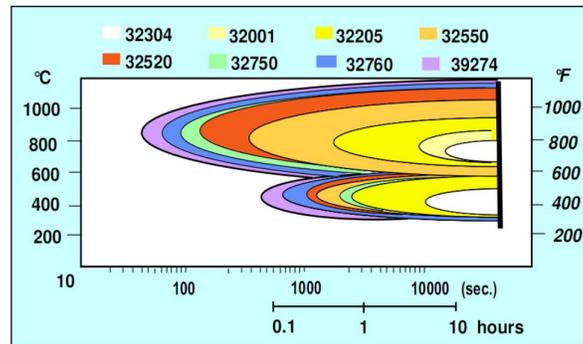


Figura 4 - Diagrama Tempo x Temperatura x Transformação para diferentes aços duplex. Fonte: CHARLES, 2007.

A Figura 5 mostra os efeitos do tratamento térmico na dureza do AID UNS S32304. Observa-se dois picos na dureza, o primeiro deles relacionado à fase α' e o segundo relacionado às fases σ e χ (GUNN, 1997).

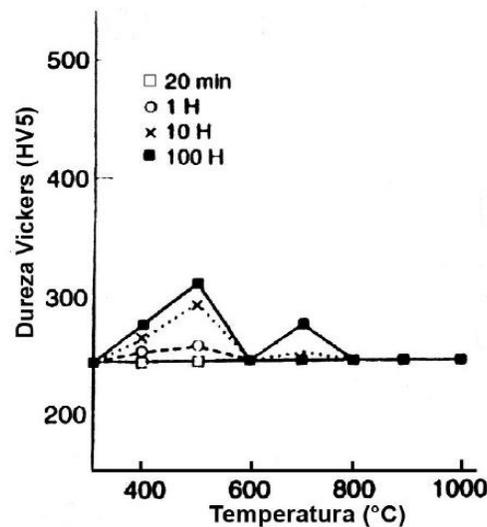


Figura 5 - Efeito dos tratamentos térmicos na dureza Vickers do AID UNS S 32304. Fonte: Adaptado de GUNN, 1997.

Os diferentes tipos de aços inoxidáveis duplex são usualmente separados em três grupos, com relação à composição química (SENATORE *et al.*, 2007; NILSSON, 1992):

- Aços inoxidáveis duplex de baixa liga (*lean duplex*): devido ao menor teor de elementos de liga são economicamente competitivos, não possuem molibdênio na composição química e podem substituir aços inoxidáveis austeníticos como TP304L/316L. Um exemplo é o UNS S32304 - SAF 2304- (WESTIN, 2010).
- Aços inoxidáveis duplex de média liga: nesta classe estão os duplex mais utilizados. Um exemplo típico é o UNS S31803 (SAF 2205). Apresentam resistência à corrosão intermediária entre os austeníticos comuns TP304L/316L e aços inoxidáveis superausteníticos com 5 e 6% de molibdênio.
- Aços inoxidáveis duplex de alta liga: comumente designados por superduplex. Um exemplo é o UNS S32750 (SAF 2507), que apresenta elevada resistência à corrosão comparável aos superausteníticos que possuem entre 5 e 6% de molibdênio.

3.2. SOLDAGEM TIG

A soldagem a arco com eletrodo de tungstênio e proteção gasosa TIG (*Tungsten Inert Gas*) é um processo no qual a união de peças metálicas ocorre pelo aquecimento e fusão destas através de um arco elétrico estabelecido entre um eletrodo de tungstênio não consumível e as peças que serão unidas. A proteção contra a contaminação pela atmosfera, tanto da poça de fusão quanto do arco, é feita por uma nuvem de gás inerte ou mistura de gases inertes. A soldagem pode ou não ser feita com adição de metal e, quando usada, é feita diretamente na poça de fusão. O arco elétrico é bastante estável produzindo, em geral, soldas com bom acabamento, exigindo pouca ou nenhuma limpeza após a operação. A Figura 6 ilustra o processo que também é conhecido por GTAW - *Gas Tungsten Arc Welding*- (MARQUES *et al.*, 2011).

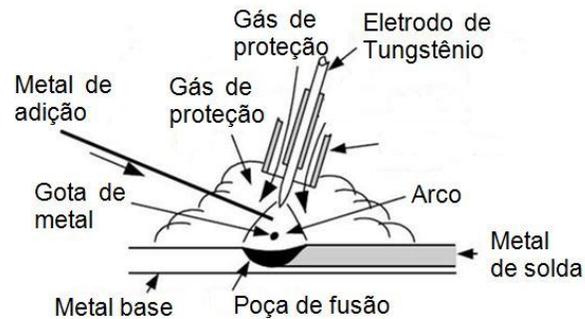


Figura 6 - Diagrama esquemático processo de soldagem TIG.
 Fonte: Adaptado de KOU, 2003.

3.2.1. Soldagem dos aços inoxidáveis duplex

Os aços inoxidáveis duplex solidificam como ferrita, resultando em uma estrutura completamente ferrítica ao final da solidificação. Dependendo da composição química, a fase ferrita é estável em certa faixa de elevadas temperaturas (entre a linha *solvus* da ferrita e início de formação da austenita). Essa faixa de estabilidade da ferrita pode ser observada na Figura 7b, na qual para um teor de 24% de Cr, a ferrita é estável no intervalo de 1210 a 1400°C, aproximadamente. A transformação de ferrita para austenita, que determinará o balanço de fases no metal de solda, é dependente da composição e da taxa de resfriamento. A sequência de transformação dos AID's é: Líquido » Líquido + Ferrita » Ferrita » Ferrita + Austenita, conforme pode ser visto na Figura 7b (LIPPOLD & KOTECKI, 2005).

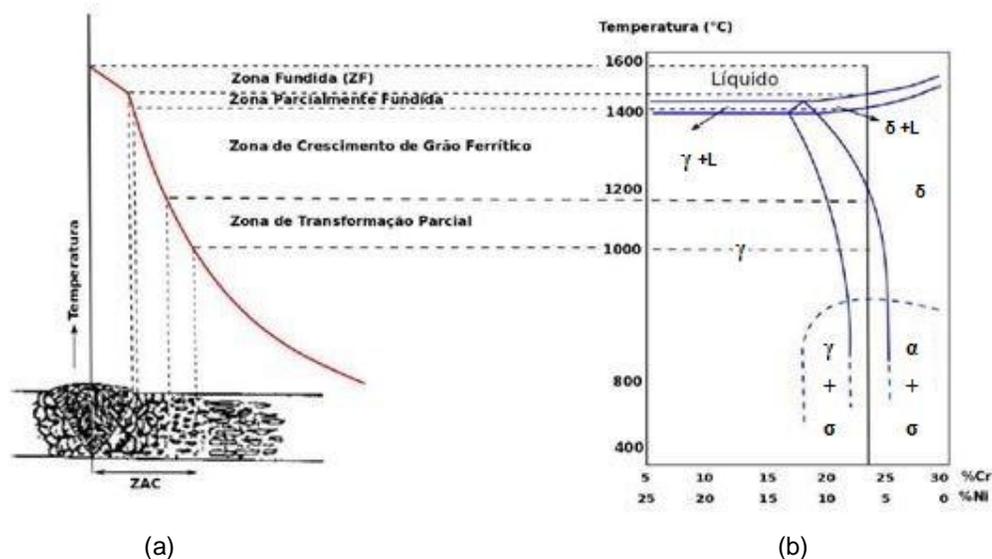


Figura 7- Diagrama das mudanças ocorridas na junta soldada dos AID's.
 Fonte: ATAMERT & KING, 1992 ; TURIBUS, 2014.

Um resfriamento muito rápido potencializa um teor muito elevado de ferrita e a precipitação de nitretos de cromo na ZTA e ZF, o que prejudica a tenacidade e a resistência à corrosão da solda. Por outro lado, um resfriamento muito lento e submetido por longo tempo às temperaturas entre cerca de 1000 e 600°C pode levar a precipitação de compostos intermetálicos, prejudicando também as propriedades mecânicas e químicas da solda (SILVA, 2010; LIPPOLD & KOTECKI, 2005).

A Figura 8 apresenta a microestrutura de um aço inoxidável duplex soldado. Em geral, os aços UNS S32304 estão livres da precipitação de fases como a sigma e chi. No entanto diversos trabalhos apontam para a precipitação dos nitretos nos aços como um todo (MACHADO *et al.* 2014; PALÁCIO, 2011; SILVA, 2010; OLIVEIRA *et al.* 2013).

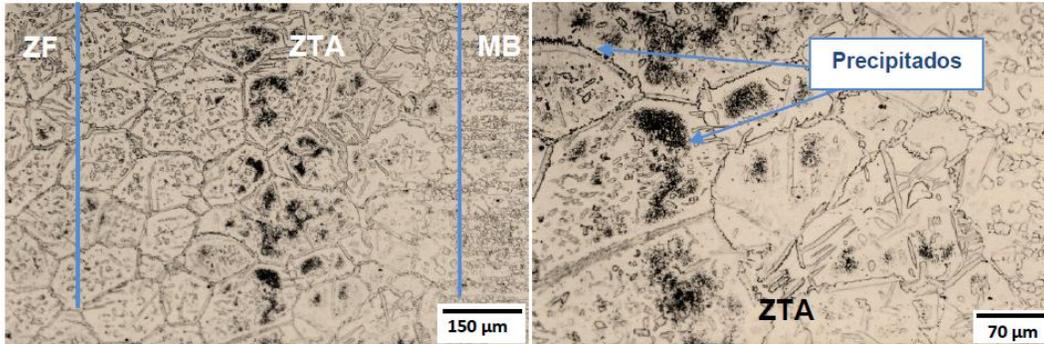


Figura 8 - Região da solda para o aço inoxidável UNS 32304. Ataque eletrolítico com solução 10% ácido oxálico, 7V, 30s.

Fonte: PALÁCIO, 2011.

A solidificação é iniciada com a formação de ferrita, sendo que a austenita forma-se posteriormente ao longo dos contornos de grão da ferrita. Isto ocorre por um processo de nucleação e crescimento, resultando em uma estrutura de grãos ferríticos contornados por austenita (LIPPOLD & KOTECKI, 2005). A partir da saturação dos sítios para nucleação de austenita alotriomórfica, a austenita cresce em direção ao centro da ferrita, como austenita de Widmanstätten. Para menores velocidades de resfriamento pode ocorrer a precipitação de austenita intragranular (LONDOÑO, 2001). A Figura 9 ilustra os diferentes tipos de austenita.

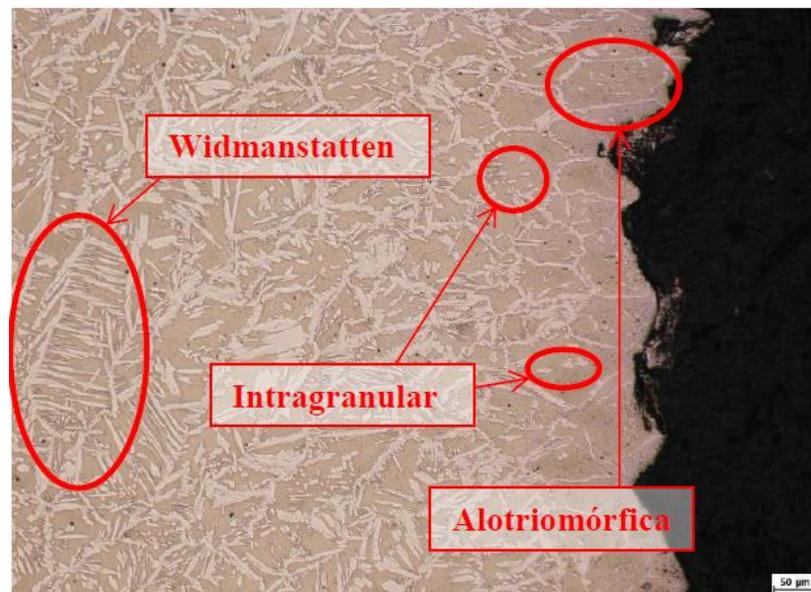


Figura 9 - Detalhe da morfologia da austenita precipitada a partir da ferrita.

Fonte: VALENTIM, 2013.

A descrição das diferentes morfologias da austenita nos AID's segue a classificação de Dubé (1948) para a ferrita nos aços de baixo carbono (DUBÉ apud LONDOÑO, 2001):

- Alotrimórfica no contorno de grão: nucleia nos contornos de grão da austenita e cresce preferencialmente ao longo destes contornos de forma rápida. É a primeira ferrita a precipitar ao longo de praticamente todos os contornos de grão das austenitas.
- Placas laterais de Widmanstätten: possuem formato de placas ou agulhas bastante finas, as quais crescem dentro da austenita, a partir dos contornos de grão da austenita ou das ferritas alotrimórficas de contorno de grão.
- Widmanstätten intragranulares: podem ser placas ou agulhas formadas no interior dos grãos de austenita. Semelhante às outras estruturas do tipo Widmanstätten, apresentam orientação preferencial e relação de orientação com a austenita.

Existem outras morfologias que também são contempladas por essa classificação, entretanto, para a austenita, apenas as morfologias descritas acima são usualmente reportadas (LONDOÑO, 2001).

3.2.1.1. Efeito do nitrogênio na soldagem de AID's

A solubilidade do nitrogênio na austenita é elevada, porém, com a elevação da temperatura, a ferrita também consegue dissolver uma considerável fração de nitrogênio. A Figura 10 mostra a variação da solubilidade em função da temperatura para as diferentes fases do AID.

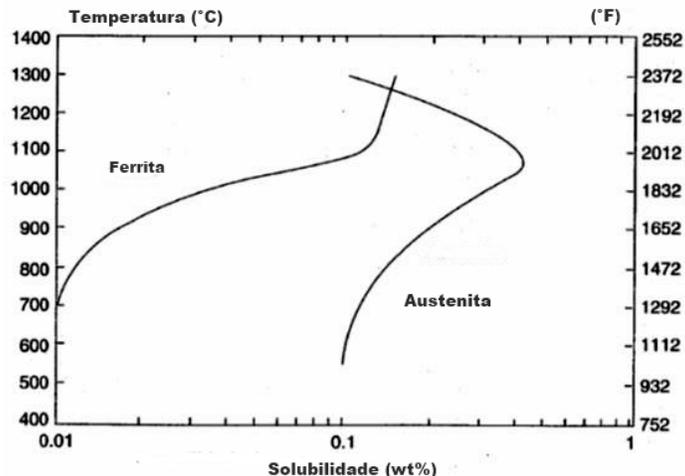


Figura 10 - Solubilidade do nitrogênio na fase ferrita e na austenita.
 Fonte: Adaptado de LIPPOLD & KOTECKI, 2005.

Quando a liga está numa temperatura abaixo da linha *solvus* da ferrita, o nitrogênio difunde da ferrita para austenita. Se o resfriamento for muito rápido, o nitrogênio não chega até a austenita, permanecendo na ferrita e alguma parcela desse teor irá precipitar na ferrita como nitreto de cromo. As consequências dessa precipitação são: perda de ductilidade, tenacidade e resistência à corrosão (LIPPOLD & KOTECKI, 2005).

A precipitação de nitretos pode ser controlada através do balanço das fases austenita e ferrita. Para superar as altas taxas de resfriamento, que levam a excesso de ferrita, metal de adição com alto teor de nitrogênio (0,3-0,35% em peso) pode ser empregado. Pré-aquecimento e tratamento térmico pós-soldagem também podem ser empregados, entretanto, os mesmos devem ser cuidadosamente planejados, pois o primeiro pode diminuir muito a taxa de resfriamento, enquanto o segundo pode levar a fragilidade (LIPPOLD & KOTECKI, 2005). A adição de nitrogênio ao gás de proteção também é uma prática comum para soldagem de AID's (WICTOROWICZ & CROUCH, 1994).

3.2.1.2. Efeito do nitrogênio no gás de proteção da soldagem

Quando a soldagem TIG é realizada com gás de proteção argônio, perde-se nitrogênio da poça de fusão, resultando em enriquecimento de ferrita no metal de solda. A perda de nitrogênio ocorre devido à diferença na pressão parcial entre o nitrogênio dissolvido na poça de fusão e o gás diretamente acima da poça. A pressão parcial do nitrogênio no gás de proteção e a perda do mesmo pode ser modificada adicionando nitrogênio ao gás de proteção (WICTOROWICZ & CROUCH, 1994).

A adição de nitrogênio (elemento austenitizante), à temperatura ambiente, pode provocar um equilíbrio entre austenita e ferrita na zona fundida, favorecendo a formação da austenita (JANG, 2011).

3.3. TENSÕES RESIDUAIS

Tensões residuais são aquelas existentes em um corpo sólido quando este não está sob a ação de forças externas (TOTTEN *et al.*, 2002). Estas tensões surgem, em geral, quando o corpo é submetido a um desajuste entre diferentes regiões, como no caso de uma deformação plástica não uniforme ou quando sujeito a elevados gradientes térmicos que causam a expansão não uniforme do material e a sua deformação plástica não uniforme (SILVA, 2007).

As tensões residuais podem ser classificadas em relação à área de abrangência, podendo ser macroscópicas ou microscópicas.

Quando o desajuste entre as regiões atravessam grandes distâncias, como o causado por deformação plástica não uniforme (p. ex. processo de laminação) ou devido a um acentuado gradiente térmico (p. ex. soldagem), as tensões são denominadas macroscópicas, ou tipo I. Essas macrotensões são balanceadas ao longo da distância das dimensões do componente. Para o caso específico do aço duplex, as microtensões são divididas em dois tipos: Tipo II –

homogênea e Tipo III – não homogênea (CAMPOS *et al.*, 2006; LINDGREN & LEPISTO, 2003). As microtensões homogêneas (ou tipo II) estão quase sempre presentes em baixo nível em materiais policristalinos, pois os grãos apresentam propriedades elásticas e térmicas diferenciadas em relação à vizinhança, devido à anisotropia dos materiais. Essas microtensões são mais significantes quando ocorrem em microestrutura que contém várias fases ou onde é possível ocorrer transformação de fase. As tensões residuais Tipo III, são de escala submicroscópica abrangendo distâncias interatômicas dentro de uma pequena porção de um grão, sendo conhecidas como microtensões não-homogêneas. O tipo III inclui as tensões devido à coerência das interfaces e os campos de tensão das discordâncias (WHITERS, *et al.*, 2001; LINDGREN e LEPISTO, 2003).

A Figura 11 apresenta os diferentes tipos de tensão de acordo com a escala de abrangência. Para um material com duas fases, a macrotensão é contínua através das fases, mas os tipos II e III não são. Nesta figura, “M” representa a matriz e “R” uma fase endurecedora, σ_{Macro} são tensões do Tipo I, σ_{IIM} e σ_{IIR} são as tensões do Tipo II, causada pela interação entre as fases, e σ_{IIIM} são as tensões de nível submicroscópico no interior da matriz (WHITERS, *et al.*, 2001).

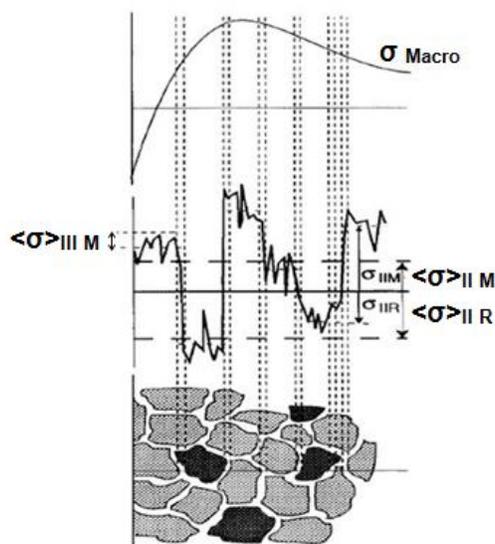


Figura 11 - Tensões residuais de acordo com a escala de comprimento.
Fonte: WHITERS *et al.*, 2001.

Tanto a distribuição quanto à magnitude das tensões podem ser críticas para o desempenho funcional de um componente. Tensões residuais trativas na superfície são geralmente indesejáveis, pois contribuem na falha por fadiga, trincas de têmpera e trincas causadas por corrosão sob tensão. Tensões residuais compressivas nas camadas superficiais geralmente são benéficas, aumentando a resistência em fadiga e resistência à corrosão sob tensão (KANDIL *et al.*, 2001).

3.3.1. Tensões residuais em solda

A maioria dos processos de soldagem causa, nas partes em que estão sendo unidas, variações de temperatura e deformações plásticas que resultam em alterações na estrutura e propriedades dos materiais. Assim, sob certos aspectos, a soldagem pode ser considerada um tratamento termomecânico de grande intensidade, cujo efeito nas características metalúrgicas do material deve ser cuidadosamente considerado (MARQUES *et. al.*, 2011).

O desenvolvimento de tensões residuais de origem térmica pode ser explicado considerando aquecimento e resfriamento sob-restrrição. A Figura 12 mostra três barras de metal idênticas conectadas a dois blocos rígidos. Todas as três barras estão inicialmente na temperatura ambiente. Somente a barra do meio é aquecida, mas a expansão térmica é restringida pelas outras duas barras. Consequentemente, tensões compressivas são produzidas na barra do meio e elas aumentam com o aumento da temperatura até que a tensão de escoamento em compressão é alcançada. A tensão de escoamento representa o limite superior de tensões no material, no qual a deformação plástica ocorre. Quando o aquecimento cessa e a barra começa a ser resfriada, sua contração térmica é contida pelas barras laterais. Consequentemente, as tensões de compressão na barra do meio caem rapidamente, mudando para tensões trativas (que aumentam com a diminuição da temperatura) até que o limite de escoamento trativo seja atingido. Assim, ao retornar para a temperatura ambiente, a barra do meio estará submetida à tensão residual trativa, enquanto

que as barras laterais apresentarão tensões de caráter compressivo (KOU, 2003).

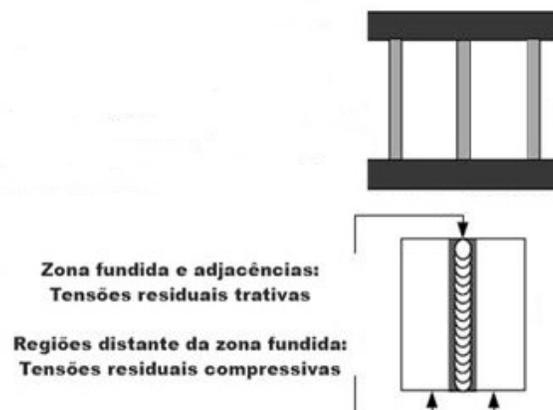


Figura 12 - Tensões induzidas termicamente - modelo três barras.
Fonte: Adaptado de KOU, 2003.

A barra do meio pode ser associada à zona fundida enquanto que as regiões mais distantes da solda são análogas às outras duas barras laterais. Isso acontece devido à contração e expansão da zona fundida e adjacências relacionadas às restrições impostas pelo material das regiões mais distantes da solda. Conseqüentemente, após o resfriamento, a zona fundida e adjacências estarão sob um estado de tensões trativo, enquanto as regiões mais distantes estarão sob compressão (KOU, 2003).

A Figura 13 é a representação esquemática da mudança de temperatura e tensões residuais durante a soldagem. A área hachurada M-M' é a região onde a deformação plástica ocorre. Na seção A-A não ocorre variação de temperatura, pois esta região está distante da poça de fusão, não sendo afetada significativamente pelo calor. Na seção B-B é observado um elevado gradiente térmico. Ao longo da seção C-C, a certa distância da fonte de calor, a distribuição de temperatura começa a diminuir a inclinação, sendo eventualmente uniforme ao longo da região D-D, distante da fonte de calor.

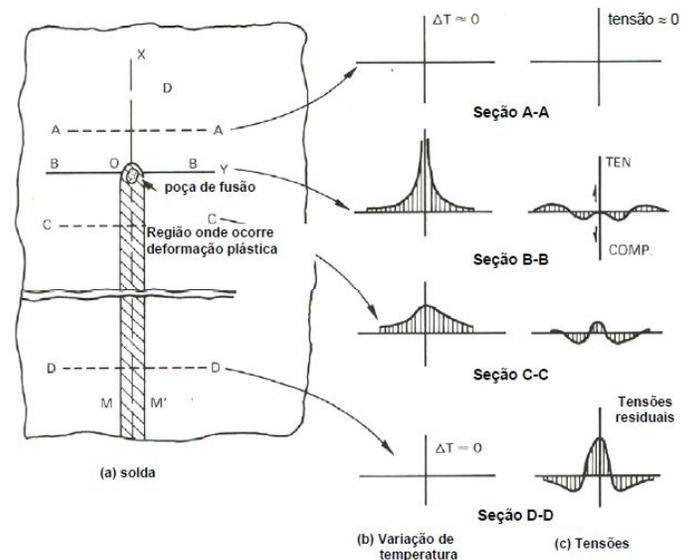


Figura 13 - Variação da temperatura e tensões durante a soldagem.
 Fonte: KOU, 2003; SILVA, 2007.

Considerando as tensões induzidas termicamente ao longo da direção longitudinal σ_x , observa-se que a seção A-A não é afetada pelo calor, logo σ_x é zero. Ao longo da seção B-B, σ_x é próximo de zero na região abaixo da fonte de calor, já que a poça de fusão não tem resistência para suportar nenhum carregamento. Na região que sofre deformação plástica verificam-se tensões compressivas, resultantes da expansão térmica do material, e na região mais afastada, na qual não ocorrem deformações plásticas, surgem tensões de tração para contrabalancear as tensões compressivas e manter o estado de equilíbrio. Ao longo da seção C-C o metal de solda e adjacências já resfriaram e tem a tendência de contrair, produzindo tensões trativas (σ_x é positiva). Em áreas próximas, σ_x é compressiva. Finalmente, ao longo da seção D-D, o metal de solda e adjacências está mais contraído, produzindo maiores tensões residuais trativas nas regiões próximas a solda e compressivas em regiões mais distantes. Já que a seção D-D está bem atrás da fonte de calor, a distribuição de tensões não muda significativamente e essa distribuição de tensões é então a distribuição de tensões residuais.

3.4. MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE TENSÕES RESIDUAIS

A determinação das tensões residuais pode ser feita por diferentes métodos, podendo ser classificados em: destrutivos, semidestrutivos e não destrutivos. As técnicas destrutivas são aquelas que impossibilitam o uso do corpo de prova ao término do ensaio, as semidestrutivas não comprometem a integridade do material, enquanto as não destrutivas não provocam qualquer dano ao mesmo (CEGLIAS, 2012). A Tabela 1 lista algumas técnicas de acordo com a classificação mencionada. Deve-se ressaltar que as tensões residuais não são medidas diretamente, portanto, todos os métodos de determinação das tensões requerem medidas de alguma propriedade intrínseca como, por exemplo, a deformação (SANTOS, 2012).

