

# REDEMAT

REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

**UFOP - UEMG** 

# Dissertação de Mestrado



"Influência de Tratamentos Térmicos de Recozimento na Precipitação de Fase Sigma e nas Propriedades Mecânicas de um Aço Inoxidável Duplex UNS S31803"



**Autora: Maria Amélia Martins** 

Orientador: Prof. Dr. Geraldo Lúcio de Faria

Coorientador: Dr. Tarcísio Reis de Oliveira

Julho de 2017



### Maria Amélia Martins

"Influência de Tratamentos Térmicos de Recozimento na Precipitação de Fase Sigma e nas Propriedades Mecânicas de um Aço Inoxidável Duplex UNS S31803"

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da REDEMAT, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Análise e Seleção de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Geraldo Lúcio de Faria

CoOrientador: Dr. Tarcísio Reis de Oliveira

M386i

Martins, Maria Amélia.

Influência de tratamentos térmicos de recozimento na precipitação de fase sigma e nas propriedades mecânicas de um aço inoxidável duplex UNS \$31803 [manuscrito] / Maria Amélia Martins. - 2017.

80f.: il.: color; grafs; tabs.

Orientador: Prof. Dr. Geraldo Lúcio de Faria.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto. Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação. REDEMAT. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais.

Area de Concentração: Análise e Seleção de Materiais.

Aço inoxidável. 2. Aço - Corrosão. 3. Resistência de materiais. I. Faria, Geraldo Lúcio de. II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Titulo.

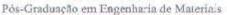
CDU: 620

Catalogação: www.sisbin.ufop.br



# REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

UFOP - UEMG





# "Influência de tratamentos térmicos de recozimento na precipitação de fase sigma e nas propriedades mecânicas de um aço inoxidável duplex UNS S31803"

Autor: Maria Amélia Martins

Dissertação defendida e aprovada, em 14 de julho de 2017, pela banca examinadora constituída pelos professores:

Prof. Gerando Lúcio de Faria (Doutor) - Orientador
Universidade Federal de Ouro Preto

Pso. Geovane Martins de Castro (Doutor)
Aperam South America

Prof. Luiz Cláudio Cândido (Doutor)
Universidade Federal de Ouro Preto

Aperam De Luiz Cláudio Candido (Doutor)
Universidade Federal de Ouro Preto

Aperam South America

#### **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente, agradeço a Deus, por sempre me guiar pelos melhores caminhos.

A minha família pelo apoio. Em especial a minha mãe, que mesmo não estando presente fisicamente, está sempre comigo me dando forças para seguir em frente. A tia Dorinha, por toda dedicação e esforço para a realização dos meus sonhos. A minha avó e ao tio Tatá pelo cuidado. E ao meu pai, pelo carinho. Se cheguei até aqui foi graças a vocês.

Ao meu namorado Leandro, por todo carinho, suporte, incentivo, compreensão e contribuição. Você foi fundamental na execução deste projeto.

Ao meu orientador Prof. Dr. Geraldo Lúcio, pela paciência e ensinamentos transmitidos. Foi uma honra tê-lo como orientador.

Ao Dr. Tarcísio Oliveira, pela orientação, confiança e oportunidade.

Ao Dr. Marco Antônio da Cunha, pelo auxílio e disponibilidade.

Aos pesquisadores MSc. Hélio Alves e MSc. Ricardo Costa pelas sugestões e contribuições. Ao Cláudio Alcântara pela ajuda.

A toda equipe do Centro de Pesquisa da Aperam South America pela colaboração. Em especial aos técnicos: Hamlet, Robson, Michella, Marília, Luciana e Rodrigo.

A Fundação Gorceix pelo suporte financeiro.

E finalmente, a todos que direta ou indiretamente auxiliaram na realização deste trabalho.



# SUMÁRIO

Lis	sta d	de Fi	guras	vii
Lis	sta d	de Ta	belas	x
Lis	sta d	de No	otações	xi
RE	SU	JMO.		xii
ΑE	3ST	RAC	Т	xiii
1.	IN	NTRO	DDUÇÃO	14
2.	С	BJE	TIVOS	15
	2.1	Ob	jetivo Geral	15
	2.2	Ob	jetivos Específicos	15
3.	R	EVIS	ÃO BIBLIOGRÁFICA	16
	3.1	Αç	os inoxidáveis	16
	3.2	Αç	os inoxidáveis duplex	17
	3	.2.1	O papel dos elementos de liga nos aços inoxidáveis duplex	20
	3	.2.2	Microestrutura	22
	3	.2.3	Fases Deletérias	24
		.2.4 noxida	Comportamento mecânico e mecanismos de fratura dos áveis duplex	-
	3	.2.5	Métodos para avaliação das propriedades mecânicas	30
	3.3	Ro	ota de fabricação típica dos AIDs	31
	3	.3.1	Laminação a quente	32
	3	.3.2	Laminação a frio	33
	3.4	Tra	atamentos térmicos posteriores a laminação	34
	3	.4.1	Tratamento térmico de solubilização e recozimento	34
4.	M	1ATE	RIAIS E MÉTODOS	36
	4.1	Ma	aterial	36
	4.2	Tra	atamentos térmicos realizados em laboratório	36

	4.	.3	Cai	racterização microestrutural e mecânica	38
		4.3	3.1	Preparação metalográfica	38
		4.3	3.2	Microscopia óptica (MO)	39
		4.3	3.3	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	40
		4.3	3.4	Ensaios Mecânicos	40
5		RE	SUL	TADOS E DISCUSSÃO	43
	5.	.1	Am	ostra laminada a quente e amostra solubilizada	43
		5.1	.1	Microestrutura	43
		5.1	.2	Ensaio de tração	46
	5.	.2	Cai	racterização microestrutural e de propriedades mecânicas	das
	aı	mos	stras	recozidas	48
		5.2	2.1	Caracterização microestrutural das amostras recozidas	48
		5.2	2.2	Quantificação das fases	50
		5.2	2.3	Ensaios de tração	56
		5.2	2.4	Ensaio de impacto (Charpy-V)	61
6		CC	NCI	LUSÕES	72
		•	Ma	terial laminado a quente e material solubilizado	72
		•	Ma	terial recozido (800, 850 e 900°C)	72
7		SU	IGES	STÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	75
8		RF	FFF	RÊNCIAS BIBI IOGRÁFICAS	. 76

# Lista de Figuras

Figura 3.1 - Microestrutura típica de um aço inoxidável duplex UNS S31803. A
parte clara representa a fase austenita e a escura a ferrita [10] – Ataque
Behara17
Figura 3.2 – Fração de fases em função da temperatura para o UNS S31803
[12]
Figura 3.3 - Mudança de estrutura CCC para CFC com adição de níquel [14]. 21
Figura 3.4- Variações da estrutura com o aumento da quantidade de níquel. A
esquerda um aço inoxidável ferrítico, no centro um duplex e a direita um aço
austeníticos [14]22
Figura 3.5 - Corte do diagrama de fase ternário Fe-Cr-Ni com 68% de ferro [14].
Figura 3.6 - Diagrama de precipitação isotérmico para o aço inoxidável duplex
2205, recozido a 1050°C [14]26
Figura 3.7 - Fração volumétrica de partículas de fase sigma em função da
temperatura e tempo de encharque durante um tratamento térmico isotérmico
[23]
Figura 3.8 - Microestrutura de uma amostra de AID 2205 envelhecida a 850°C
por 40 minutos, mostrando precipitação da fase sigma (flechas) nos contornos
de grão austenita/ferrita. A fase ferrita (F) parece mais escura que a fase
austenita (A) [14]28
Figura 3.9 - Esquema da laminação a quente típica de aços inoxidáveis duplex
[12]
Figura 3.10 - Desenho esquemático de um laminador Sendzimir utilizado na
laminação a frio de aços inoxidáveis duplex [32]34
Figura 3.11 - Esquema de um ciclo de recozimento contínuo em escala
industrial para um aço inoxidável duplex [12]35
Figura 4.1 - Curvas de aquecimento e resfriamento dos tratamentos térmicos
realizados para o aço AID UNS S31803 com 5,0mm de espessura 38
Figura 4.2 - Dimensões do corpo de prova para ensaio de tração [28] 41
Figura 4.3 - Dimensões e posição do entalhe do corpo de prova para o ensaio
de impacto Charpy-V [29]42

Figura 5.1 - Microestrutura das amostras laminada a quente e solubilizada -
Ataque Behara
Figura 5.2 - Microestrutura das amostras laminada a quente e solubilizada -
Ataque KOH44
Figura 5.3 - Micropurezas das amostras laminada a quente e solubilizada 46
Figura 5.4 - Número de partículas encontradas na análise realizada por MEV-
EDS para as amostras laminadas a quente e solubilizada
Figura 5.5 - Gráfico tensão versus deformação da amostra laminada a quente e
da amostra solubilizada48
Figura 5.6 - Microestruturas do AID UNS S31803 nas diferentes condições de
recozimento – Ataque Behara49
Figura 5.7 - Microestrutura do AID UNS S31803 com presença de fase sigma
(σ) nas diferentes condições de recozimento – Ataque KOH 50
Figura 5.8 - Fração de fases primárias medidas no microscópio óptico 51
Figura 5.9 - Frações de fases primárias medidos no EBSD-MEV 52
Figura 5.10 - Mapa de fases obtido por meio da análise realizada por EBSD-
MEV para o recozimento realizado a 800°C com 10 minutos de tratamento 53
Figura 5.11 - Frações de fase sigma medidas por MO para as diferentes
temperaturas e tempos de recozimento55
Figura 5.12 - Frações de fase sigma medida por EBSD-MEV para as diferentes
temperaturas e tempos de recozimento55
Figura 5.13 – Evolução da fração de fase sigma medida no MO e sua relação
com os valores de limite de resistência a tração58
Figura 5.14 - Evolução da fração de fase sigma medida no EBSD-MEV e sua
relação com os valores de limite de resistência a tração58
Figura 5.15 - Relação entre a precipitação de fase sigma nas diferentes
condições de recozimento, medidas no MO, e os valores de limite de
resistência59
Figura 5.16 - Relação entre a precipitação de fase sigma nas diferentes
condições de recozimento, medidas no EBSD-MEV, e os valores de limite de
resistência60
Figura 5.17 - Valores de resiliência e tenacidade obtidos através da integração
da área abaixo da curva dos gráficos tensão versus deformação61

Figura 5.18 - Resultados dos ensaios de impacto das amostras recozidas a
800°C por 2, 5 e 10 minutos62
Figura 5.19 - Resultados dos ensaios de impacto das amostras recozidas a
850°C por 2, 5 e 10 minutos
Figura 5.20 - Resultados dos ensaios de impacto das amostras recozidas a
900°C por 2, 5 e 10 minutos64
Figura 5.21 - Relação entre as frações de fase sigma obtidas por MO e EBSD-
MEV com os resultados do ensaio de impacto65
Figura 5.22 – Relação entre a precipitação de fase sigma nas diferentes
condições de recozimento, medidas no EBSD-MEV, e os valores de energia de
impacto obtidos a -40°C66
Figura 5.23 - Valores de tenacidade ao impacto realizado a -40°C e sua
comparação com o valor mínimo exigido pela norma ASTM A923 67
Figura 5.24 - Relação entre os valores do ensaio de impacto a 25 e 50°C das
amostras recozidas a 800°C com 2, 5 e 10 minutos de encharque com as
respectivas frações de fase sigma medidas pelo EBSD-MEV
Figura 5.25 - Relação entre os valores do ensaio de impacto a 25 e 50°C das
amostras recozidas a 850°C com 2, 5 e 10 minutos de encharque com as
respectivas frações de fase sigma medidas pelo EBSD-MEV
Figura 5.26 – Relação entre os valores do ensaio de impacto a 25 e 50°C das
amostras recozidas a 900°C com 2, 5 e 10 minutos de encharque com as
respectivas frações de fase sigma medidas pelo EBSD-MEV
Figura 5.27 - Curvas de transição dúctil-frágil das amostras recozidas a 800,
850 e 900°C com 2, 5 e 10 minutos de encharque

# Lista de Tabelas

Tabela 3.1 - Composição química do AID 2205 e fases presentes a 650°C, no
equilíbrio [17]24
Tabela 3.2 - Tipos de estruturas e parâmetros de rede das fases presentes nos
AID [18]24
Tabela 4.1 - Faixa de composição química (% em peso) do AID UNS S31803
baseada na norma ASTM A-240 [34]36
Tabela 4.2 - Combinações de temperaturas e tempos de tratamento térmico de
recozimento isotérmico
Tabela 5.1 - Medidas da espessura média de lamelas de ferrita ( $lpha$ ) e austenita
(γ)45
Tabela 5.2 - Resultados da quantificação das fases primárias no MO 45
Tabela 5.3 - Resultados do ensaio de tração da amostra laminada a quente
(EE) e solubilizada (SOL), realizados no sentido longitudinal47
Tabela 5.4 - Resultados do ensaio de tração das amostras recozidas 56

#### Lista de Notações

- AID Aço inoxidável duplex
- CCC Estrutura cúbica de corpo centrado
- CFC Estrutura cúbica de face centrada
- γ Austenita
- α Ferrita alfa
- δ Ferrita delta
- $\sigma$  Fase sigma
- χ Fase chi
- BQ Bobina laminada a quente
- EE Estado de entrega
- SOL Solubilizada
- MO Microscópio óptico
- MEV Microscópio eletrônico de varredura
- EDS Espectroscopia por dispersão de energia de raios-X
- EBSD Difração de elétrons retroespalhados
- ASTM American Society for Testing and Materials
- LR Limite de resistência
- LE Limite de escoamento
- AT Alongamento total
- DL Direção de laminação
- TTDF Temperatura de transição dúctil-frágil

#### **RESUMO**

Os aços inoxidáveis duplex (AID) possuem uma estrutura austeno-ferrítica de aproximadamente 50% de cada uma dessas fases, tal característica confere aos AID propriedades mecânicas superiores aos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos e elevada resistência à corrosão. Esses aços possuem adições significativas de elementos de liga, que são os responsáveis pelo correto balanceamento das fases e asseguram as propriedades desejadas. Por outro lado, estes mesmos elementos, podem acelerar a cinética de precipitação de compostos intermetálicos indesejáveis, principalmente as fases sigma (σ) e chi (χ). A precipitação destas fases pode fragilizar o material e comprometer a resistência à corrosão. Neste trabalho foi realizado um estudo sobre a influência de diferentes frações de fase sigma, na microestrutura e nas propriedades mecânicas de um AID UNS S31803. Foram realizados nove tratamentos térmicos de recozimento variando tempo e temperatura para a precipitação de fase sigma. A caracterização microestrutural foi realizada por meio de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Ensaios de tração e de impacto (Charpy-V) foram realizados para avaliar o efeito da fase sigma nas propriedades mecânicas. Os ensaios de impacto foram feitos em cinco temperaturas diferentes (-80, -40, 25, 50 e 100°C) nas nove amostras tratadas termicamente para a formação de fase sigma. A fração máxima de fase sigma detectada foi de aproximadamente 4% nas condições estudadas. Por outro lado, observou-se que o limite de resistência a tração, apresentou um comportamento linear crescente com o aumento das frações de fase sigma encontradas. Os demais, parâmetros como limite de escoamento e alongamento não apresentaram correlação com a quantidade de fase sigma nas condições investigadas. Os resultados dos ensaios de impacto mostraram que as frações de fase sigma precipitadas neste estudo não influenciaram diretamente a tenacidade ao impacto do material.

Palavras-chave: Aço inoxidável duplex; Fase sigma; Propriedades mecânicas.

