

**EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO PÓS-SOLDAGEM NA MICRO E
SUBESTRUTURA DE AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS E
SUPERDUPLEX**

RENATA BARBOSA GONÇALVES

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE – UENF

**CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ
MARÇO - 2012**

EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO PÓS-SOLDAGEM NA MICRO E
SUBESTRUTURA DE AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS E
SUPERDUPLEX

RENATA BARBOSA GONÇALVES

Dissertação de Mestrado submetida ao
corpo docente do Centro de Ciência e
Tecnologia, da Universidade Estadual do
Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como
parte dos requisitos necessários à
obtenção do título de Mestre em
Engenharia e Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Luis Augusto Hernandez Terrones

Co-orientador: Prof. Dr. Ronaldo Pinheiro da Rocha Paranhos

Campos dos Goytacazes - RJ

Março de 2012

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do **CCT / UENF**

21/2012

Gonçalves, Renata Barbosa

Efeito do tratamento térmico pós-soldagem na micro e subestrutura de aços inoxidáveis austeníticos e superduplex / Renata Barbosa Gonçalves. – Campos dos Goytacazes, 2012.

xiv, 115 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências dos Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2012.

Orientador: Luis Augusto Hernandez Terrones.

Co-orientador: Ronaldo Pinheiro da Rocha Paranhos.

Área de concentração: Metalurgia física.

Bibliografia: f. 110-115.

1. Aços inoxidáveis austeníticos e superduplex soldados 2. Tratamentos térmicos 3. Microestrutura I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados II. Título.

CDD 669.96142

EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO PÓS-SOLDAGEM NA MICRO E
SUBESTRUTURA DE AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS E SUPERDUPLEX

RENATA BARBOSA GONÇALVES

Dissertação de Mestrado submetida ao corpo docente do Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais.

Aprovada em 19 de Março de 2012.

Comissão Examinadora:



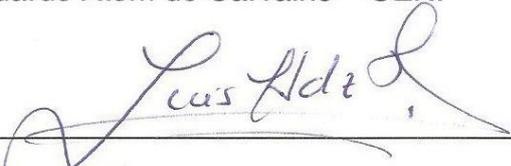
Prof. Dr^a. Ana Lúcia Diegues Skury – UENF



Prof. Dr. João José de Assis Rangel – Universidade Candido Mendes



Prof. Dr. Eduardo Atem de Carvalho – UENF



Prof. Dr. Luis Augusto Hernandez Terrones – UENF

O importante é não parar de questionar. A curiosidade tem sua própria razão de existir. Uma pessoa não pode deixar de se sentir reverente ao contemplar os mistérios da eternidade, da vida, da maravilhosa estrutura da realidade. Basta que a pessoa tente compreender um pouco mais desse mistério a cada dia.

Albert Einstein

Dedico este trabalho a Deus por ter colocado muitos sonhos em meu coração e por a cada dia me dar sabedoria, coragem, temor e amor para que possa vê-los se concretizando.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por seu imenso amor e misericórdia, permitindo que a cada dia eu possa superar os obstáculos encontrados, crescendo.

Agradeço a todos os meus familiares por me amarem incondicionalmente, em especial aos meus pais Luciene e Carlos Augusto por estarem sempre torcendo por mim e muita das vezes abrindo mão de seus sonhos para que eu possa realizar os meus. À minha irmã Juliana por compreender todos os momentos em que estive ausente em sua vida. Aos meus tios Tereza e Laélcio, que nestes últimos anos estiveram ao meu lado nos momentos mais difíceis com paciência, atenção e amor. À Inácia Rangel por todo afeto, carinho e amizade.

Agradeço a professora Sirley Brandão e à Beatriz pela amizade e incentivo em todas as etapas vivenciadas até agora na minha vida acadêmica e também pessoal. Agradeço a todos os meus amigos, que fazem os meus dias bem mais alegres e coloridos, em especial a Carla, Gleydiane, Cleitor, Maria Fernanda, Rogério, Ricardo, Silvio, Zulmira, Joadélio, Marlon, Luciane e Mariana. A Ewerton Maick a quem mais que amigo já se tornou um irmão, por todas as ligações intermináveis, estresses, angústias e, claro, momentos compartilhados de muitas alegrias. Ao meu namorado Rodrigo por todo amor, compreensão, carinho, amizade, e disponibilidade, se fazendo presente em todos os momentos em minha vida.