Tabela 1 - Classificação de algumas técnicas de medição das tensões residuais

Destrutiva	Semidestrutiva	Não destrutiva
Seccionamento	Furo cego	Difração de raios X

As técnicas destrutivas incluem medidas que se baseiam na eliminação do estado de equilíbrio das tensões residuais macroscópicas, no ponto ou região de medida, através de corte ou remoção por ataque químico, promovendo sua relaxação. Os métodos não destrutivos são capazes de medir tensões sem relaxação, oferecendo uma alternativa para os métodos destrutivos (VISHAY, 2010).

Para escolher a técnica a ser empregada, além da classificação acima, deve-se levar em consideração: a geometria do componente, o local onde será realizada a medida, o tempo disponível para a medida e apresentação dos resultados, precisão e repetitividade do método, custo final da medida, dentre outros (LU, 1996 apud MARTINS *et al.*, 2004).

A difração de raios X, além de não ter caráter destrutivo, possui elevado grau de confiabilidade, avalia cada fase individualmente e permite obter as tensões residuais em diferentes níveis (macro e micro), potencializando o uso dessa técnica (SAE HS784, 2003). A limitação desse ensaio está relacionada à

quantidade de microconstituintes e fases precipitadas, os quais devem possuir concentrações superiores a 3% em volume na microestrutura (MARTINS *et al.*, 2007).

3.5.DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A técnica de difração de raios X pode ser utilizada para medir o espaçamento entre planos da rede cristalina dos materiais através da utilização de feixes de raios X.

A Figura 14 mostra a reflexão de um feixe de raios X incidente em planos paralelos na estrutura cristalina de um material.

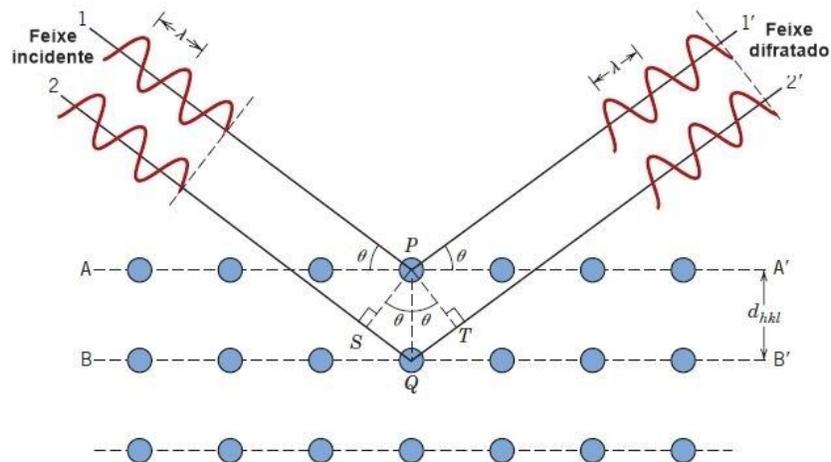


Figura 14 - Esquema do espalhamento das ondas de raio-X segundo a Lei de Bragg.
Fonte: CALLISTER, 2007.

Considerando dois ou mais planos de uma estrutura cristalina, as condições para que ocorra a difração de raios X (interferência construtiva) vai depender da diferença de caminho percorrida pelos raios X e do comprimento de onda da radiação incidente. Essa condição é expressa pela lei de Bragg (CULLITY, 1956):

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

Onde:

n = número inteiro conhecido por ordem de difração

λ = comprimento de onda do feixe incidente de raios X

d = distância entre planos

θ = ângulo de difração do plano

Para um mesmo valor de λ , a variação da distância entre planos, provocada pela aplicação de uma tensão, resultará em uma mudança no ângulo de difração. Se a distância entre os planos aumenta (tensões trativas), o ângulo θ diminui. No caso de tensões compressivas a distância entre planos diminui e o ângulo θ aumenta. Medindo-se as distâncias interplanares tem-se uma indicação da deformação e, conseqüentemente, do campo de tensões residuais atuantes.

As tensões em um material podem causar um efeito distinto sobre o difratograma. Se a tensão corresponde a um esforço uniforme compressivo, as dimensões da célula unitária vão diminuir. No caso de tensão trativa a distância aumenta. A variação no tipo de tensão (trativa/compressiva) pode ser vista através do deslocamento dos picos, conforme Figura 15 (CULLITY, 1956). Ambas as tensões, tipo I e II, induzem o deslocamento do pico (LINDGREN e LEPISTO, 2003). Esforços não uniformes estão relacionados a tensões de tração e compressão simultâneas, os quais resultam em alargamento dos picos difratados em sua posição original (Figura 15). Este fenômeno, chamado de microtensão em cristalitos, pode estar relacionado a diferentes causas: discordâncias (o mais frequente), lacunas, defeitos, expansões e contrações térmicas, entre outras. O alargamento de picos relacionado à microtensão pode ser observado tanto para amostras sólidas como em pós pulverizados, sendo que nestes últimos este fenômeno é idêntico ao do alargamento de picos devido à diminuição do tamanho de partículas, sendo praticamente impossível a distinção entre estes (CULLITY, 1956).

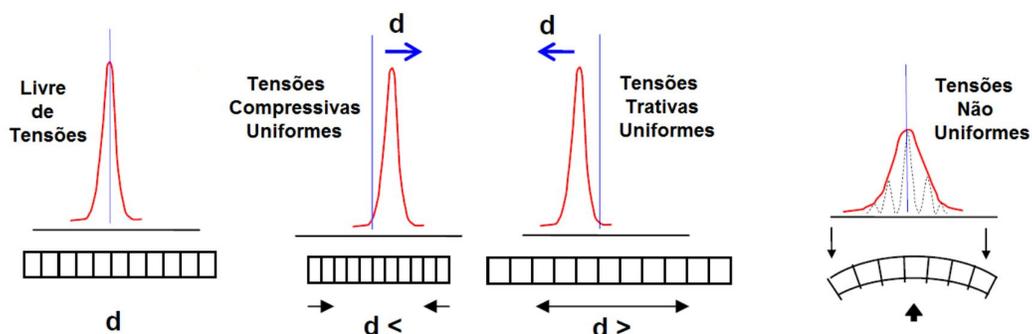


Figura 15 - Efeitos das tensões uniformes (compressiva e trativa) e não uniformes sobre a estrutura cristalina.

Fonte: KAHN, 1989.

3.5.1. Princípios da medida de tensão residual por difração de raios X

3.5.1.1. Relações elementares

Segundo SAE HS784 (2003), o desenvolvimento teórico necessário para analisar a deformação da rede e sua relação com a tensão é feito com base na teoria clássica da elasticidade. Considere um pequeno cubo infinitesimal que está inserido em um corpo sujeito a um sistema de tensões, no qual as arestas do cubo coincidem com os eixos de coordenadas x , y e z , conforme Figura 16.

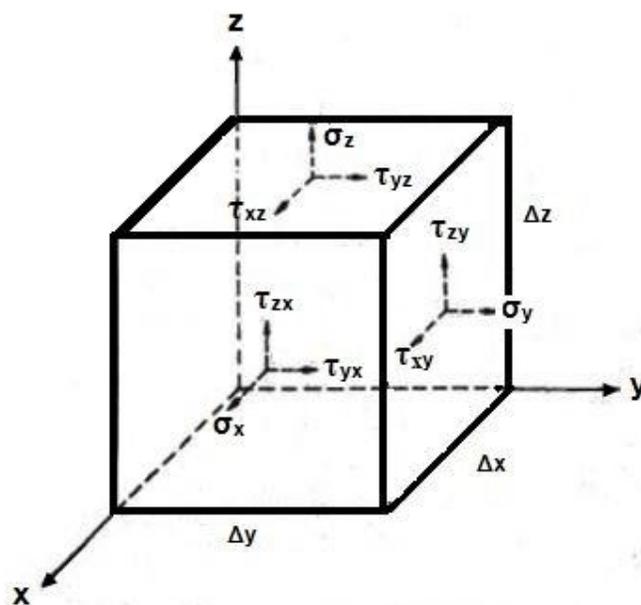


Figura 16 - Tensões normais (σ) e a tensão de cisalhamento (τ).

Fonte: SAE- HS784, 2003.

Considere σ_x a tensão normal agindo na direção x , τ_{zx} e τ_{yx} são as tensões de cisalhamento que agem perpendicularmente à direção normal, onde o primeiro índice indica a direção axial na qual a tensão de cisalhamento atua. Sob condições de equilíbrio não há translação do cubo elementar, então: $\sigma_x = -\sigma_x$, $\sigma_y = -\sigma_y$ e $\sigma_z = -\sigma_z$. Além disso, a ausência de rotação na condição de equilíbrio implica na igualdade dos momentos das forças cisalhantes ao redor dos vários eixos, logo, $\tau_{yz} = \tau_{zy}$, $\tau_{yx} = \tau_{xy}$, $\tau_{zx} = \tau_{xz}$. Assim, o estado de tensões de qualquer elemento em um sólido isotrópico homogêneo é completamente descrito por seis componentes: três tensões normais (σ_x , σ_y , σ_z) e três tensões cisalhantes (τ_{yz} , τ_{yx} , τ_{zx}).

Em um sistema tridimensional de tensões, tal qual o cubo infinitesimal que foi tomado como exemplo, o estado de tensões para qualquer plano oblíquo pode ser resolvido em termos da normal (Eq. 2) e da tensão de cisalhamento (Eq. 3) neste determinado plano.

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

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

Onde:

σ_1 , σ_2 , σ_3 são as tensões principais, escolhidas adequadamente de maneira que sejam paralelos aos eixos das coordenadas.

α_1 , α_2 , α_3 são os cossenos diretores entre σ_ϕ , τ_ϕ e os eixos das tensões principais.

Para o estado plano de tensões, onde $\sigma_z = 0$, o sistema consistirá apenas de duas tensões normais σ_x e σ_y e uma tensão de cisalhamento τ_{xy} , a menos que a direção das tensões normais sejam as das tensões principais, o que resulta em $\tau_{xy} = 0$.

Sobre um plano oblíquo, o qual não é novamente o plano principal, a tensão normal é dada por:

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

Enquanto, a tensão de cisalhamento é dada por:

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

Pelas equações precedentes fica claro que, se existe um estado tridimensional ou bidimensional de tensão em uma amostra, tal como o cubo infinitesimal, a tensão de cisalhamento e a deformação existirão sempre no plano que não estiver alinhado com a direção principal. Entretanto, para simplificar os cálculos da tensão ou deformação existente em um sistema, é sempre possível escolher uma orientação ao longo dos eixos principais onde a tensão de cisalhamento é zero.

3.5.1.2. Relação tensão-deformação

A tensão elástica se relaciona linearmente com a deformação elástica através do módulo de elasticidade, expressa através da Lei de Hooke:

$$\sigma_x = E \varepsilon_x \quad (6)$$

Onde: E é o módulo de elasticidade em tração ou compressão.

Enquanto uma força de tração na direção x produz uma extensão ao longo daquele eixo, também produz uma contração nas direções transversais y e z. Encontrou-se experimentalmente que a deformação transversal é uma fração constante da deformação na direção longitudinal. Esta constante, representada pelo símbolo ν , é conhecida como coeficiente de Poisson (DIETER, 1981).

$$\varepsilon_y = \varepsilon_z = -\nu \varepsilon_x = -\frac{\nu \sigma_x}{E} \quad (7)$$

As deformações nas demais direções podem ser vistas na Tabela 2.

Tabela 2 - Relação entre tensão e deformação nas diferentes direções (DIETER, 1981)

Tensão	Deformação na direção x	Deformação na direção y	Deformação na direção z
σ_x	$\varepsilon_x = \frac{\sigma_x}{E}$	$\varepsilon_y = -\frac{\nu\sigma_x}{E}$	$\varepsilon_z = -\frac{\nu\sigma_x}{E}$
σ_y	$\varepsilon_x = -\frac{\nu\sigma_y}{E}$	$\varepsilon_y = \frac{\sigma_y}{E}$	$\varepsilon_z = -\frac{\nu\sigma_y}{E}$
σ_z	$\varepsilon_x = -\frac{\nu\sigma_z}{E}$	$\varepsilon_y = -\frac{\nu\sigma_z}{E}$	$\varepsilon_z = \frac{\sigma_z}{E}$

Fazendo a superposição das componentes de deformação nas direções x, y e z (1, 2 e 3, respectivamente):

$$\varepsilon_1 = \frac{1}{E} [\sigma_1 - \nu (\sigma_2 + \sigma_3)] \quad (8a)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{1}{E} [\sigma_2 - \nu (\sigma_3 + \sigma_1)] \quad (8b)$$

$$\varepsilon_3 = \frac{1}{E} [\sigma_3 - \nu (\sigma_2 + \sigma_1)] \quad (8c)$$

Para estado biaxial de tensões, plano de tensões, $\sigma_3 = 0$

$$\varepsilon_1 = \frac{1}{E} [\sigma_1 - \nu\sigma_2] \quad (9a)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{1}{E} [\sigma_2 - \nu\sigma_1] \quad (9b)$$

$$\varepsilon_3 = \frac{1}{E} [\nu (\sigma_2 + \sigma_1)] \quad (9c)$$

Observa-se que, mesmo não havendo tensão no terceiro eixo, a deformação não é zero ao longo desse eixo, a menos que tenhamos $\sigma_1 = -\sigma_2$.

Um tratamento mais adequado da tensão em um meio isotrópico é realizado utilizando-se um elemento de volume esférico que, sob ação da tensão, é distorcido em uma elipse, conforme Figura 17.

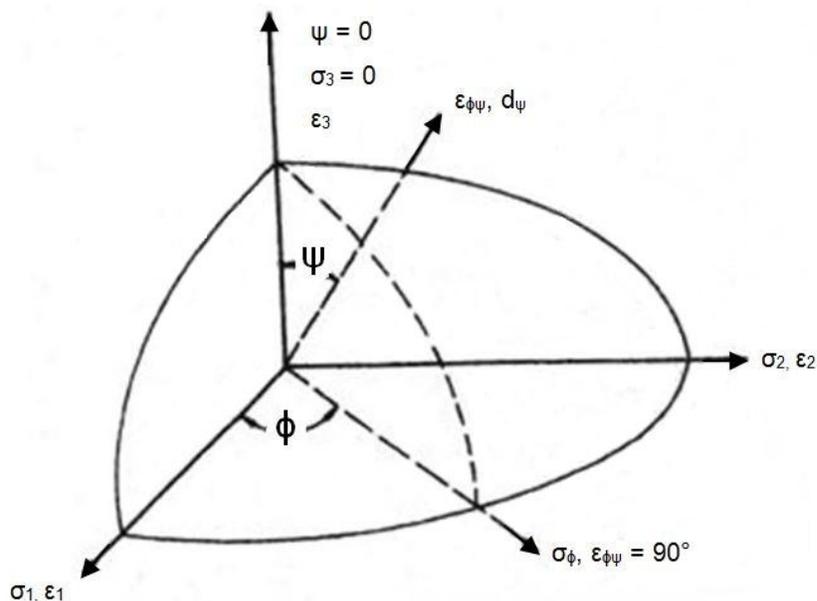


Figura 17 - Elipsóide de tensão - deformação.
Fonte: SAE- HS784, 2003.

Se as tensões ou deformações principais são tomadas paralelas a um conjunto de eixos ortogonais (x, y, z) a equação para o elipsóide de deformação pode ser escrita como:

$$\frac{x^2}{\varepsilon_1} + \frac{y^2}{\varepsilon_2} + \frac{z^2}{\varepsilon_3} = 1 \quad (10)$$

Qualquer ponto (x_n, y_n, z_n) na superfície do elipsóide representa a componente de deformação normal, na qual a direção e magnitude são aproximadamente o raio do vetor até este ponto. Na Figura 17, $\varepsilon_{\phi\psi}$ é um vetor de deformação normal desse tipo e a relação geral para determiná-lo é expressa em termos das deformações principais ε_1 , ε_2 e ε_3 :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \varepsilon_1 \alpha_1^2 + \varepsilon_2 \alpha_2^2 + \varepsilon_3 \alpha_3^2 \quad (11)$$

Onde:

$$\alpha_1 = \cos \phi \sin \psi$$

$$\alpha_2 = \cos \phi \sin \psi$$

$$\alpha_3 = \cos \psi = (1 - \sin^2 \psi)^{\frac{1}{2}}$$

São os cossenos diretores do vetor deformação $\varepsilon_{\phi\psi}$, em relação as direções das deformações principais $\varepsilon_1 \varepsilon_2 \varepsilon_3$, as quais definem o elipsóide de deformação.

De modo similar, pode-se definir o elipsóide de tensão para o qual a tensão normal é dada por:

$$\sigma_{\phi\psi} = \sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2 + \sigma_3 \alpha_3^2 \quad (12)$$

Onde: $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ são os cossenos diretores da tensão em relação aos eixos principais.

O elipsóide de deformação (Eq. 11) é muito mais utilizado no cálculo da tensão, uma vez que essa não é obtida diretamente, mas tem de ser determinada a partir das medidas da deformação. Substituindo o conjunto de Equações 8 na Equação 11, a equação geral que relaciona a deformação em qualquer direção (ϕ, ψ) num corpo no qual age uma tensão, é dado por (SAE- HS784, 2003):

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2 + \sigma_3 \alpha_3^2) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \quad (13)$$

3.5.1.3. Relações da equação da deformação com a análise das tensões por difração de raios X

Segundo SAE HS874 (2003), sob a superfície de um corpo tensionado, cada elemento de volume estará sujeito à ação de três tensões principais: σ_1, σ_2 e σ_3 . Para a superfície na qual as medidas de difração de raios X estão confinadas, pode-se assumir a condição de um estado plano de tensões, onde se tem apenas σ_1 e σ_2 . Essa aproximação pode ser realizada considerando a baixa profundidade de penetração dos raios X.

A Figura 18 ilustra parte de uma superfície na qual σ_1 e σ_2 são as tensões principais; $\varepsilon_1, \varepsilon_2$ e ε_3 são as deformações principais; σ_3 é 0.

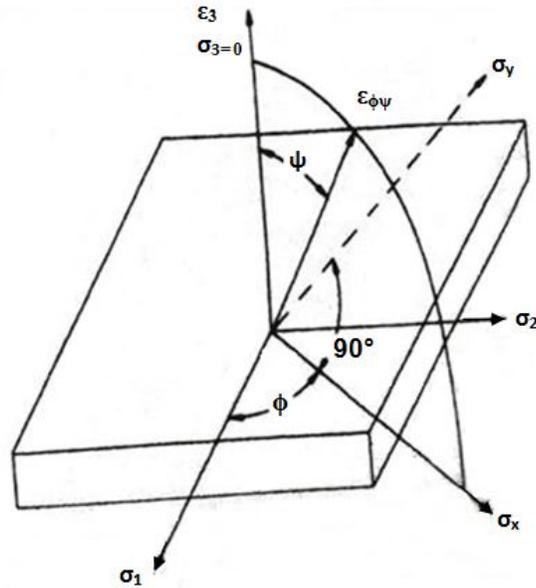


Figura 18 - Tensões em um sistema biaxial.
Fonte: SAE- HS784, 2003.

A expressão geral para a deformação na direção formada com os ângulos ψ (σ_3) e ϕ (σ_1) é dada pela Equação 14.

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (14)$$

Substituindo valores adequados para cossenos diretores na Equação 14

$$\alpha_1 = \cos \phi \sin \psi$$

$$\alpha_2 = \sin \phi \sin \psi$$

Chega-se a:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi) \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (15)$$

Observa-se que no caso da Figura 18, para $\psi = 90^\circ$, a componente de tensão na superfície σ_ϕ é dada por:

$$\sigma_\phi = \sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi \quad (16)$$

Assim, substituindo a Equação 16 na Equação 15:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \left(\frac{1+\nu}{E}\right) \sigma_{\phi} \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (17)$$

Onde σ_{ϕ} é a tensão residual superficial; ψ indica a posição do pico de difração para um dado plano do retículo cristalino (hkl); σ_1 e σ_2 representam as tensões principais; E e ν são o módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson, respectivamente.

Essa é a equação básica que relaciona os princípios da difração de raios X com as relações tensão deformação e pode ser utilizada para determinar a tensão superficial σ_{ϕ} em qualquer direção na superfície do corpo de prova.

3.5.1.4. Avaliação das tensões residuais pelo método $\sin^2 \psi$

Para utilizar a técnica do $\sin^2 \psi$ é necessário que o espaçamento interplanar do conjunto de planos (h k l) adotado para medida seja obtido em pelo menos quatro orientações ψ da amostra em relação ao feixe incidente. Para cada orientação ψ , planos cristalográficos determinados se colocam em posição de difração.

A relação linear da Equação 17 indica que, construindo-se um gráfico ε versus $\sin^2 \psi$, obtém-se uma reta cujo coeficiente angular (m) permite o cálculo da tensão residual (σ_{ϕ}), explicitado na Equação 18.

$$m = \left(\frac{1+\nu}{E}\right) \sigma_{\phi} \quad (18)$$

Além disso, pode-se obter a soma das tensões principais, através do cálculo da interseção com o eixo $\varepsilon_{\phi\psi}$ ($\psi = 0$), dado pelo coeficiente linear b.

$$b = -\frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (19)$$

A determinação da tensão residual utilizando a técnica do $\text{sen}^2 \Psi$ pode ser feita seguinte o procedimento abaixo:

1. Determinar a posição 2θ do pico de difração de uma determinada família de planos (h, k, l) nas varias orientações (ψ) da amostra escolhidas para a medida;
2. Converter os valores de 2θ obtidos, nos correspondentes valores dos espaços interplanares, através da lei de Bragg;
3. Representar graficamente a deformação $\Delta d/d$ versus $\text{sen}^2 \psi$;
4. Ajustar uma reta por mínimos quadrados e determinar a inclinação da reta obtida;
5. Utilizar a Equação 18 para obtenção da tensão (SAE- HS784, 2003; GUIMARÃES 1990).

3.5.1.5. Tensões residuais em aço duplex

Um material bifásico, como o aço duplex, não é homogêneo e cada fase do material responderá de maneira diferente a deformação aplicada (JOHANSSON, *et al.*, 1999). As fases austenita e ferrita possuem diferentes coeficientes de expansão térmica e propriedades mecânicas elásticas, sendo essa uma causa comum para o aparecimento de tensões residuais entre as fases devido às mudanças na temperatura ou deformação. Essas tensões residuais são chamadas de microtensões homogêneas tipo II (σ^{II}).

Embora seja possível mensurar a deformação de cada fase, sabe-se que o valor diretamente encontrado pela difratometria por raios X permite obter uma tensão total média da região em que está sendo efetuada a análise e, portanto, leva em consideração a deformação macro (aquela ao qual todo o material está submetido) e a micro (que é a resposta de cada fase a tensão), conforme Equação 20 (LINDGREN e LEPISTO, 2003).

$$\langle Total \sigma_{ij}^{\alpha} \rangle = Macro \sigma_{ij} + \langle Micro \sigma_{ij}^{\alpha} \rangle \quad (20)$$

Assim, para determinar separadamente a tensão residual em seus diferentes níveis, através da difratometria de raios X, deve-se utilizar a Equação 21, a partir da qual, conhecendo-se a tensão residual total de cada fase e o teor de cada fase presente na amostra, é obtida a macrotensão residual.

$$(V_{\alpha})\langle Total \sigma_{ij}^{\alpha} \rangle + (V_{\beta})\langle Total \sigma_{ij}^{\beta} \rangle = Macro \sigma_{ij} \quad (21)$$

3.6.DETERMINAÇÃO DA MICRODEFORMAÇÃO E DO TAMANHO DO CRISTALITO

O tamanho médio do cristalito pode ser estimado utilizando a equação de Scherrer (CULLITY, 1956).

$$\beta_P = \frac{\kappa\lambda}{D \cos\theta} \quad (22)$$

Onde:

D é o tamanho médio do cristalito

β_p corresponde à largura do pico de difração à meia altura (FWHM) devido ao tamanho da partícula;

κ é uma constante próxima de 1, associada ao fator de forma;

λ é o comprimento de onda;

θ é o ângulo θ de Bragg da reflexão.

Já a microdeformação pode ser determinada através da Equação 23.

$$\beta_s = 4\varepsilon \tan\theta \quad (23)$$

Onde: β_s é a largura total a meia altura (FWHM) devido à microtensão;

ε é a microdeformação;

θ é o ângulo θ de Bragg da reflexão.

Os efeitos de B_p e B_s podem ser sobrepostos, conforme a Equação 24:

$$\beta = \beta_s + \beta_p \quad (24)$$

Substituindo as Equações 22 e 23 na Equação 24, chega-se a Equação 25:

$$\frac{\beta \times \cos \theta}{\lambda} = \frac{k}{D} + \frac{4\varepsilon}{\lambda} \sin \theta \quad (25)$$

Utilizando a Equação 25, é possível construir um gráfico de $(\beta \cos \theta)/\lambda$ x $\sin \theta$, que é denominado de gráfico de Williamson-Hall (Williamson *et al.*, 1953). O coeficiente angular $(\frac{4\varepsilon}{\lambda})$ e o coeficiente linear $(\frac{k}{D})$ fornecem o valor aproximado para a microdeformação e para o tamanho de cristalito, respectivamente.

A largura (β) pode ser extraída a partir do refinamento do perfil de difração. Um método de refinamento muito empregado é o de Rietveld (RIETVELD, 1969) e consiste em refinar a estrutura cristalina através do ajuste de todo o padrão de difração, comparando-se o espectro real de uma amostra com espectros teóricos, simulados a partir de misturas hipotéticas das fases (ANDRADE, 2003). O método de mínimos quadrados é utilizado para o refinamento de parâmetros de célula unitária e vários outros processos que envolvem muitas variáveis. Para aplicar este método é necessário conhecer a estrutura das fases componentes da mistura com um bom grau de aproximação e possuir dados difratométricos de boa qualidade (GOBBO, 2003).

Após obter a largura, através do refinamento, é necessário realizar correções a fim de se eliminar a contribuição do instrumento no alargamento do pico. A largura instrumental é determinada pela largura de um pico de um monocristal de uma amostra padrão. Assumindo que os picos são gaussianos simétricos, a largura real do pico é dada pela Equação 26:

$$\beta = \sqrt{\beta_{exp}^2 - \beta_{inst}^2} \quad (26)$$

Para o perfil Lorentziano, a Equação é:

$$\beta_L = \beta_{exp} - \beta_{inst} \quad (27)$$

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. MATERIAL

O aço utilizado nesse trabalho foi um inoxidável duplex de baixa liga: UNS S32304. O material foi recebido em forma de fita, com dimensões de 72,0 mm de largura por 1,8 mm de espessura, conforme Figura 19. A Tabela 3 apresenta a composição química da liga informada pelo fabricante.