#### **ABSTRACT**

The duplex stainless steel (DSS) has an austenite-ferrite microstructure composed by about 50% of each phase, such characteristic gives to the DSS highly mechanicals properties comparing to the ferritic and austenitic stainless steel and highly corrosion resistance under strain. These steels have significant alloying elements additions which are responsible for the appropriate phase balance and also ensure the desirable properties. On the other hand, such elements could accelerate the precipitation kinetics mainly sigma ( $\sigma$ ) and chi ( $\gamma$ ) phases. The precipitation of these secondary phases could make the material brittle and affect corrosion resistance. In this project, a study regarding the influence of sigma phase precipitated through heat treatment processes and its effects on the mechanical properties were investigated. Heat treatments of initial annealing varying time and temperature were performed in order to precipitate sigma phase. The microstructural was characterized through optical microscopy (OM) and scanning electron microscope (SEM). Tensile tests and impact tests (Charpy-V) were performed to evaluate the effect of sigma phase on the mechanicals properties. The impact tests have been conducted at five temperatures (-80, -40, 25, 50 and 100°C) and under nine different annealing conditions. The tensile tests have shown a linear behavior of ultimate tensile strength when the fraction of sigma phase increases. On the other hand, other mechanical parameters such as yield strength and elongation had not shown correlation with the sigma phase precipitated. In impact tests, influence of different fraction of sigma phase it wasn't observed on the toughness. Moreover, the results of impact tests have showed that the precipitated fractions of sigma phase are did not directly influence impact toughness of the annealed material.

Key-words: Duplex Stainless Steels; Sigma phase; Mechanical Properties.

# 1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex (AID) surgiram na década de 30 e tiveram seu uso comercial iniciado de forma massiva na década de 70, período no qual os AID sofreram grande evolução tecnológica em sua fabricação. Estes aços vêm se apresentando como uma excelente alternativa para aplicações em que elevada resistência à corrosão e alta resistência mecânica são requeridas [1]. As principais aplicações dos AID estão concentradas no setor de óleo e gás, na forma de tubos flexíveis que são utilizados para extração de petróleo, sendo fundamental o estudo destes aços para o desenvolvimento deste setor.

Os AID requerem um cuidado especial no processamento, devido às fases intermetálicas que podem precipitar e prejudicar a performance do material. Como essas fases se formam geralmente em baixas temperaturas, sua aplicação fica limitada a temperaturas abaixo de  $300^{\circ}$ C. A fase intermetálica sigma ( $\sigma$ ), estudada neste trabalho precipita na faixa de temperatura entre 650 e  $950^{\circ}$ C, é rica em cromo e pode causar fragilização mecânica [2], além de deteriorar a resistência à corrosão [3]. Os AID com elevada adição de cromo e molibdênio são mais propensos à precipitação de fase sigma, uma vez que esses elementos aceleram a cinética de precipitação desta fase. Desta forma, a precipitação de fase sigma é mais crítica para o aço UNS S31803 (2205) do que para o UNS S32304 (2304). Embora a sigma seja a fase intermetálica mais crítica para as propriedades mecânicas, outras fases minoritárias também podem precipitar a baixas temperaturas, como a fase chi ( $\chi$ ), carbonetos, nitretos e alfa linha ( $\alpha$ ') [2].

A formação de fase sigma pode ser controlada por meio da aplicação de um correto processamento termomecânico, evitando assim que as propriedades mecânicas desejadas nos AID sejam prejudicadas. Porém, nos processos industriais, alterações no processamento do aço podem ocorrer, podendo levar à formação de fase sigma. Tendo em vista a possibilidade de tais problemas ocorrerem, este estudo avaliou a influência de diferentes frações de fase sigma, realizando tratamentos térmicos baseados nas condições industriais, nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex UNS S31803.

#### 2. OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo Geral

Avaliar a influência de diferentes tratamentos térmicos de recozimento sobre as frações de fase sigma e as propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex UNS S31803.

# 2.2 Objetivos Específicos

- 1- Realizar tratamentos térmicos de recozimento, em diferentes temperaturas e em diferentes intervalos de tempo, para promover a precipitação de fase sigma no aço inoxidável duplex UNS S31803;
- 2- Estudar a influência dessas frações de fase sigma na microestrutura e nas propriedades mecânicas medidas nos ensaios de tração uniaxial e impacto Charpy-V;
- 3- Investigar a relação das frações de fase sigma precipitadas nos tratamentos térmicos na tenacidade e na temperatura de transição dúctil-frágil.

#### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Aços inoxidáveis

Os aços inoxidáveis são uma grande classe especial de aços alta liga que cobrem uma vasta faixa de aplicações, cada qual com uma determinada combinação de resistência à corrosão e à oxidação, propriedades mecânicas e outras qualidades. Classicamente, os aços inoxidáveis são definidos por apresentarem 10,5% (em massa) ou mais de cromo [2], esse elemento está associado ao fenômeno da passivação, que é a formação de camadas de óxidos mistos na superfície do material que o protegem quanto à corrosão em determinados ambientes. A formação ou não dessa camada, sua permeabilidade e sua taxa de dissolução no meio corrosivo controlarão a resistência à corrosão do material [3].

Elementos de liga como: níquel (Ni), molibdênio (Mo), nitrogênio (N), manganês (Mn) e outros, são comumente adicionados aos AID para desenvolver alguma característica específica para uma determinada aplicação requerida nos complexos processos industriais de setores como: óleo e gás, químico, transporte, alimentício, farmacêutico, energético, entre outros. Essas adições e as mudanças nos processos de fabricação alteram a nano e a micro estrutura, impactando fortemente nas características do material, podendo aprimorar as propriedades já consagradas, ou mesmo desenvolver outras propriedades inéditas [1].

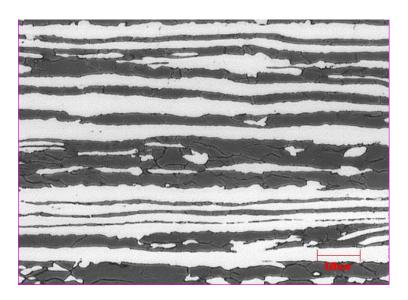
As mais comuns composições químicas dos aços inoxidáveis foram descobertas, acidentalmente, no começo do século XX [4,5]. A partir desses estudos, foram avaliados os efeitos de diversos elementos de liga, elementos residuais e novas composições vêm sendo desenvolvidas desde então, com base nos resultados obtidos dessas pesquisas. Os efeitos dos diversos elementos de liga sobre a microestrutura dos aços inoxidáveis podem ser investigados previamente a partir dos diagramas de equilíbrio de fases. Por outro lado, em oposição ao desenvolvimento através de tentativa e erro, a integração de técnicas que envolvem vários efeitos de múltiplos elementos presentes no material sob a influência dos parâmetros de fabricação e de

engenharia tem sido associadas à disciplinas tal como: ICME - Integrated Computational Materials Engineering. A aplicação dessa abordagem com avançadas experiências de caracterização, tem aumentado a precisão do desenvolvimento, reduzido o custo e acelerado a inserção de novos materiais no mercado.

Uma vez que essas estruturas têm efeito dominante sobre as propriedades, os aços inoxidáveis são classificados com base em seus aspectos microestruturais à temperatura ambiente sendo classificados em cinco principais categorias [6]: martensíticos, ferríticos, austeníticos, endurecíveis por precipitação e os duplex.

#### 3.2 Aços inoxidáveis duplex

Os AID vêm se apresentando como uma excelente alternativa para aplicações em que elevada resistência à corrosão e alta resistência mecânica são requeridas. Sua microestrutura é caracterizada por apresentar duas fases majoritárias: austenita e ferrita em proporções aproximadamente iguais [7,8,9], como mostrado na Figura 3.1.



**Figura 3.1 -** Microestrutura típica de um aço inoxidável duplex UNS S31803. A parte clara representa a fase austenita e a escura a ferrita [10] – Ataque Behara.

Esses materiais caracterizam-se pela combinação adequada das propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos, têm alta resistência mecânica, boa tenacidade, resistência à corrosão elevada em meios agressivos, excelente resistência à corrosão sob tensão e à fadiga. Essas características são alcançadas, pela adição de elementos de liga em relação aos demais aços inoxidáveis. Enquanto o cromo e o molibdênio aprimoram a resistência à corrosão, o nitrogênio como soluto intersticial e com seu grande efeito sobre o equilíbrio ferrita-austenita, apresenta um efeito favorável sobre a resistência mecânica. Alterações de composições químicas como essas, elevam a estabilidade da fase sigma e viabilizam o surgimento de algumas outras fases secundárias intermetálicas [11]. Tradicionalmente, o processo de fabricação desse material foca basicamente em obter uma correta composição química de elementos de liga metálicos e posteriormente ajustar o teor de solutos intersticiais para se obter a microestrutura desejada.

Além dos procedimentos para evitar a precipitação de carbonetos, os AID demandam atenção especial devido ao potencial de precipitação de fases intermetálicas, como sigma  $(\sigma)$  e chi  $(\chi)$ , que podem causar fragilização mecânica e comprometer outras diversas propriedades do aço [7], pois o elevado teor de elementos de liga estabiliza essas fases e acelera a cinética de precipitação. Sendo assim, evitar a precipitação desses compostos é um desafio fundamental, especialmente no desenvolvimento de materiais que serão posteriormente soldados. Por esse motivo, materiais para essas aplicações são controlados por normas internacionais rigorosas. A Figura 3.2 apresenta as frações das fases presentes em um AID UNS S31803 em função da temperatura em um diagrama de equilíbrio calculado usando o software ThermoCalc [12]. Uma aplicação clássica do benefício do uso dos AID é em equipamentos de processos empregados em plataformas semissubmersíveis de extração de petróleo em águas profundas. Variáveis como o peso e dimensão desses equipamentos sobre a plataforma são críticas e definem as condições de flutuabilidade [1]. Como os AID têm resistência à corrosão superior ou igual aos melhores aços austeníticos [8] e possuem limite de escoamento duas ou mais vezes superior, uma significativa redução de

espessura da parede de equipamentos pode ser conseguida, implicando em economia na fabricação da plataforma [13].

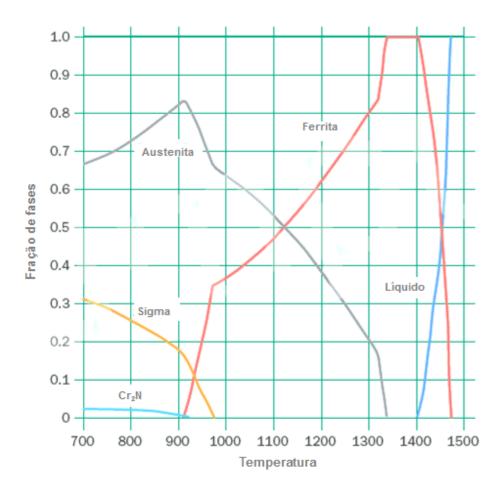


Figura 3.2 - Fração de fases em função da temperatura para o UNS S31803 [12].

O desenvolvimento e a aplicação dos aços inoxidáveis duplex é uma tarefa envolve várias considerações relevantes. Assim, complexa que desenvolvedores de AID, tradicionalmente, estabelecem a concentração de nitrogênio e ajustam o restante da composição do material visando: i) proximidade das frações de austenita e ferrita na temperatura de solubilização, controlando principalmente cromo, níquel e seus equivalentes; ii) resistência à corrosão, ajustando além de cromo e níquel, o molibdênio; iii) dissolução das fases intermetálicas à temperatura de solubilização, característica influenciada principalmente por cromo, molibdênio e níquel. Tal procedimento iterativo vem conduzindo ao desenvolvimento de ligas cada vez mais sofisticadas [1]. Os AID, como o UNS S32304, conhecidos como lean duplex, têm baixo ou nenhum teor de molibdênio e na realidade podem ser compreendidos como modificações da composição química clássica dos aços inoxidáveis austeníticos, com o objetivo de aumentar a resistência à corrosão sob tensão e alcançar melhores propriedades mecânicas.

Os AID são uma família de aços, que variam em desempenho frente à corrosão, dependendo da composição química. Os AID mais modernos podem ser divididos em cinco grupos [14]:

- Lean Duplex como o 2304 (UNS S32304), que não contém adição de molibdênio;
- Duplex padrão como o 2205 (UNS S31803), que são os mais fabricados;
- Duplex 25 Cr como a liga 255 com PRE<sub>N</sub> (Índice de Resistência a Corrosão por Pites) inferior a 40;
- Super Duplex (PRE<sub>N</sub> 40-45), com 25-26 Cr e mais Mo e N, comparado com os tipos 25 Cr, como o 2507;
- Hiper Duplex, definido como um AID de alta liga com PRE<sub>N</sub> acima de 45.

# 3.2.1 O papel dos elementos de liga nos aços inoxidáveis duplex

Os elementos de liga nos AID são de extrema importância. Eles são os responsáveis pelo correto balanceamento das fases e, juntamente com a microestrutura, por conferir as boas propriedades encontradas nestes aços. A seguir é apresentada uma abordagem mais detalhada para os principais elementos de liga adicionados aos AID.

Cromo (Cr) – É o elemento que confere aos aços inoxidáveis sua principal característica que é a resistência à corrosão. É um elemento estabilizador da ferrita e grandes adições favorecem a formação de fases intermetálicas. Combinado com molibdênio melhora a resistência a corrosão localizada e uniforme. Aumenta a resistência à oxidação em temperaturas elevadas [14].

**Molibdênio (Mo)** – É estabilizador da ferrita. Acelera a cinética de precipitação de compostos intermetálicos. Para teores de cromo acima de 18%, adições de molibdênio tornam-se três vezes mais efetivas do que adições de cromo em relação à corrosão por pites e por frestas em meios contendo cloretos [14].

Carbono (C) – É um elemento estabilizador da austenita. Em teores elevados pode ter efeito indesejado ao remover outros elementos em solução sólida, formando carbonetos e carbonitretos de cromo, os quais originam regiões vizinhas empobrecidas de cromo, fenômeno conhecido como sensitização. Deve ser mantido em baixos teores (0,015-0,020%) [15].

**Nitrogênio (N)** – Estabiliza a austenita. Aumenta a resistência à corrosão por pites e por frestas [16] e a resistência mecânica, devido o endurecimento por solução sólida. Compensa a tendência de formar fase sigma quando se tem elevados teores de Cr e Mo.

Níquel (Ni) – É estabilizador da austenita e abaixa a temperatura de transformação da estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) para a estrutura cúbica de face centrada (CFC) (Figuras 3.3 e 3.4). Os aços inoxidáveis ferríticos contêm pouco ou nenhum Ni. Os AID contêm de baixa a média quantidade de Ni (1,5 a 7%), e os aços inoxidáveis austeníticos da série 300 contém pelo menos 6% Ni. A adição de Ni retarda a formação de fases intermetálicas prejudiciais nos aços inoxidáveis austeníticos, mas é menos eficiente que o N para retardar sua formação nos AID [14].

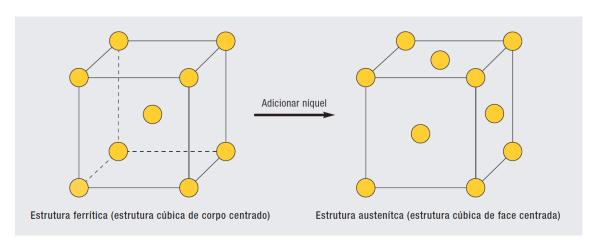
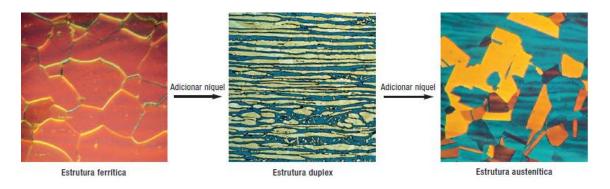


Figura 3.3 - Mudança de estrutura CCC para CFC com adição de níquel [14].



**Figura 3.4-** Variações da estrutura com o aumento da quantidade de níquel. A esquerda um aço inoxidável ferrítico, no centro um duplex e a direita um aço austeníticos [14].

#### 3.2.2 Microestrutura

A maior parte dos AID se solidifica como ferrita ( $\alpha$ ) e a transformação em austenita ( $\gamma$ ) ocorre no resfriamento [2]. Conforme observado no diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni na Figura 3.5, a solidificação se inicia abaixo de 1450°C totalmente como ferrita. Continuando o resfriamento, a austenita inicia sua formação em temperaturas próximas de 1000°C, dependendo da composição química da liga [14].