Agradeço aos professores, técnicos e estagiários da UENF por todo conhecimento prático e teórico proporcionado para a concretização deste trabalho. Em especial a professora Ana Lúcia pelo seu bom dia sempre bem humorado, ao Eduardo Atem, Angellus e Sérgio Neves. Ao professor Anatoliy (*in memoriam*) por todo conhecimento e discussão disponibilizado ao longo da parte experimental. Aos ex-estagiários do Laboratório de Metalografia: Anderson, Ramon e Mateus e às alunas Juliana e Bárbara pelas discussões e atividades referentes à parte experimental.

Ao co-orientador prof. Ronaldo Paranhos, pela atenção e conhecimentos encontrados em suas aulas e ao meu orientador prof. Luis Augusto Terrones por todo incentivo, comprometimento, experiência e amizade disponibilizados ao longo deste trabalho.

SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS	V
ÍNDICE DE TABELAS	XII
LISTA DE SÍMBOLOS	XIII
LISTA DE ABREVIATURAS	XIV
CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO	1
1.1 Objetivos	3
1.1.1 Objetivo Geral	3
1.1.2 Objetivos Específicos	3
1.2 Justificativas	4
CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1 Aços Inoxidáveis	5
2.1.1 Classificação dos Aços Inoxidáveis	7
2.1.1.1 Aços Inoxidáveis Ferríticos	7
2.1.1.2 Aços Inoxidáveis Martensíticos	8
2.1.1.3 Aços Inoxidáveis Austeníticos	8
2.1.1.4 Aços Inoxidáveis Duplex	9
2.2 Metalurgia Física	10
2.2.1 Diagrama de equilíbrio Fe-Cr	10
2.2.2 Diagrama de equilíbrio Fe-Cr-Ni	11
2.2.3 Diagrama Pseudo-Binário 70%Fe-30%Cr-Ni	13
2.3 Microestrutura dos Aços Inoxidáveis Austeníticos e Superduplex	14
2.3.1 Aços Inoxidáveis Austeníticos	14
2.3.2 Aços Inoxidáveis Superduplex	15
2.3.3 Fases Formadas e Suas Características	15
2.3.3.1 Carbetos	15
2.3.3.2 Carbetos do tipo $M_{23}C_6$	16
2.3.3.3 Carbetos do tipo MC	17
2.3.3.4 Carbetos do tipo M_6C	19

2.3.3.5 Carbeto do tipo M_7C_3 e M_5C_2	20
2.3.3.6 Fases Intermetálicas	20
2.3.3.6.1 Fase sigma (σ)	20
2.3.3.6.2 Fase chi (χ)	21
2.3.3.6.3 Fase de Laves (η)	22
2.3.3.6.4 Nitretos	23
2.4 Sensitização, Solubilização e Estabilização em Aços Inoxidáveis	24
2.5 Microestrutura dos Aços Inoxidáveis Soldados	28
2.5.1 Aços Inoxidáveis Austeníticos	29
2.5.2 Aços Inoxidáveis Superduplex	33
CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS	38
3.1 Materiais	38
3.2 Preparação Metalográfica	40
3.3 Tratamentos Térmicos	41
3.4 Técnicas para Avaliação Microestrutural	42
3.4.1 Ataques	42
3.4.2 Microscopia Ótica	44
3.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura	44
CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
4.1 Microscopia Ótica	47
4.1.1 Aço Inoxidável Austenítico AISI 347	47
4.1.1.1 Material como Recebido	47
4.1.1.2 Material Soldado	49
4.1.1.2.1 Metal Base	49
4.1.1.2.2 Zona Termicamente Afetada	50
4.1.1.2.3 Zona Fundida	52
4.1.1.3 Material com Tratamento Térmico de Solubilização	53
4.1.1.3.1 Metal Base	53
4.1.1.3.2 Zona Termicamente Afetada	54
4.1.1.3.3 Zona Fundida	54
4.1.1.4 Material com Tratamento Térmico de Estabilização	55