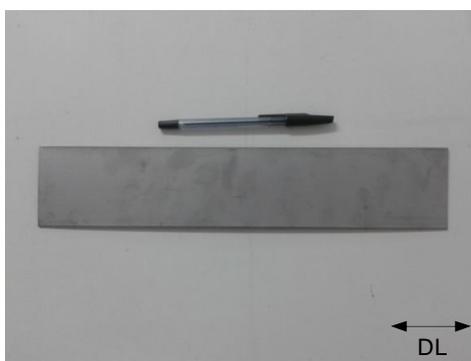


Figura 19 - Tira de aço inoxidável UNS S32304, como recebida. A seta indica a direção de laminação (DL).

Tabela 3 - Composição química das tiras (como recebido, informada pelo fabricante)

%C	%Cu	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%Ni	N ppm	%S	%P	%Ti	%Co
0,016	0,4171	0,250	1,40	22,20	0,255	3,52	1030	0,001	0,023	0,0041	0,090

4.2. MÉTODOS

A Figura 20 apresenta o fluxograma da metodologia na qual determinou-se a tensão residual, enquanto a Tabela 4 apresenta os diferentes métodos de caracterização que foram empregados nas diversas amostras produzidas.

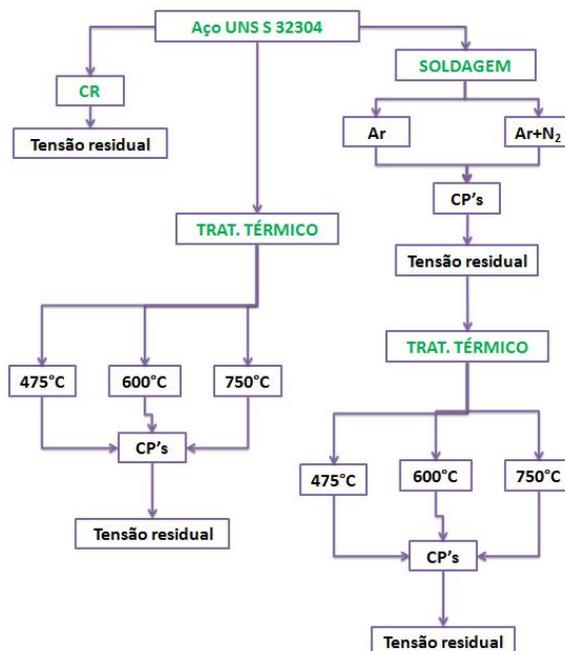


Figura 20 - Fluxograma da metodologia.

Tabela 4 - Métodos utilizados para a caracterização das amostras.

	Como recebida	Apenas trat. termicamente	Apenas soldada	Soldada e tratada termicamente
Fluorescência	X			
Microscopia Ótica	X	X	X	X
Identificação de fase por Raios X	X	x		
Microdeformação e tamanho de cristalito	x	x		
Microdureza	x	x	x	x
Teor de ferrita	x	x	x	x

4.2.1. Caracterização das amostras

4.2.1.1. Fluorescência

A caracterização química foi realizada via fluorescência, cuja preparação envolveu etapas de corte e ajuste da superfície. Foram preparadas duas amostras, oriundas de diferentes tiras, porém, do mesmo lote. O corte foi realizado utilizando serra de relojoeiro nº4, com lubrificação constante de óleo para corte rothenberger (rocult BR) e suspensão de diamante marca Kemet (1-WM), a fim de evitar aquecimento. Fez-se a usinagem para retirar rebarbas com auxílio de um mini esmerilhador manual marca Dremel 300-N/10, usando

tubo lixa 408. A Figura 21 ilustra parte do procedimento. Após o corte, as superfícies foram lixadas e polidas, com técnicas usuais de metalografia. A dimensão final dos corpos de prova foi de 30 mm de diâmetro (máximo), conforme Figura 22. O ensaio foi realizado no espectroscópio de fluorescência da Shimadzu, EDX-720, pertencente ao laboratório de engenharia ambiental da UFES.



Figura 21 - Procedimento de corte para preparação de corpos de prova.

4.2.1.2. Microscopia ótica

Todas as condições produzidas foram analisadas por microscopia ótica no laboratório TRICORRMAT da UFES. A preparação dos corpos de prova seguiu os procedimentos metalográficos, utilizando para polimento alumina (1μ e $0,3\mu$). Os CP's embutidos podem ser vistos na Figura 22. A superfície das amostras como recebida e apenas tratadas termicamente foram analisadas através de ataque eletrolítico 10N de KOH, 2,5 V por 5s. Já para revelar a microestrutura das amostras soldadas, utilizou-se ataque eletrolítico com solução de HNO₃ 40%, 2V por 40s. Todas as amostras também foram analisadas utilizando ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico 10%, 6V durante 20s.

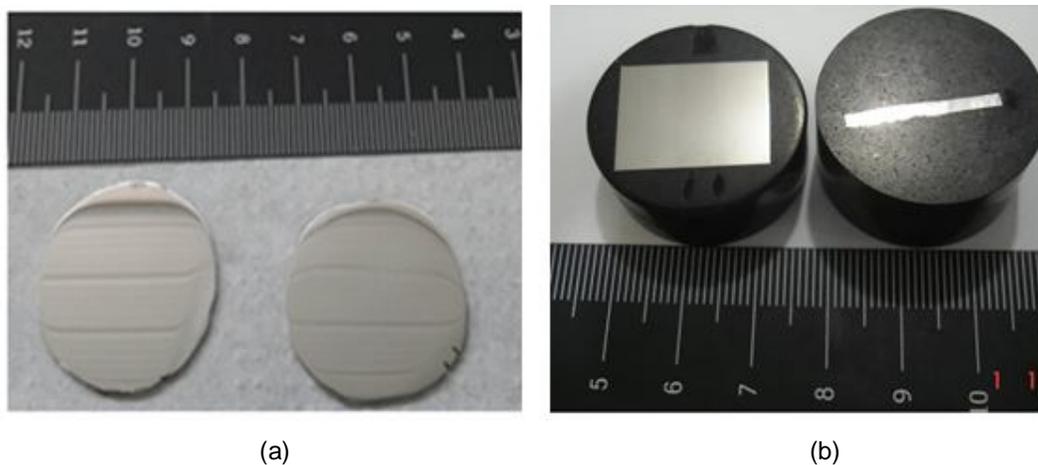


Figura 22 - Corpos de prova produzidos para diferentes ensaios: (a) fluorescência, (b) microdureza e microscopia ótica.

A extensão da ZF e ZTA foi estimada por meio do estereoscópio. Para tal, a amostra soldada apenas com argônio foi atacada com reagente Behara.

4.2.1.3. Identificação das fases por difração de raios X

A determinação das fases presentes foi realizada por difratometria de raios X, obtidos com o auxílio de um difratômetro de raios X Rigaku utilizando-se fonte de radiação monocromática CuK_α de $\bar{\lambda} = 0,1542 \text{ nm}$, com tensão de 40 kV e corrente de 20 mA. As medidas varreram a faixa entre 10° e 155° (2θ), modo *step scan* com tempo de 2s, fendas de divergência: $\frac{1}{2}^\circ$, fendas de divergência horizontal: 10mm, fenda de espalhamento: $\frac{1}{2}^\circ$, Fenda receptora de 0,3mm, com passo de $0,02^\circ$ (2θ). De posse dos dados de difração de raios X foi feito o refinamento dos difratogramas pelo método de Rietveld (RIETVELD, 1969) usando o programa GSAS (LARSON & VON DREELE, 1994) e a interface EXPGUI (TOBY, 2001).

A função escolhida para ajuste dos perfis foi a pseudo-Voigt modificada, Thompson-Cox-Hastings (THOMPSON *et al.* 1987).

Os resultados permitiram determinar a quantidade de cada fase presente na amostra CR, além de fornecer dados para obtenção da microdeformação, tamanho de cristalito e parâmetros do reticulado cristalino.

4.2.1.4. Determinação da microdeformação e tamanho do cristalito na amostra CR

A determinação foi feita utilizando os dados do refinamento de Rietveld para a fase austenita. Os dados são representados num gráfico $\beta \cos \theta / \lambda \times \sin \theta$ (gráfico de Williamson-Hall), onde θ indica a posição do pico, λ o comprimento de onda da radiação de cobre e β a largura corrigida obtida após refinamento. O coeficiente angular e o coeficiente linear fornecem uma estimativa para a microdeformação (ϵ) e para o tamanho de cristalito (D), respectivamente. A largura instrumental foi obtida a partir do refino de uma amostra padrão de CeO_2 .

4.2.2. Determinação da fração volumétrica de ferrita

A determinação da fração volumétrica de ferrita foi realizada utilizando um ferritoscópio Fischer, calibrado previamente com padrões rastreáveis. Foram realizadas 15 medidas de maneira aleatória no material como recebido, apenas tratado termicamente e a mesma quantidade em cada região das amostras soldadas (MB, ZF e ZTA).

4.2.3. Microdureza

O ensaio de microdureza foi realizado utilizando-se um microdurômetro (Pantec modelo HDX-1000TM) e o penetrador tipo Vickers, com carga de 10gf e duração de aplicação de 15 s. Para as amostras tratada termicamente e como recebida, foram realizadas 15 indentações de maneira aleatória em cada fase da amostra. Já nas amostras soldadas, foram realizadas 12 indentações espaçadas de 0,5 mm, iniciando no centro do cordão de solda e seguindo em

direção ao MB. Em ambos os casos foi utilizada a face superior das amostras para realização das medidas, já que nessa região os grãos encontram-se maiores, facilitando a medida nas distintas fases. Os ataques químicos utilizados para revelar as fases foram: ataque eletrolítico 10N de KOH, 2,5 V por 5s (amostra como recebida, tratadas termicamente e metal base das amostras soldadas) e ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico 10%, 6V durante 20s (zona fundida e termicamente afetada das amostras soldadas).

4.2.4. Amostras tratadas termicamente

A fim de verificar apenas o efeito da temperatura, algumas amostras na condição como recebida foram destinadas a tratamento térmico. O tratamento ocorreu em forno tipo mufla, do laboratório Preslab (UFES). Foram produzidas amostras em três condições distintas de temperatura, onde as mesmas permaneceram no forno durante 8 horas. Decorrido este tempo, as amostras foram resfriadas ao ar. A Tabela 5 apresenta as temperaturas e nomenclatura utilizadas neste trabalho.

Tabela 5 - Identificação das amostras tratadas termicamente na temperatura indicada e resfriadas ao ar.

Amostras tratadas termicamente	
Identificação	Temperatura de tratamento
T475	475°C
T600	600°C
T750	750°C

4.2.5. Soldagem

Os corpos de prova produzidos foram soldados aos pares de forma autógena pelo processo TIG utilizando corrente pulsada e polaridade direta. A corrente média, tensão e velocidade empregadas foram 143 A, 13 V, 35 cm/min, respectivamente. Variou-se o gás de proteção, no qual uma das amostras foi soldada utilizando apenas argônio comercial e outra uma mistura de argônio e 2% de nitrogênio. 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. Um total de 8

amostras foram produzidas, metade em cada condição citada acima. A dimensão final dos corpos de prova foi 72 x 72 mm. A Figura 23 ilustra o processo.



Figura 23 - Aparato montado para realização da solda.

As amostras soldadas foram separadas a fim de que cada amostra representasse uma condição diferente proposta nessa dissertação. Assim, duas das amostras não sofreram tratamento térmico posterior enquanto que as demais foram submetidas às seguintes temperaturas: 475°C, 600°C e 750°C (todas as amostras permaneceram na mufla por 8 horas e foram resfriadas ao ar). A Tabela 6 resume todas as condições produzidas de amostras soldadas.

Tabela 6 - Identificação das amostras soldadas e amostras soldadas submetidas a tratamento térmico nas diferentes temperaturas resfriadas ao ar.

Amostras soldadas			
Argônio		98% Ar+ 2%N₂	
Identificação	Temperatura de tratamento	Identificação	Temperatura de tratamento
TA	Sem trat. Térmico	TAN	Sem trat. térmico
TA 4	475°C	TAN 4	475°C
TA 6	600°C	TAN 6	600°C
TA 7	750°C	TAN 7	750°C

4.2.6. Tensões residuais

4.2.6.1. Medida da tensão residual (Total)

Todos os corpos de prova destinados à determinação das tensões residuais foram submetidos a um polimento eletrolítico prévio, no qual uma fina camada superficial da região a ser analisada foi removida, a fim de limpar a superfície permitindo a medição de tensões residuais oriundas apenas do processo de soldagem. O polimento foi realizado com uma solução 25% de H₂SO₄ a 3V durante 10 min. As medidas de raios X seguiram a norma SAE HS-784 (SAE,

2003) e foram realizadas transversalmente ao cordão de solda ao longo das três regiões: metal base (MB), zona termicamente afetada (ZTA) e zona fundida (ZF). Para as amostras como recebidas e tratadas termicamente apenas um ponto central foi selecionado para análise.

Para quantificar as tensões residuais total nas duas fases, utilizaram-se máquinas de mesmos fabricantes, porém, com configuração diferente. A Tabela 7 resume tais diferenças. Além disso, a posição na qual incidiu o feixe de raios X variou em função da fase medida: para a fase ferrita realizou-se uma medida na zona fundida e as demais foram realizadas em intervalo regular de 2,0 mm iniciando a 3,5 mm do centro até a posição de 19,5 mm, para a fase austenita, o intervalo utilizado é mostrado na Figura 24.

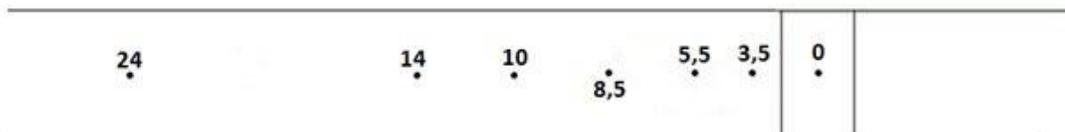


Figura 24 - Localização das medidas, em mm, de tensão residual da fase austenita nas amostras soldadas.

Tabela 7- Resultados e condições experimentais dos ensaios realizados

Fase	Plano	Intervalo angular (2θ)	Comprimento de onda (nm)	ν	E (GPa)	Local de medida
Austenita	(4 2 0)	142° a 152°	0,1542	0,305	190	UFES
Ferrita	(2 1 1)	152,5° a 159°	0,2291	0,186	201	CCTM-IPEN

* $O \nu$ e o E utilizados foram obtidos na literatura e referem-se a DL (JOHANSSON *et al.*, 1999).

Para ambas as fases utilizou-se difratômetro de raios X, marca Rigaku. Para a fase austenita, utilizou-se geometria Bragg-Brentano, modo θ fixo, 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 e passos angulares de $0,04^\circ$. A tensão e a corrente empregada foi de 40 kV e 20 mA, respectivamente. Para a fase ferrita utilizou-se feixe pseudo-paralelo, com fenda sollar de $0,5^\circ$, modo θ fixo, tempo de 10 s, fenda de divergência de $0,5^\circ$, fenda de divergência horizontal de 5 mm, fenda de espalhamento aberta, fenda receptora aberta e passos angulares de $0,1^\circ$. A tensão e a corrente empregada foi de 40 kV e 30 mA, respectivamente. No caso da análise da ferrita, foram

utilizadas fitas adesivas de chumbo, espaçadas de 2 mm, para delimitar a área na qual se incidiu o feixe.

Em ambos os casos cinco ângulos ψ foram utilizados 0° , 15° , 30° , 45° , 60° . As intensidades difratadas com varredura 2θ para cada ψ foram coletadas. Utilizou-se o software FityK para construção dos difratogramas, ajustes das curvas e localização dos picos (WOJDYR, 2010). A função escolhida para ajuste foi a Pearson 7A. Construiu-se o gráfico $\epsilon \times \sin^2 \psi$, o qual permitiu calcular os valores de tensão residual.

4.2.6.2. Medida da tensão residual (Macro e Micro)

A determinação da tensão residual macro foi realizada utilizando a Equação 27, onde as tensões totais são obtidas através do deslocamento dos picos dos raios X.

$$\langle V_\delta \rangle \langle Total \sigma_{ij}^\delta \rangle + \langle V_\gamma \rangle \langle Total \sigma_{ij}^\gamma \rangle = \langle Macro \sigma_{ij} \rangle \quad (27)$$

As frações volumétricas utilizadas foram obtidas através do ferritoscópio. Este equipamento fornece apenas a fração de ferrita e, supondo existir apenas austenita e ferrita, a fração da austenita foi obtida pela Equação 28.

$$V_\gamma = (1 - V_\delta) \quad (28)$$

De posse da macrotensão e da tensão total, obtém-se a microtensão residual, segundo a Equação 29.

$$\langle Total \sigma_{ij}^\delta \rangle = \langle Macro \sigma_{ij} \rangle + \langle Micro \sigma_{ij}^\delta \rangle \quad (29)$$

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

5.1.1. Espectroscopia por Fluorescência de raios X

A Tabela 8 traz o valor médio da composição química obtida via fluorescência, comparando o resultado com o fornecido pelo fabricante e a norma. Observa-se que os valores estão próximos ao informado pelo fabricante e que ambos encontram-se dentro da faixa especificada pela norma.

Tabela 8 - Composição química das tiras obtida via fluorescência.

Amostras	%Cr	%Ni	%Mn	%Cu	%Mo
1	22,657	3,554	1,548	0,371	0,240
2	22,447	3,391	1,582	0,353	0,247
Média	22,552	3,473	1,565	0,362	0,244
Fabricante	22,200	3,520	1,400	0,417	0,255
Normalizado *	21,5-24,5	3,0- 5,5	2,5 (máx)	0,05-0,6	0,05-0,6

*Fonte: IMO, 2009

5.1.2. Microscopia ótica

5.1.2.1. Amostra como recebida (CR)

A Figura 25 apresenta a microestrutura do aço como recebido. A estrutura é característica de um aço inoxidável duplex, composta por austenita (região não atacada) e ferrita (escura). Observa-se que os grãos apresentam-se alongados na direção de laminação.

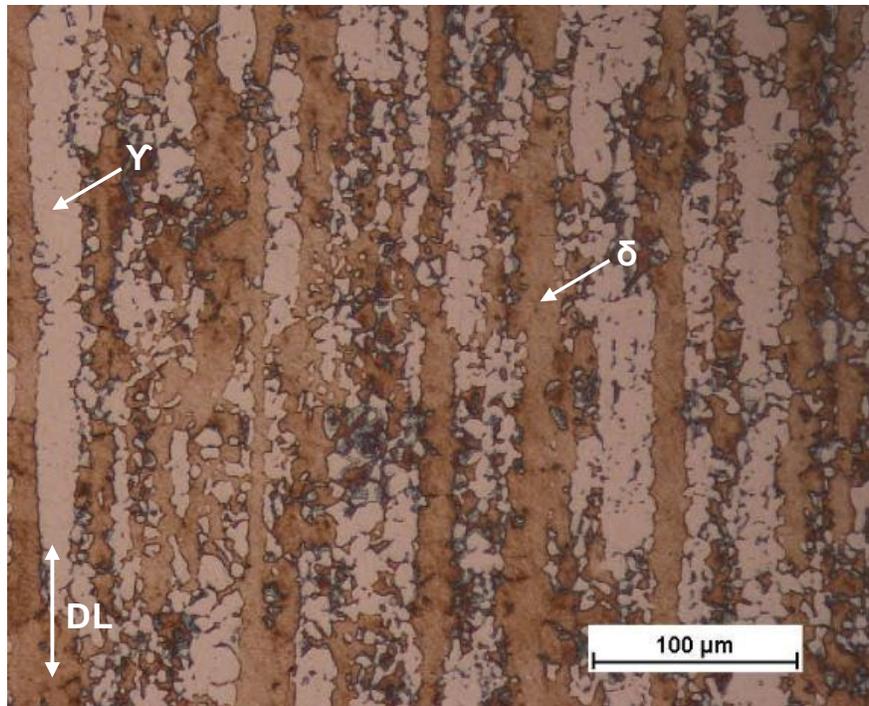


Figura 25 - Micrografia amostra como recebida: região clara (austenita), região escura (ferrita). Ataque eletrolítico com KOH 10N.

5.1.2.2. Amostras tratadas termicamente

A Figura 26 apresenta as micrografias das amostras tratadas termicamente atacadas com KOH. Observa-se que não houve alteração na morfologia das fases, mantendo-se basicamente uma microestrutura bifásica, com grãos alongados na direção de laminação e pequenas ilhas de austenita formadas no interior da matriz ferrítica, indicando a formação de austenita secundária. É possível perceber uma alteração no tamanho de grão, que, entretanto, não foi mensurado. Observa-se ainda um aumento nas regiões claras com o aumento de temperatura indicando a redução da matriz ferrítica, o que favorece um aumento do teor da austenita e a possível precipitação de outras fases. Variações microestruturais oriundas do tratamento térmico eram previstas, uma vez que a literatura afirma que a exposição desses aços a temperaturas elevadas pode resultar na precipitação de diversas fases secundárias (GUNN, 1997; LIPPOLD & KOTECKI, 2005). A formação de carbonetos, nitretos e fases intermetálicas ocorrem na fase ferrita devido à elevada taxa de difusão e à

menor solubilidade desses elementos intersticiais nessa fase (KNYAZEVA *et al.*, 2013).

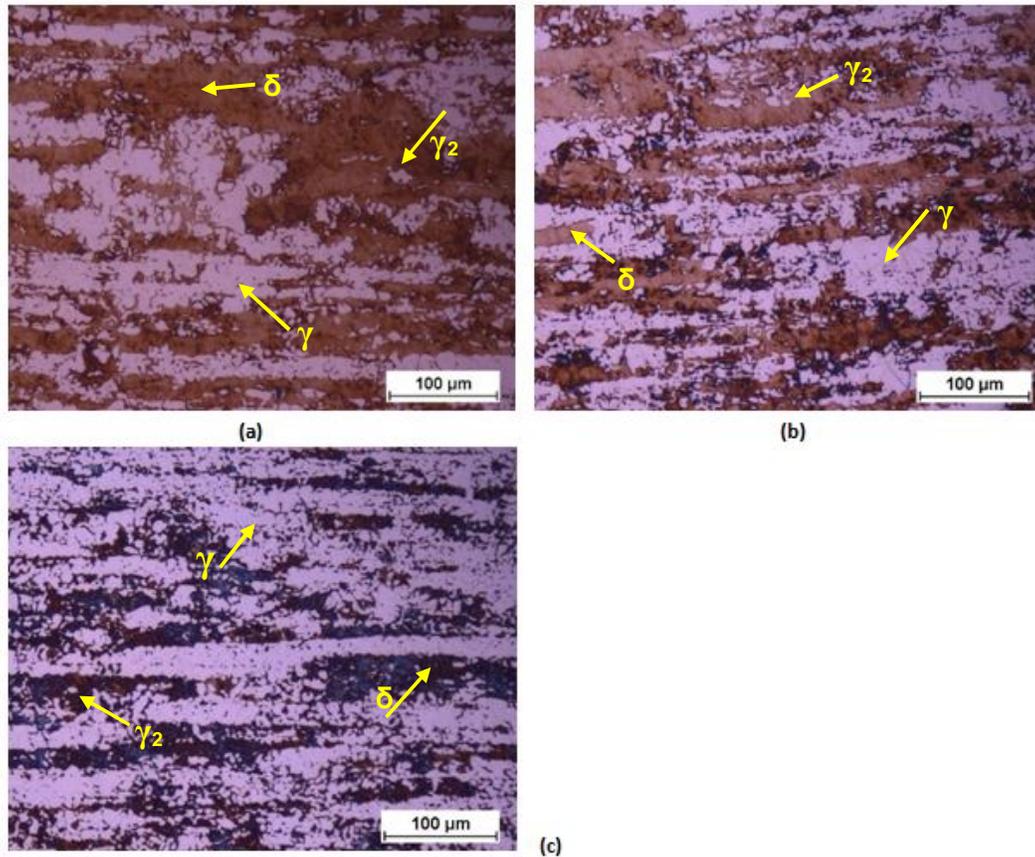


Figura 26 - Micrografia das amostras tratadas termicamente. Ataque eletrolítico com KOH 10N. (a) 475°C, (b) 600°C, (c) 750°C.

A Figura 27 compara as micrografias da amostra como recebida e amostras tratadas termicamente, utilizando ataque eletrolítico de ácido oxálico. Observa-se em todas as micrografias da Figura 27 a presença de precipitados que, nessas condições, pode ser nitreto de cromo ou carboneto de cromo. Segundo Gunn (1997), aços duplex que contém um teor de carbono inferior a 0,02%, raramente são observados carbonetos, assim, devido ao baixo teor de carbono do aço utilizado neste trabalho, acredita-se que sejam nitretos.