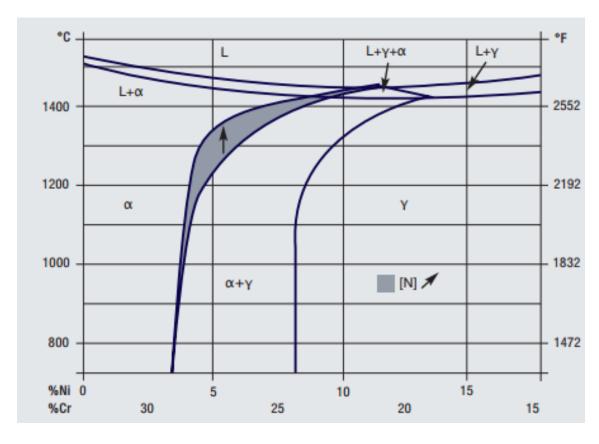


Figura 3.5 - Corte do diagrama de fase ternário Fe-Cr-Ni com 68% de ferro [14].

A precipitação de austenita iniciará na interface  $\alpha/\alpha + \gamma$  e a quantidade de austenita precipitada dependerá da taxa de resfriamento. Quanto menor essa taxa mais austenita será formada [1].

Pequenas mudanças na composição podem ter um efeito significativo sobre a fração volumétrica dessas fases, como indicam as Equações 3.1 de cromo equivalente, 3.2 de níquel equivalente e a Equação 3.3 que calcula a porcentagem de ferrita. As tendências dos elementos individuais para promover a formação da austenita ou ferrita se aplicam relativamente bem aos tipos de aços duplex. O balanço de fases  $\alpha/\gamma$  na microestrutura pode ser previsto com uma regressão linear multivariável como apresentado nas Equações 3.1, 3.2 e 3.3, onde T é a temperatura (em graus Celsius) de recozimento variando de 1050-1150°C e as composições dos elementos em % em peso [14]:

$$Cr_{eq} = %Cr + 1,73 %Si + 0,88 %Mo$$
 (3.1)

$$Ni_{eq} = \%Ni + 24,55 \%C + 21,75 \%N + 0,4 \%Cu$$
 (3.2)

% Ferrita = 
$$-20.93 + 4.01 \text{ Cr}_{eq} - 5.6 \text{ Ni}_{eq} + 0.016 \text{T}$$
(3.3)

O balanço de fases desejado em um AID é atingido principalmente ajustando os teores de cromo, molibdênio, níquel e nitrogênio, e em seguida controlando o processamento termomecânico [14].

#### 3.2.3 Fases Deletérias

Conforme mencionado nas seções anteriores, uma combinação atrativa de resistência à corrosão e propriedades mecânicas nos aços inoxidáveis duplex, pode ser alcançada em uma faixa de temperatura razoavelmente larga. No entanto, pode ser formada uma grande variedade de fases indesejáveis que comprometem o material. As principais fases deletérias são sigma ( $\sigma$ ), chi ( $\chi$ ), decomposição da ferrita em alfa linha ( $\alpha$ ') referente à fragilização a 475°C, carbonetos ( $M_{23}C_6$ ) e nitretos, sendo a fase sigma o foco do presente trabalho. A composição química no equilíbrio de ferrita ( $\alpha$ ), austenita ( $\gamma$ ), sigma ( $\sigma$ ) e chi ( $\chi$ ) no AID 2205 a 650°C é apresentada na Tabela 3.1. Essas composições foram determinadas pelo software de termodinâmica computacional Thermo-Calc [17]. As características cristalográficas de algumas fases que podem precipitar nos AID são apresentadas na Tabela 3.2.

**Tabela 3.1 -** Composição química do AID 2205 e fases presentes a 650°C, no equilíbrio [17].

Fase/Material	Cr	Ni	Мо	Mn
Aço 2205	21,46	5,50	2,98	1,46
α	17,26	2,82	0,91	0,50
γ	14,17	8,37	0,76	2,08
σ	38,76	2,57	5,50	1,57
χ	24,37	2,58	13,13	-

Tabela 3.2 - Tipos de estruturas e parâmetros de rede das fases presentes nos AID [18].

	α	γ	σ	χ	M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>
Estrutura	CCC	CFC	Tetragonal	CCC	CFC
Parâmetro de rede	a=0,2866	a=0,3539	a=0,88 c=0,458	a=0,8920	a=1,0645

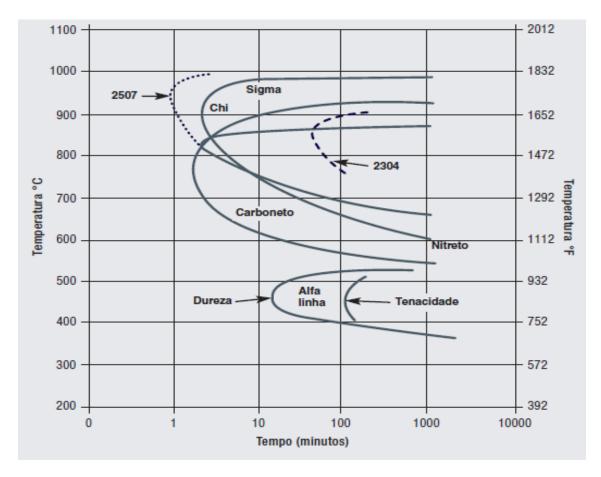
#### **3.2.3.1** Fase sigma

Dentre as fases intermetálicas citadas anteriormente, a fase sigma é a mais frequentemente relatada como causa de problemas industriais. A fase  $\sigma$  é um composto intermetálico presente em diversos sistemas de interesses para aços inoxidáveis (Fe-Cr, Cr-Mn, Mo-Fe, Mo-Mn) [19] e é responsável por degradar as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão [20,21]. Esta fase é estável na faixa de temperatura entre 650°C e 950°C. Sua precipitação ocorre por uma reação de decomposição da ferrita, semelhante a uma reação eutetóide binária  $\alpha \rightarrow \gamma + \sigma$  [22]. A cinética de precipitação de sigma envolve nucleação e crescimento e é controlada por forças de condução termodinâmicas e difusão. A fase sigma tem um elevado teor de Cr e Mo e a partição destes elementos de liga é de extrema importância. A mobilidade desses elementos é maior na ferrita do que na austenita. Por esse motivo, a precipitação da fase sigma ocorre preferencialmente na ferrita.

À medida que a precipitação continua, os elementos estabilizadores da ferrita (Cr e Mo) se difundem a partir da ferrita para a fase sigma, que simultaneamente, causa a transformação da ferrita em austenita. Embora a quantidade de Cr só diminua ligeiramente na ferrita, a redução de Mo é mais pronunciada e o força a se difundir para partes internas da matriz ferrítica. Isto indica que o Mo é o principal elemento que controla a precipitação de fase sigma. A nucleação de sigma ocorre predominantemente nos contornos de grão ferrita-ferrita e ferrita-austenita. Os núcleos, em seguida, crescem dentro dos grãos de ferrita adjacentes [23]. Um estudo de um AID 2205 indicou a seguinte estequiometria para a fase sigma, independente da temperatura:  $(Fe_{0.95}Ni_{0.04}Mn_{0.01})_{0.61}(Cr_{0.88}Mo_{0.09}Si_{0.03})_{0.39}$  [18]. A fase sigma é frequentemente confundida com a fase chi  $(\chi)$ , que tem a composição química muito próxima à composição da fase sigma  $(\sigma)$  e que pode representar um estágio intermediário na formação da fase sigma [11].

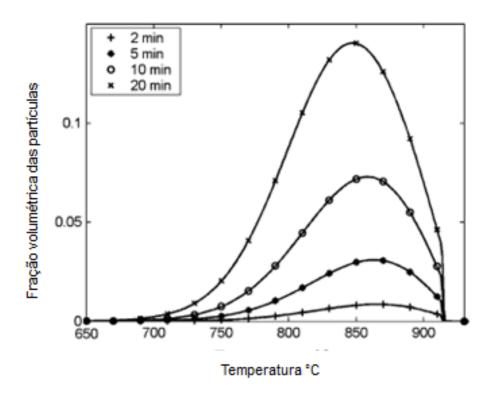
Um diagrama de precipitação isotérmica para os aços inoxidáveis 2304, 2205 e 2507 é apresentado na Figura 3.6. As curvas indicam o tempo necessário, em função da temperatura, para o início da precipitação da fase indicada ( $\sigma$ ,  $\chi$ , carbonetos, nitretos e  $\alpha$ '). As linhas pontilhadas indicam o início da precipitação

de intermetálicos em duas outras composições típicas de aços duplex (2507 e 2304). Os tipos de duplex que têm maior adição de cromo, molibdênio e níquel (2507) terão cinéticas de precipitação de sigma e chi mais rápidas que o 2205. Naqueles com menor teor de liga (2304), os processos serão mais lentos [14].



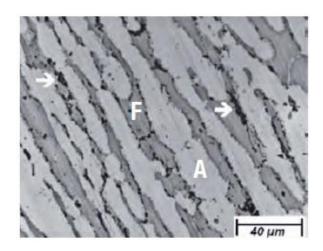
**Figura 3.6 -** Diagrama de precipitação isotérmico para o aço inoxidável duplex 2205, recozido a 1050°C [14].

A fração volumétrica de partículas de sigma precipitadas durante o envelhecimento isotérmico em função da temperatura e do tempo é apresentada na Figura 3.7. No resfriamento a precipitação se inicia próximo de 920°C e o máximo de precipitação de fase sigma é encontrado em torno de 850°C [23].



**Figura 3.7 -** Fração volumétrica de partículas de fase sigma em função da temperatura e tempo de encharque durante um tratamento térmico isotérmico [23].

Devido ao fato da fase sigma precipitar abaixo da temperatura de formação de austenita, durante o resfriamento, o objetivo de evitar a precipitação de fase sigma nos produtos laminados é conseguido através do controle da temperatura e tempo de recozimento e seguido de um resfriamento rápido. A velocidade exigida de resfriamento é elevada, sendo alcançada com o uso de água a temperatura ambiente. A Figura 3.8 apresenta a microestrutura do AID 2205 com precipitação de fase sigma nos contornos de grão austenita/ferrita.



**Figura 3.8 -** Microestrutura de uma amostra de AID 2205 envelhecida a 850°C por 40 minutos, mostrando precipitação da fase sigma (flechas) nos contornos de grão austenita/ferrita. A fase ferrita (F) parece mais escura que a fase austenita (A) [14].

# 3.2.4 Comportamento mecânico e mecanismos de fratura dos aços inoxidáveis duplex

Os aços inoxidáveis duplex apresentam um limite de escoamento cerca de duas a três vezes maiores que os obtidos nos aços austeníticos tipo 304 [7]. As propriedades mecânicas de um AID refletem as propriedades individuais das principalmente fases presentes nele, da fase ferrita. Pois. aproximadamente a mesma porcentagem de elementos intersticiais, os aços inoxidáveis ferríticos apresentam maior resistência ao escoamento se comparado aos austeníticos. A resistência ao escoamento dos AID é maior do que a dos austeníticos e ferríticos, sendo assim, não se pode aplicar as respectivas resistências com base nas frações de ferrita e austenita, quando em aços inoxidáveis monofásicos, para o cálculo da resistência à tração dos AID [24]. Esse fato deve-se à contribuição do menor tamanho de grão da estrutura duplex para o aumento da resistência mecânica, como pode ser visto pela conhecida relação de Hall-Petch.

Além disso, para o limite de resistência, observa-se que ele apresenta uma tendência inversa ao limite de escoamento com relação à porcentagem de ferrita, ou seja, o limite de resistência tende a diminuir com o aumento da fração de ferrita. Esse comportamento pode estar relacionado com o fato de que uma liga contendo uma maior porcentagem de ferrita exibe maior

fragilidade, devido à fratura por clivagem. A fratura por clivagem ocorre quando essa se desenvolve de forma frágil podendo ou não ser precedida por nucleação e propagação parcialmente dúctil. Ela é caracterizada pela pouca deformação plástica e pela ruptura de ligações químicas ao longo de um plano cristalino, preferencialmente de baixa densidade atômica. Essa forma de fratura demanda uma menor quantidade de energia para a sua propagação e tem dessa forma, maior facilidade de se tornar instável e propagar mais rapidamente. A fragilidade torna-se predominante nos casos onde há elevada taxa de carregamento, baixa temperatura, existência de concentradores de tensão (entalhe) ou espessura elevada do material que resulta em estado triaxial de tensões. A fratura por clivagem nos materiais com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), que é o caso da ferrita, ocorre preferencialmente nos planos {100}, principalmente em baixas temperaturas quando existem menos sistemas de escorregamento ativos e a tensão de escoamento é mais elevada [25]. O desenvolvimento de fraturas por clivagem na fase ferrítica não reduz somente a ductilidade, mas também reduz a tenacidade [7].

Os mecanismos de fratura observados nos AID são causados pelo mecanismo alveolar (*dimples*). Porém, os mecanismos de fratura podem variar de acordo com os tratamentos térmicos de envelhecimento e em função das temperaturas de ensaio. A existência de duas fases (ferrita e austenita) na microestrutura torna complexo o efeito da temperatura de ensaio no comportamento à fratura dos AID [24]. Estudos realizados sobre a tenacidade ao impacto, realizados desde a temperatura ambiente até -196°C mencionam que, para corpos de prova de impacto, a fratura na região de transição acontece em etapas. Primeiramente, as trincas de clivagem na ferrita se iniciam, essas trincas atravessam a ferrita e tendem a parar na interface com a austenita. Entretanto, somente grãos de ferrita com favorável orientação sofrem clivagem. Após essas etapas, trincas subsequentes crescem por deformação plástica da austenita [26].

#### 3.2.5 Métodos para avaliação das propriedades mecânicas

Como a precipitação de fase sigma e a mudança no balanço das fases primárias podem alterar algumas propriedades mecânicas do material, ensaios que verificam essas propriedades podem ser aplicados para investigar a influência dessas fases sobre essas propriedades. Algumas das técnicas utilizadas para medir a as propriedades mecânicas são: ensaio de tração e impacto (Charpy-V).

#### 3.2.5.1 Ensaio de tração

O ensaio de tração é um dos mais tradicionais ensaios mecânicos, é amplamente utilizado para a obtenção de informações básicas sobre a resistência mecânica dos materiais [27]. Esse ensaio fornece informações sobre a resistência à deformação e sobre a ductilidade de materiais sujeitos a tensões de tração uniaxial. Essas informações são úteis para comparações entre diferentes materiais, desenvolvimento de ligas e controle de qualidade [28]. Um parâmetro de tenacidade também é relacionado ao ensaio de tração, sendo ele a área sob a curva tensão-deformação (módulo de tenacidade).

A presença de fases frágeis, como a fase sigma, nos aços inoxidáveis duplex parece não influenciar consideravelmente os parâmetros obtidos no ensaio de tração. Em trabalhos já realizados, onde foram encontrados 10% de fase sigma, a resistência mecânica e a dureza do material praticamente não variaram com a precipitação dessas fases frágeis, essa variação só ocorreu com a redução na temperatura de ensaio, que foi realizado a -90°C, -50°C, -20°C e 24°C. A ductilidade avaliada pelo alongamento teve um comportamento não homogêneo, não apresentando tendência com a precipitação da fase sigma ou a diminuição da temperatura do ensaio [24].

#### 3.2.5.2 Ensaio de impacto (Charpy-V)

Os ensaios de impacto relacionam-se, com o comportamento do metal quando sujeito a uma colisão de um pendulo com a amostra ensaiada. Este impacto

gera altas taxas de carregamento e resulta em um estado de tensões multiaxial, no entalhe da amostra. Pode-se realizar este experimento em diferentes temperaturas. Parâmetros como tenacidade, energia absorvida de impacto, ou a temperatura de transição dúctil-frágil (TTDF) podem ser estabelecidos através deste ensaio. Tais parâmetros são dependentes das dimensões do corpo de prova e da configuração do entalhe. O ensaio de impacto Charpy com entalhe em V é comumente utilizado para detectar precipitações de fases intermetálicas deletérias [29]. A norma ASTM A923-08 utiliza o ensaio de Charpy como critério de aplicabilidade e aceitação dos aços inoxidáveis duplex.

O fato dos aços inoxidáveis duplex possuírem uma matriz mista de ferrita e austenita os tornam complexos quando submetidos a esse tipo de ensaio. Além do fato da ferrita, que possui estrutura cristalina cúbica de corpo centrado, apresentar curva de transição dúctil-frágil bem definida e a austenita, que possui estrutura cristalina cúbica de face centrada, não apresentar essa transição, vários outros fatores como: a presença e a quantidade de fase sigma, a quantidade de inclusões presentes, a microestrutura, a quantidade de ferrita, as condições de encruamento e os tratamentos térmicos de envelhecimento [30], contribuem para a complexidade deste ensaio neste tipo de material.