4.1.1.5 Contagem da ferrita delta na ZF	57
4.1.2 Aço Inoxidável Superduplex SAF 2507	59
4.1.2.1 Material como recebido	59
4.1.2.2 Material Soldado	60
4.1.2.2.1 Metal Base	60
4.1.2.2.2 Zona Termicamente Afetada	61
4.1.2.2.3 Zona Fundida	63
4.1.2.3 Material com Tratamento Térmico de Solubilização a 900°C por 1 h	64
4.1.2.3.1 Metal Base	64
4.1.2.3.2 Zona Termicamente Afetada	65
4.1.2.3.3 Zona Fundida	66
4.1.2.4 Material com Tratamento Térmico de Solubilização a 1100°C por 18 min	67
4.1.2.4.1 Metal Base	67
4.1.2.4.2 Zona Termicamente Afetada	68
4.1.2.4.3 Zona Fundida	70
4.1.2.5 Material com Tratamento Térmico de Solubilização a 1150°C por 30 min	71
4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura	73
4.2.1 Aço Inoxidável Austenítico AISI 347	73
4.2.1.1 Material como Recebido	73
4.2.1.2 Material Soldado	73
4.2.1.2.1 Metal Base	73
4.2.1.2.2 Zona Termicamente Afetada	74
4.2.1.2.3 Zona Fundida	76
4.2.1.3 Material com Tratamento Térmico de Solubilização	82
4.2.1.3.1 Metal Base	82
4.2.1.3.2 Zona Termicamente Afetada	83
4.2.1.3.3 Zona Fundida	85
4.2.2 Aço Inoxidável Superduplex SAF 2507	87
4.2.2.1 Material como Recebido	87

4.2.2.2 Material Soldado	87
4.2.2.2.1 Metal Base	87
4.2.2.2.2 Zona Termicamente Afetada	88
4.2.2.2.3 Zona Fundida	90
4.2.2.3 Material com Tratamento Térmico de Solubilização a 900°C por 1 h	93
4.2.2.3.1 Metal Base	93
4.2.2.3.2 Zona Termicamente Afetada	93
4.2.2.3.3 Zona Fundida	95
4.2.2.4 Material com Tratamento Térmico de Solubilização a 1100°C por 18 min	97
4.2.2.4.1 Metal Base	97
4.2.2.4.2 Zona Termicamente Afetada	97
4.2.2.4.3 Zona Fundida	99
4.2.2.5 Material com Tratamento Térmico de Solubilização a 1150°C por 30 min	102
CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES	106
5.1 Aço Inoxidável Austenítico AISI 347	106
5.2 Aço Inoxidável Superduplex SAF 2507	107
CAPÍTULO 6: SUGESTÕES	109
CAPÍTULO 7: REFERÊNCIAS	110

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1:	Diagrama de equilíbrio Fe-Cr.	11
FIGURA 2:	Seção vertical do diagrama de equilíbrio Fe-Cr-Ni.	12
FIGURA 3:	Relação entre as temperaturas e a precipitação de fases no diagrama de equilíbrio 70%Fe-30%Cr-Ni.	13
FIGURA 4:	Microestrutura típica do aço inoxidável austenítico observada por MO: a) aço 316, b) aço 18Cr-8Ni.	14
FIGURA 5:	Microestrutura típica do aço inoxidável superduplex. MO: ataque com o ácido oxálico: a) 200x, b) 500x.	15
FIGURA 6:	Carbeto do tipo $M_{23}C_6$ nos contornos de grão do aço AISI 321, estabilizado a 1000°C com Ti: a) observado por MEV, b) observado por MO.	16
FIGURA 7:	Formação de carbetos nos contornos: a) serrilhados, b) planos.	17
FIGURA 8:	Carbetos do tipo MC: a) (Ti, Mo)C em aço laminado estabilizado com Ti, solubilizado, b) NbC identificado no interior de grãos do aço 18Cr-10Ni.	18
FIGURA 9:	Microestrutura da amostra estabilizada em: a) 875°C, e envelhecida a 600°C por 100 h; b) a 950°C e envelhecida em 600°C por 24 h. MO: ataque ácido oxálico.	18
FIGURA 10:	Microestruturas típicas do aço 347. MO: ataque com 20 mL de ácido acético, 20 mL de ácido nítrico, 30 mL de ácido clorídrico e 10 mL glicerol.	19
FIGURA 11:	Fase sigma no aço inoxidável austenítico 316L tratado em 550°C por 85.000 h, microscopia eletrônica de varredura: a) 20000x, b) 6500x.	21
FIGURA 12:	Fase chi nos contornos de grão do aço inoxidável superduplex SAF 2507: a) próxima a nitretos, b) próxima a fase sigma.	22
FIGURA 13:	Microestruturas com a precipitação da fase de Laves do tipo Fe_2Nb em aço inoxidável austenítico contendo 1,7% Nb após envelhecimento por 25 h a 800°C.	23
FIGURA 14:	TiN no aço AISI 321. Microscopia ótica: a) tratado a 1100°C, b) envelhecido a 600°C.	24