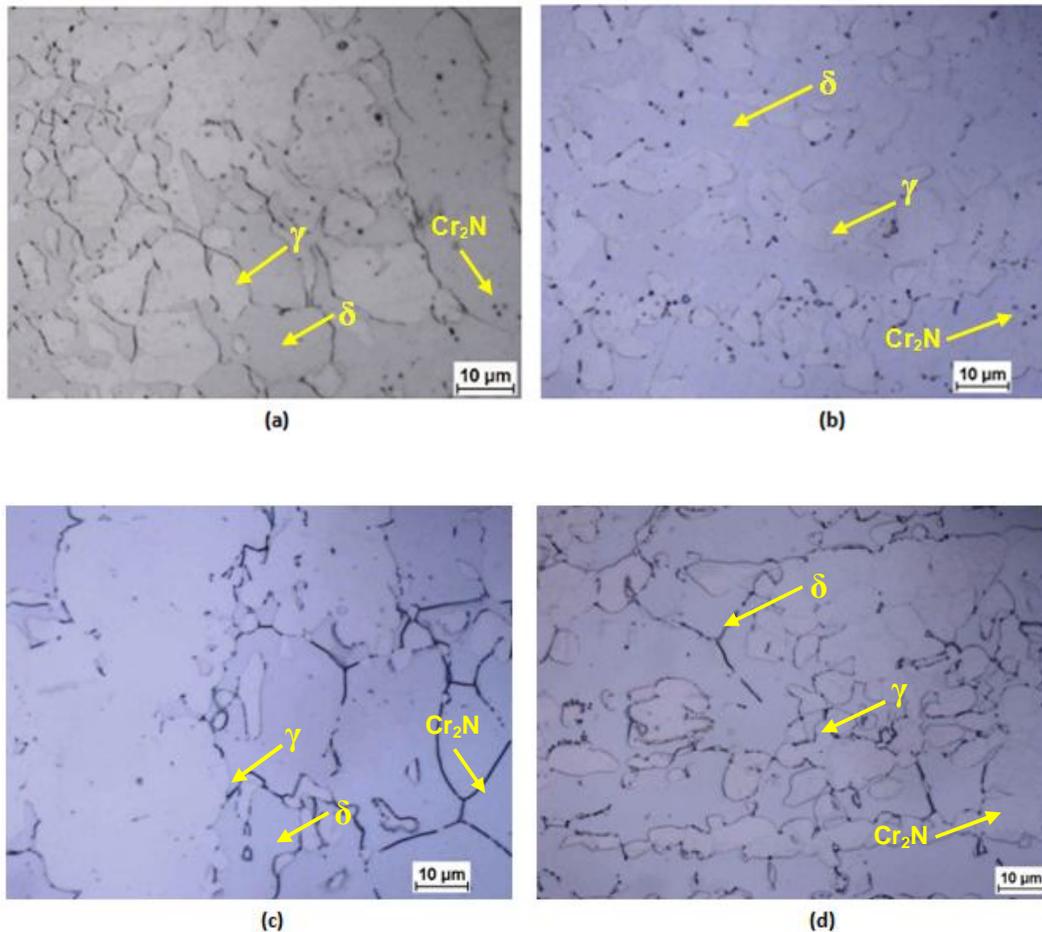


Figura 27 - Micrografia das amostras tratadas termicamente. Ataque eletrolítico com ácido oxálico 10%. (a) Amostra CR, (b) 475°C, (c) 600°C, (d) 750°C.

Para a amostra CR os precipitados estão relacionados ao processo de fabricação, no qual, possivelmente, as condições de resfriamento favoreceram a formação de pequena quantidade dos mesmos. A solubilidade do carbono e do nitrogênio, nos AID's, diminui com a temperatura e ambos os elementos concentram-se preferencialmente na austenita, devido à alta solubilidade e o grande número de sítios tetraédricos. A ferrita pode dissolver pequenas quantidades desses elementos em seus sítios octaédricos, por essa razão, a formação de nitretos e carbonetos ocorre na fase ferrita e nos contornos de grão ferrita-austenita (KNYAZEVA *et al.*, 2013).

A precipitação de nitretos em tratamentos isotérmicos ocorre a partir de 700 °C (GUNN, 1997), porém, para a amostra tratada a 475°C, observou-se um aumento no teor dos precipitados (Figura 27b). Sahu *et al.* (2009), relatam que

a 475°C, além das fases G e α' , é possível a precipitação de carbonetos e nitretos de cromo (nos contornos de grão). Para a temperatura de 600°C, Figura 27c, é possível verificar nos contornos de grão da ferrita e da austenita secundária a precipitação de nitretos. Calliari *et al.* (2015) também detectaram nitretos de cromo nos contornos de grão de ferrita em tratamentos isotérmicos a 600°C para o aço UNS S32304. O tratamento térmico a 750°C também favoreceu a precipitação de austenita secundária e nitretos de cromo, conforme visto na Figura 27d. Calliari *et al.* (2015) e Straffelini *et al.* (2009) observaram a precipitação de nitretos de cromo nos contornos de grão α/γ e no interior do grão austenítico no aço UNS S32304 após tratamentos térmicos a 750°C.

5.1.2.3. Amostras soldadas

A Figura 28 apresenta a imagem obtida através do estereoscópio, destacando a ZF e pequena extensão da ZTA. Para alguns ensaios, tais como ferritoscópio e difração de raios X, a área analisada pode ser superior ao estimado para a ZTA, resultando em flutuações nestes resultados.

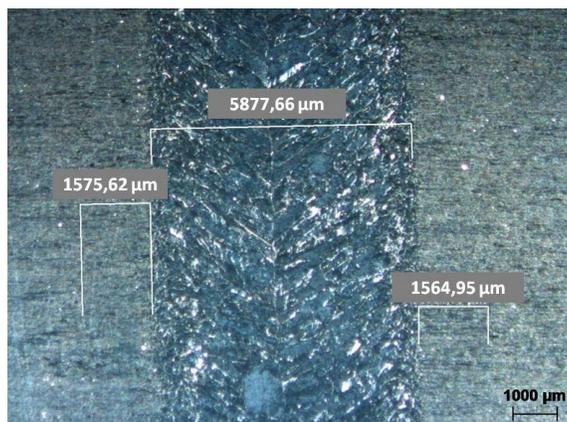
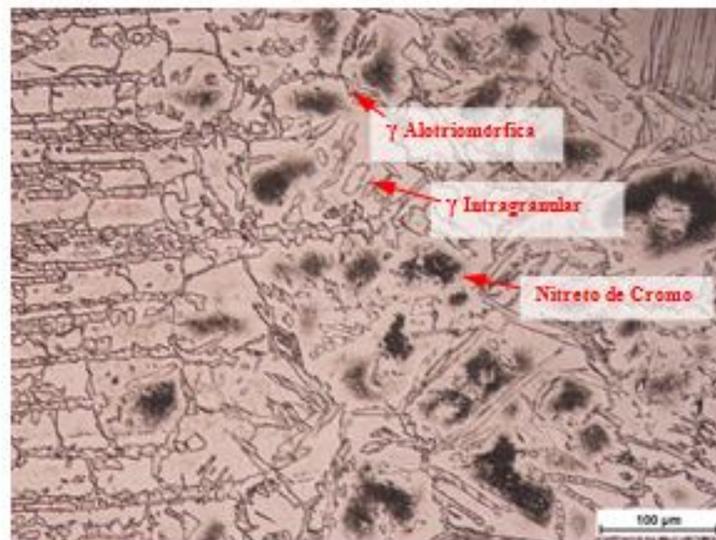


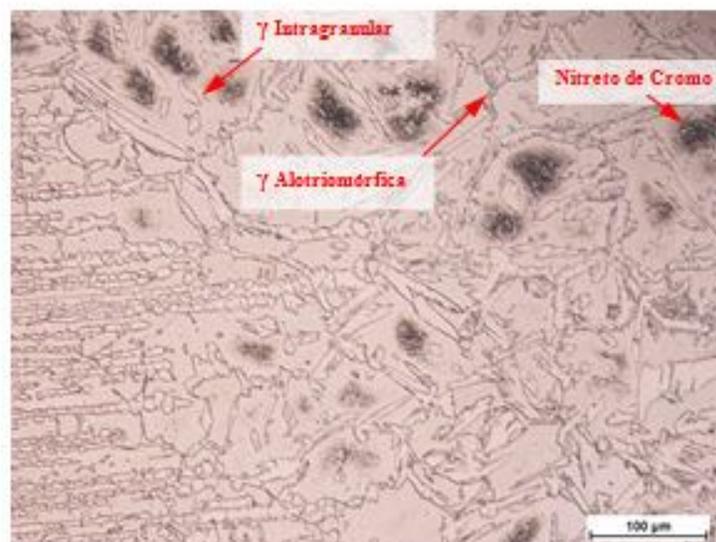
Figura 28 - Extensão da ZF e ZTA obtidas através do estereoscópio

A Figura 29 apresenta as micrografias das amostras soldadas que não sofreram tratamento térmico posterior. É possível notar a presença de austenita alotriomórfica nos contornos de grão da ferrita e pouca precipitação de austenita idiomórfica (intragranular) no interior do grão ferrítico. Observam-se regiões mais escuras que, conforme verificado na literatura, é atribuído à

precipitação de nitreto de cromo (RAMIREZ et al., 2003; LIPPOLD e KOTECKI, 2005, GÁRZÓN, 2006; PALÁCIO, 2011). Ainda sobre a Figura 29, nota-se uma quantidade, aparentemente, maior de precipitado de nitretos para a amostra TAN.



(a)



(b)

Figura 29 - Ataque com ácido oxálico 10%; (a) Amostra TAN (b) TA.

A Figura 30 mostra a ZF das diferentes amostras soldadas. Observa-se austenita no interior (intragranular) e no contorno dos grãos ferríticos. Durante

o resfriamento da ZF, que é relativamente rápido, a quantidade de austenita formada se distancia do valor de equilíbrio e o nitrogênio, que não consegue chegar até a austenita, precipita na ferrita como nitreto de cromo (LIPPOLD e KOTECKI, 2005). As regiões do grão de ferrita mais próximas da austenita são livres de nitretos, pois o nitrogênio original dessas regiões tem tempo suficiente para difundir para a austenita.

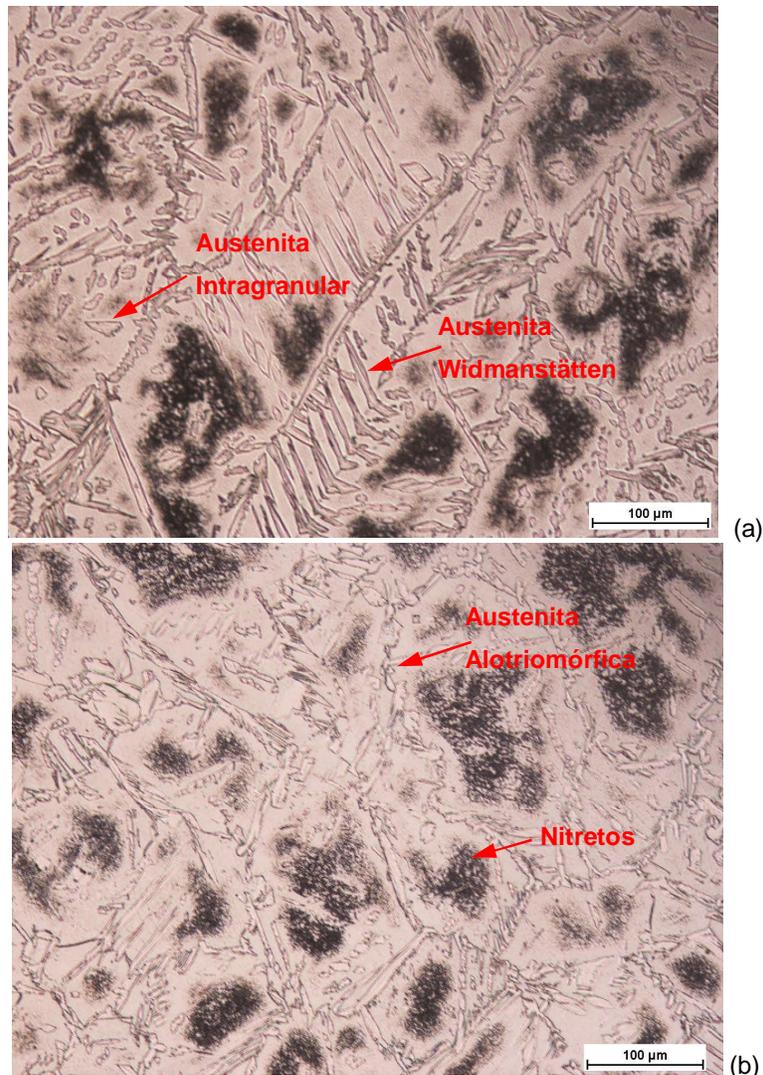


Figura 30 - Ataque com ácido oxálico; (a) Amostra TAN, (b) TA

As micrografias das amostras soldadas com posterior tratamento térmico (atacadas com ácido oxálico) estão no APÊNDICE A. Não foram reveladas outras fases além de nitreto e a morfologia é similar à das amostras apenas soldadas, variando apenas a intensidade da precipitação.

Além do ataque eletrolítico com ácido oxálico, utilizou-se ainda ataque eletrolítico de HNO_3 . Neste ataque foi possível visualizar a austenita secundária que se forma na extremidade da austenita primária, conforme reportado por Ramirez *et al.*, (2003). A Figura 31 apresenta a ZF das amostras nas quais esta formação foi claramente observada.

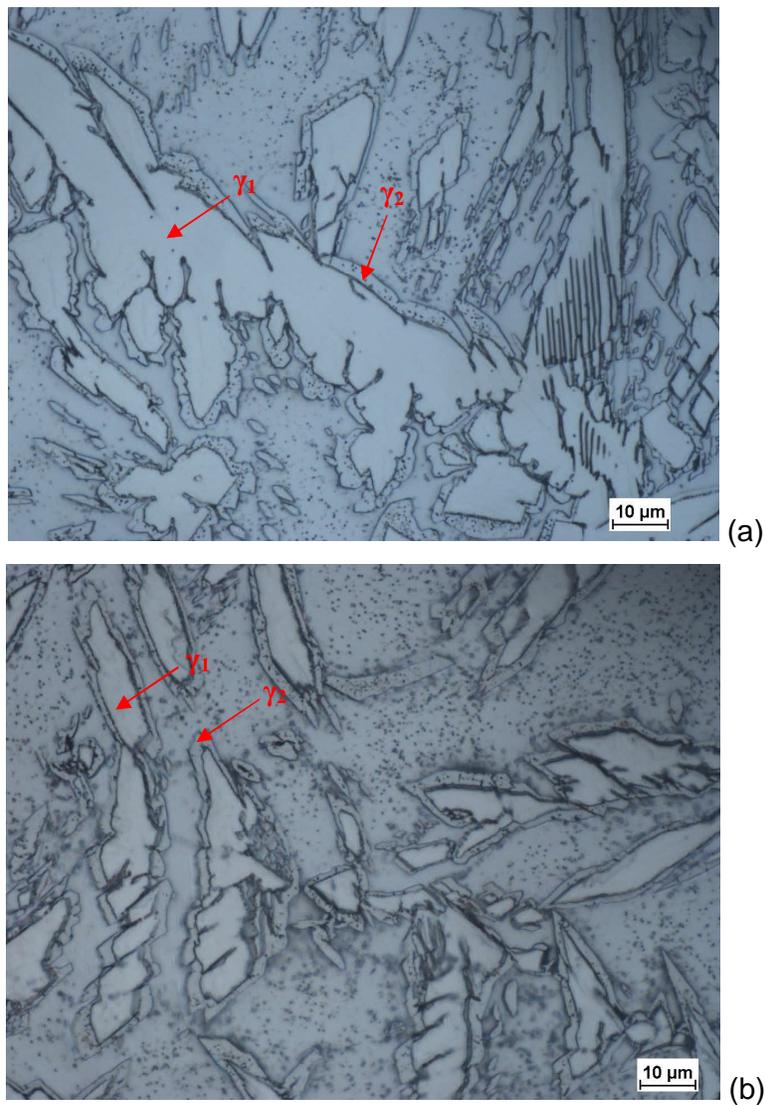


Figura 31 - Ataque com ácido nítrico; (a) Amostra TAN 7, (b) TA 7

A Tabela 9 sintetiza as fases observadas nas diversas condições analisadas neste trabalho. A região do metal base das amostras soldadas foi omitida por apresentar características similares às amostras apenas tratadas termicamente na mesma temperatura.

Tabela 9 - Tabela resumo das fases e morfologias encontradas nas micrografias para as diferentes condições analisadas.

Amostra	γ	δ	Cr_2N	γ_2	α'
CR	Sim	Sim	Pouco	Não	Não
T 475	Sim	Sim	↑ Aumento	Pouco	Não*
T 600	Sim	Sim	↑↑ Aumento	↑↑ Aumento	Pouco provável
T 750	Sim	Sim	↑↑↑ Aumento	↑↑↑ Aumento	Não
TA/TAN (ZF/ZTA)	Widmanstätten; Alotriomórfica; Intragranular;	Sim	Sim	provável	Não
TA/TAN 4 (ZF/ZTA)	Widmanstätten; Alotriomórfica; Intragranular;	Sim	↑ Aumento (Cr_2N)	Pouco, cresce a partir da γ	Não*
TA/TAN 6 (ZF/ZTA)	Widmanstätten; Alotriomórfica; Intragranular;	Sim	↑↑ Aumento (Cr_2N)	↑↑ Aumento cresce a partir da γ	Pouco provável
TA/TAN 7 (ZF/ZTA)	Widmanstätten; Alotriomórfica; Intragranular;	Sim	↑↑↑ Aumento Finamente disperso	↑↑↑ Aumento cresce a partir da γ	Não

*A determinação da fase α' é feita através de medida de dureza.

5.1.3. Caracterização por Difração de raios X

A Figura 32 mostra o difratograma da medida de raios X da amostra na condição como recebida. Neste difratograma estão indicadas as fases presentes. Pode-se comprovar que no material existem apenas as fases ferrita e austenita, confirmando o que é apresentado na micrografia da Figura 25. Os picos mais intensos referem-se aos planos de maior densidade atômica: austenita (111) e ferrita (110). A alta intensidade observada nesses planos está relacionada à textura obtida através do processo de laminação, no qual o deslizamento desses planos é favorecido. Uma vez que os planos de maior densidade atômica são também os mais espaçados entre si, a resistência desses planos será geralmente menor que a dos outros conjuntos de planos cristalográficos, facilitando o deslizamento (DIETER, 1981).

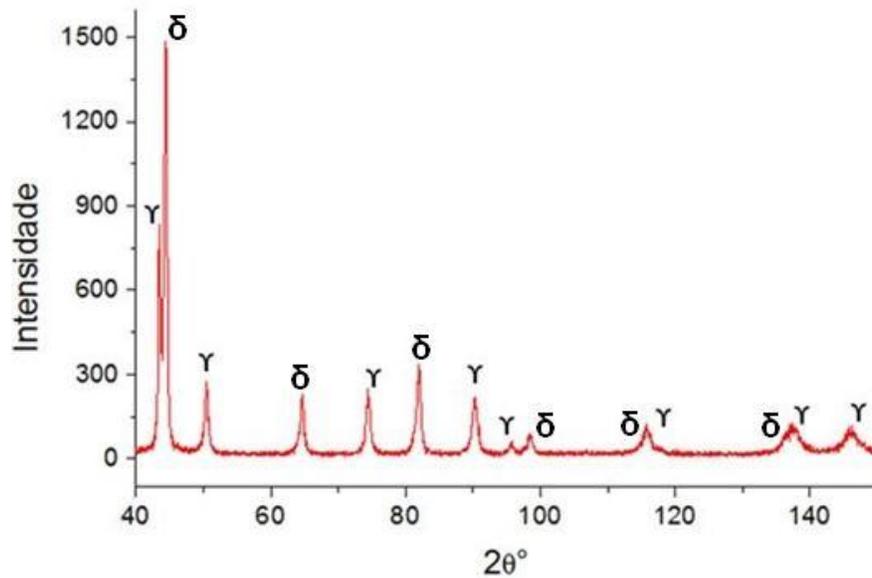
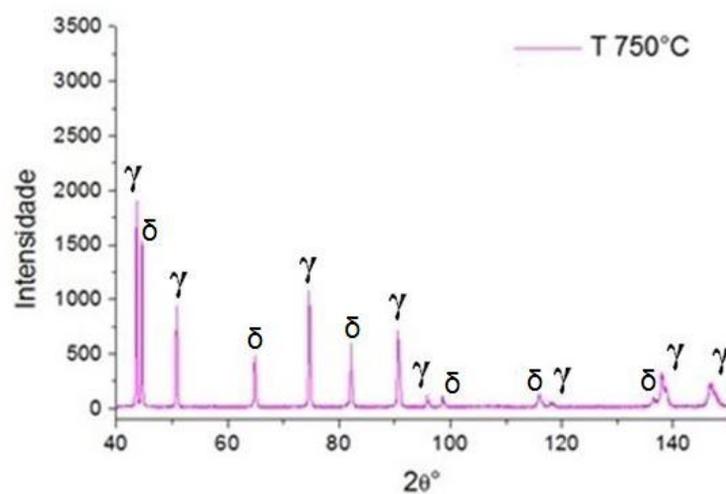
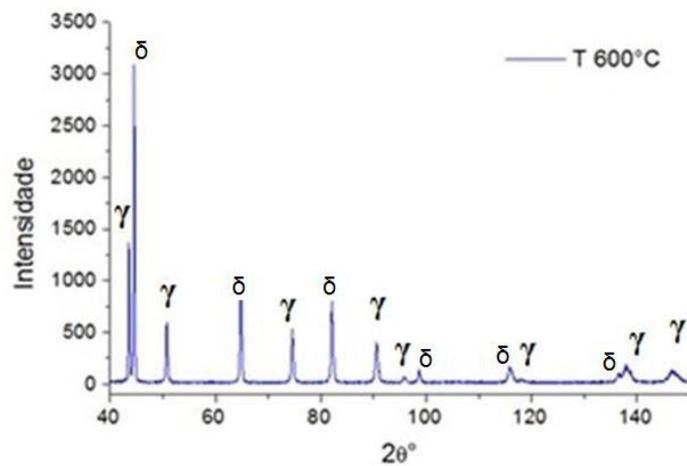


Figura 32 - Difratograma do aço inoxidável duplex UNS S 32304 no estado como recebido. Radiação de Cobre $\lambda=0,1542$ nm.

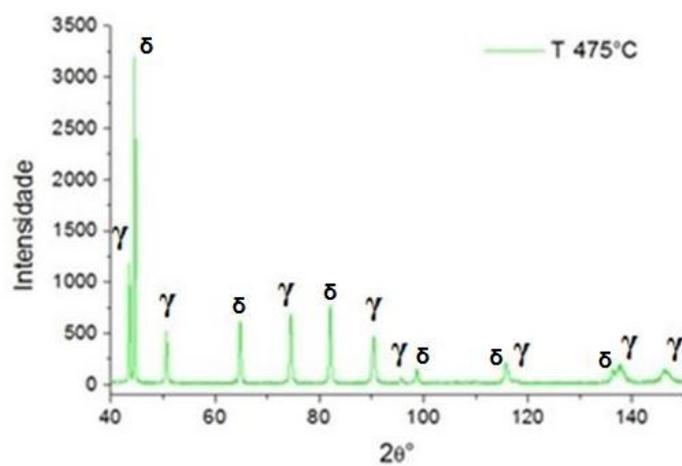
A Figura 33 compara os diferentes perfis obtidos para as amostras tratadas termicamente. Observa-se que houve uma variação na intensidade dos picos, refletindo a possibilidade de reorganização da microestrutura. Na amostra T750 houve um aumento de intensidade nos picos de austenita, indicando um possível aumento da fração dessa fase, o que de fato foi observado na microscopia ótica.



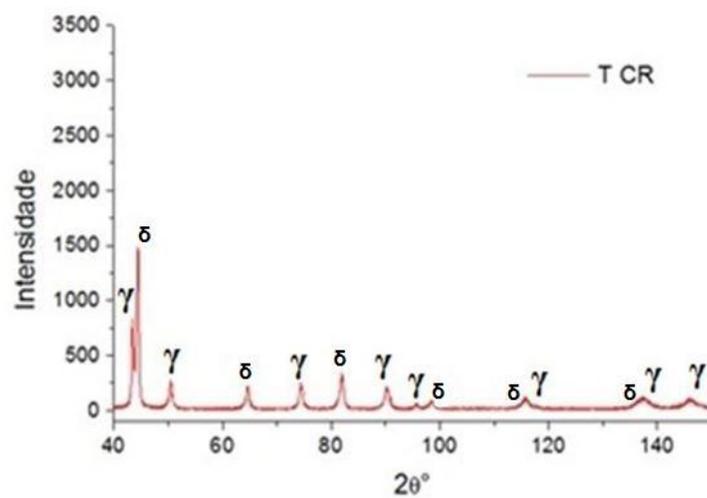
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 33 - Comparação dos difratogramas das amostras submetidas a diferentes temperaturas. Radiação de Cobre $\bar{\lambda} = 0,1542$ nm.

Os difratogramas mostrados na Figura 33 foram refinados através do método de Rietveld e os resultados são apresentados no APÊNDICE B. Observou-se que a amostra CR apresentou melhores indicadores de refinamento, mostrando que, com o aumento da temperatura, transformações acontecem na estrutura e que, mesmo não sendo identificadas (pela baixa fração que apresentam e/ou pelos parâmetros muito próximos das fases originais), as novas fases formadas alteram o perfil dos picos (APÊNDICE C).

A Figura 34 apresenta a fração volumétrica das fases, obtidas por meio do refinamento Rietveld. Embora seja possível a formação de outras fases, para esta análise, considerou-se apenas a existência das fases austenita e ferrita. Essa consideração foi necessária, pois as possíveis fases intermetálicas possuem parâmetros muito próximos ao das fases principais (anexo A), dificultando o ajuste. Observa-se que, em geral, o teor de ferrita foi superior ao teor de austenita, com exceção da temperatura de 750°C, onde houve uma reversão da proporção.

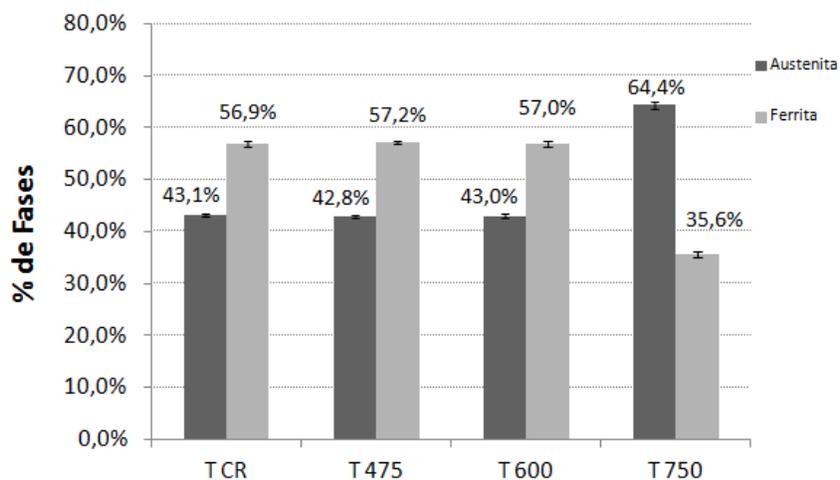


Figura 34 - Fração volumétrica das fases (obtidas por refinamento de Rietveld)

Conforme o diagrama de fases (Figura 4), os aços submetidos à temperatura de 475°C estão sujeitos a precipitação de fase α' , resultando na redução de ferrita. Baczmanski *et al.* (2008) realizou tratamento térmico no duplex UR45N (UNS 32205) na temperatura de 400°C apresentando em seus resultados um difratograma com as fases austenita, ferrita e alfa linha, no qual as duas últimas

aparecem juntas. Assim, caso ocorra à formação de α' , haverá a sobreposição dos picos e a fase α' será contabilizada junto com a fase α .