#### 3.3 Rota de fabricação típica dos AIDs

Como citado anteriormente, o controle dos parâmetros de processos termomecânicos é essencial para se alcançar as propriedades desejadas nos AID. Neste capítulo será apresentada uma breve descrição dos principais processos realizados na Aperam como: laminação a quente, laminação a frio e recozimentos aos quais os AID são geralmente submetidos. As etapas anteriores à laminação a quente são geralmente para acerto de composição química e não são o foco deste trabalho.

#### 3.3.1 Laminação a quente

A laminação a quente é um processo que ocorre geralmente a uma temperatura acima da temperatura de recristalização do material [12] sendo que este é realizado basicamente em cinco fases: reaquecimento, laminação de desbaste, laminação de acabamento, resfriamento da tira e bobinamento. O fluxo de produção de uma linha industrial de laminação de tiras a quente é apresentado na Figura 3.9.

Na etapa inicial da laminação a quente, as placas provenientes do lingotamento contínuo são reaquecidas, em um forno tipo Walking Beam, por exemplo, até uma determinada temperatura e permanecem nesta durante um determinado intervalo de tempo. Posteriormente, as placas reaquecidas saem deste forno e têm a sua espessura inicial reduzida durante o processo de laminação de desbaste. Esta laminação de desbaste é realizada geralmente com aplicação de um determinado número de passes que, em geral, variam de 7 a 11 passes reversíveis em laminador desbastador Rougher tipo quadruo com um laminador de bordas na entrada. Ao término da laminação de desbaste inicia-se a laminação de acabamento que é realizada normalmente em 3 até 7 passes em um laminador acabador Steckel tipo quadruo reversível, dependendo da espessura final da tira. Após a laminação de acabamento, a tira é resfriada até uma temperatura objetivada pela ação de sprays de água na saída do laminador acabador. Por fim, o material na espessura final é bobinado.

A laminação de acabamento no laminador tipo Steckel tem apenas uma cadeira de laminação posicionada entre dois fornos, providos de um tambor rotativo para bobinamento da tira durante o processo de laminação. A perda de calor durante o processo de laminação de acabamento é minimizada pelo acondicionamento da tira nos fornos posicionados na entrada e na saída do laminador durante a execução dos passes [31].

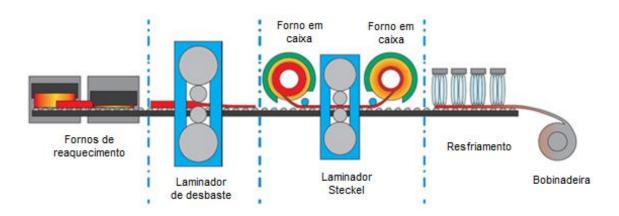
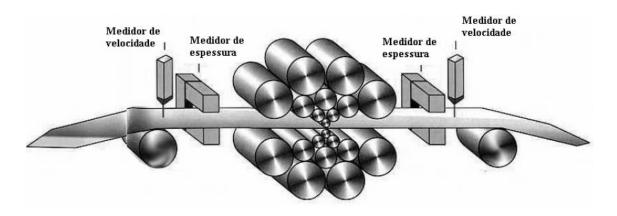


Figura 3.9 - Esquema da laminação a quente típica de aços inoxidáveis duplex [12].

# 3.3.2 Laminação a frio

Após a etapa de laminação a quente, os AID são submetidos ao tratamento térmico de recozimento, decapados (para remoção da camada de óxidos) e encaminhados para etapa de laminação a frio, onde ocorrerá significativa redução de espessura. A laminação a frio dos aços inoxidáveis é realizada em laminadores Sendzimir (Figura 3.10). Estes laminadores têm cilindros de trabalho de pequeno diâmetro, cada um apoiado por duas ou três camadas de cilindros de suporte (cilindros de encosto) e são adequados para laminação de tiras largas e para obter melhor acabamento superficial. Durante este processo os materiais podem sofrer grandes deformações e assim endurecer. Caso seja desejável restaurar as propriedades do material após laminação a frio, um tratamento térmico de recozimento de recuperação e recristalização pode ser empregado. Esse tratamento térmico é geralmente realizado em linhas de recozimento contínuo [12].



**Figura 3.10 –** Desenho esquemático de um laminador Sendzimir utilizado na laminação a frio de aços inoxidáveis duplex [32].

#### 3.4 Tratamentos térmicos posteriores a laminação

Do mesmo modo que nos processos anteriores, durante os processos de recozimento após a laminação, seja ela a quente ou a frio, o controle da temperatura e do tempo de processamento do aço precisa ser realizado em determinadas condições, de maneira que o material alcance as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão desejadas, pois se houver uma combinação inadequada de temperatura, tempo e taxas de resfriamento e aquecimento pode ocorrer precipitação de compostos indesejáveis, tais como carbonetos, nitretos e fase sigma. As principais razões para a realização de tratamentos térmicos são a homogeneização microestrutural, dissolução de fases indesejáveis, recristalização e alívio de tensões residuais. Tais processos, melhoram as propriedades mecânicas reduzindo o risco de fadiga e corrosão sob tensão, além de melhor estabilidade dimensional [12]. Nas próximas seções serão detalhadas as principais etapas de um recozimento após a laminação.

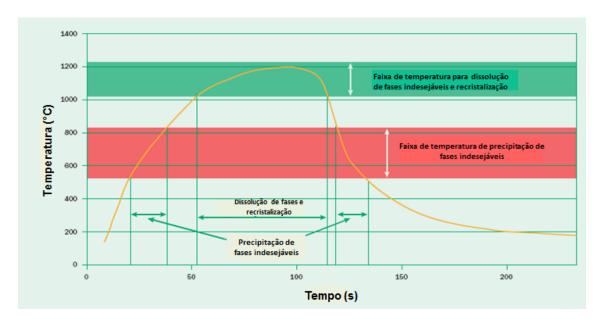
#### 3.4.1 Tratamento térmico de solubilização e recozimento

A primeira etapa de um tratamento térmico após laminação é o tratamento térmico de solubilização, cujo objetivo é deixar o material em condições para uma possível aplicação direta, dissolvendo grande parte das fases indesejáveis formadas durante os processos anteriores [33]. Assim, pode-se obter uma

microestrutura mais homogênea e diminuir a herança microestrutural construída pelos processos anteriores, como a solidificação e a laminação a quente.

O tratamento térmico de recozimento tem dois objetivos principais: ajustar as proporções das fases ferrita e austenita e solubilizar as fases secundárias indesejáveis, formadas durante o processo de laminação a quente. Uma vez que é realizado em altas temperaturas, o recozimento pode produzir uma camada de óxido na superfície do material, chamada de "carepa", que deve ser removida por processos de decapagem.

A temperatura de recozimento utilizada está normalmente entre 750 e 1200°C. dependendo do tipo do aço e a finalidade do recozimento. O resfriamento deve ser suficientemente rápido para que não ocorra precipitação de fases indesejáveis [8]. A Figura 3.11 mostra o perfil térmico de um ciclo de industrial e recozimento as faixas de temperaturas onde ocorrem dissolução transformações de fase como de fases indesejáveis recristalização, assim como precipitações no resfriamento. Esses ciclos térmicos são intimamente relacionados ao tipo de aço [12].



**Figura 3.11 -** Esquema de um ciclo de recozimento contínuo em escala industrial para um aço inoxidável duplex [12].

### 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Material

A escolha do material para este estudo baseia-se no objetivo principal, que é a precipitação de fase sigma. Sendo assim, o material selecionado foi o AID UNS S31803, por apresentar teores mais elevados dos elementos que aceleram a cinética de precipitação desta fase, como o cromo e molibdênio, quando comparados, por exemplo, com o AID UNS S32304.

O AID UNS S31803 utilizado neste trabalho foi produzido em escala industrial na empresa Aperam South America e fornecido na condição de laminado a quente ou bobina a quente (BQ) com espessura nominal de 5,0mm. A Tabela 4.1 mostra a faixa de composição química para o referido aço segundo a norma ASTM A-240.

**Tabela 4.1 -** Faixa de composição química (% em peso) do AID UNS S31803 baseada na norma ASTM A-240 [34].

Aço	С	Cr	Ni	Мо	N	Mn	Cu
UNS S31803	0,03	21,0-23,0	4,5-6,5	2,5-3,5	0,08-0,20	2,00	-

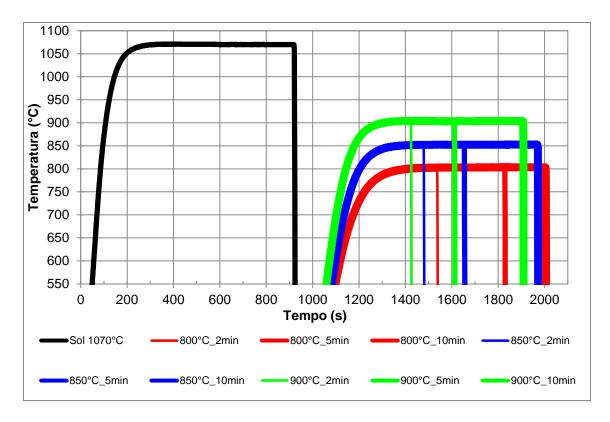
### 4.2 Tratamentos térmicos realizados em laboratório

Inicialmente, as chapas do material laminado a quente foram cortadas em amostras de 300x100x5mm. Essas amostras passaram por um tratamento térmico de solubilização realizado à 1070°C durante 10 minutos. Após este tratamento foram realizados os demais tratamentos térmicos de recozimento, como mostrado na Tabela 4.2. Foram realizadas nove condições de recozimento isotérmico variando temperaturas de isoterma e tempos totais de tratamento, nas faixas de precipitação de fase sigma apontadas na literatura [23]. Para cada condição de tratamento térmico realizado foram ensaiadas três amostras.

**Tabela 4.2 -** Combinações de temperaturas e tempos de tratamento térmico de recozimento isotérmico.

Temperatura (°C)	Tempos de Tratamento (min)			
800	2	5	10	
850	2	5	10	
900	2	5	10	

Esses recozimentos foram realizados no Centro de Pesquisa da Aperam South America em um forno estacionário tipo Mufla, modelo Combustol, com atmosfera controlada de nitrogênio para evitar oxidação da superfície do aço. Para todas as condições, após término do recozimento, foi realizado resfriamento rápido em recipiente contendo água e gelo, com o objetivo de evitar a formação de outras fases durante o resfriamento. Na superfície de cada amostra foi fixado um termopar tipo-K, este ligado ao registrador Yaskawa MV1000 para o registro dos ciclos térmico durante os recozimentos, que são apresentados na Figura 4.1. Os dados deste registrador permitiram estimar as taxas de aquecimento e de resfriamento da superfície do material. As médias desses valores ficaram entre 1,2 e 3,3 °C/s para as taxas de aquecimento e entre 15 e 22°C/s para as taxas de resfriamento.



**Figura 4.1 -** Curvas de aquecimento e resfriamento dos tratamentos térmicos realizados para o aço AID UNS S31803 com 5,0mm de espessura.

### 4.3 Caracterização microestrutural e mecânica

Para caracterização dos materiais, visando identificar possíveis influências das diferentes condições de tratamentos térmicos nas características microestruturais e propriedades mecânicas, foram realizados ensaios de tração uniaxial, de impacto Charpy-V e análises microestruturais por meio da aplicação das técnicas de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (EDS-EBSD).

### 4.3.1 Preparação metalográfica

As amostras do material laminado a quente ou bobina a quente (BQ), neste trabalho também referido como estado de entrega (EE), solubilizado (SOL) e as amostras recozidas foram primeiramente cortadas no sentido longitudinal ao de laminação e preparadas para análise microestrutural por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV-EDS-EBSD). Estas amostras foram embutidas a quente, lixadas até lixa de grana 600 usando a lixadeira da

marca Struers Abramin-A. Para o polimento intermediário utilizou-se a politriz Struers Abramin-B com um agente polidor de diamante (DP-Spary P) nos tamanhos de 9μm, 3μm e 1μm. Um polimento com suspensão coloidal de sílica de 0,04μm com pano Op-Chem da Struers na politriz automática marca Minimet 1000B foi realizado para as amostras analisadas no EBSD-MEV. Após os referidos polimentos, as amostras foram lavadas com álcool e secas com ar quente. Todas as etapas de corte e preparação metalográfica foram realizadas no Centro de Pesquisa da Aperam.

## 4.3.2 Microscopia óptica (MO)

Para as análises via microscopia óptica, amostras embutidas, lixadas e polidas conforme procedimento descrito anteriormente foram submetidas a ataques químicos e eletrolíticos no intuito de revelar as microestruturas. Um ataque com o reativo Behara (solução de estoque: 48g de bifluoreto de amônio + 800ml de água destilada + 400ml de ácido clorídrico, solução de ataque: 100ml de solução de estoque + 1g de bissulfito de potássio) foi feito para revelar as fases primárias (ferrita e austenita) e para revelar as fases ricas em cromo, como a fase sigma, foi utilizado o reativo aquoso de hidróxido de potássio (KOH 10%).

Medidas quantitativas das frações de fases primárias e de fase sigma foram feitas no microscópio LEICA DMRM com câmera integrada de CCD com resolução 640 x 480 pixels equipado com um software analisador de imagem, do Centro de Pesquisa da Aperam. Foram analisados 20 (vinte) campos com aumento de 1000 vezes em cada uma das amostras, escolhidos aleatoriamente ao longo de toda a espessura da amostra. Além disso, utilizouse este equipamento para também realizar análises de micropureza seguindo a norma ASTM E45-D [35].

Medidas de espessura de lamela de ferrita e austenita das amostras laminada a quente e solubilizada foram realizadas no *software* AxioVision 4.8. Foram medidas cerca de oitenta (80) a cem (100) lamelas em cada amostra.

## 4.3.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Amostras do material laminado a quente, ou seja, no estado de entrega (EE), do material solubilizado (SOL) e das amostras recozidas, após preparadas no procedimento descrito anteriormente, foram analisadas no microscópio eletrônico de varredura Philips XL-30, do Centro de Pesquisa da Aperam, equipado com filamento de Hexaboreto de Lantânio (LaB6). Utilizou-se o método automático de quantificação de partículas por EDS (espectroscopia de energia dispersiva de raios-X) do microscópio eletrônico de varredura (MEV) para analisar as partículas maiores que 0,4µm das amostras laminada a quente e solubilizada.

Análises por EBSD (difração de elétrons retroespalhados) no microscópio eletrônico de varredura foram realizadas nas nove amostras recozidas. Para a quantificação das fases (ferrita, austenita e sigma), utilizou-se um passe do feixe (step-size) de 0,2μm com aumento de 2500 vezes, em uma área de 28μm x 86,78μm. Foram feitas três medidas ao longo da espessura do material: na borda, no centro da espessura e em uma região intermediária entre a borda e o centro. Posteriormente, essas medidas de borda e da região intermediária foram replicadas, totalizando cinco regiões. O valor da fração das fases por EBSD foi obtido através da média destes cinco campos ao longo da espessura do material, uma vez que os processos de laminação e de recozimento produziriam simetria da borda superior até o centro e deste centro até a borda inferior. Os resultados da coleta de dados obtidos por EBSD foram analisados no software OIM (*Orientation Imaging Microscopy*) do fabricante EDAX.

### 4.3.4 Ensaios Mecânicos

### Ensaios de tração

Para avaliar as propriedades mecânicas foram confeccionados três corpos de prova de secção retangular conforme a norma ASTM E8M [28] com 300mm de comprimento e 20mm de largura, conforme apresentado na Figura 4.2, para cada condição de recozimento mencionada na Tabela 4.2, como também para

amostras laminadas a quente (EE) e para amostras solubilizadas (SOL). Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de tração uniaxial na direção longitudinal em relação à de laminação, usando um equipamento Instron modelo 5583, equipado com célula de carga de 15 toneladas, com um vídeo extensômetro infravermelho e software de aquisição de dados Bluehill, do Centro de Pesquisas da Aperam. A taxa de deslocamento utilizada foi de 1mm/min até deslocamento de 2mm, e a partir de 2mm de deslocamento a taxa migrou, em 45s, para 11mm/min até o rompimento. Neste ensaio foram avaliados parâmetros como: limite de escoamento (LE), limite de resistência (LR) e alongamento uniforme (Au) e alongamento (At) do material.