FIGURA 15:	Corrosão intergranular.	24
FIGURA 16:	Influência da temperatura na precipitação de carbeto.	25
FIGURA 17:	Influência dos tratamentos térmicos empregados no grau de sensitização do aço.	27
FIGURA 18:	Esquema das 3 zonas formadas no material após a soldagem.	28
FIGURA 19:	Esquema com as morfologias da ferrita que se forma na zona fundida do aço inoxidável austenítico.	31
FIGURA 20:	Morfologia vermicular da ferrita delta precipitada na ZF do aço 316.	31
FIGURA 21:	Sensitização: a) aço 316L. MO: ataque eletrolítico, b) aço 347. MEV: ataque eletrolítico.	32
FIGURA 22:	Ferrita delta, no aço AISI 316L solubilizado. MEV: ataque com água régia.	32
FIGURA 23:	Quantificação da ferrita delta por diferentes métodos.	33
FIGURA 24:	Identificação das morfologias da austenita formada no resfriamento de aços inoxidáveis duplex.	34
FIGURA 25:	Esquema de correlação da formação da microestrutura da solda de um aço inoxidável com o corte do sistema Fe-Ni-Cr com 70%Fe.	36
FIGURA 26:	Microestrutura da ZTA de um aço duplex. As regiões escuras correspondem à ferrita e as claras à austenita.	37
FIGURA 27:	Esquema da retirada de amostras, observações na face lateral, transversal a solda.	38
FIGURA 28:	Amostra do AISI 347.	39
FIGURA 29:	Amostra do SAF 2507 soldado.	40
FIGURA 30:	Esquema do ataque eletrolítico.	42
FIGURA 31:	AISI 347 atacado com glicerégia, MO: 200. a) 200x, b) 500x.	44
FIGURA 32:	Esquema indicando as regiões analisadas por MO, corte transversal a solda.	46
FIGURA 33:	Macrografia indicando as regiões analisadas por MEV.	47
FIGURA 34:	Microestrutura do aço 347 como recebido. 500x.	48

FIGURA 35:	Microestrutura do material como recebido. Solução de ácido nítrico, 500x: a) e b) identificação da microestrutura.	48
FIGURA 36:	Microestrutura característica do metal base do aço inoxidável austenítico AISI 347. Ataque com ácido nítrico: a) 200x, b) 500x.	49
FIGURA 37:	Zona termicamente afetada do aço AISI 347, atacado com ácido oxálico: a) 200x, b) 500x.	50
FIGURA 38:	Zona termicamente afetada. Ataque eletrolítico com solução de ácido nítrico. 500x.	51
FIGURA 39:	Microestrutura da ZTA. Ataque com solução de ácido nítrico. 500x. a) e b) Presença de ferrita delta na zona termicamente afetada.	51
FIGURA 40:	Microestrutura da ZF por MO, ataque com ácido nítrico: a) identificação da morfologia da ferrita δ , 320x; b) centro da ZF sem a evidência de contornos de grão, 200x; c) microestrutura da região próxima a ZTA evidenciando os contornos de grão, 200x; d) diferentes morfologias da ferrita δ , 200x; e) microestrutura do centro da ZF, 500x; f) ferrita eutética na região da ZF próxima a ZTA, 500x.	52
FIGURA 41:	Microestrutura do metal base do aço soldado após tratamento térmico de solubilização. Ataque eletrolítico com ácido oxálico. 500x.	53
FIGURA 42:	ZTA, aço soldado com tratamento térmico de solubilização. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. 500x.	54
FIGURA 43:	Zona fundida, aço soldado com tratamento térmico de solubilização. Ataque eletrolítico com ácido oxálico. a) 200x, b) 500x.	55
FIGURA 44:	Microestrutura do aço 347 estabilizado. Ataque eletrolítico com ácido oxálico. MB: a) 200x, d) 500x; ZTA: b) 200x, e) 500x; ZF: c) 200x, f) 500x.	56
FIGURA 45:	Microestrutura do aço inoxidável superduplex como recebido. Ataque com ácido oxálico: a) 200x b) 500x.	60
FIGURA 46:	Microestrutura do aço inoxidável superduplex: zona do metal base. Ataque com ácido oxálico: a) 200x b) 500x.	60
FIGURA 47:	Microestrutura da ZTA do aço inoxidável superduplex. Ataque com ácido oxálico, 500x.	61