A amostra T600 manteve os teores iniciais da amostra CR. Embora o diagrama de fases não faça previsão de precipitação de fases deletérias a esta temperatura, é possível observar nas micrografias um aumento no teor de austenita. É importante ressaltar que o indicador de refinamento nessa temperatura foi elevado em relação à amostra CR.

Para a amostra T750, o teor de austenita sofre uma elevação considerável no teor de fases em relação à amostra CR. A diminuição no teor de ferrita é esperada já que os tratamentos térmicos efetuados nessas condições possibilitam a precipitação de fases intermetálicas, que, por sua vez, precipitam na ferrita, consumindo-a. Relacionando o resultado da fração de fases com os difratogramas é possível ver que no espectro da amostra T750 os picos da austenita tornam-se mais intensos. Através das micrografias, observa-se ainda um aumento no teor de austenita, e consequente redução na fase magnética.

A Tabela 10 apresenta os valores de microdeformação e de tamanho de cristalito obtido.

Tabela 10 - Microdeformação e tamanho de cristalito obtidos através do gráfico Williamson Hall.

	Microdeformação ($\times 10^{-3}$)		Tamanho do cristalito (nm)	
	Austenita	Ferrita	Austenita	Ferrita
T CR	2,22 (1)	1,75 (4)	4,5 (5)	3,3 (8)
T 475	1,22 (1)	1,4884 (2)	12 (4)	76 (8)
T 600	1,05 (1)	1,531 (3)	10 (3)	36 (2)
T 750	0,64 (1)	0,485 (4)	16 (5)	8,9 (5)

Os dados que constam na Tabela 10 foram apresentados apenas para registro, sendo necessários mais estudos para efetuar correlação com os demais resultados.

5.1.4. Determinação da fração volumétrica de ferrita

5.1.4.1. Amostras tratadas termicamente

A Figura 35 compara o teor de ferrita, obtido através do ferritoscópio, das diferentes amostras que não foram soldadas. Observa-se que, com o aumento da temperatura, ocorre a redução no teor da fase ferrita, sendo este efeito mais pronunciado em temperaturas elevadas. Esse resultado concorda com o observado nas micrografias da Figura 26, nas quais se observa o aumento da fase austenita com o tratamento térmico. O aumento da fração de austenita para tratamento térmicos realizados no intervalo de 600 a 850°C foi observado por Calliari *et al.* (2010). Straffellini *et al.* (2009) também observaram um aumento da fração volumétrica da fase austenita para amostras tratadas a 750°C, enquanto Reis (2013) não observou alteração nas frações volumétricas de amostras tratadas a 475°C. A elevação da temperatura também propicia a formação de outras fases, que, em geral surgem da decomposição da ferrita.

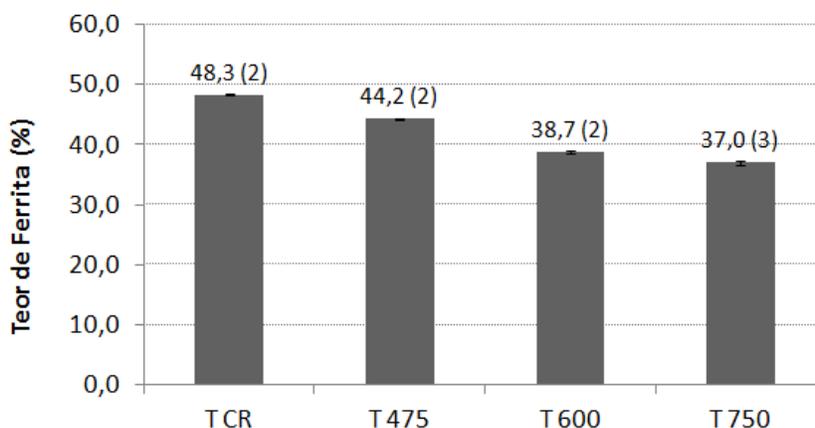


Figura 35 - Fração volumétrica de ferrita obtida através do ferritoscópio.

Comparando o teor de ferrita obtido através do ferritoscópio e do refinamento de Rietveld observa-se uma razoável diferença entre os resultados. Deve-se lembrar que ambas as técnicas são experimentais e realizadas através de medidas locais, no qual uma variação no teor a curta distância também pode influenciar os resultados. Devido às considerações que foram feitas para o refinamento, é possível que o teor de ferrita medido pelo ferritoscópio, embora seja aqui tratada qualitativamente, esteja mais próximo do valor real.

5.1.4.2. Amostras Soldadas

A Figura 36 apresenta o teor de ferrita, obtido através do ferritoscópio, das diferentes amostras que foram soldadas. É importante mencionar que o ferritoscópio realiza a medição por meio de indução eletromagnética e, devido à pequena extensão da ZTA, é possível que as regiões adjacentes (MB e ZF) tenham influenciado no resultado. Essa observação deve ser considerada na análise de todos os resultados das amostras soldadas.

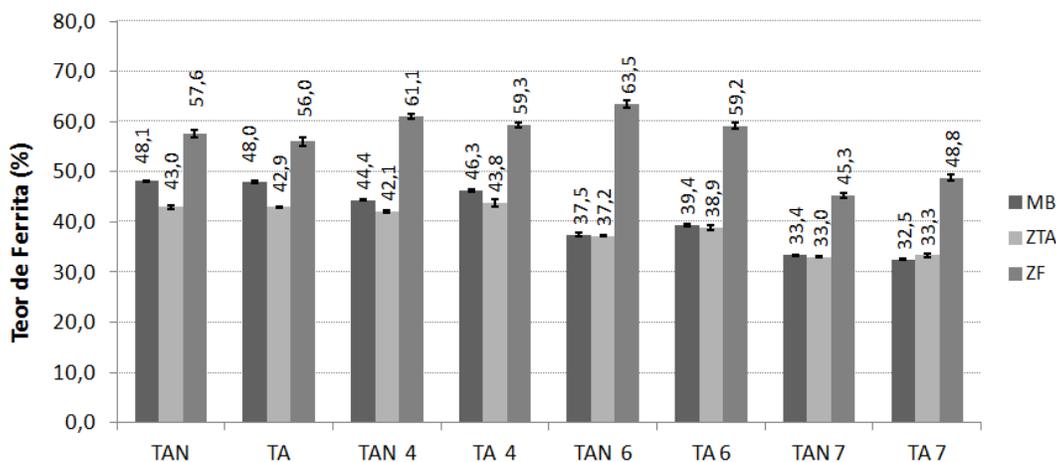


Figura 36 - Teor de ferrita nas amostras soldadas obtidas através do ferritoscópio.

Observa-se que o MB das diferentes amostras apresentam valores próximos aos teores de ferrita encontrados nas amostras apenas tratadas (Figura 35), indicando ser essa região pouco influenciada pelo processo de soldagem. A redução no teor de ferrita com a elevação da temperatura está diretamente ligada ao aumento no teor de austenita e a precipitação de outras fases que ocorrem consumindo a ferrita.

Verifica-se, de maneira geral, que o processo de soldagem altera o balanço de fases, aumentando o teor de ferrita na ZF em relação às demais regiões. Um aumento no teor de austenita (e consequente redução de ferrita) pode ser conseguido através da adição de elementos austenitizantes (seja no gás de proteção ou no metal de adição). Devido à pequena espessura da chapa, não foi possível utilizar metal de preenchimento, optando-se pela inserção de nitrogênio através do gás de proteção. A adição de 1-10% de nitrogênio ao gás

de proteção durante um processo de soldagem tem a finalidade de aumentar o teor de nitrogênio na ZF. Como o nitrogênio é um elemento austenitizante, seu aumento acarreta em uma fração volumétrica maior de austenita na ZF (LONDOÑO, 2001). O nitrogênio também desloca a linha solvus do diagrama, permitindo que a transformação ($\delta \rightarrow \gamma$) ocorra em temperaturas mais elevadas, além de aumentar a energia de soldagem (devido a maior ionização da mistura Ar-N₂) resultando em menores taxas de resfriamento (MUTHUPANDI *et al.*, 2004). Jang *et al.* (2011) avaliaram, dentre outros, o efeito da composição do gás de proteção nas transformações de fase de um aço hiper duplex, verificando que a adição de 5% de nitrogênio ao gás argônio diminuiu o teor de ferrita, bem como a precipitação de nitretos. Muthupandi *et al.* (2004) verificaram que a adição de nitrogênio ao gás de proteção no aço duplex UNS 31803 também favoreceu a formação de austenita na ZF.

Comparando-se o efeito da adição de nitrogênio ao gás de proteção, observa-se que a adição não diminuiu o teor de ferrita na ZF, com exceção das amostras tratadas a 750°C. É possível que outros parâmetros de soldagem tenham influenciado o balanço de fases, ou ainda que a proporção utilizada não tenha sido adequada para a espessura da chapa comprometendo o efeito benéfico da adição de N₂.

A diminuição significativa do teor de ferrita da amostra tratada a 750°C indica que a redução está mais relacionada ao tratamento térmico do que ao gás de proteção, uma vez que essa temperatura propicia um maior grau de possíveis transformações, resultando no consumo da fase ferrítica. Além disso, se observa que a redução ocorre em ambas as condições (TA7 e TAN7), não sendo verificado, mais uma vez, o efeito da adição de nitrogênio ao gás.

5.1.5. Microdureza

5.1.5.1. Amostras apenas tratadas termicamente

A Figura 37 apresenta os resultados de microdureza das amostras apenas tratadas termicamente e na condição como recebida. A barra de erros observada está relacionada à execução da medida e às particularidades encontradas em cada temperatura. Pode-se inferir que a dureza na fase austenita é ligeiramente superior à obtida na fase ferrita. Como o nitrogênio é estabilizador da austenita, mais átomos de nitrogênio tendem a se dissolver nessa fase, assim, o efeito de endurecimento por solução sólida intersticial é mais pronunciado na austenita que na ferrita, por isso, a microdureza da austenita é maior que na ferrita (FOCT apud TSENG *et al.*, 2003).

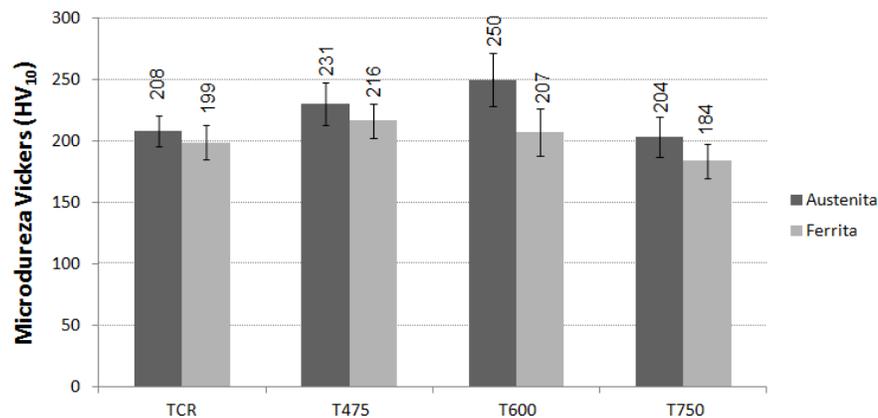


Figura 37 - Microdureza Vickers das amostras apenas tratadas termicamente e como recebida

Para a amostra tratada a 475°C observou-se um endurecimento na fase ferrita, relacionado à precipitação da fase α' . Reis (2013) avaliou, dentre outros, o efeito da temperatura de fragilização na microestrutura do aço UNS 32304. Em seu estudo foi observado aumento na dureza da fase ferrita com aumento do tempo de exposição à temperatura de 475°C, concluindo que houve precipitação da fase α' na ferrita. Além disso, quanto à fase austenita, ele observou que a dureza permaneceu praticamente inalterada, indicando que as alterações microestruturais nessa temperatura ocorrem apenas na fase δ . Comparando (T475xTCR), observa-se um ligeiro aumento de dureza em ambas as fases. Para a fase ferrita o aumento pode ser associado à

precipitação de α' , uma vez que, segundo Hättestrand *et al.* (2009), quando o mecanismo de precipitação da fase α' é por nucleação e crescimento, o aumento da dureza não é observado de maneira tão acentuada. Para a fase austenita, o aumento na dureza é efeito da ferrita que se encontra abaixo da austenita medida. É importante ressaltar que as barras de erros se sobrepõem, sendo possível que, devido às dificuldades inerentes à medida, a incerteza esteja mascarando a análise, ou ainda que o meio de resfriamento tenha influenciado no resultado, uma vez que Reis (2013) utilizou água como meio de resfriamento. Para confirmar a precipitação de α' seria necessário análises por MET ou espectroscopia Mössbauer, devido ao tamanho nanométrico desses precipitados (BACZMANSKI *et al.*, 2008).

Para a temperatura de 600°C a dureza da ferrita não sofreu variação significativa, entretanto a fase austenita apresentou elevado endurecimento, quando comparada, em ambos os casos, à condição da amostra como recebida. Essa variação na dureza sugere que tenha ocorrido alguma transformação na microestrutura, em particular na fase austenita, cujo endurecimento foi verificado. Em geral, as fases precipitam na fase ferrita, devido à elevada difusão dos elementos de liga e a baixa solubilidade de nitrogênio, porém, em aços inoxidáveis austeníticos de alto teor de nitrogênio, Simmons (1996) verificou a precipitação de nitretos de cromo entre temperaturas de 600 e 1050°C. Outra possibilidade para aumento de dureza da austenita está relacionada à execução da medida. Uma vez que o contraste obtido pelo ataque diferencia apenas austenita de ferrita, qualquer austenita secundária precipitada pode ter sido mensurada, influenciando na dureza final da austenita. É importante ressaltar que, segundo Gunn (1997), a austenita secundária que se forma abaixo de 650°C ocorre por processo martensítico.

A amostra submetida à temperatura de 750°C não apresentou alteração significativa em relação à amostra CR, porém, comparando com as demais amostras observa-se a redução da dureza das fases. A elevação de temperatura favorece a difusão dos elementos de liga para a interface δ/γ resultando, por exemplo, na precipitação de nitretos nos contornos de grão. A

austenita reduz a dureza pela perda de nitrogênio e a ferrita pela redução de precipitação na matriz. A redução na dureza também pode ser associada ao tamanho de grão. Comparando as micrografias (Figura 26), observou-se um significativo crescimento do grão austenítico para a amostra tratada a 750°C. Como a modificação no tamanho de grão é um dos mecanismos pelos quais se pode alterar a resistência de um material, é possível que o aumento no tamanho de grão austenítico possa ter influenciado a obtenção de menores valores de dureza, uma vez que o número de contornos diminui, reduzindo o número de barreiras para a movimentação das discordâncias (CALLISTER, 2007; HORVATH *et al.*, 1998).

5.1.5.2. Amostras soldadas

A Figura 38 compara o perfil de microdureza das amostras soldadas sem tratamento térmico posterior nas diferentes fases. Na ZF e adjacências, conforme visto nas micrografias, há uma intensa precipitação de nitretos na matriz ferrítica, a qual foi contabilizada a parte.

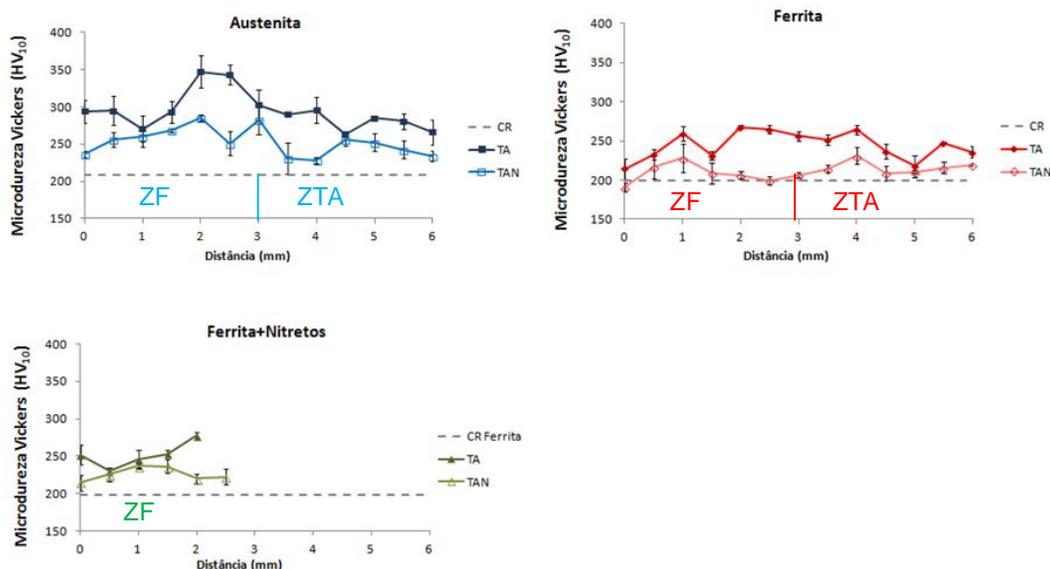


Figura 38 - Perfil de microdureza das amostras soldadas sem tratamento térmico posterior.

Para qualquer fase analisada, a dureza da amostra TA é superior a da condição TAN. Lu *et al.* (2009) ao comparar as propriedades do arco na

soldagem TIG utilizando dois diferentes gases puros (argônio e nitrogênio) verificaram, dentre outros, que o arco com nitrogênio é mais constrito. Como a dureza da amostra TAN está mais próxima à dureza da amostra CR, é possível que a adição de nitrogênio tenha produzido o efeito de constrição do arco nessa amostra. A concentração de calor próximo à fonte gera menor perda térmica para as demais regiões, diminuindo assim a influência do processo de soldagem, justificando os valores de dureza mais próximos ao valor da amostra CR.

Conforme discutido nas micrografias da Figura 29, aparentemente, o teor de nitretos de cromo na amostra TAN foi maior que na amostra TA. Essa observação pode ter influenciado nos resultados de dureza. Segundo Horvath *et al.* (1998), o nitrogênio (dissolvido ou precipitado) é a causa mais efetiva do endurecimento na fase austenita. O aumento da fração de nitretos de cromo na ferrita da amostra TAN resulta em menor dureza da austenita, uma vez que houve maior perda de nitrogênio para formação dos precipitados. Para a fase ferrita, o mecanismo de endurecimento está relacionado à precipitação e interações entre discordâncias e interação partículas-discordâncias. No caso de maior precipitação de nitretos na amostra TAN, a dureza da fase ferrita deveria ser maior, entretanto isso não foi observado. A adição de N₂ ao gás de proteção permite a obtenção de maiores temperaturas (HORVATH *et al.*, 1998), assim, o resfriamento da amostra TAN seria mais lento, permitindo o crescimento do grão. De fato, comparando as micrografias da Figura 26 observa-se um ligeiro crescimento do grão, resultando em menor endurecimento da fase ferrítica. Assim, é possível que tenha ocorrido uma compensação na dureza pela competição entre dois mecanismos: a adição de N₂ favorecendo a precipitação de nitretos (aumentando a dureza) e as maiores temperaturas alcançadas promovendo maior crescimento do grão (diminuindo a dureza). Quanto à dureza dos nitretos, observa-se que a maioria dos pontos segue a tendência observada para a ferrita, mostrando a influência da dureza da ferrita nos resultados.

Embora a ZF e ZTA tenham sido estimadas em aproximadamente 4 mm, por meio das imagens de estereoscópio, observa-se que nenhum dos gráficos atingem a linha de referência, sugerindo a região de MB não tenha sido atingida. É possível que a posição mais distante medida ainda esteja na ZTA de baixa temperatura, uma vez que a dureza medida na amostra CR não foi alcançada.

A Figura 39 compara o perfil de microdureza das amostras soldadas com posterior tratamento térmico a 475°C. As linhas tracejadas referem-se ao valor de microdureza das fases austenita e ferrita da amostra apenas tratada a 475°C.

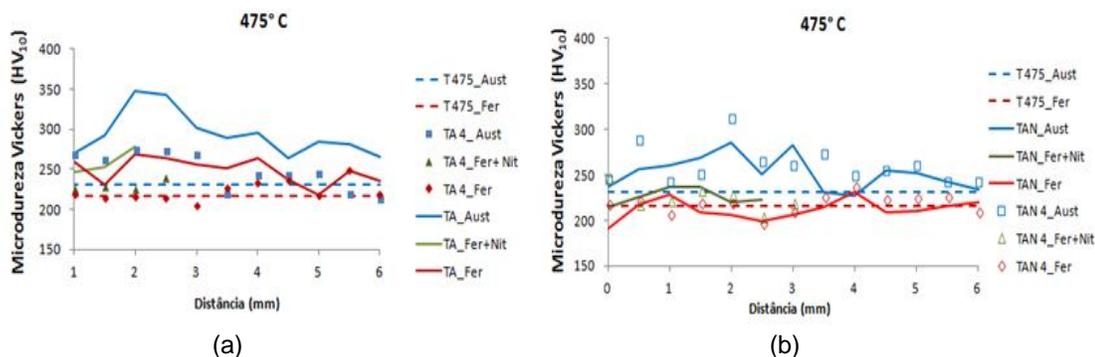


Figura 39- Perfil de microdureza das amostras soldadas com posterior tratamento térmico a 475°C (a) Soldadas com argônio; (b) soldadas com argônio e nitrogênio.

Para a amostra soldada apenas com argônio (a), a dureza da amostra sem tratamento térmico foi superior à amostra soldada e tratada, indicando que o endurecimento provocado pelo processo de soldagem foi maior que o do tratamento térmico. Para as amostras soldadas com argônio + 2% de nitrogênio (b), o endurecimento provocado pela soldagem foi pouco significativo em relação à amostra soldada e tratada. A diferença entre os gráficos pode ser novamente associada à variação do gás de proteção, resultando em maiores durezas para a amostra TA.

A exposição à temperatura de 475°C favorece a precipitação da fase α' , conhecida por aumentar a dureza da ferrita, já para a austenita a elevação da temperatura não é influente (GUNN, 1997; BACZMANSKI *et al.*, 2008; REIS,

2013). Para a amostra TA (a), observa-se que o tratamento térmico reduziu a dureza de todas as fases em relação à amostra soldada nas mesmas condições. Conforme observado no diagrama da Figura 2, o efeito de precipitação de fases deletérias ocorre após certo tempo de exposição a uma dada temperatura. Uma vez que a temperatura elevada favorece o processo de difusão, é possível ocorrer alívio de tensões da soldagem no início do tratamento térmico, diminuindo a dureza. Para as fases da amostra TAN (b) o alívio foi pouco significativo, uma vez que essa amostra já possui menor dureza.

As fases da amostra TAN (b) atingem a linha de referência, mostrando que a região de MB possivelmente foi alcançada. Assim, pode-se verificar que no MB, região onde o processo de soldagem é pouco influente, há um endurecimento da fase ferrita devido ao tratamento térmico. Não se pode, entretanto, afirmar que não houve endurecimento na amostra TA, uma vez que a amostra TA4 possui maior região afetada pelo calor e atinja o MB em regiões mais distantes.

A Figura 40 compara o perfil de microdureza das amostras soldadas com posterior tratamento térmico a 600°C. As linhas tracejadas referem-se ao valor de microdureza das fases austenita e ferrita da amostra apenas tratada a 600°C.

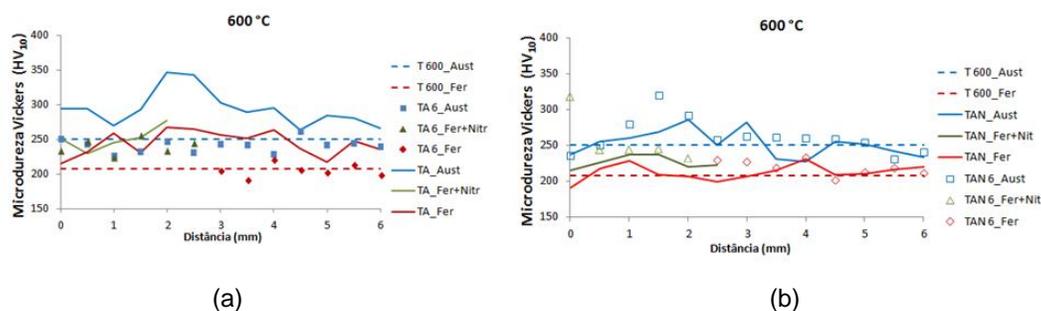


Figura 40 - Perfil de microdureza das amostras soldadas com posterior tratamento térmico a 600°C (a) Soldadas com argônio; (b) soldadas com argônio e nitrogênio.

Semelhante às amostras TA4 e TAN4, para a amostra soldada apenas com argônio (a), a dureza da amostra sem tratamento térmico foi superior à medida na amostra soldada e tratada, indicando que o endurecimento provocado pelo

processo de soldagem foi maior que o do tratamento térmico. Para as amostras soldadas com argônio + 2% de nitrogênio (b), o endurecimento provocado pela soldagem foi pouco influente em relação à amostra soldada e tratada. Observando-se a região mais distante (região menos influenciada pela solda), o valor da ferrita (TAN X TAN6) e austenita (TAN X TAN6) é o mesmo, mostrando a pequena influência de endurecimento devido ao tratamento térmico. Na amostra TAN6 observa-se endurecimento da fase austenita, fato que também foi observado na amostra apenas tratada a 600°C (Figura 37). Já na amostra TA6, novamente a redução da dureza foi observada em todas as fases. Como as amostras soldadas com argônio são mais fortemente endurecidas pelo processo de soldagem, a redução na dureza devido ao tratamento térmico torna-se mais significativa que o efeito de outros mecanismos de endurecimento (como possível precipitação de outras fases).

A Figura 41 compara o perfil de microdureza das amostras soldadas com posterior tratamento térmico a 750°C. As linhas tracejadas referem-se ao valor de microdureza das fases austenita e ferrita da amostra apenas tratada a 750°C.

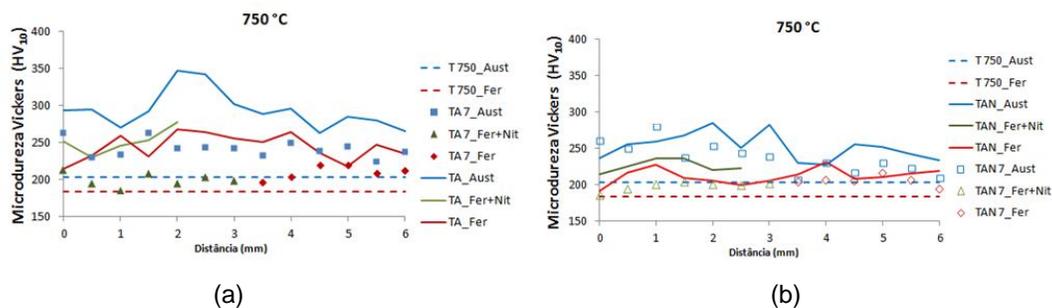


Figura 41 - Perfil de microdureza das amostras soldadas com posterior tratamento térmico a 750°C (a) Soldadas com argônio; (b) soldadas com argônio e nitrogênio.