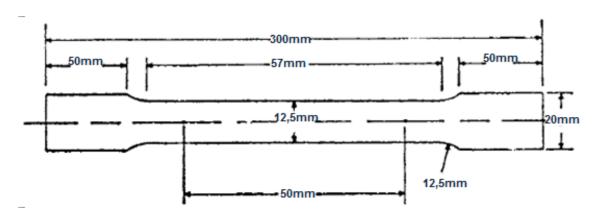


Figura 4.2 - Dimensões do corpo de prova para ensaio de tração [28].

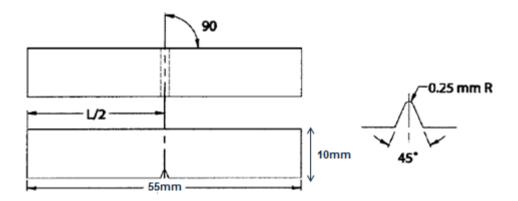
## Ensaio de impacto Charpy-V

Ensaios de impacto Charpy-V foram realizados nas temperaturas de -80, -40, 25, 50 e 100°C nas nove amostras recozidas, com o objetivo de avaliar a tenacidade ao impacto sob a influência das diferentes condições de recozimento realizadas neste estudo e estes efeitos na curva de temperatura de transição dúctil-frágil (TTDF).

Para isso, foram confeccionados cinco corpos de prova baseados na norma ASTM A923 [29] com 55mm de comprimento e 10mm de largura, conforme ilustrado na Figura 4.3. Todos os cinco corpos de prova de uma mesma condição de recozimento, ensaiados na mesma temperatura, foram colocados em um forno (para as temperaturas altas) e em um recipiente com nitrogênio líquido e álcool (para as temperaturas baixas), usando um tempo de encharque

de 15 minutos, o que assegurava a homogeneização da temperatura nos corpos de prova durante um intervalo de tempo suficiente para o posicionamento do corpo de prova para impacto com o pêndulo.

Os ensaios foram realizados em um equipamento Otto Wolpert WerkE GmbH, modelo PW 30/15, do laboratório de ensaios mecânicos do Centro de Pesquisa da Aperam. A posição adotada para a usinagem do entalhe foi a direção de laminação, por se tratar da configuração mais frágil do material [36]. Com o entalhe na direção de laminação há possibilidade de haver uma menor absorção de energia, pois o efeito de amortecimento da propagação da trinca promovido pela austenita, semelhante ao que acontece no ensaio de tração, possivelmente não ocorrerá.



**Figura 4.3 -** Dimensões e posição do entalhe do corpo de prova para o ensaio de impacto Charpy-V [29].

## **5 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Para facilitar o entendimento dos resultados, esta seção foi dividida em duas partes. Inicialmente são apresentados os resultados da caracterização do material que fora laminado a quente industrialmente, também aqui chamado de estado de entrega (EE), e do material recozido no tratamento térmico de solubilização (SOL) em laboratório. Na sequência são apresentados os resultados e discussões referentes às amostras que foram processadas nos demais tratamentos térmicos de recozimento isotérmicos durante diferentes intervalos de tempo, conforme foi descrito na Tabela 4.2.

### 5.1 Amostra laminada a quente e amostra solubilizada

A caracterização microestrutural bem como as medidas das propriedades mecânicas do material laminado a quente industrialmente, ou estado de entrega (EE), e as amostras recozidas no tratamento térmico de solubilização são apresentadas nas seções seguintes.

### 5.1.1 Microestrutura

As Figuras 5.1 e 5.2 apresentam as microestruturas com 1000x de aumento do material laminado a quente (EE) e do material após tratamento térmico de solubilização (SOL) atacados com o reativo Behara para revelar as fases primárias e com o reativo KOH 10% para revelar os precipitados, respectivamente.

Nota-se por essas micrografias que trata-se de uma microestrutura típica de aços inoxidáveis duplex, sendo composta por uma matriz ferrítica e por ilhas de austenita, apresentando ainda alongamento na direção de laminação, conforme mostrado na Figura 5.1. O ataque utilizado na Figura 5.1 revelou o contorno das fases ferrita e austenita, sendo a fase mais clara correspondente a austenita e a mais escura a ferrita. Por outro lado, o ataque da Figura 5.2 revelou os precipitados, que são os pontos mais escuros sobre a matriz.

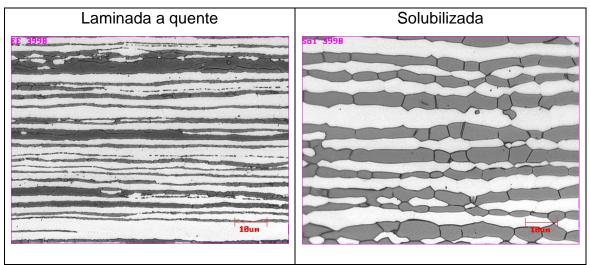


Figura 5.1 - Microestrutura das amostras laminada a quente e solubilizada - Ataque Behara.

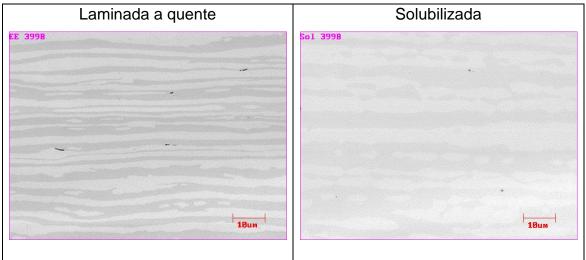


Figura 5.2 - Microestrutura das amostras laminada a quente e solubilizada - Ataque KOH.

Na Figura 5.1 é possível notar as diferenças morfológicas das fases primárias entre o material laminado a quente (EE) e o material solubilizado (SOL). Observa-se no material laminado a quente que as lamelas tanto de ferrita quanto de austenita estão mais refinadas comparadas ao material solubilizado (SOL). A espessura destas lamelas de ferrita e austenita foram medidas e são apresentadas na Tabela 5.1. A partir dos resultados obtidos, foi possível observar quantitativamente que o material laminado a quente (EE) possui espessura de lamela menor, tanto da ferrita quanto da austenita, comparado ao material solubilizado (SOL). A diferença nas propriedades mecânicas, causada

por essa diferença morfológica das duas microestruturas será tratada na sessão 5.1.2.

**Tabela 5.1 -** Medidas da espessura média de lamelas de ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ).

Amostra	Espessura α (μm)	Erro	Espessura γ (μm)	Erro
EE	1,32	0,09	1,9	0,1
SOL	3,1	0,2	3,1	0,2

Na Figura 5.2 observa-se que a microestrutura do material solubilizado (SOL) apresenta-se praticamente livre de precipitados. Esta mesma característica também foi notada em vários outros campos analisados.

Os resultados da análise metalográfica quantitativa das fases primárias (ferrita e austenita) feita em vinte campos estão listados na Tabela 5.2. Nota-se que, nas duas condições a fração de ferrita foi maior do que a de austenita. Esse resultado é compatível com o diagrama de fases da Figura 3.2, pois na faixa de temperatura em que foi realizado o tratamento térmico de solubilização (1070°C) e a laminação a quente industrial, é esperada uma maior quantidade de ferrita comparado a austenita [10,37].

Tabela 5.2 - Resultados da quantificação das fases primárias no MO.

Amostra	Austenita (%)	Erro	Ferrita (%)	Erro
EE	46,91	0,02	53,09	0,02
SOL	44,09	0,01	55,91	0,01

Os resultados de micropureza por MO apresentados na Figura 5.3, a análise de contagem de partículas feita por MEV-EDS apresentados na Figura 5.4, juntamente com as micrografias da Figura 5.2 indicaram que a solubilização foi eficiente para reduzir em cerca de 20% o grau de impurezas do material solubilizado em relação ao material laminado a quente (EE). Nota-se ainda que a dispersão do nível de micropureza (Figura 5.3) foi reduzida consideravelmente.

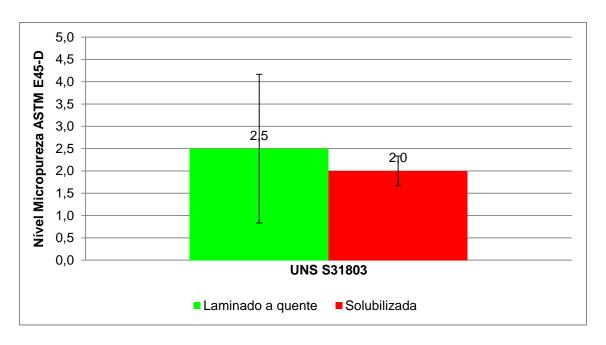
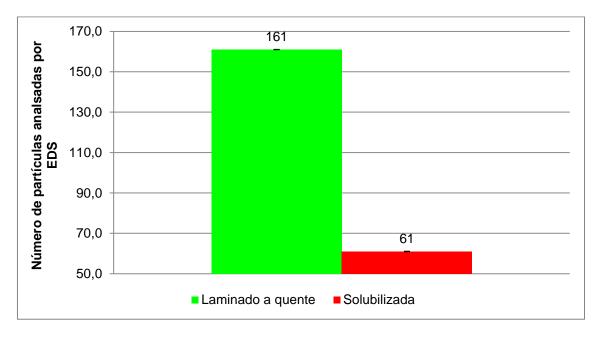


Figura 5.3 - Micropurezas das amostras laminada a quente e solubilizada.



**Figura 5.4 -** Número de partículas encontradas na análise realizada por MEV-EDS para as amostras laminadas a quente e solubilizada.

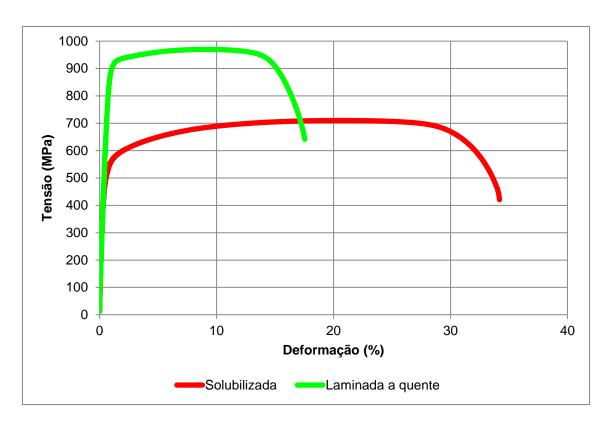
## 5.1.2 Ensaio de tração

De acordo com a norma ASTM A240, o limite de resistência (LR) mínimo do AID UNS S31803 é 620MPa, enquanto o limite de escoamento (LE) mínimo é 450MPa e o alongamento total mínimo é 25% (AT) [34]. A tabela 5.3 apresenta

os resultados do ensaio de tração da amostra laminada a quente (EE) e da amostra solubilizada (SOL). Observa-se que os valores de LE e LR encontrados na amostra laminada a quente (EE) são consideravelmente superiores ao mínimo exigido pela referida norma e aos valores obtidos pela amostra solubilizada e o AT da amostra laminada a quente é inferior ao da amostra solubilizada. A diferença das propriedades mecânicas entre a amostra laminada a quente e a amostra solubilizada também pode ser observada no gráfico de tensão versus deformação apresentado na Figura 5.5. A análise de espessura de lamela apresentada na seção anterior (Tabela 5.1) mostrou que as lamelas da amostra laminada a quente são aproximadamente duas vezes mais finas comparadas as lamelas da amostra solubilizada. Portanto, essa diferença nas propriedades mecânicas entre as duas amostras provavelmente está relacionada com a microestrutura mais refinada da amostra laminada a quente, já que as análises de espessura das lamelas podem ser consideradas uma medida indireta do tamanho de grão do material. Uma microestrutura refinada eleva os valores de resistência mecânica, pois quanto maior é a deformação imposta no material, as áreas de austenita e ferrita tornam-se alongadas e finas, aumentando o bandeamento e levando à formação dessas estruturas mais refinadas. A resistência mecânica é proporcional à espessura das bandas de ferrita e austenita pela relação de Hall-Petch [38].

**Tabela 5.3 -** Resultados do ensaio de tração da amostra laminada a quente (EE) e solubilizada (SOL), realizados no sentido longitudinal.

Amostra	LR (MPa)	Erro	LE (0,2%) (MPa)	Erro	AT (%)	Erro
EE	966	1,7	876	5,5	25	0,1
SOL	710	1,5	513	1,6	35	0,8



**Figura 5.5 -** Gráfico tensão *versus* deformação da amostra laminada a quente e da amostra solubilizada.

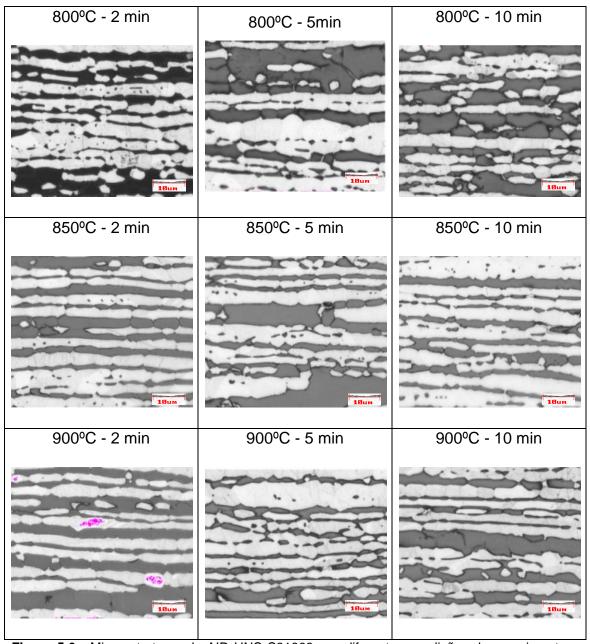
# 5.2 Caracterização microestrutural e de propriedades mecânicas das amostras recozidas

A caracterização microestrutural e as medidas das propriedades mecânicas das amostras recozidas nos tratamentos térmicos apresentados na Tabela 4.2 da sessão anterior são apresentadas a seguir.

## 5.2.1 Caracterização microestrutural das amostras recozidas

A Figura 5.6 apresenta as microestruturas das amostras recozidas nas diferentes temperaturas e tempos de tratamento, conforme descritos nos procedimentos da seção 4.2. Na Figura 5.6 a fase escura representa a ferrita e a clara a austenita. Nota-se que se trata de uma microestrutura típica de aços inoxidáveis duplex, sendo composta por uma matriz de ferrita e austenita. Observa-se que em todas as condições de recozimento a fase mais presente parece ser a austenita, assim como previsto pelos diagramas de fases no

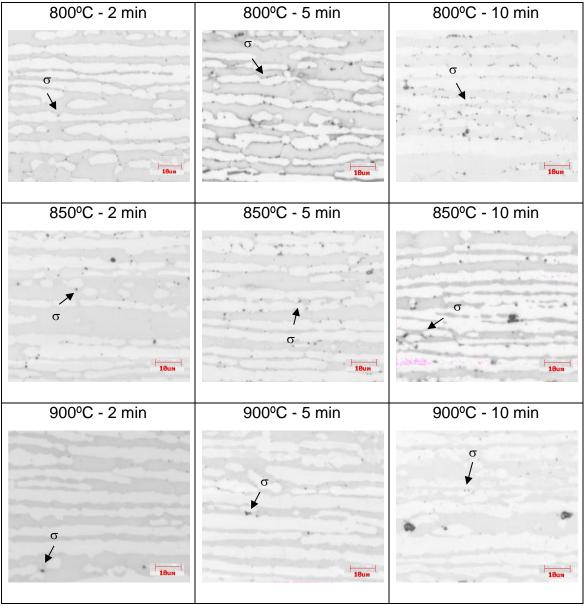
equilíbrio para este aço [12] e pelas medidas realizadas por MO e por EBSD-MEV, que serão apresentadas nas próximas sessões.