FIGURA 48:	Morfologia da austenita precipitada na ZTA do aço inoxidável superduplex. Ataque com ácido oxálico, 500x.	62
FIGURA 49:	Morfologia da austenita precipitada na ZF do aço inoxidável superduplex. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico, a) 200x, b) 500x.	63
FIGURA 50:	Microestrutura do metal base do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 900°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico, a) 200x, b) 500x.	64
FIGURA 51:	Microestrutura da zona termicamente afetada do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 900°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. a) e b) 400x.	65
FIGURA 52:	Microestrutura da zona fundida do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 900°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico, a) e c) 200x; b) e d) 500x.	66
FIGURA 53:	Microestrutura do metal base do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 1100°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. 200x.	67
FIGURA 54:	Microestrutura do metal base do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 1100°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. 500x.	68
FIGURA 55:	Microestrutura da zona termicamente afetada do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 1100°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. 200x.	69
FIGURA 56:	Precipitados nos grãos das fases na zona termicamente afetada do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 1100°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. 500x.	70
FIGURA 57:	Microestrutura da zona fundida do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 1100°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico, a) 200x, b) 400x.	70
FIGURA 58:	Microestrutura da zonas do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 1150°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. a) MB, 400x, b) ZTA, 200x, c) ZTA, 500x, d) ZF, 200x, e) ZF, 500x, f) ZF, 500x.	72
FIGURA 59:	Microestrutura da zona do metal base do aço 347 soldado.	73
FIGURA 60:	Microestrutura da ZTA-AT observada por MEV.	74

FIGURA 61:	Microestrutura da ZTA do aço 347 soldado com interface: MB-ZF. MEV.	75
FIGURA 62:	Análise qualitativa por EDS dos precipitados indicados pelos pontos na micrografia da ZTA.	76
FIGURA 63:	Microestrutura da 1-ZF. a) identificação da morfologia da ferrita delta precipitada, b) distribuição da ferrita delta na matriz austenítica.	77
FIGURA 64:	Análise qualitativa por EDS dos precipitados indicados pelos pontos na micrografia da 1-ZF.	78
FIGURA 65:	Microestrutura da C-ZF. a) identificação da morfologia da ferrita delta laminar, b) identificação da morfologia da ferrita delta vermicular. MEV.	79
FIGURA 66:	Análise qualitativa por EDS dos precipitados indicados pelos pontos na micrografia da C-ZF.	80
FIGURA 67:	Microestrutura da 3-ZF com predominância da ferrita com morfologia laminar.	80
FIGURA 68:	Análise qualitativa por EDS dos precipitados indicados pelos pontos na micrografia da 3-ZF.	81
FIGURA 69:	Pontos em que foi realizada análise qualitativa por EDS na microestrutura do MB do aço 347 solubilizado.	83
FIGURA 70:	Precipitados na microestrutura da ZTA próxima a 3-ZF, no aço 347 solubilizado.	84
FIGURA 71:	Análise qualitativa por EDS dos precipitados na micrografia da ZTA próxima ao primeiro passe do aço 347 solubilizado.	84
FIGURA 72:	Análise qualitativa por EDS dos precipitados na 1-ZF do aço 347 solubilizado.	85
FIGURA 73:	Precipitados na microestrutura da C-ZF no aço 347 solubilizado.	86
FIGURA 74:	Análise qualitativa por EDS dos precipitados na 3-ZF do aço 347 solubilizado.	86
FIGURA 75:	Microestrutura do aço SAF 2507 na condição como recebido.	87
FIGURA 76:	Microestrutura do MB do aço SAF 2507 soldado.	88
FIGURA 77:	Microestrutura da ZTA do aço SAF 2507 próxima a 1-ZF.	88