Observa-se que em ambas as amostras o tratamento térmico promoveu uma redução na dureza, sendo maior o efeito na amostra TA. A utilização de temperaturas mais elevadas possibilita maior grau de transformações na microestrutura, conforme verificado na variação da fração volumétrica da ferrita (Figura 36) aumentando a influência do tratamento térmico nos perfis de dureza. Segundo Gunn (1997), entre 650°C e 800°C pode ocorrer a precipitação de austenita secundária com morfologia de Widmanstätten onde a

mesma apresenta teor de Cr e N inferior ao da austenita primária. É possível que medidas tenham sido realizadas também na austenita secundária, contribuindo para a redução no valor da dureza, uma vez que o nitrogênio é um forte elemento endurecedor. Tais transformações podem atuar em conjunto, por exemplo, com processos de recuperação/recristalização a que estão submetidos os materiais, influenciando os resultados de dureza.

5.1.6. Tensões Residuais

5.1.6.1. Amostras tratadas termicamente

Na Figura 42 são apresentados os resultados de tensão residual total obtidos para a fase austenita em diferentes direções (laminação e transversal). Essa análise teve por objetivo verificar se as tensões variavam significativamente em função da direção analisada. Observa-se que, considerando a barra de erros, para duas das três condições, não há diferença entre as medidas. Além disso, segundo Johansson *et al.* (1999) o método de difração de raios X traz uma incerteza de 30 MPa nas medidas, devendo portanto, ser contabilizada essa diferença. Assim sendo, padronizou-se que todas as análises seriam realizadas na direção de laminação.

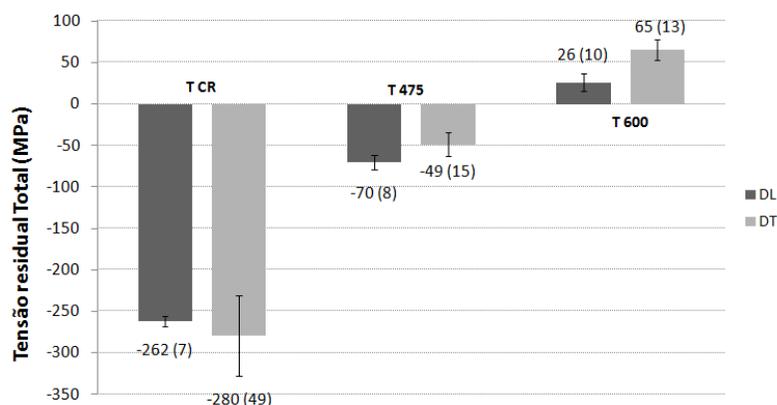


Figura 42 - Comparação da tensão residual total (austenita) das amostras CR, T 475 e T600 em diferentes direções: DL (direção de laminação), DT (direção transversal).

A Figura 43 apresenta a tensão residual macro das amostras tratadas termicamente e na condição como recebida. A tensão compressiva observada

inicialmente na amostra TCR está relacionada ao processo de laminação. Observa-se que o aumento da temperatura promoveu um alívio de tensões nas amostras, caracterizado pela passagem do estado compressivo para trativo. Com a elevação da temperatura, processos de recuperação e recristalização podem ocorrer, promovendo a mudança no caráter das tensões.

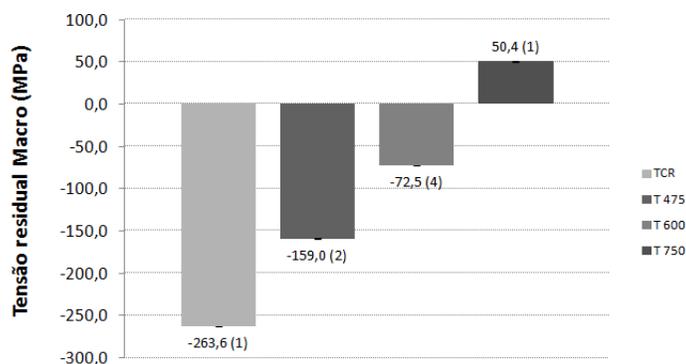


Figura 43 - Tensão residual Macro (austenita), na direção de laminação, das amostras CR e tratadas termicamente.

A Tabela 11 apresenta as tensões das amostras em seus diferentes níveis. Convém ressaltar que foram utilizadas radiações com diferentes comprimentos de onda para a medida da tensão residual, afetando a profundidade de penetração (LINDGREN e LEPISTO, 2003; FITZPATRICK *et al.*, 2005). Devido à diferença de penetração do feixe de raios X, foi necessário fazer uma correção em uma das radiações para utilização da Equação 27. Nesse caso foi corrigido a diferença de profundidade da radiação do cromo em relação ao cobre, utilizando um gradiente de tensão residual de 17 MPa/ μm . Com esse gradiente e uma diferença de 1,7 μm 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.

Tabela 11 - Tensão residual (MPa) em diferentes níveis para as fases austenita e ferrita medidas na direção de laminação.

Amostra	$\langle Total \sigma^{\gamma} \rangle^1$	$\langle Total \sigma^{\delta} \rangle^1$	$\langle Total \sigma^{\delta} \rangle^*$	$\langle Macro \sigma \rangle^2$	$\langle Micro \sigma^{\gamma} \rangle^3$	$\langle Micro \sigma^{\delta} \rangle^3$
TCR	-262 ± 7	-235 ± 13	-265 ± 13	$-263,6 \pm 0,1$	1 ± 7	-2 ± 13
T 475	-70 ± 8	-241 ± 20	-271 ± 20	$-159,0 \pm 0,2$	89 ± 9	-112 ± 20
T 600	26 ± 10	-198 ± 9	-228 ± 9	$-72,5 \pm 0,4$	98 ± 11	-156 ± 9
T 750	185 ± 24	-150 ± 3	-180 ± 13	$50,4 \pm 0,1$	135 ± 24	-230 ± 3

1- Obtido pelo deslocamento do pico de difração (raios X)

2 - Obtido através da Equação 21

3 - Obtido através da Equação 20

* Tensão total da fase ferrita corrigida

Além do alívio de tensões, já apresentado na Figura 43, observa-se na Tabela 11 a diferença no caráter das microtensões: trativo para austenita e compressivo para ferrita. A diferença no caráter das microtensões pode ser atribuída aos diferentes coeficientes de expansão térmica das fases. A austenita expande mais, devido ao maior coeficiente e, por sua vez, comprime a ferrita (HARJO *et al.*, 2002). Observa-se, ainda, que há uma variação nas microtensões em função da temperatura. Conforme discutido anteriormente, expor este aço a elevadas temperaturas pode resultar na precipitação de outras fases, influenciando no estado de tensões da austenita e ferrita. Abaixo são relacionadas às temperaturas e os possíveis efeitos das fases deletérias.

- T475: o ligeiro aumento da microdureza é um indício de possível formação da fase α' e isto poderia explicar parte da mudança nas microtensões nesta esta temperatura. A fase α' precipita na matriz ferrítica e o seu crescimento leva à compressão dessa fase. Além disso, a mudança no parâmetro de rede de δ e α' introduz tensões internas, reduzindo a mobilidade das discordâncias (BACZMANSKI *et al.*, 2008).
- T 600: A microdureza da ferrita não variou significativamente nessa temperatura. Segundo o diagrama de fases deste aço, não era esperada a formação de fases deletérias a esta temperatura, entretanto a fase austenita sofreu endurecimento, além de seu teor ter sido aumentado, conforme mostrado nas micrografias. A elevação da temperatura mais uma vez favoreceu a expansão da austenita e o aumento do seu teor pode ter favorecido ainda mais a compressão da fase ferrita. Deve-se ressaltar que foi observada nas micrografias a presença de austenita

secundária precipitada na matriz ferrítica e nitretos nos contornos da austenita secundária, o que corrobora para o aumento do estado compressivo.

- T 750°C: assim como as temperaturas anteriores, as precipitações que ocorrem na ferrita resultam na compressão dessa fase. Neste caso, as fases possíveis são: austenita secundária e nitretos de cromo.

Johansson *et al.*, (1999) também observaram microtensões residuais compressivas na fase ferrita em equilíbrio com microtensões trativas na fase austenita no estudo sobre a evolução do estado de tensões residuais do aço duplex 2304 durante carregamento. A partir de seus resultados foi possível estimar o valor de tensão total da amostra como recebida: -271 MPa para a fase ferrita (plano 211) e 115 MPa para a fase austenita (plano 220). Observe-se que o valor da ferrita está próximo ao valor obtido na Tabela 11, e difere para a fase austenita. A diferença pode estar associada à diferença entre as espessuras ou a forma de processamento das amostras.

De maneira geral, verifica-se que a tensão residual macro está relacionada ao material como um todo, ou seja, o alívio ou introdução de tensões devido, por exemplo, à deformação e temperatura. Já as microtensões representam a resposta de cada fase às diferentes condições experimentais às quais foram submetidas, sejam elas microestruturais (como a precipitação de fases), térmicas (diferença no coeficiente térmico) ou ainda de resistência (diferença no módulo de elasticidade das fases).

5.1.6.2. Perfil de tensões nas amostras soldadas

- a) Efeito da variação do gás de proteção no perfil de tensões

As Figura 44 a 49 apresentam os perfis de tensões totais obtidos para as diversas amostras soldadas, comparando o efeito da adição de nitrogênio ao gás de proteção. É importante ressaltar que ambos os resultados (austenita e

ferrita) representam a tensão residual total, obtida pelo deslocamento do pico de difração. Além disso, para as amostras soldadas, a correção devido à diferença das radiações não foi realizada. É importante mencionar que mesmo não considerando a diferença de 30 MPa na medida de ferrita, a análise do perfil não é prejudicada, uma vez que todos os pontos medidos nessa fase serão deslocados da mesma maneira, resultando em um erro sistemático.

Na Figura 44, observa-se que as tensões apresentam-se trativas próximas a ZF e compressivas em regiões mais distantes. Esse perfil foi relato por Kou (2003), no qual tensões trativas são geradas na zona fundida durante o resfriamento e tensões compressivas surgem em regiões mais distantes, mantendo o estado de equilíbrio.

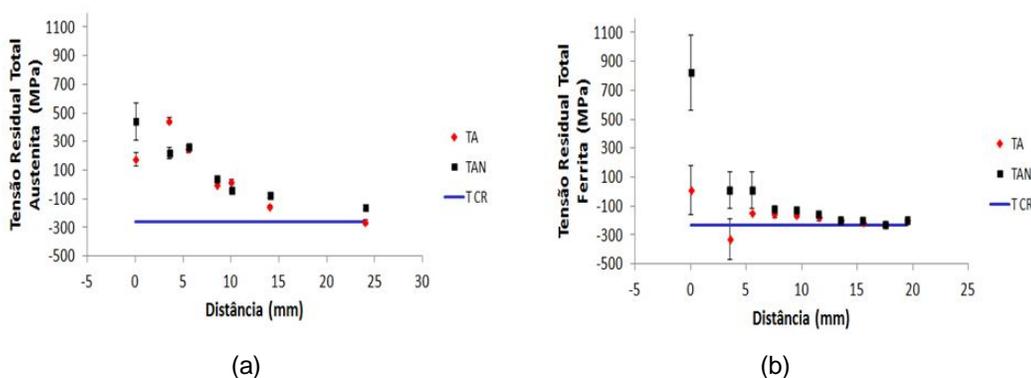


Figura 44 - Perfis de tensão residual das fases austenita (a) e ferrita (b) amostras apenas soldadas. A linha azul informa o valor na amostra como recebida.

O processo de soldagem TIG que utiliza apenas argônio como gás de proteção normalmente resulta em perda de nitrogênio na poça de fusão (WICTOROWICZ & CROUCH, 1994). A adição de nitrogênio ao gás pode aumentar o teor de nitrogênio na ZF e, conseqüentemente, manter um equilíbrio entre as fases austenita e ferrita (GUNN, 1997; IMO, 2009). Quanto à variação do gás de proteção, observa-se que a adição de nitrogênio deixou as tensões residuais mais trativas na ZF. Segundo Lu *et al.*, (2009) a condutividade térmica do nitrogênio é maior que a do argônio, resultando em temperaturas mais elevadas na amostra TAN. Assim, é possível que devido à maior variação de temperatura durante as etapas de aquecimento e

resfriamento, maiores tensões de origem térmica tenham sido geradas. Lin *et al.*, (2001) também observaram, na soldagem de aço austenítico, que a adição de nitrogênio ao gás de proteção aumenta as tensões residuais, sendo apontado como causa o maior aquecimento gerado pelo arco. Destaca-se ainda que a influência da adição de N₂ ao gás de proteção é maior na fase ferrita.

A diferença observada entre as fases na Figura 44 pode estar relacionada à diferença entre os coeficientes de expansão térmica (MONIN, 2014). Comparando as tensões das diferentes fases, na ZTA e MB, observa-se que a ferrita sempre apresenta tensões residuais mais compressivas. Dois fatos estão associados a esta constatação: o maior coeficiente de expansão térmica da austenita e a precipitação de nitretos observada na fase ferrita, onde ambos atuam comprimindo a matriz.

Observa-se ainda que as tensões no MB tendem a se aproximar do valor encontrado para a tensão residual na amostra CR (linha azul), tornando possível verificar a extensão do efeito do gradiente de temperatura sobre as tensões residuais na soldagem.

Para as amostras soldadas que sofreram tratamento térmico posterior (Figura 45 - 47), a tensão na ZF foi omitida dos gráficos, pois, em geral, a barra de erros foi muito significativa, comprometendo a avaliação do efeito da adição de nitrogênio na ZF. De maneira geral, a flutuação observada nos valores de tensão da zona fundida pode estar relacionada à geometria irregular do cordão e à heterogeneidade dessa região a pequenas distâncias. Todos os valores de tensão, inclusive da ZF, encontram-se no Apêndice D.

Na Figura 45, observa-se que o tratamento térmico a 475 °C modificou o perfil de tensões. Na fase austenita as tensões apresentam-se trativas próximas a ZF e compressivas em regiões mais distantes enquanto que a ferrita tem suas tensões deslocadas para valores compressivos. A linha azul informa o valor de tensão encontrado na amostra apenas tratada a 475°C.

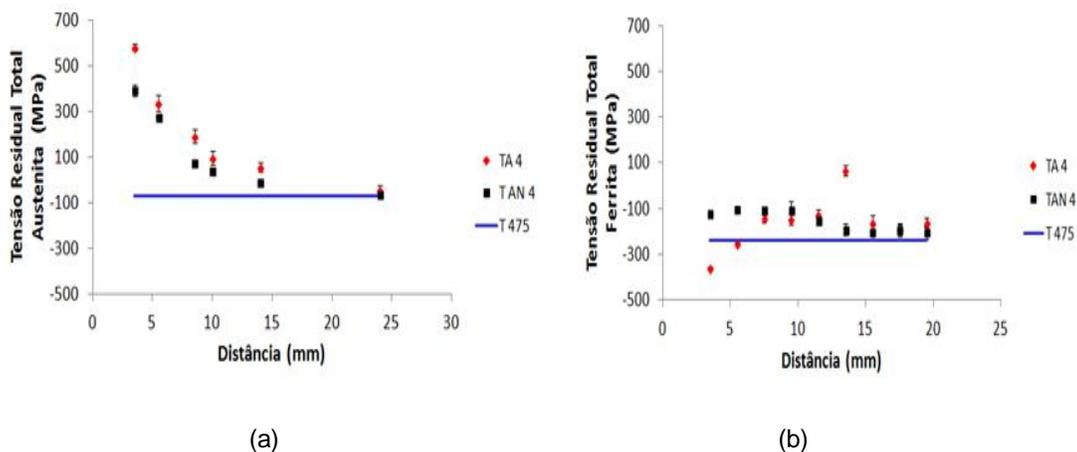


Figura 45 - Perfis de tensão residual das fases austenita (a) e ferrita (b): amostras soldadas e tratadas a 475°C. A linha azul informa o valor na amostra tratada a 475°C.

Quanto à variação do gás de proteção, para a fase austenita observa-se que a adição de nitrogênio deixou a tensão residual mais compressiva enquanto para a fase ferrita ocorreu o inverso. Esse resultado concorda com o observado na posição 3,5 mm da Figura 44. É importante destacar a tendência de aproximação das tensões em regiões mais distantes da ZF, nas quais a alteração do gás de proteção não influencia, uma vez que o N_2 adicionado não pode difundir para essas regiões.

Na Figura 46, a linha azul informa o valor de tensão encontrado na amostra apenas tratada a 600°C. Observa-se que, para a fase austenita, as tensões apresentam-se acima da linha, enquanto para a ferrita, em qualquer posição, as tensões estão abaixo desse limite.

Quanto à variação do gás de proteção, devido à sobreposição da barra de erros, não é possível avaliar o efeito da adição de nitrogênio ao gás de proteção para esta condição.

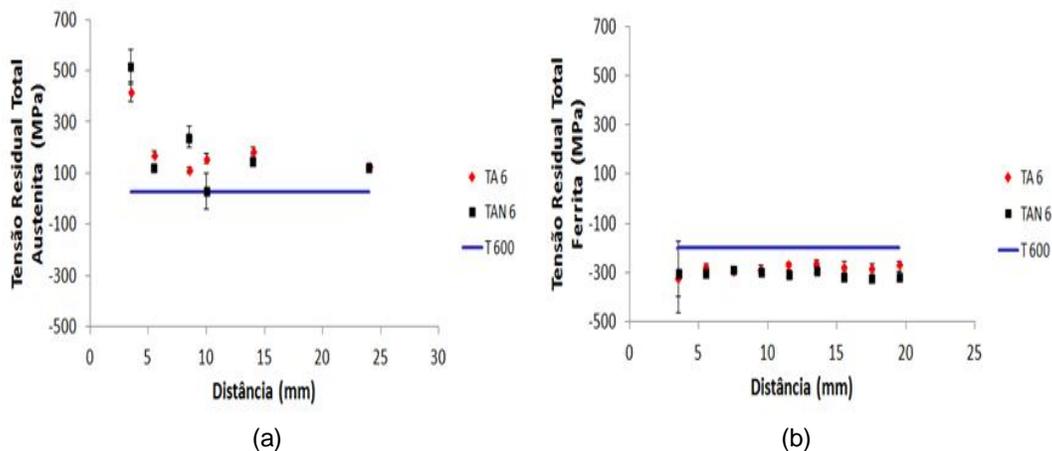


Figura 46 - Perfis de tensão residual das fases austenita (a) e ferrita (b): amostras soldadas e tratadas a 600°C. A linha azul informa o valor na amostra tratada a 600°C.

Na Figura 47, a linha azul informa o valor de tensão encontrado na amostra apenas tratada a 750°C. Em ambas as fases as tensões, em sua maioria, encontram-se abaixo do valor encontrado para a amostra apenas tratada. Quanto à variação do gás de proteção, para a fase austenita, observa-se que a adição de nitrogênio deixou a tensão residual mais compressiva enquanto para a fase ferrita ocorreu o inverso. Esse resultado concorda com o observado na posição 3,5 mm das Figura 45 e 46. Conforme dito anteriormente, o efeito da adição de N_2 ao gás de proteção não influencia a grandes distâncias, entretanto, para a fase ferrita, as tensões parecem divergir na medida em que se distancia da ZF. É importante ressaltar que, se considerarmos a incerteza do método de difração de raios X (± 30 MPa), ocorrerá a sobreposição das barras de erros, reafirmando a tendência de aproximação observada nos casos anteriores.

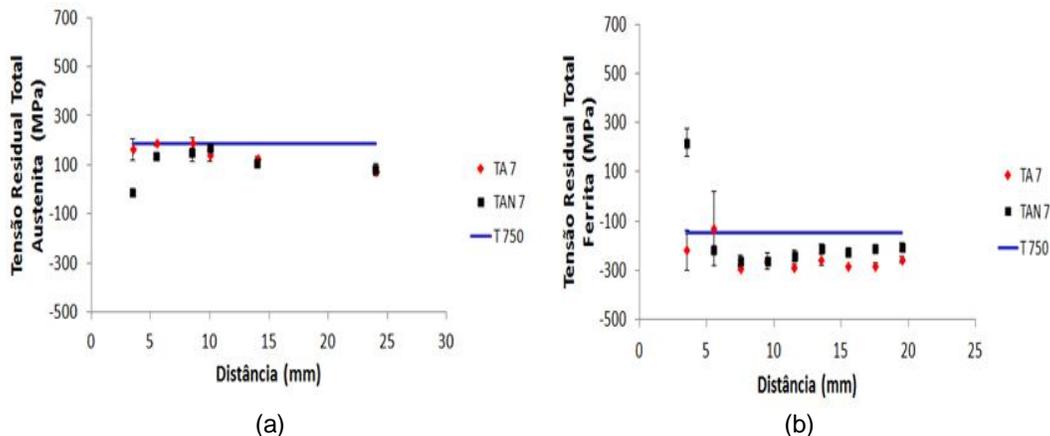


Figura 47 - Perfis de tensão residual das fases austenita (a) e ferrita (b): amostras soldadas e tratadas a 750°C. A linha azul informa o valor na amostra tratada a 750°C.

b) Efeito do tratamento térmico no perfil de tensões

As Figuras 48-55 mostram o efeito do tratamento térmico no perfil de tensões para as diferentes fases.

A Figura 48 apresenta os resultados para amostras soldadas com argônio, comparando o efeito do tratamento térmico a 475°C na fase ferrita. Nessa temperatura, é possível a ocorrência de precipitação da fase α' na fase ferrita, que aumentaria a compressão dessa fase. É importante destacar que, conforme a Tabela 11, o tratamento térmico produz um alívio das tensões macro. Como a magnitude da tensão macro é maior que a micro, observa-se que, em geral, houve um alívio de tensões.

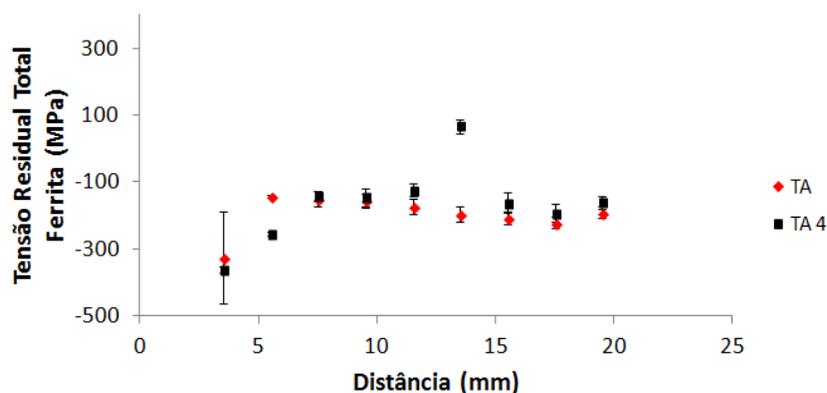


Figura 48 - Efeito do tratamento térmico a 475°C. TA somente soldada; TA 4 soldagem com gás argônio e posterior tratamento a 475°C. Fase Ferrita.

A Figura 49 apresenta os resultados para amostras soldadas com argônio, comparando o efeito do tratamento térmico a 475°C na fase austenita. Observa-se que o tratamento térmico deslocou as tensões para valores mais trativos. Esse resultado concorda com o observado na amostra apenas tratada termicamente (Tabela 11), onde o aumento da temperatura provoca um alívio de tensões nessa fase. Os resultados de microdureza (Figura 39) também mostraram uma redução na dureza da fase austenita com o tratamento térmico, reflexo do alívio de tensões.

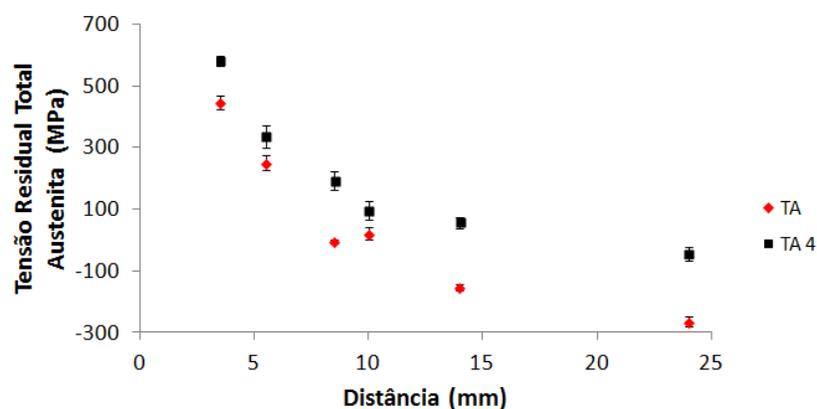


Figura 49 - Efeito do tratamento térmico a 475°C. TA somente soldada; TA 4 soldagem com gás argônio e posterior tratamento a 475°C. Fase austenita.

A Figura 50 apresenta os resultados para amostras soldadas com a mistura gasosa (Ar + 2% N₂), comparando o efeito do tratamento térmico a 475°C para a fase ferrita. Observa-se que o tratamento térmico não influenciou o perfil de tensões, uma vez que mesmo os pontos mais destoantes do gráfico possuem uma grande barra de erros, mantendo a afirmativa anterior.

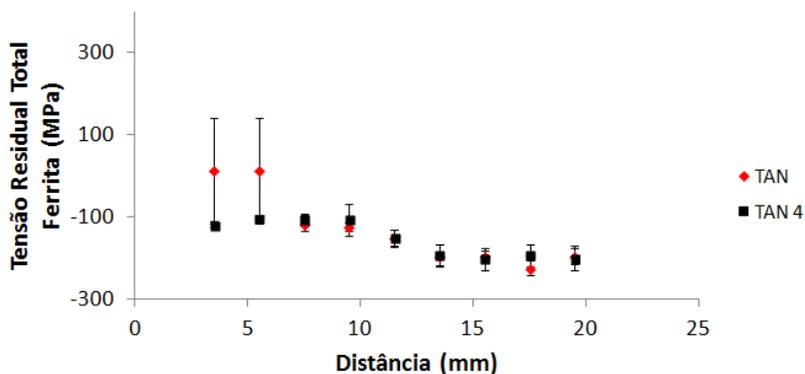


Figura 50 - Efeito do tratamento térmico a 475°C. TAN somente soldada; TAN 4 soldagem com mistura gasosa (argônio + 2% nitrogênio) e posterior tratamento a 475°C. Fase Ferrita.