**Figura 5.6 -** Microestruturas do AID UNS S31803 nas diferentes condições de recozimento – Ataque Behara.

Na Figura 5.7 são mostradas as microestruturas com a fase sigma revelada nas diferentes condições de tratamento térmico. Os pontos mais escuros indicados pelas setas correspondem à fase sigma, a fase cinza clara corresponde à austenita e a cinza escura à ferrita. Em outros trabalhos a fase sigma também é interpretada como pontos mais escuros sobre a matriz [39,40].

Nota-se que, em todas as condições, as partículas de sigma estão preferencialmente no contorno de grão da ferrita, compatível com os mecanismos descritos na literatura [23]. Além disso, para cada condição isotérmica, com o aumento do tempo de tratamento, houve um aumento na quantidade de partículas de fase sigma.



**Figura 5.7 -** Microestrutura do AID UNS S31803 com presença de fase sigma ( $\sigma$ ) nas diferentes condições de recozimento – Ataque KOH.

### 5.2.2 Quantificação das fases

## 5.2.2.1 Fases primárias

A quantificação via microscopia óptica das fases primárias (ferrita e austenita) foi feita utilizando 20 (vinte) campos para análise, em ampliações de 1000X. A quantificação via MEV-EBSD foi feita em cinco campos, com passe (*step-size*) de 0,2μm em uma área de 28μm x 87μm. Os resultados das quantificações são apresentados nas Figuras 5.8 (MO) e 5.9 (MEV-EBSD).

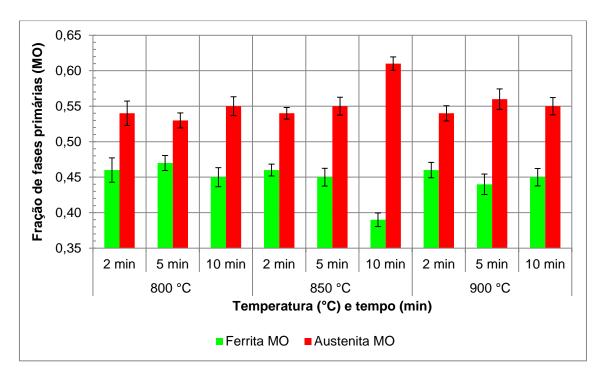


Figura 5.8 - Fração de fases primárias medidas no microscópio óptico.

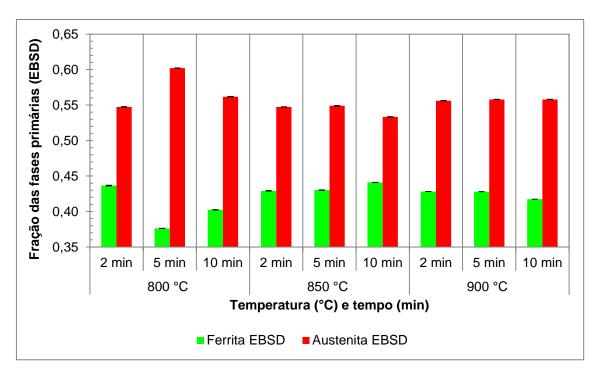
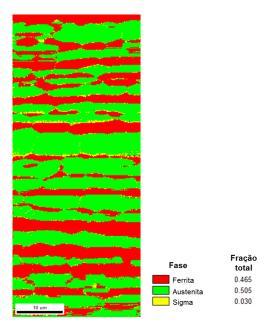


Figura 5.9 - Frações de fases primárias medidos no EBSD-MEV.

Os resultados obtidos nas análises das fases primárias (ferrita e austenita), tanto nas medidas realizadas no MO quanto nas medidas obtidas pelo EBSD-MEV, para todas as condições de recozimento, mostram que as frações de austenita foram superiores as de ferrita. Analogamente para a faixa de temperatura investigada neste trabalho a fase primária que apresentou maior fração foi a austenita [8,37]. É possível notar que não houve grandes variações nas frações das fases primárias em função das diferentes condições de recozimento. As maiores diferenças, verificadas nas amostras recozidas por 10 minutos a 850°C no MO, e por 5 minutos a 800°C no EBSD-MEV, podem ter sido causadas por diferença na posição de retirada das amostras na chapa.

## **5.2.2.2** Fase sigma

A Figura 5.10 apresenta um mapa de fases obtido por meio da análise por EBSD-MEV no centro da amostra recozida a 800°C com 10 minutos de tratamento. A fase vermelha representa a ferrita ( $\alpha$ ), a verde a austenita ( $\gamma$ ) e a amarela representa a fase sigma ( $\sigma$ ).

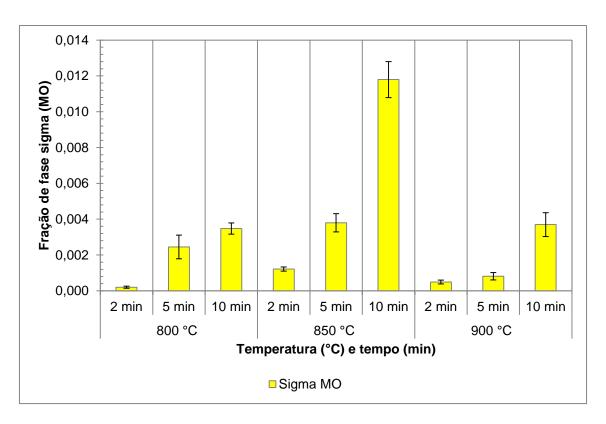


**Figura 5.10 -** Mapa de fases obtido por meio da análise realizada por EBSD-MEV para o recozimento realizado a 800°C com 10 minutos de tratamento.

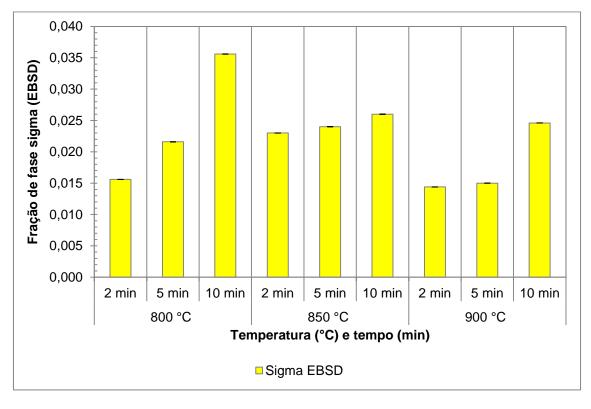
As medidas de fração de fase sigma realizadas no microscópio óptico são apresentadas na Figura 5.11. Nota-se que a condição que apresentou maior fração desta fase foi a recozida a 850°C por 10 minutos. Por outro lado, os resultados das análises realizadas no EBSD-MEV (Figura 5.12), indicaram maior fração de fase sigma à 800°C com 10 minutos de tratamento. Em trabalhos relacionados ao tema e anteriormente realizados, maiores frações de sigma também foram encontradas nas temperaturas de 800 e 850°C [41]. Para todas as temperaturas de recozimento, as amostras com menor tempo de tratamento (2 minutos) foram as que apresentaram as menores frações de fase sigma e aquelas com o maior tempo de tratamento (10 minutos) apresentaram as maiores frações. Esses resultados são consistentes com os cálculos de cinética de precipitação [23], que mostram que quanto maior o tempo de exposição do material na faixa de temperatura onde ocorre a precipitação da fase sigma, maior será a fração formada.

Além disso, é possível notar que tanto as medidas das fases primárias (Figuras 5.8 e 5.9) quanto as medidas de fase sigma realizadas por MO e por EBSD-MEV não apresentam os mesmos valores, porém seguiram a mesma tendência, principalmente nas medidas de fase sigma. Esse resultado é esperado, por se tratar de diferentes técnicas que podem fornecer valores

distintos para uma medição específica [42]. Essas diferenças entre os resultados obtidos pelas duas técnicas de microscopia utilizadas neste trabalho estão relacionadas à vários fatores dentre os quais pode-se destacar: i) os métodos de preparação; ii) as características intrínsecas dessas técnicas e iii) as características do material analisado. Tais fatores, além de determinar, limitam a detecção, seja ela por diferenciação de contrastes ou por parâmetros cristalográficos. Na microscopia óptica as análises são geralmente realizadas por meio da diferenciação de contrastes ópticos, obtidos por ataques químicos reveladores. Sendo assim, se houverem regiões onde o contraste não for suficiente para ser detectado, poderá não haver a quantificação. Por outro lado, nas técnicas de EBSD-MEV a principal limitação é devido ao volume de interação, também conhecido como "pêra" [43]. Os elétrons retroespalhados por partículas pequenas do material, principalmente partículas menores que 1μm, podem não ser suficiente para sensibilizar os detectores e, analogamente ao MO, não serem quantificadas. Além disso partículas pequenas apresentam parâmetros cristalográficos de EBSD, como IQ (Qualidade de Imagem) ruins, o que podem induzir erro na quantificação. Adicionalmente, caso as dimensões da partícula forem consideravelmente menores do que o volume de interação de elétrons, os elétrons retroespalhados pela matriz podem ofuscar [44] os baixos níveis de elétrons retroespalhados pela partícula, prejudicando a detecção e por consequência a caracterização dessas partículas por EBSD.



**Figura 5.11 -** Frações de fase sigma medidas por MO para as diferentes temperaturas e tempos de recozimento.



**Figura 5.12 -** Frações de fase sigma medida por EBSD-MEV para as diferentes temperaturas e tempos de recozimento.

### 5.2.3 Ensaios de tração

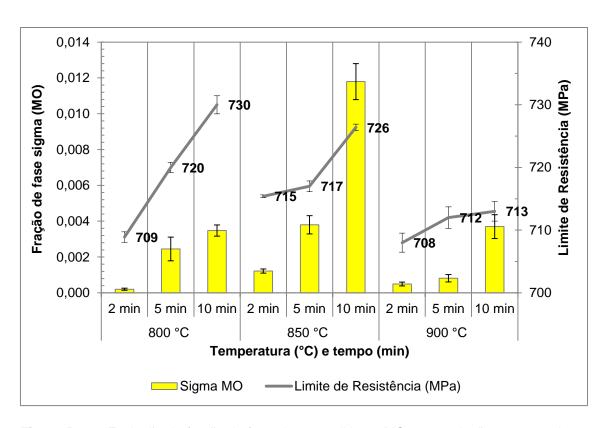
A Tabela 5.4 apresenta os resultados de parâmetros obtidos pelos ensaios de tração como: limite de escoamento (LE), limite de resistência (LR) e alongamento total (AT).

Tabela 5.4 - Resultados do ensaio de tração das amostras recozidas.

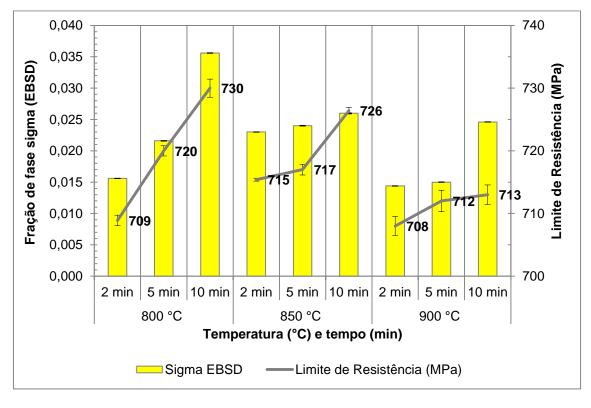
		LE (0,2%) (MPa)	Erro	LR (MPa)	Erro	AT (%)	Erro
	2 min	498,3	3,9	708,9	0,8	36,2	0,2
800°C	5 min	505,2	7,8	720,4	0,8	36,0	0,1
	10 min	490,6	4,4	729,6	1,4	36,3	0,4
	2 min	490,5	2,8	715,4	0,2	36,2	0,3
850°C	5 min	482,7	0,5	716,5	0,9	36,4	0,5
	10 min	486,5	5,1	726,4	0,5	35,9	1,3
	2 min	481,4	3,7	707,8	1,5	37,3	0,2
900°C	5 min	480,0	2,5	712,4	1,7	37,8	0,1
	10 min	472,6	5,7	713,1	1,6	36,0	0,3

As Figuras 5.13 e 5.14 apresentam as relações entre as frações de fase sigma medidas por MO e por EBSD-MEV, respectivamente, para as diferentes condições de recozimento, com os limites de resistência (LR) medidos. Nota-se que com o aumento do tempo de tratamento em uma condição isotérmica e, consequentemente aumento na fração da fase sigma, também houve aumento no limite de resistência. Esse aumento no LR provavelmente está relacionado com o mecanismo de endurecimento por precipitação causado pelas partículas de fase sigma [45]. Sendo assim, as partículas de precipitados de fase sigma criam barreiras mecânicas causando restrições à movimentação das discordâncias e com isso a resistência mecânica é aumentada.

Os valores de limite de escoamento e alongamento ficaram dentro dos valores mínimos exigidos pela norma ASTM A240 [34] tanto nas amostras recozidas quanto na solubilizada, mas não apresentaram uma correlação com as diferentes frações de fase sigma obtidas, estando as variações dentro da dispersão do ensaio. O limite de escoamento está relacionado ao início do escorregamento de planos cristalográficos (quebra de ligações químicas) e isso seria mais influenciado pela mobilidade das discordâncias na estrutura [27]. Assim sendo, possivelmente, para as frações de fase sigma obtidas, esta mobilidade não teria sido significativamente afetada, e por isso não houve correlação. Já o limite de resistência está diretamente associado à capacidade de encruamento do material [27]. À medida que a densidade de discordâncias aumenta, em decorrência da contínua deformação plástica, o aumento da fração de sigma poderia aumentar a contribuição para o ancoramento das discordâncias, o que levaria ao aumento da tensão necessária para continuar promovendo a deformação plástica, explicando assim o aumento no limite de resistência com o aumento da fração de fase sigma. Esse resultado também está compatível com trabalhos anteriores onde os parâmetros de limite de escoamento e alongamento não apresentaram tendência com a precipitação da fase sigma [24].

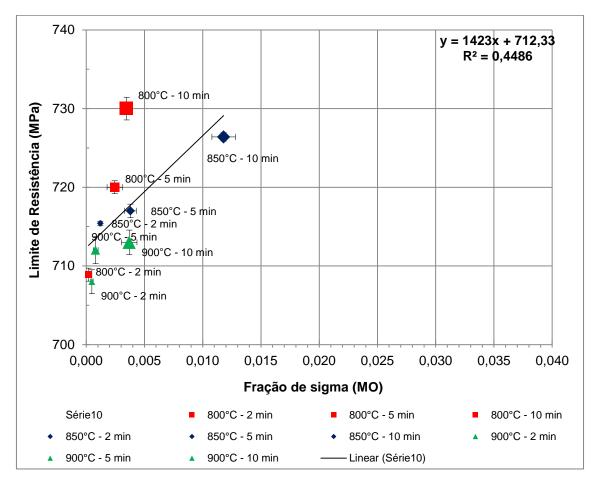


**Figura 5.13 –** Evolução da fração de fase sigma medida no MO e sua relação com os valores de limite de resistência a tração.

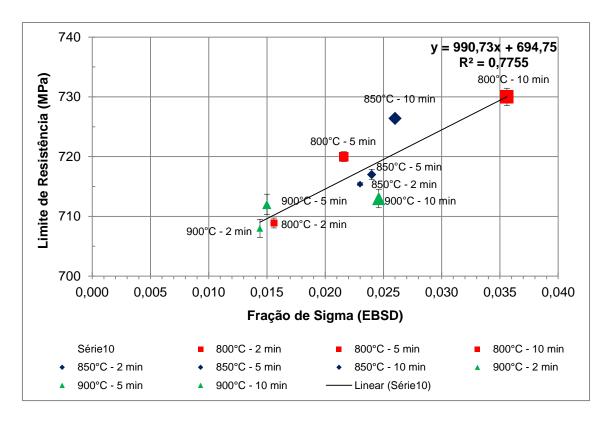


**Figura 5.14 -** Evolução da fração de fase sigma medida no EBSD-MEV e sua relação com os valores de limite de resistência a tração.

As Figuras 5.15 e 5.16 mostram a influência das frações de sigma, medida por MO e EBSD-MEV, no limite de resistência. Nota-se que, tanto as frações de sigma obtidas por análise no MO, quanto as frações obtidas por EBSD-MEV apresentaram um comportamento linear descrito pela reta das Figuras 5.15 e 5.16. Observa-se ainda que há um melhor ajuste desta reta para as frações de sigma medidas no EBSD-MEV do que as frações de sigma medidas no MO. Além disso, a variável independente da reta de ajuste linear é muito próxima ao valor do limite de resistência, 700MPa, encontrado no material que foi solubilizado (SOL) (Tabela 5.3), tanto para a análise as frações de sigma medidas no MO quando para as medidas por EBSD-MEV.

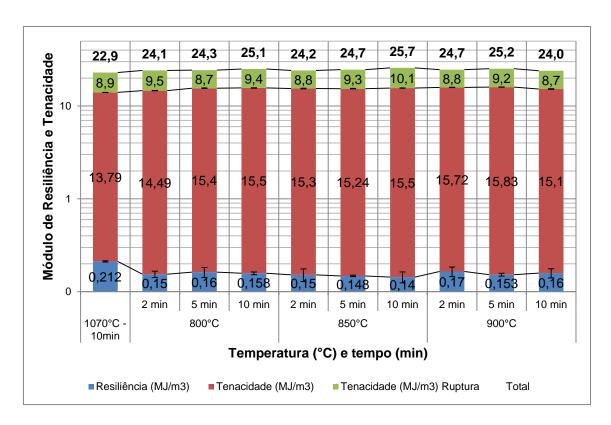


**Figura 5.15 -** Relação entre a precipitação de fase sigma nas diferentes condições de recozimento, medidas no MO, e os valores de limite de resistência.



**Figura 5.16 -** Relação entre a precipitação de fase sigma nas diferentes condições de recozimento, medidas no EBSD-MEV, e os valores de limite de resistência.

A Figura 5.17 apresenta os resultados de módulo de resiliência e de tenacidade, obtidos através dos dados de aquisição de tensão e deformação uniaxial das nove amostras recozidas e da amostra solubilizada. Estes cálculos foram realizados no software OriginPro 2016, através da integração numérica da área abaixo das curvas tensão-deformação. Para o cálculo do módulo de resiliência, propriedade referente ao regime elástico de deformação, calcula-se a área (energia absorvida por unidade de volume no processo de deformação elástica) até a região linear do gráfico tensão-deformação. Os valores de módulo de tenacidade são calculados pela área total sob a curva. Observa-se que, do mesmo modo como nas outras propriedades mecânicas convencionais obtidas pelo ensaio de tração (LR, LE e AT), não houve diferenças significativas entre os valores do módulo de resiliência e de tenacidade nas nove amostras recozidas. Além disso, nota-se também que não houve diferença considerável entre os valores da amostra solubilizada e das amostras recozidas.



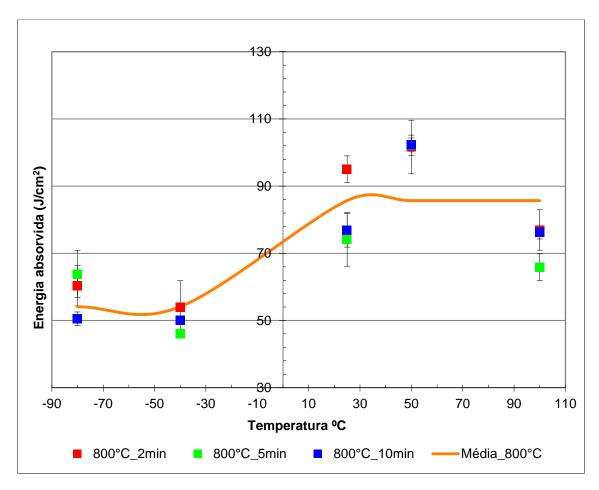
**Figura 5.17 -** Valores de resiliência e tenacidade obtidos através da integração da área abaixo da curva dos gráficos tensão *versus* deformação.

## 5.2.4 Ensaio de impacto (Charpy-V)

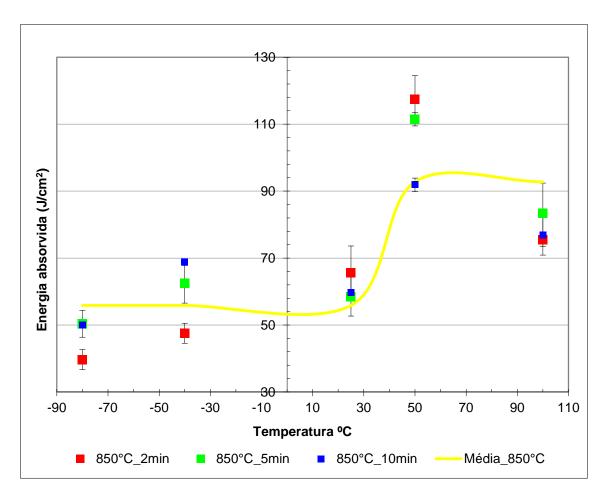
As Figuras 5.18, 5.19 e 5.20 apresentam os resultados do ensaio de impacto das amostras recozidas a 800, 850 e 900°C por 2, 5 e 10 minutos, respectivamente. Observando as três figuras é possível notar que não há uma tendência clara de aumento ou diminuição dos valores de energia absorvida com o aumento ou diminuição do tempo de tratamento e, consequentemente, da fração da fase sigma. Em cada condição isotérmica, os valores obtidos para as cinco temperaturas de ensaio de impacto, são muito próximos e quase sempre estão dentro da dispersão do ensaio. Estudos já realizados mostraram que a fratura frágil em aços inoxidáveis duplex ocorre para frações de fase sigma superiores a 5% [38,46]. Em outro estudo, realizado a temperatura ambiente, foi necessário cerca de 25% de fase sigma para que a energia de impacto fosse reduzida a valores próximos de 0J [47]. Isso explica o fato da fase sigma não ter tido significativa influência nos resultados do ensaio de impacto, já que neste trabalho a fração máxima de fase sigma obtida foi próxima a 4%. Outra observação que pode ser feita é que nas três

temperaturas de recozimento (Figuras 5.18, 5.19 e 5.20) houve uma queda no valor de energia absorvida obtido no ensaio de impacto realizado a 100°C em comparação aos valores obtidos a 50°C. Como além da fase sigma, vários outros fatores como quantidade de inclusões, microestrutura, quantidade de ferrita, condições de encruamento e tratamentos térmicos de envelhecimento [30] influenciam e tornam altamente complexos os ensaios de impacto dos aços inoxidáveis duplex, essa queda pode estar relacionada com qualquer um destes fatores e precisaria ser mais estudada para o completo entendimento.

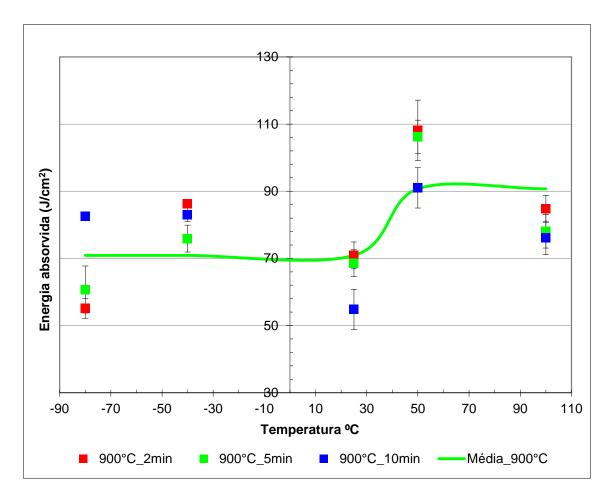
Todas as curvas de tendência de transição dúctil-frágil apresentadas nos gráficos foram traçadas através do cálculo das médias aritméticas entre os valores mais próximos.



**Figura 5.18 -** Resultados dos ensaios de impacto das amostras recozidas a 800°C por 2, 5 e 10 minutos.

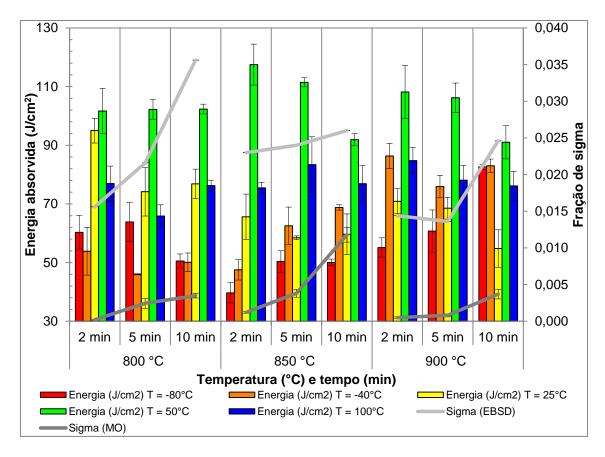


**Figura 5.19 -** Resultados dos ensaios de impacto das amostras recozidas a  $850^{\circ}$ C por 2, 5 e 10 minutos.



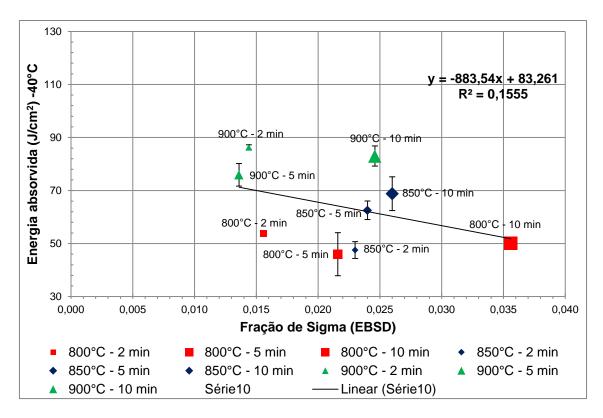
**Figura 5.20 -** Resultados dos ensaios de impacto das amostras recozidas a 900°C por 2, 5 e 10 minutos.

A Figura 5.21 apresenta os valores de energia absorvida encontrados nas cinco temperaturas utilizadas no ensaio de impacto Charpy-V para todas as condições de recozimento. Nota-se que, como já dito anteriormente, não é possível observar uma tendência clara entre os resultados obtidos nas cinco temperaturas do ensaio de impacto, com os tratamentos térmicos de recozimento e as diferentes frações de fase sigma que eles produziram. Nota-se também a queda no valor de energia absorvida dos corpos de prova ensaiados a 100°C em comparação aos ensaiados a 50°C.



**Figura 5.21 -** Relação entre as frações de fase sigma obtidas por MO e EBSD-MEV com os resultados do ensaio de impacto.

Na Figura 5.22 é possível notar a baixa correlação linear entre os resultados do ensaio de impacto realizado a -40°C com as frações de fase sigma obtidas por EBSD-MEV, em todas as condições de recozimento. Essa correlação se repetiu para todas as temperaturas do ensaio de impacto realizadas, sendo o melhor coeficiente de determinação (R² = 1,5555), ainda que baixo, obtido na amostra ensaiada a -40°C. Porém, mesmo com a baixa correlação foi capturada uma tendência descrita pela reta decrescente, que mostra que aumentando a fração de fase sigma há uma redução nos valores de energia absorvida. Essa tendência é coerente, pois como já dito, a fase sigma reduz a tenacidade.

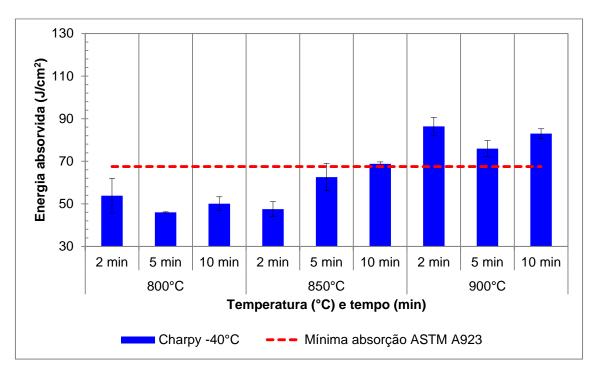


**Figura 5.22 –** Relação entre a precipitação de fase sigma nas diferentes condições de recozimento, medidas no EBSD-MEV, e os valores de energia de impacto obtidos a -40°C.

O parâmetro mínimo para absorção de energia, estabelecido pela norma ASTM A923 é 54J a temperatura de -40°C, em corpos de prova com seção útil 10x10mm [29]. Como o material utilizado neste trabalho tem espessura nominal de 5mm, a norma sugere que na utilização de um corpo de prova *subsize* a energia mínima absorvida deve ser ajustada através de uma relação diretamente proporcional a redução da área da seção útil. Como neste trabalho a energia foi calculada em função da área, para minimizar a dispersão, já que os corpos de prova possuem dimensões ligeiramente diferentes, o valor mínimo de energia absorvido pela norma que seria 27J, neste caso passa a ser 68J/cm².

Pelos resultados obtidos a -40°C, mostrados na Figura 5.23, nota-se que os valores de energia absorvida das amostras recozidas a 800°C e da amostra recozida a 850°C por 2 minutos ficaram abaixo do mínimo exigido pela norma ASTM A923 na condição *subsize*, que neste caso é 68J/cm², e os valores das demais amostras ficaram a cima. Esses resultados estão diretamente relacionados com as fases primárias, já que ferrita e austenita têm

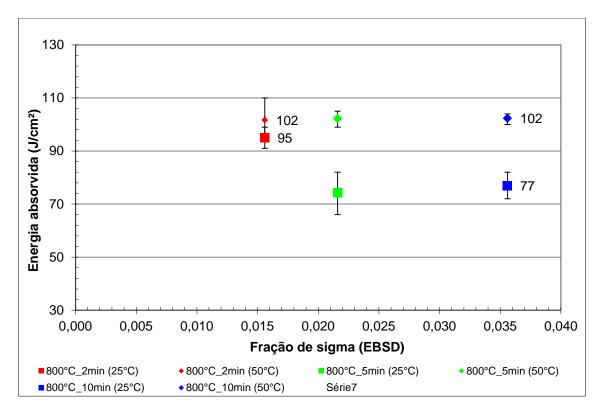
comportamentos distintos em ensaios com elevada taxa de carregamento, como nos ensaios de impacto. Uma maior quantidade de ferrita reduz a tenacidade do material, devido à restrição de mobilidade dos planos cristalográficos da ferrita, principalmente em baixas temperaturas. Já a austenita é responsável pela boa tenacidade do duplex, que tem o efeito de retardar a clivagem da ferrita [7,8].



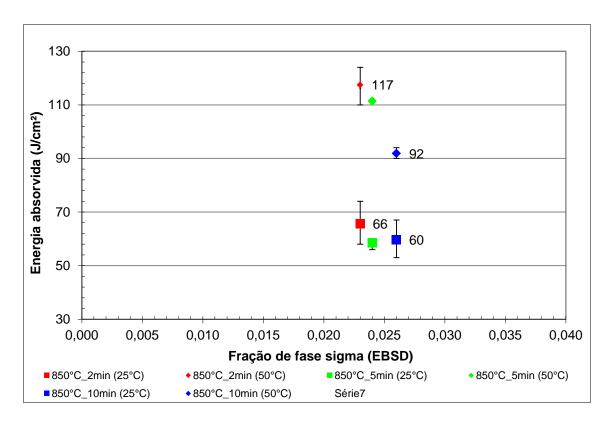
**Figura 5.23 -** Valores de tenacidade ao impacto realizado a -40°C e sua comparação com o valor mínimo exigido pela norma ASTM A923.