A Figura 51 apresenta os resultados para amostras soldadas com a mistura gasosa (Ar + 2% N₂), comparando o efeito do tratamento térmico a 475°C. Semelhantemente à amostra soldada apenas com argônio, o tratamento térmico também deslocou as tensões para valores mais trativos.

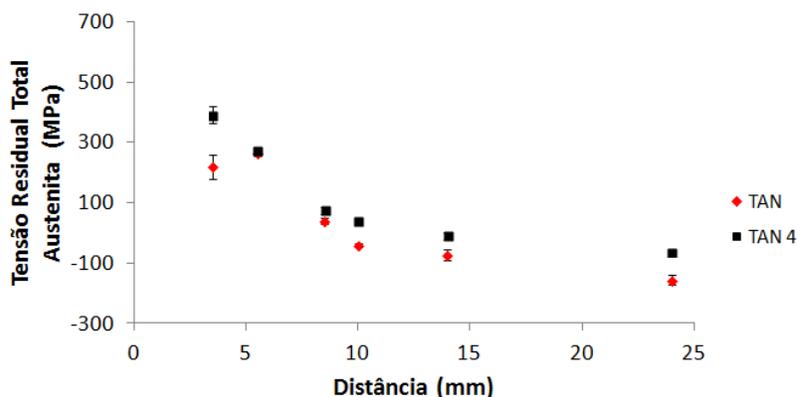


Figura 51 - Efeito do tratamento térmico a 475°C. TAN somente soldada; TAN 4 soldagem com mistura gasosa (argônio + 2% nitrogênio) e posterior tratamento a 475°C. Fase Austenita.

A Figura 52 apresenta os resultados para amostras soldadas com argônio, comparando o efeito do tratamento térmico a 600°C na fase ferrita. Observa-se que o tratamento térmico deslocou as tensões para valores mais compressivos. Embora ocorra o alívio de tensões macro na amostra apenas tratada (Tabela 11) a microtensão da fase ferrita torna-se significativamente compressiva. Assim, como o perfil de tensões é médio, há uma sobreposição dos efeitos. Além disso, tanto o processo de soldagem quanto o tratamento térmico

modificam a microestrutura, ocorrendo a precipitação de fases deletérias na ferrita, contribuindo para a compressão da mesma.

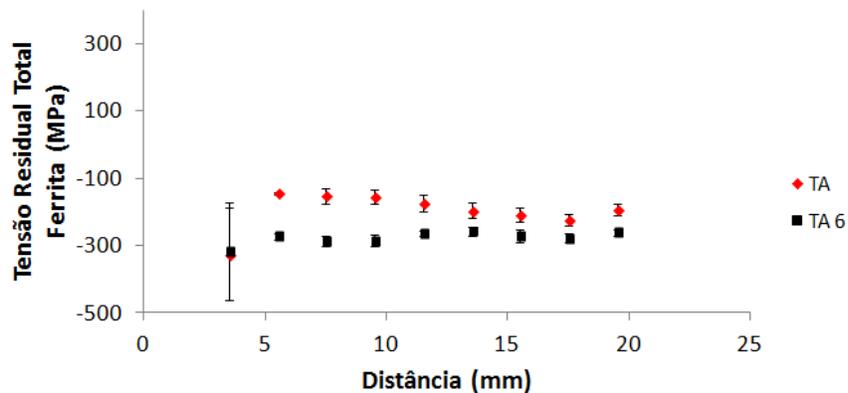


Figura 52 - Efeito do tratamento térmico a 600°C. TA somente soldada; TA 6 soldagem com argônio e posterior tratamento a 600°C. Fase Ferrita.

A Figura 53 apresenta os resultados para amostras soldadas com argônio, comparando o efeito do tratamento térmico a 600°C na fase austenita. Observa-se que para a amostra TA6, houve uma alteração do perfil observado na amostra TA. O tratamento térmico favorece a formação de austenita secundária, que, por sua vez tem parâmetros muito próximos aos da austenita. Assim, é possível que os picos de difração da austenita tenham sido influenciados pela presença da austenita secundária, diminuindo a qualidade do ajuste do perfil, comprometendo a análise da tensão residual. É importante ressaltar que, com exceção de dois pontos, o tratamento térmico promoveu um alívio de tensões na fase austenita, deixando-a mais tratativa, concordando com os dados da Tabela 11.

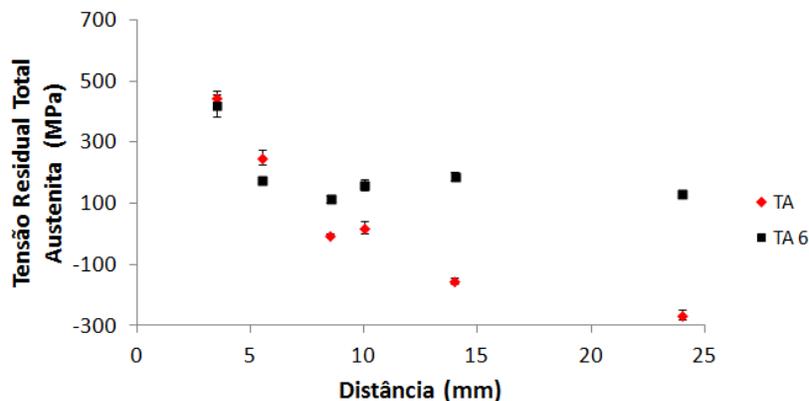


Figura 53 - Efeito do tratamento térmico a 600°C. TA somente soldada; TA 6 soldagem com argônio e posterior tratamento a 600°C. Fase Austenita.

A Figura 54 apresenta os resultados para amostras soldadas com mistura gasosa, comparando o efeito do tratamento térmico a 600°C. Semelhante ao observado na Figura 52, o tratamento térmico deslocou as tensões para valores mais compressivos.

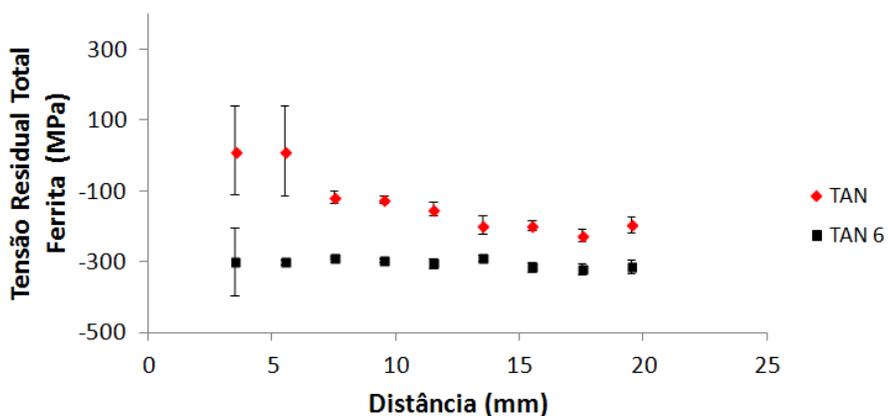


Figura 54 - Efeito do tratamento térmico a 600°C. TAN somente soldada; TAN 6 soldagem com mistura gasosa (argônio + 2% nitrogênio) e posterior tratamento a 600°C. Fase Ferrita.

A Figura 55 apresenta os resultados para amostras soldadas com mistura gasosa, comparando o efeito do tratamento térmico a 600°C. Semelhantemente à amostra soldada apenas com argônio, o tratamento térmico também deslocou, em sua maioria, as tensões para valores mais trativos.

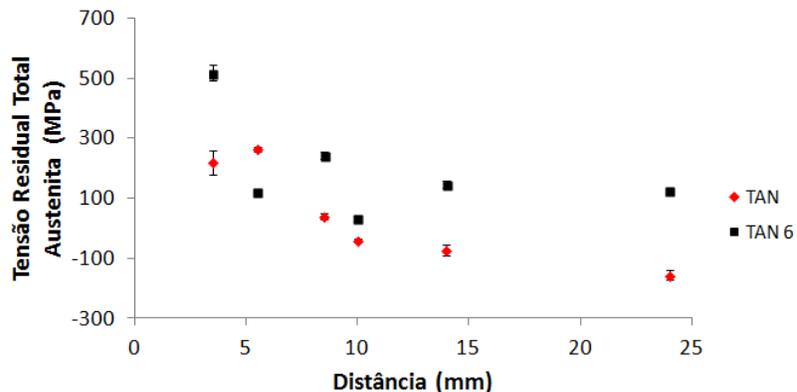


Figura 55 - Efeito do tratamento térmico a 600°C. TAN somente soldada; TAN 6 soldagem com mistura gasosa (argônio + 2% nitrogênio) e posterior tratamento a 600°C. Fase austenita.

A Figura 56 apresenta os resultados para amostras soldadas com argônio, comparando o efeito do tratamento térmico a 750°C na fase ferrita. Observa-se que o tratamento térmico deslocou as tensões para valores mais compressivos. Embora ocorra o alívio de tensões macro na amostra apenas tratada (Tabela 11) a microtensão da fase ferrita torna-se significativamente compressiva. Assim, como o perfil de tensões é médio, há uma sobreposição dos efeitos. Ambos os processos (soldagem e tratamento térmico) modificam a microestrutura, ocorrendo a precipitação de fases deletérias na ferrita, contribuindo para a compressão da mesma. Além disso, deve-se mencionar que nas amostras tratadas observou-se a redução no teor de ferrita com elevação da temperatura. Como a ferrita limita a expansão da austenita, a redução da fase magnética permite que a austenita tenha condições de expandir mais (devido ao maior coeficiente de expansão térmica), gerando gradientes de tensão mais significativos.

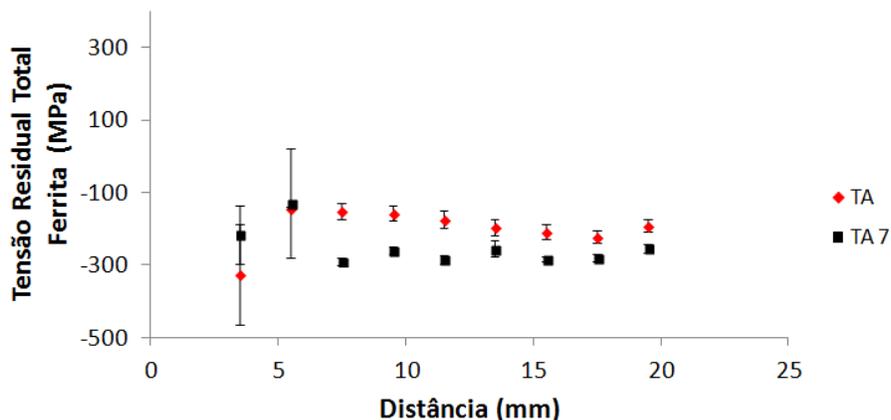


Figura 56 - Efeito do tratamento térmico a 750°C. TAN somente soldada; TAN 7 soldagem com argônio e posterior tratamento a 750°C Fase Ferrita.

A Figura 57 apresenta os resultados para amostras soldadas com argônio, comparando o efeito do tratamento térmico a 750°C. Observa-se que a amostra TA 7 apresentou estreita variação na tensão em relação à distância. Mais uma vez, é possível que a austenita secundária tenha alargado o pico de difração da fase austenita, dificultando a localização exata do ângulo de Bragg.

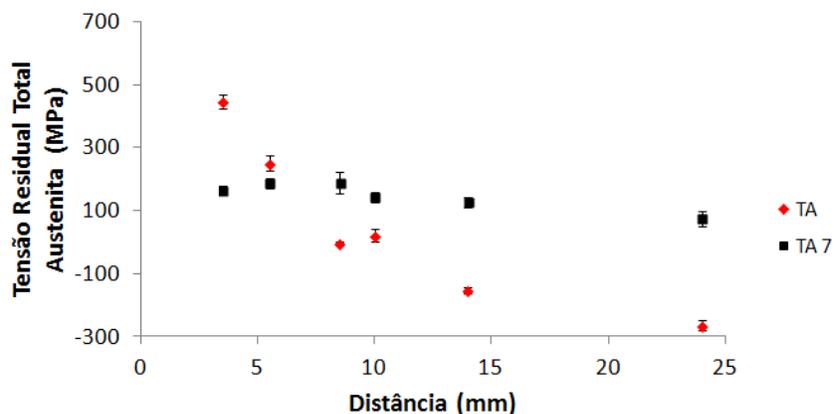


Figura 57 - Efeito do tratamento térmico a 750°C. TA somente soldada; TA 7 soldagem com argônio e posterior tratamento a 750°C. Fase austenita.

A Figura 58 apresenta os resultados para amostras soldadas com mistura gasosa, comparando o efeito do tratamento térmico a 750°C. Observa-se que, em sua maioria, o tratamento térmico é pouco influente ou promove o alívio de tensões, este último fato também foi observado na amostra TA7.

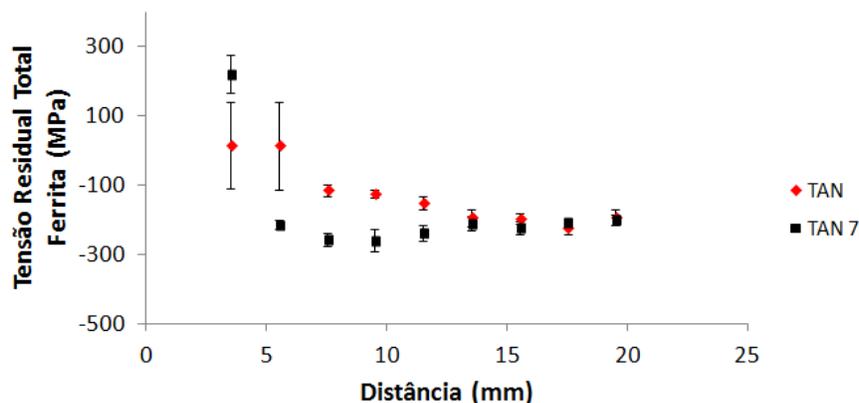


Figura 58 - Efeito do tratamento térmico a 750°C. TAN somente soldada; TAN 7 soldagem com mistura gasosa (argônio + 2% nitrogênio) e posterior tratamento a 750°C Fase Ferrita.

A Figura 59 apresenta os resultados para amostras soldadas com mistura gasosa, comparando o efeito do tratamento térmico a 750°C. Semelhante à amostra soldada apenas com argônio, observa-se que a amostra TAN 7 apresentou estreita variação na tensão em relação a distância.

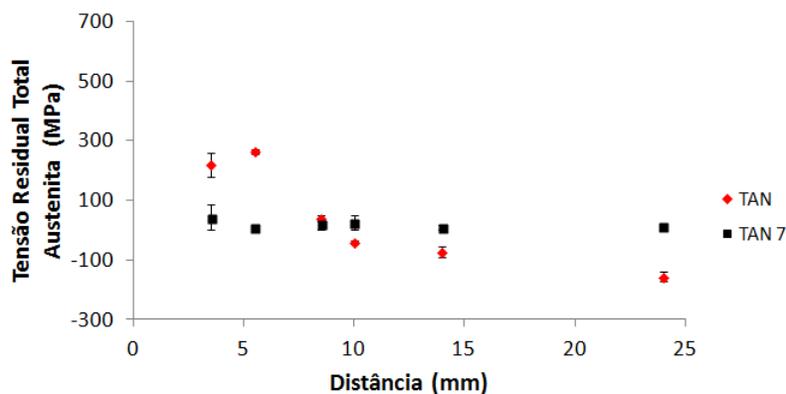


Figura 59 - Efeito do tratamento térmico a 750°C. TAN somente soldada; TAN 7 soldagem com mistura gasosa (argônio + 2% nitrogênio) e posterior tratamento a 750°C. Fase Austenita.

Através dos gráficos apresentados acima, verifica-se que a variação do gás de proteção e processos que envolvem aquecimento (soldagem e tratamento térmico) modificam o estado de tensões originais do material. Além dos efeitos deletérios promovidos pela precipitação de outras fases com a elevação da temperatura, a alteração no estado de tensões também pode ser crítica. A obtenção de tensões residuais mais trativas é prejudicial para o desempenho

do material, pois, sendo essas tensões superficiais, a propagação de trincas é facilitada, diminuindo a vida útil do componente (KANDIL *et al.*, 2001).

Pelas características favoráveis de resistência mecânica e a corrosão que apresenta, essa classe de materiais é uma boa alternativa para ser empregada na confecção de embalados para transporte de material radioativo, entretanto, uma atenção especial deve ser dada durante a soldagem a fim de favorecer o equilíbrio de fases. Quanto ao tratamento térmico posterior, verifica-se que além dos efeitos das fases deletérias já discutidos na literatura, observou-se que o mesmo também é influente no perfil de tensões. Assim, reafirma-se a necessidade de evitar a exposição desses aços a temperaturas elevadas.

6. CONCLUSÕES

Para as amostras tratadas termicamente observou-se a precipitação de nitretos em todos os casos e austenita secundária nas temperaturas de 600 e 750°C. Para o tratamento a 475°C, o ligeiro aumento na dureza da ferrita indica a precipitação da fase alfa linha.

Houve um relaxamento das tensões residuais macro em função da temperatura de tratamento térmico. Já as microtensões revelaram-se trativas na fase austenita e compressivas na fase ferrita.

Para as amostras soldadas, nas regiões afetadas pelo calor, o valor da tensão residual varia significativamente em relação à posição analisada, mas, a medida em que se afasta do cordão de solda, essa variação com a distância é quase nula.

A adição de nitrogênio ao gás de proteção não favoreceu a formação de austenita na zona fundida, porém, em relação ao perfil de tensões total, há uma diferença entre as amostras soldadas com e sem nitrogênio.

A comparação da amostra no estado como recebido e apenas soldada revelou que o processo de soldagem afeta o estado de tensões da amostra. Verificou-se ainda que os diferentes tratamentos térmicos posteriores modificam os perfis de tensão em relação as amostras apenas soldadas.

REFERÊNCIAS

- ANDRADE, A.V.C. **Análises estrutural, nanoestrutural, e quantitativa de fases em materiais cerâmicos de interesse tecnológico, utilizando difração de raios x pelo método do pó.** Tese de doutorado. Araraquara: Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, 2003.
- ATAMERT, S., KING, J. E. Super duplex stainless steel - part 1: heat affected zone microstructures. **Materials Science and Technology**. v.8, n.10, p. 896-911, 1992.
- BACZMANSKI, A.; *et al.* Examination of mechanical behaviour of aged duplex steel using X-ray and neutron diffraction methods. **Archives of metallurgy and materials**. v. 53. 2008.
- CAMPOS, M.F., 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**. São Paulo. p 115- 131, 2006.
- CALLIARI, I.; RAMOUS, E.; BASSANI, P. Phase transformation in duplex stainless steels after isothermal treatments, continuous cooling and cold working. **Materials Science Forum**. p 2986-2991, 2010.
- CALLIARI, I. RAMOUS, E. PELLIZZARI, M. **Thermal and mechanical treatments effects on phase transformation in duplex stainless steels.** http://www.stainless-steel-world.net/pdf/sswNNB_duplex_padova.pdf?resourceId=105. Acesso em: 09 maio 2015.
- CALLISTER, W.D. **Materials Science and engineering: an introduction.** John Wiley & Sons. 2007.
- CEGLIAS, R.B. **Análise de tensão residual em tubo de aço API 5L X70.** Dissertação de mestrado. Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro, 2012.
- CHARLES, J. **Past, present and future of duplex stainless steels.** Duplex'07, Grado, Italy. 2007.
- CULLITY, B. D. **Elements of X-Ray Diffraction.** Addison-Wesley Publishing Company, 1956.
- DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica.** Guanabara Dois. Rio de Janeiro, 1981.
- FITZPATRICK, M.E. *et. al.* **Measurement Good Practice Guide No. 52- Determination of Residual Stresses by X-ray Diffraction – Issue 2.** National Physical Laboratory. Teddington. 2005.

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

GOBBO, L. A. **Os compostos do clínquer Portland: sua caracterização por difração de raios-X e quantificação por refinamento Rietveld**. Dissertação de mestrado. Universidade de São Paulo. São Paulo, 2003.

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 steel: microstructure, properties and application**. Abington Publishing. Cambridge, 2003.

HARJO, S. *et al.* Residual thermal phase stresses in α - γ Fe–Cr–Ni alloys measured by a neutron diffraction time-of-flight method. **Materials Transactions**, v. 43, n. 7, p. 1696-1702, 2002.

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.

IMOA- **Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels**, International Molybdenum Association (IMOA). Londres, 2009.

JANG, S. H. *et al.* Effect of Shielding Gas Composition on Phase Transformation and Mechanism of Pitting Corrosion of Hyper Duplex Stainless Steel Welds. **Materials Transactions**. Vol. 52, No. 6 pp. 1228 - 1236. 2011.

JOHANSSON J.; ODEN M.; ZENG. X.-H.; Evolution of the residual stress state in a duplex stainless steel during loading. **Acta materialia**. 1999; 47; 9: 2669-2684.

KAHN, H. **Notas de aula de difração de raios X**. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1989. Disponível em:
http://www.angelfire.com/crazy3/qfl2308/1_multipart_xF8FF_2_DIFRACAO.pdf

KANDIL, F. A. *et al.* **A Review of Residual Stress Measurement Methods -A Guide to Technique Selection**. NPL report Teddington. UK, 2001.

KOU, S. **Welding Metallurgy**. John Wiley & Sons. New Jersey, 2003.

KNYAZEVA, M; POHL, M. Duplex Steels. Part II: Carbides and Nitrides. **Metallography, Microstructure, and Analysis**. p. 343–351, 2013.

LARSON, A.C.; VON DREELE, R.B. **General Structure Analysis System (GSAS)**, Los Alamos National Laboratory.1994.

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

LIPPOLD, J.C.; KOTECKI, D.J. **Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steel**. Hoboken, New Jersey, USA: John Wiley & Sons, 2005.

LO, K.H., SHEK, C.H., LAI, J.K.L.; Recent developments in stainless steels. **Materials Science and Engineering**. R, 65, p.39-104. 2009.

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

LIN, Y.C.; CHEN, P.Y. Effect of nitrogen content and retained ferrite on the residual stress in austenitic stainless steel weldments . **Materials Science and Engineering**. p.165–171, 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.

MACHADO, C.S.C. *et al.* **Estudo do perfil de tensões residuais do aço inoxidável duplex UNS S32304 após processo de soldagem TIG**. In: 69 Congresso Anual da ABM, 2014, São Paulo. Anais do 69 Congresso Anual da ABM, 2014.

MARQUES, P.V.; MODENESI, P.J.; BRACARENSE, A.Q. **Soldagem: Fundamentos e Tecnologia**. 3a. ed., Belo Horizonte: UFMG, 2011.

MARTINS, C. O. D. *et al.* Comparação entre Técnicas de Análise de Tensões Residuais em Anéis de Rolamento do Aço ABNT 52100. **Revista Matéria**, v 9, 2004, p. 24-31.

MARTINS, M.; CASTELETTI, L.C. Effect of Heat Treatment on the Mechanical Properties of ASTM A 890 Gr6A Super Duplex Stainless Steel. **Journal of ASTM International**, 2, p. 1-14. 2005

MARTINS, M.; CASTELETTI, L. C. Aços inoxidáveis duplex e super duplex–obtenção e caracterização. **Revista Fundação e Serviços**, ano 17, nº 169, 2007.

MÉSZÁROS, I. ; SZABÓ P. J. Complex magnetic and microstructural investigation of duplex stainless steel. **NDT & E International**, 38, pp. 517-521. 2005.

MONIN, V. I. *et al.* 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 formation of secondary austenite in duplex stainless steel weld metals and resultant properties. **Science and Technology of Welding and Joining**. Vol 9 , p 47-52, 2004.

NILSSON, J.-O. Super duplex stainless steels. **Materials Science and Technology**, v. 8, p.685-700, 1992.

OLIVEIRA, I. P. G. ; LUZ T. S. Estudo do processo de fabricação de tubos flexíveis de aço inoxidável duplex UNS 32304 utilizados na indústria de petróleo e gás. **Soldagem e inspeção**, 18, pp. 2-11. 2013

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

RAMIREZ, A.J.; LIPPOLD, J.C.; BRANDI, S.D. The Relationship between Chromium Nitride and Secondary Austenite Precipitation in Duplex Stainless Steels. **Metallurgical and materials transactions A**. Volume 34A. 1575- 1597, 2003.

REIS, T.J.A. **Efeito de tratamentos isotérmicos às temperaturas de 475°C e 850°C na microestrutura e na resistência à fadiga de um aço inoxidável duplex UNS 32304**. Dissertação de mestrado. Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2013.

RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. **Journal of Applied Crystallography**, v. 2, p. 65 -71, 1969.

SAE HS-784: **Residual stress measurement by x-ray diffraction**. SAE Internacional. Pennsylvania, 2003.

SAHU, J.K. *et al.* Effect of 475 °C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering A**. p 1-14, 2009.

SANTOS, C.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.

SENATORE, M.; FINZETTO, L.; PEREA, E. Estudo comparativo entre os aços inoxidáveis dúplex e os inoxidáveis AISI. **Revista Escola de Minas**. Ouro preto, p. 175. 2007.

SILVA, C.C. **Avaliação das tensões residuais de soldagem em tubulações de pequeno diâmetro usadas em refinaria de Petróleo**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Ceará. Fortaleza, 2007.

SILVA S. D. **Efeito do tratamento térmico pós-soldagem no comportamento em corrosão e nas propriedades mecânicas do aço**

inoxidável duplex UNS S32304. Dissertação de mestrado. Vitória: Universidade Federal do Espírito Santo; 2010.

STRAFFELINI, G. et al. Effect of Aging on the fracture behavior of lean duplex stainless steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 40 A, p. 2616-2621, 2009.

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

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.

TOTTEN, G., HOWES, M., INOUE, T. **Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel**. ASM International. Ohio. p.11, 2002.

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.

VALENTIM, B.L. **Estudo da influência do tempo de tratamento térmico a 475°C nas propriedades mecânicas do aço inoxidável superduplex UNS S32750** Dissertação de mestrado. Vitória: Universidade Federal do Espírito Santo; 2013.

VAROL, I.; BAESLACK III, W.A.; LIPPOLD, J.C. Characterization of Weld Solidification Cracking in a Duplex Stainless Steel. **Materials Characterization**. v 39, p 555-573, 1997.

VISHAY Measurements Group - **Measurement of residual stresses by the hole drilling strain gauge method.** Tech Note TN 503-4, Raleigh, N.Carolina, USA, 2010.

WESTIN, E. M. Pitting corrosion resistance of GTA welded lean duplex stainless steel. **Welding in the World**. v 54. R308-321. 2010.

WIKTOROWICZ, R.; CROUCH, J. Shielding gas developments for TIG welding of duplex and super duplex stainless steels. **Welding and metal fabrication**. v 62, no. 9, pages 379-382. 1994.

WILLIAMSON, G. K.; HALL. W. H., X-ray line broadening from fided aluminum and wolfram, **Acta Metallurgica**. v.1 22-3, 1953.

WITHERS, P. J.; BHADESHIA, H. K. D. H. Residual stress. Part 1 – Measurement techniques. **Materials Science and Technology**. v. 17, pp. 355-365. 2001.

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

ANEXO A

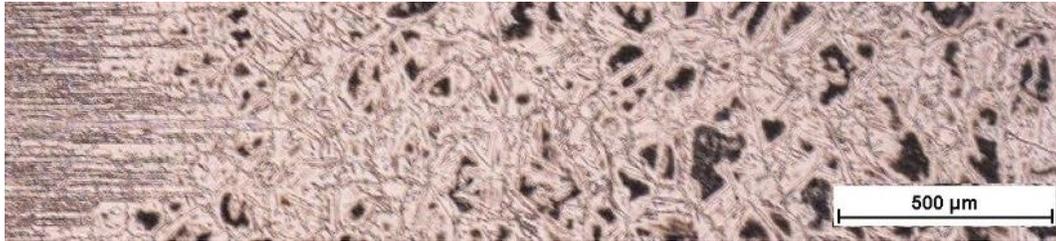
Informações gerais sobre as fases presentes e possíveis de ser encontradas nos AID's

Tabela 12 - Fases observadas nos AID's (LONDOÑO, 2001)

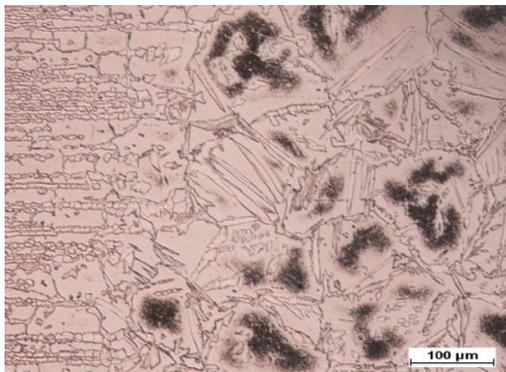
Fase Fórmula química	Estrut. Cristalina (Grupo espacial)	Parâmetro de rede (Å)	Faixa de temperatura (°C)	Composição química (%)				
				Fe	Cr	Ni	Mo	Outros
Ferrita (α)	CCC Im3m	a=2,86-2,88	-	54,5	27,9	8,4	2,9	0,05N
Austenita (γ)	CFC Fm3m	a=3,58-3,62	-	55,5	27	10	3,6	0,54N
Austenita Secundária (γ_2)	CFC Fm3m	a=3,539	600- 1000	56,8	25,3	11,2	2,4	0,19N
Nitreto (Cr ₂ N)	trigonal P31m	a=4,750-4,796 c=4,429-4,470	550-1000	4,6	85,5	-	4,8	5,1 V, N
Nitreto (CrN)	CFC Fm3m	a=4,140	550-1000	5,8	83,1	-	9,3	1,8 Mn N
π (Mo ₁₃ Fe ₇ N ₄)	cúbica prim. P4132	a=6,47	500-600	28,4	34,9	2,8	33,9	N
Carboneto (M ₂₃ C ₆)	CFC Fm3m	a=10,56-10,68	550-1000	35	60	2	3	C
Carboneto (M ₇ C ₃)	ortorrômbico Pnma	a=4,52 b=6,99 c=12,11	950-1100					
χ (Fe ₁₈ Cr ₆ Mo ₅)	CCC I43m	a=8,920 a=8,862-8,878	400-950	48,2	26,7	3,3	21,8	-
σ (FeCr)	tetragonal P42/mnm	a=8,799-8,828 c=4,544-4,597	650-1000	55	29	5	11	-
ϵ (rica em Cu)	CFC Fm3m	a=3,615	400-650	-	-	-	-	Cu
G	Cúbica Fm3m	a=10,9-11,6	300-500	16	25	26	16	14 Si
α'	CCC I4m 32m	a=2,87-2,89	350-750	12	72	3	10	3 Si
R (Fe ₂₈ Cr ₁₃ Mo ₁₂)	Trigonal Romboédrica Hexagonal R3:(146:H)	a=9,01 $\alpha=74^\circ$ 30' a=10,937 c=19,346	550-800	44,8	25,6	-	27,8	1,8 Co
τ (Fe-Cr-Mo)	Ortorrômbica Fmmm	a=4,054 b=3,436 c=2,867	550-650	43,4	23,9	5,9	22,8	3,6 Mn
Laves (Fe ₂ Mo)	Hcp	a=4,73 c=7,72	650-815					

APÊNDICE A

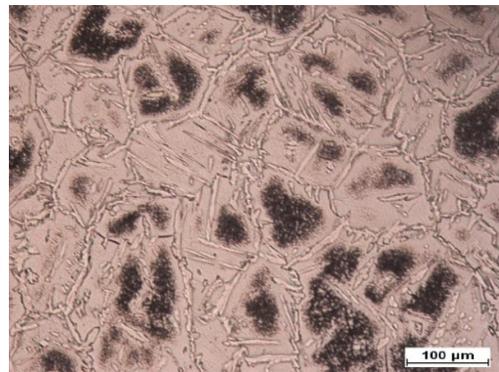
Micrografias das amostras soldadas que sofreram tratamento térmico posterior. Corte transversal.



(a)

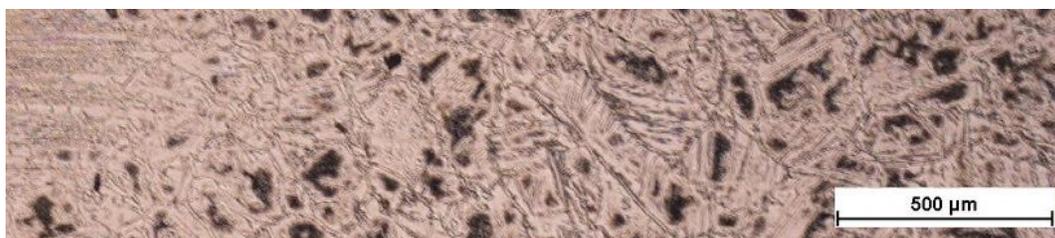


(b)

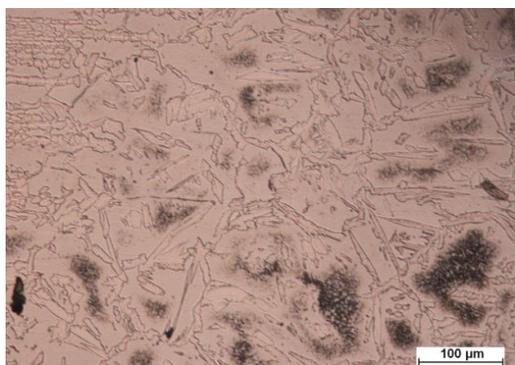


(c)

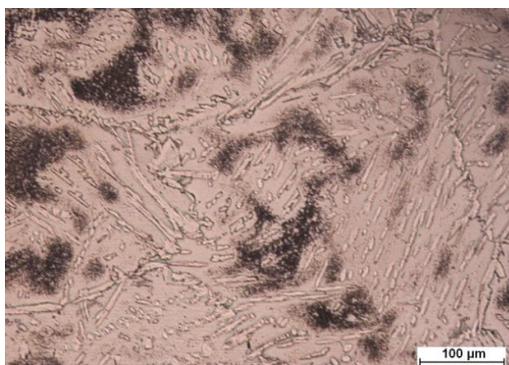
Figura 60- Amostra TAN 4. Ataque com ácido oxálico 10% (a) vista geral, (b) ZTA, (c) ZF



(a)



(b)

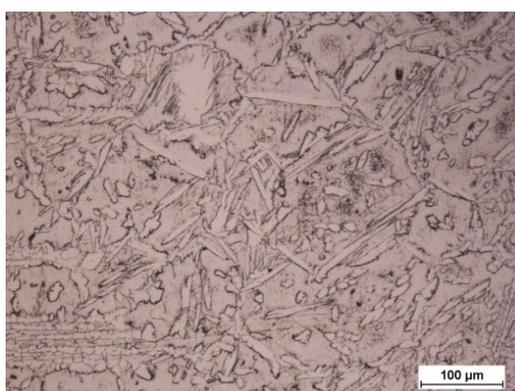


(c)

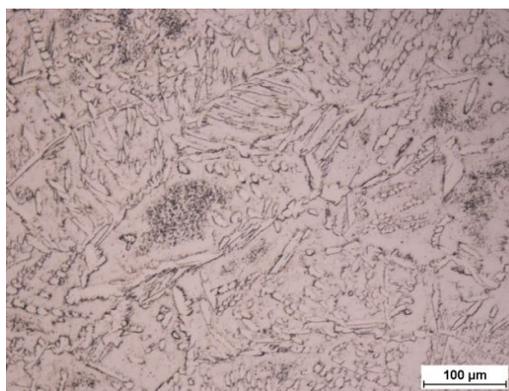
Figura 61 - Amostra TA 4. Ataque com ácido oxálico 10% (a) vista geral, (b) ZTA, (c) ZF



(a)

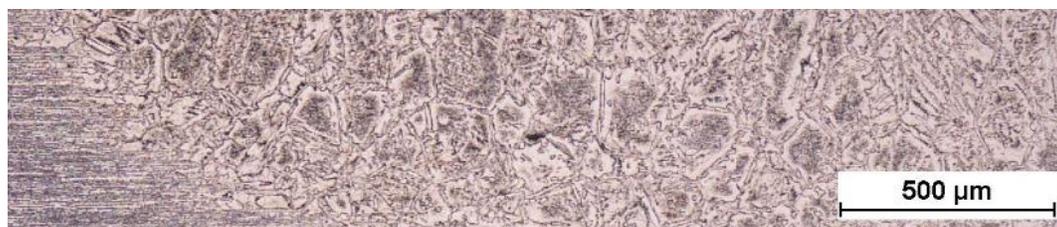


(b)

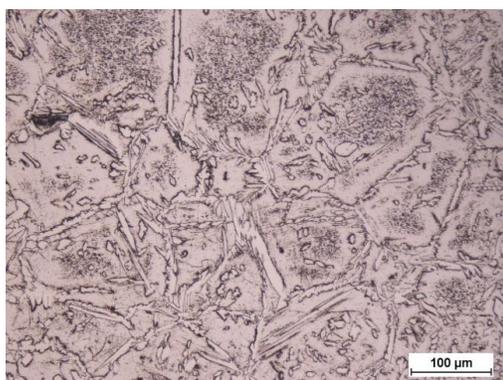


(c)

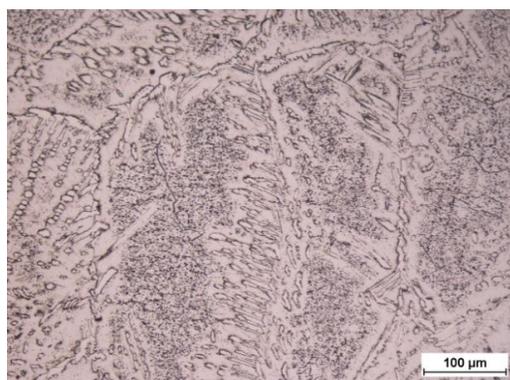
Figura 62 - Amostra TAN 6. Ataque com ácido oxálico 10% (a) vista geral, (b) ZTA, (c) ZF.



(a)

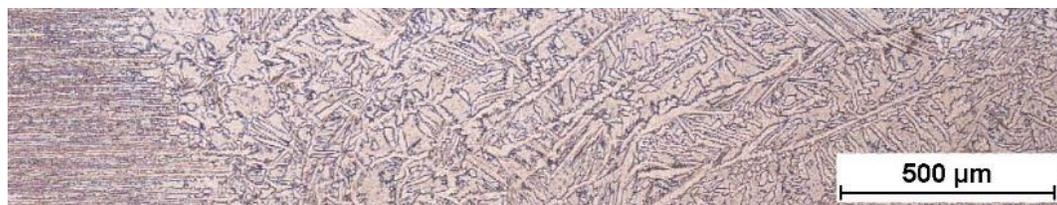


(b)

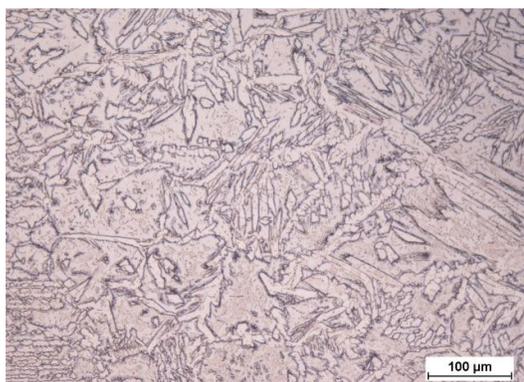


(c)

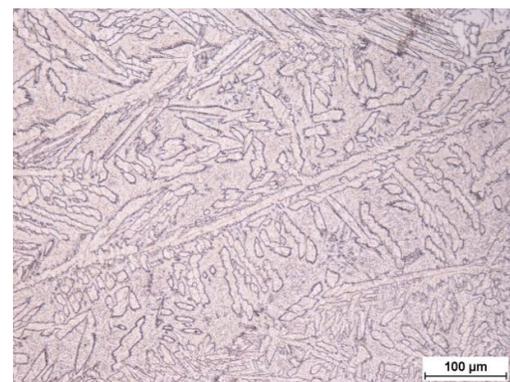
Figura 63 - Amostra TA 6. Ataque com ácido oxálico 10% (a) vista geral, (b) ZTA, (c) ZF.



(a)



(b)

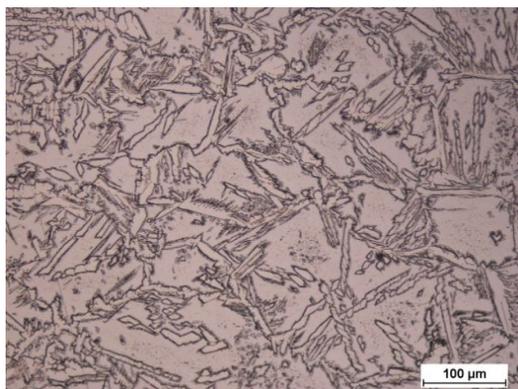


(c)

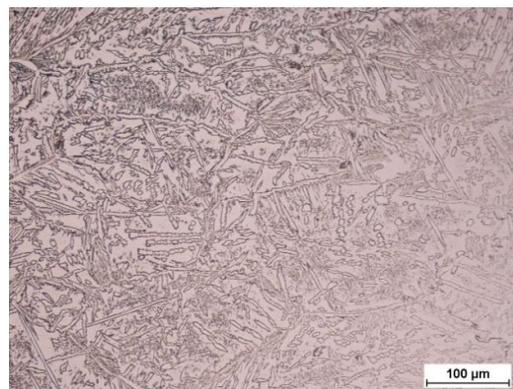
Figura 64 - Amostra TAN 7. Ataque com ácido oxálico 10% (a) vista geral, (b) ZTA, (c) ZF.



(a)



(b)



(c)

Figura 65 - Amostra TA 7. Ataque com ácido oxálico 10%, MB, ZTA e ZF.

APÊNDICE B

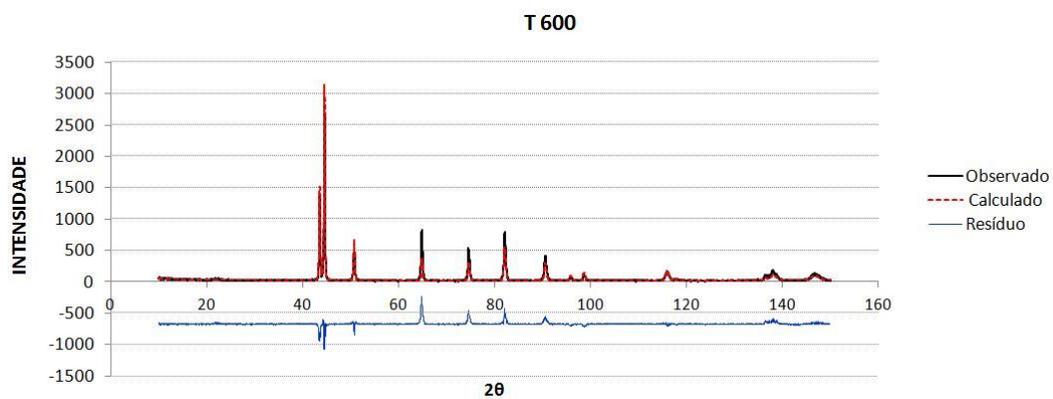
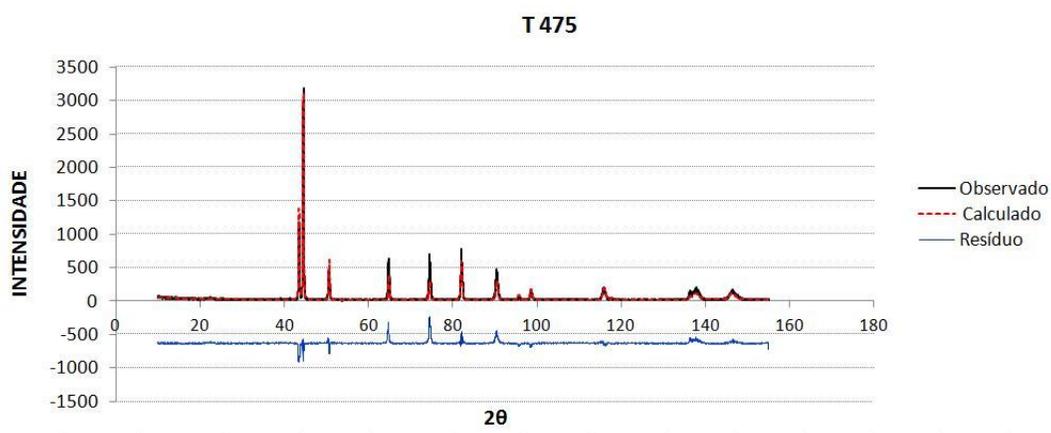
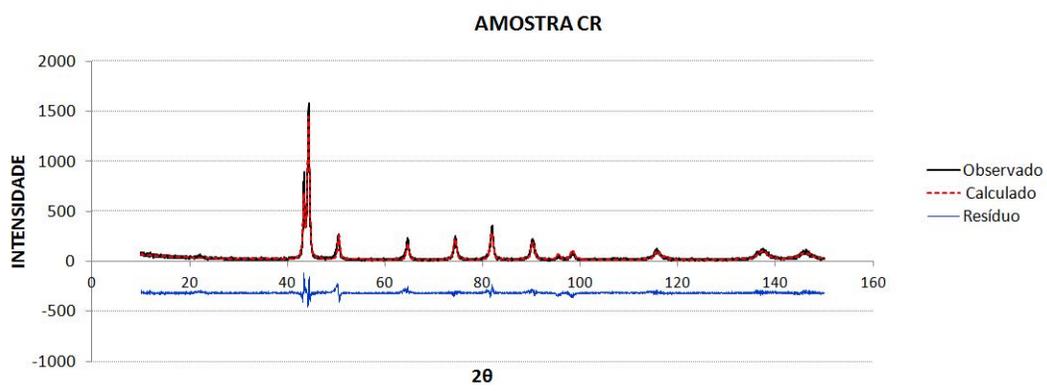
Resultados obtidos através de refinamento dos perfis das amostras tratadas termicamente e na condição como recebida

Tabela 13 - Parâmetros ajustados refinamento de Rietveld das amostras tratadas termicamente e na condição como recebida

Amostra	CR		T 475		T 600		T 750		CeO ₂ (padrão)
Qualidade da função de perfil ajustada									
R _p	0.1562		0.2327		0.229		0.2773		0.185
R _{wp}	0.2054		0.292		0.2779		0.3272		0.2604
χ ²	1.895		3.857		3.503		4.397		2.092
Parâmetros da função de refino									
Fase	γ	α	γ	α	γ	α	γ	α	
GU	471.94	486.212	188.528	214.537	160.734	233.643	75.4042	75.7599	7.1896
GV	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-15.6452	-2.5138	-15.6452
GW	17.1034	103.492	31.3572	17.1034	34.58	19.348	27.8185	36.4614	17.1034
LX	29.0856	23.0536	7.87037	4.57528	8.57566	5.73226	4.18732	4.28237	2.42612
LY	8.33822	8.50496	2.48018	1.6562	2.03392	1.94773	1.24503	1.24503	1.24503
GP	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Características das Fases									
G. Espac.	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
P. Rede	3.6044(2)	2.8769(2)	3.6009(2)	2.8750 (1)	3.5969(2)	2.8741(1)	3.59564(9)	2.8737(1)	5.41024(2)
Volume (A)	46.828(7)	23.811(4)	46.689 (6)	23.764 (3)	46.537 (6)	23.742 (3)	46.487 (4)	23.731 (3)	158.361(2)
Wt%	43.5(2)	56.5(1)	43.3 (2)	56.7 (2)	43.5 (2)	56.5(2)	46.487 (4)	23.731 (3)	-
Fat. Escala	14.2(1)	35.0(2)	11.4 (1)	28.5 (2)	13.2 (1)	32.6 (2)	14.7 (1)	15.2 (2)	2.80(1)
Parâmetros Térmicos									
U _{iso} (C)	0.025		0.8		0.8		0.8		-
U _{iso} (Fe)	0.00006	0.008959	0.00164	0.00235	0.00295	0.00180	0.00323	0.00586	-
U _{iso} (Ce)	-	-							0.000734
U _{iso} (O)	-	-							0.009605
Absorção									
AB1	0.156019		-		-				-
AB2	0.0205808		-		-				-

APÊNDICE C

Ajuste dos perfis de difração através do refinamento de Rietveld.



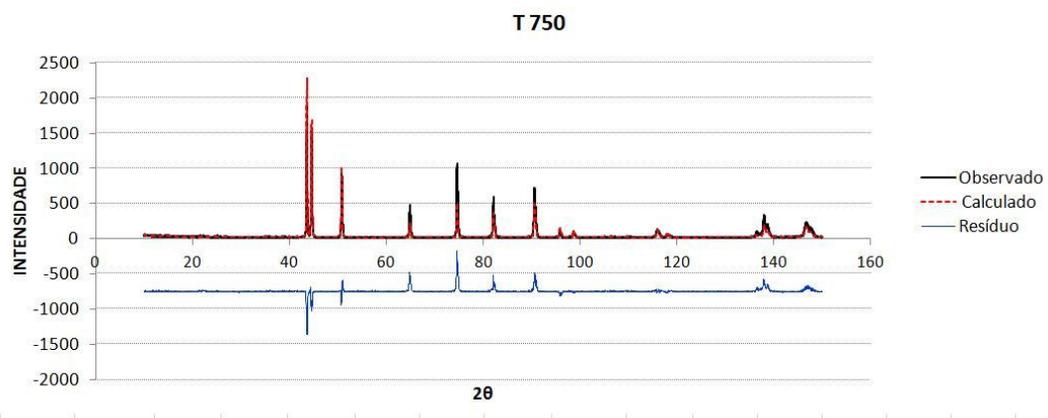


Figura 66 - Ajuste dos difratogramas das amostras não soldadas. Comparação entre o padrão calculado (vermelho) e o observado (preto). Radiação de Cobre $\langle \bar{\lambda} \rangle = 0.1542 \text{ nm}$.

APÊNDICE D

Tensão residual média das fases austenita e ferrita das diversas posições analisadas nas amostras soldadas

Tabela 14 - Tensão residual total das amostras soldadas e soldadas com posterior tratamento térmico. Fase Austenita.

Região da amostra (mm)	Tensão Residual medida na fase Austenita (MPa)															
	TA		TAN		TA 4		TAN 4		TA 6		TAN 6		TA 7		TAN 7	
	σ_ϕ	Incerteza	σ_ϕ	Incerteza	σ_ϕ	Incerteza	σ_ϕ	Incerteza	σ_ϕ	Incerteza	σ_ϕ	Incerteza	σ_ϕ	Incerteza	σ_ϕ	Incerteza
24	-263	16	-156	17	-44	21	-63	3	131	7	125	11	74	23	82	11
14	-153	12	-73	17	57	18	-10	13	189	15	148	15	127	16	107	9
10	21	20	-40	7	96	32	39	3	161	18	31	69	142	16	173	25
8,5	-3	6	39	10	192	30	75	12	116	12	243	40	189	35	150	21
5,5	250	25	265	8	336	35	272	5	176	11	123	12	188	16	135	7
3,5	447	21	220	41	580	15	392	27	420	38	518	67	164	15	-10	43
0	181	47	443	133	276	51	494	160	169	210	196	12	157	32	81	75

Tabela 15 - Tensão residual total das amostras soldadas e soldadas com posterior tratamento térmico. Fase Ferrita

Região da amostra (mm)	Tensão Residual medida na fase Ferrita (MPa)															
	TA		TAN		TA 4		TAN 4		TA 6		TAN 6		TA 7		TAN 7	
	σ_ϕ	Incert.	σ_ϕ	Incert.	σ_ϕ	Incert.	σ_ϕ	Incert.	σ_ϕ	Incert.	σ_ϕ	Inc.	σ_ϕ	Incert.	σ_ϕ	Incert.
19,5	-192	17	-194	22	-162	20	-204	26	-261	9	-314	19	-254	12	-200	17
17,5	-223	17	-225	17	-194	27	-195	26	-278	13	-321	15	-280	11	-206	9
15,5	-208	21	-196	15	-162	31	-204	27	-271	18	-314	14	-282	7	-223	17
13,5	-196	23	-195	26	67	21	-193	26	-258	13	-289	10	-255	22	-209	21
11,5	-174	24	-151	20	-124	18	-152	20	-262	7	-304	14	-284	12	-238	22
9,5	-156	21	-124	11	-147	25	-108	39	-285	17	-296	4	-260	11	-260	32
7,5	-152	23	-116	18	-142	17	-109	14	-286	14	-287	4	-290	9	-258	19
5,5	-144	4	14	126	-256	7	-106	10	-272	10	-301	8	-128	150	-214	12
3,5	-326	138	15	125	-363	9	-122	4	-317	146	-299	97	-217	82	223	55
0	16	169	825	256	-234	50	268	489	115	467	-143	496	171	162		