Ao se avaliar os resultados dos ensaios de impacto realizados a 25 e 50°C, referente às amostras recozidas a 800, 850 e 900°C, com as respectivas frações de fase sigma, é possível notar uma pequena tendência de diminuição nos valores de energia absorvida com o aumento da fração de fase sigma, como mostrado nas Figuras 5.24, 5.25 e 5.26, respectivamente. Observa-se que na maioria das condições, os menores valores de energia absorvida foram encontrados nas amostras que tiveram as maiores frações de fase sigma, que também são as amostras que com maiores tempos de tratamento. Enquanto os maiores valores de energia absorvida foram encontrados nas amostras com menores frações de fase sigma, que são as amostras com menores tempos de tratamento. Esses resultados estão compatíveis com a literatura, pois, como a

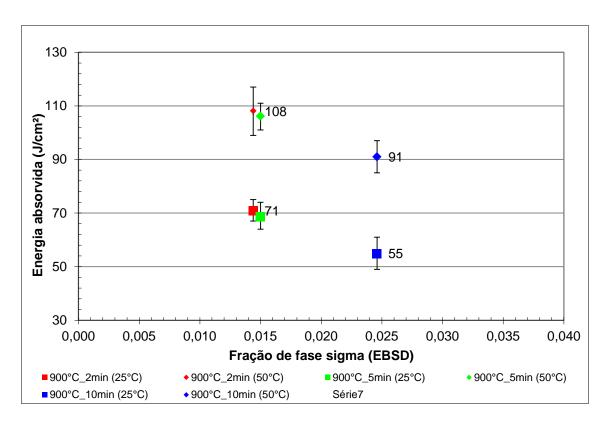
fase sigma é conhecida por afetar negativamente a tenacidade do material [48], quanto menor for sua fração, menos frágil estará o material e maiores serão os valores de energia absorvida obtidos quando comparados com amostras que possuem frações de fase sigma mais elevadas. Essa ligeira tendência de aumento ou diminuição da energia absorvida com as frações de fase sigma não foi vista nas amostras recozidas a 800°C e ensaiadas a 50°C no ensaio de impacto, pois apresentaram os mesmos valores de energia absorvida nas três temperaturas de tratamento.



**Figura 5.24 -** Relação entre os valores do ensaio de impacto a 25 e 50°C das amostras recozidas a 800°C com 2, 5 e 10 minutos de encharque com as respectivas frações de fase sigma medidas pelo EBSD-MEV.

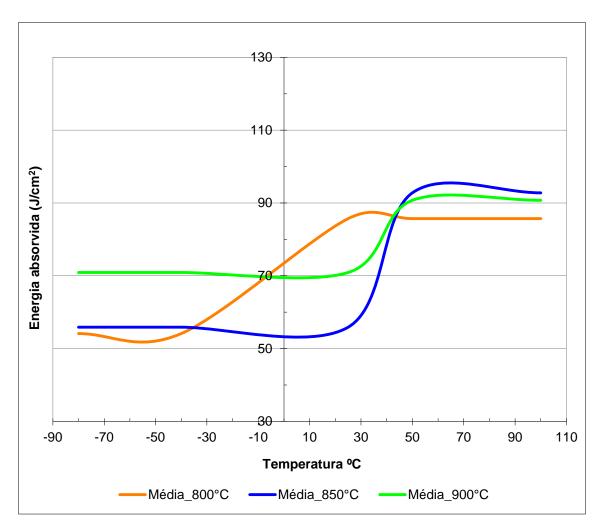


**Figura 5.25 -** Relação entre os valores do ensaio de impacto a 25 e 50°C das amostras recozidas a 850°C com 2, 5 e 10 minutos de encharque com as respectivas frações de fase sigma medidas pelo EBSD-MEV.



**Figura 5.26 –** Relação entre os valores do ensaio de impacto a 25 e 50°C das amostras recozidas a 900°C com 2, 5 e 10 minutos de encharque com as respectivas frações de fase sigma medidas pelo EBSD-MEV.

A Figura 5.27 apresenta todas as curvas de tendência de transição dúctil-frágil, obtidas pelas médias aritméticas entre os valores mais próximos, nas cinco temperaturas de ensaio de Charpy-V, das amostras que foram utilizadas para a realização deste ensaio. É possível observar o efeito das temperaturas dos tratamentos térmicos de recozimento. As amostras recozidas a 800 e 850°C apresentaram um decréscimo, ainda que pequeno devido às dispersões naturais do ensaio, de cerca de 20J na temperatura de início de transição dúctil-frágil quando comparadas com as amostras que foram recozidas à 900°C. Esse resultado pode estar relacionado com a fração de sigma existente no material, pois, como já foi dito anteriormente neste trabalho, a fase sigma fragiliza o material, reduzindo os valores de energia absorvida no ensaio de impacto, e as amostras recozidas nestas temperaturas (800 e 850°C) foram as que tiveram maior fração desta fase.



**Figura 5.27 -** Curvas de transição dúctil-frágil das amostras recozidas a 800, 850 e 900°C com 2, 5 e 10 minutos de encharque.

## 6 CONCLUSÕES

## Material laminado a quente e material solubilizado

Os resultados da micropureza, da contagem de partículas por EDS-MEV e as micrografias mostraram que o tratamento térmico de solubilização reduziu a quantidade e a dispersão de partículas ao se realizar o recozimento, com o material laminado a quente (EE), na temperatura de 1070°C durante 10 minutos. As partículas que ainda permaneceram na amostra após o tratamento térmico de solubilização, possivelmente são óxidos ou outras inclusões provenientes de processos anteriores à laminação a quente.

Tanto na amostra laminada a quente quanto na solubilizada a fase primária mais presente foi a ferrita, estando esse resultado compatível com os diagramas de fase para a faixa de temperatura que essas amostras foram expostas.

Os valores de LR, LE superiores e o AT inferior encontrados na laminada a quente comparados aos encontrados na amostra solubilizada estão relacionados à microestrutura mais refinada na condição de laminado a quente comparado a microestrutura do material solubilizado. Para aumentar o módulo de tenacidade do material laminado a quente, diminuindo o LE, LR e aumentar o alongamento, recomenda-se realizar um recozimento na temperatura de solubilização realizada neste trabalho, 1070°C.

## • Material recozido (800, 850 e 900°C)

Em todas as condições de recozimento realizadas neste trabalho, a fração de austenita foi superior à de ferrita, ficando na média de 55% de austenita e 45% de ferrita.

Os tratamentos térmicos realizados a 800, 850 e 900°C com intervalos de tempo de 2, 5 e 10 minutos levaram a precipitação de fase sigma. Essas frações de fase sigma encontradas variaram de próximo de 0 até 4% nas medidas realizadas no MO e EBSD-MEV.

Observou-se que para cada condição isotérmica de recozimento, com o aumento do tempo de tratamento, houve aumento na fração de fase sigma e aumento nos valores de limite de resistência.

A medição de fases realizada por EBSD-MEV apresentou maior correlação com o limite de resistência do que a medição por MO. Porém, as duas técnicas apresentaram a mesma tendência.

Na análise dos resultados obtidos no ensaio de impacto, para a maioria das condições ensaiadas não foi possível observar uma considerável influência do tempo de tratamento e das diferentes frações de fase sigma nos valores encontrados.

Por outro lado, ao analisar somente as amostras submetidas à 25 e 50°C no ensaio de impacto Charpy-V, dos materiais recozidos a 800, 850 e 900°C é possível notar uma discreta tendência de aumento nos valores de energia absorvida nas amostras com menores frações de fase sigma e vice e versa.

No ensaio de impacto realizado a -40°C a maioria das amostras ensaiadas apresentaram valores de energia absorvida superiores ao mínimo exigido pela norma ASTM A923. Apenas as amostras recozidas a 800°C e a amostra recozida a 850°C por 2 minutos apresentaram resultados inferiores.

Foi possível observar o efeito da temperatura de recozimento nas curvas de transição dúctil-frágil. As amostras recozidas a 800 e 850°C apresentaram início transição dúctil-frágil cerca de 20J abaixo das amostras recozidas a 900°C.

Mesmo com o tempo mais elevado de tratamento (10 minutos) para o aço AID UNS S31803 nas temperaturas críticas de formação de sigma, característico de uma possível variação, como em paradas de linha no processo de recozimento industrial, a fração de fase sigma medida da ordem de 4% não alterou significativamente as propriedades mecânicas, especialmente a tenacidade, não representando potencial risco no processamento industrial deste material.

# 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar tratamentos térmicos de recozimento mais longos, maiores que 10 minutos, para avaliar a influência de frações de fase sigma maiores que 4% nas propriedades mecânicas do material estudado.
- 2. Avaliar a influência de pequenas frações de fase sigma (<4%) nas propriedades de corrosão do material e na tenacidade à fratura.
- 3. Avaliar a influência das condições de tratamento na morfologia, tamanho e dispersão dos precipitados de fase sigma.

# 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Costa e Silva A.L., Mei P.R. Aços e ligas especiais. 3º Edição. São Paulo: Blucher, 2010. p.425-429.
- [2] Charles J., Chemelle P. The history of duplex developments, nowadays DSS properties and duplex market future trends. World Iron & Steel 6 (2011): 002.
- [3] Sedriks A.J. Corrosion of stainless steels. 2. ed., NY: John Wiley, 1996 p.1-2; p-41-42; 52; 132; 143; 239-242.
- [4] Streicher M.A. In: Stainless steel 77. Londres: Climax Molybdenum Co, 199.
- [5] Padilha A.F. Aços inoxidáveis: histórico e desenvolvimento. In: BOOT, I. (Ed). Aços: pespectivas para os próximos 10 anos. Rio de Janeiro: Recope, 2002, p. 129-138.
- [6] Padilha A.F., Plaut R.L., Rios P.R. Stainless steels heat treatment (Chapter 12). In: Totten, G. E. Steel heat treatment: metallurgy and technology. 2. ed. Boca Raton (FL, USA): CRC Press, 2007. p. 695-739.
- [7] Solomon H.D., Devine Jr T.M. Duplex stainless steel a tale of two phases. In: Duplex Stainless Steel. Proceedings Metals Park, Ohio: ASM, 1982, p. 693-756.
- [8] Nilsson J.O. Super duplex stainless steels. Materials Science and Technology, v.8, p. 685-700, 1992.
- [9] Alvarez-Armas I. Duplex Stainless Steels: Brief History and Some Recent Alloys. Recent Patents on Mechanical Engineering 2008, 1, 51-57, 2008.
- [10] Martins M.A., Oliveira T.R., Pinto R., Faria G.L. Efeito do tratamento térmico na proporção de fases e nas propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis duplex UNS S31803 E UNS S32304. 71° Congresso Anual da ABM, 2016, Rio de Janeiro, Brasil.
- [11] Charles, J. Duplex stainless steels, a review after DSS'07 held in Grado. La Revue de Métallurgie, Paris, n. 3, p. 155-171, 2008.
- [12] Outokumpu. Handbook of stainless steel. Sweden, 2013.

- [13] Donik, C. et al. Initial oxidation of duplex stainless steel. Applied surface science, Slovenia, 2009. 7056-7061.
- [14] International Molybdenum Association (IMOA). Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steel. 2nd Ed, London UK, 2009.
- [15] Oliveira, T.R. Comportamento de juntas soldadas de aço inoxidável duplex UNS S31803 com teores variados de níquel no metal depositado. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de São Carlos, São Paulo, 1994.
- [16] Gentil, V. Corrosão. 5<sup>a</sup>. Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2007.
- [17] Sundman B., Jansson B., Andersson J.-O. The Thermo-Calc Databank System, CALPHAD, 9 (1985) 153-190.
- [18] Redjaimia A., Metauer G., Gantois M. Decomposition of delta ferrite in a Fe-22Cr-5Ni-3Mo-0.03C Duplex stainless steel. A morphological and structural study, Duplex Stainless Steels '91, Beaune, France, 1 (1991) 119-126.
- [19] Joubert J.-M. Crystal chemistry and Calphad modeling of the sigma phase. Progress in Materials Science, 2008. 53 : p. 528–583.
- [20] Josefsson B., Nilsson J.-O., Wilson A., Phase transformations in duplex steels and the relation between continuous cooling and isothermal heat treatment, Duplex Stainless Steels '91, Beaune, France, 1 (1991) 67-78.
- [21] Huang C.-S., Shih C.-C., Effects of nitrogen and high temperature aging on σ-phase precipitation of duplex stainless steel, Mater. Sci. Eng. A, 402 (2005) 66-75.
- [22] Martins M., Casteletti L.C., Heat treatment temperature influence on ASTM A890 GR 6A superduplex stainless steel microstructure. Materials Characterization, 2005. 55: p. 225-233.
- [23] Sieurin H., Sandström R. Sigma phase in duplex stainless steel 2205. Material Science and Engineering. Stockholm, A 444 (2007). 271-276.
- [24] Pinto, T.B. Comportamento mecânico de um aço inoxidável dupelx do tipo 2205 sob a influência e da precipitação de fases frágeis. Tese de Doutorado. Universidade Estadual de Campinas, 2001.

- [25] Anderson T.L. Fracture Mechanics Fundamentals and Applications. 2<sup>a</sup> Ed. [S.I.]: CRC Press, 1995.
- [26] Erauzkin E., Irisarri A.M. Effect of the testing temperature on the fracture toughness of a duplex stainless steel. Scripta Metallurgica et Materialia, v.25, p. 1731-1736, 1991.
- [27] Dieter, G. E. Metalurgia Mecânica. 2ª Edição. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1981. p. 282-321.
- [28] ASTM E8/ E8m-16a Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. ASTM Internacional, 2016.
- [29] ASTM A923 14. Standard Test Methods for Detecting Detrimental Intermetallic Phase in Duplex Austenitic/Ferritic Stainless Steels. ASTM Internacional, 2014.
- [30] Gaddam R., Chai G., Stenvall P. Study on dynamics fracture behavior of SAF 2505 weldments at sub-zero temperatures. 1st International Network Meeting of EUSMAT, Saarbrücken, 2017.
- [31] Júnior, W.S. Caracterização e modelagem matemática da fração recristalizada de ferrita no aço inoxidável ferrítico AISI 430 durante o processo de deformação a quente em laminador steckel. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.
- [32] Neto, C.L. Simulação numérica da laminação a frio no laminador Sendzimir Número 2 da Acesita. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.
- [33] Ritoni M., Martins M., Mei P.R. Efeito do tratamento térmico de solubilização na microestrutura e propriedades de impacto ao aço inoxidável superaustenítico ASTM 744 Gr. CN3MN. Revista Escola de Minas, Outo Preto, Brasil, 2010.
- [34] ASTM A240/A240M 12 Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications. ASTM Internacional, 2012.

- [35] ASTM E45-13, Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel. ASTM International, 2013.
- [36] Young M.C, Chan S.L.I, Tsay L.W, Shin C.S. Hydrogen-enhanced cracking of 2205 duplex stainless steel welds. Materials Chemistry and Physics 91 p. 21–27, 2005.
- [37] Costa e Silva A. L., Avillez R. R. Avaliação da cinética de precipitação de compostos intermetálicos em aços inoxidáveis duplex através de modelamento matemático da difusão. 64º Congresso Anual da ABM, 2009, Belo Horizonte, Brasil.
- [38] Magnabosco, R. Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço SAF 2205. Tese de Doutorado. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, 2001.
- [39] Tavares S.S.M, Pardal J.M, Guerreiro J.L, Gomes A.M, da Silva M.R. Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 322 (2010) L29–L33.
- [40] Dos Santos D C. Estudo das transformações de fase isotérmicas do aço UNS S31803 envelhecido entre 700°C e 950°C. 2013. 300f. Tese (Doutorado em Engenharia) Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.
- [41] Magnabosco R., Dos Santos D.C. Formação de fases intermetálicas em envelhecimentos rápidos entre 850 e 950°C em aço inoxidável superdúplex. Congresso Anual da ABM, São Paulo, Brasil, 2011.
- [42] Pohl M. The ferrite/austenite ratio of duplex stainless steels. Z. Metallkd., v.86, n.2, p.97-102, 1995.
- [43] Brodusch N., Demers H., Gauvin R. Nanometres-resolution Kikuchi patterns from materials sciencespecimens with transmission electron forward scatter diffractionin the scanning electron microscope. Journal of Microscopy, Vol. 250, Pt 1 2013, pp. 1–14.
- [44] Small J.A., Michael J.R. Phase identification of individual crystalline particles by electron backscatter diffraction. Journal of Microscopy, Vol. 201, Pt 1, January 2001, pp. 59±69.

- [45] Pohl M., Storz O., Glogowski T. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. Materials Characterization, 58 (2007) 65–71.
- [46] Chen T.H., Weng K.L., Yang J.R.. The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel. Materials Science and Engineering A338 (2002) 259/270.
- [47] Topolska S., Labanowski J. "Effect of Microstructure on Impact Toughness of Duplex and Superduplex Stainless Steels," Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 36(2), pp. 142-149, 2009.
- [48] Sieurin H. Fracture toughness properties of duplex stainless steels. Doctoral Thesis Department of Materials Science and Engineering, Royal Institute of Technology. Stockholm, 2006.