FIGURA 78:	Análise qualitativa por EDS dos precipitados na ZTA próxima a 1-ZF do aço SAF 2507.	89
FIGURA 79:	Microestrutura da ZTA do aço SAF 2507 próxima a 3-ZF.	90
FIGURA 80:	Morfologias da austenita precipitada na 1-ZF do SAF 2507 soldado: a) 700x, b) 1000x.	90
FIGURA 81:	Identificação de fases e precipitados por EDS na 1-ZF.	91
FIGURA 82:	Microestrutura da ZF do aço SAF 2507, a) precipitados na C-ZF, b) região 3-ZF.	92
FIGURA 83:	Microestrutura no MB do aço SAF 2507 submetido a 900°C por 1 h.	93
FIGURA 84:	Precipitados encontrados na ZTA do aço SAF 2507 submetido a 900°C por 1 h.	94
FIGURA 85:	Microestrutura da ZTA do aço SAF 2507, submetido a 900°C por 1 h.	94
FIGURA 86:	Morfologias da austenita precipitada na ZTA do aço SAF 2507, submetido a 900°C por 1 h.	95
FIGURA 87:	Identificação de precipitados na microestrutura da zona fundida do aço SAF 2507, submetido a 900°C por 1 h. a) 1-ZF, b) 3-ZF.	95
FIGURA 88:	Análise EDS de precipitados na microestrutura da C-ZF do aço SAF 2507, submetido a 900°C por 1 h.	96
FIGURA 89:	Microestrutura do MB do aço SAF 2507, submetido a 1100°C por 18 min.	97
FIGURA 90:	Microestrutura da ZTA do aço SAF 2507, submetido a 1100°C por 18 min. a) ZTA próxima a 1-ZF, b) ZTA próxima a C-ZF e c) ZTA próxima a 3-ZF.	98
FIGURA 91:	Microestrutura da 1-ZF do aço SAF 2507, submetido a 1100°C por 18 min: a) distribuição da morfologia da γ , b) frações entre as fases γ e δ .	99
FIGURA 92:	Microestrutura da C-ZF do aço SAF 2507, submetido a 1100°C por 18 min: a) distribuição da morfologia da γ , b) frações entre as fases γ e δ .	100

-
- FIGURA 93:** Microestrutura da 3-ZF do aço SAF 2507, submetido a 1100°C por 18min: a) distribuição da morfologia da γ , b) precipitados presentes nas fases γ e δ . 100
- FIGURA 94:** Análise EDS de precipitados na microestrutura da C-ZF do aço SAF 2507, submetido a 1100°C por 18 min. 101
- FIGURA 95:** Microestrutura do MB do aço SAF 2507, submetido a 1150°C por 30 min: a) distribuição das fases γ e δ , b) identificação dos pontos analisados por EDS. 102
- FIGURA 96:** Microestrutura da ZTA do aço SAF 2507, submetido a 1150°C por 30 min. a) e c) ZTA próxima a 1-ZF, b) e d) ZTA próxima a 3-ZF. 103
- FIGURA 97:** Microestrutura da ZF do aço SAF 2507, submetido a 1150°C por 30 min. a), d) e g): 1-ZF, b), e) e f): C-ZF, c), f) e i) 3-ZF. 104

ÍNDICE DE TABELAS

TABELA 1: Condições das amostras estudadas.	38
TABELA 2: Composição química do aço inoxidável AISI 347.	39
TABELA 3: Composição química do aço inoxidável SAF 2507.	40
TABELA 4: Parâmetros utilizados nos tratamentos térmicos.	41
TABELA 5: Soluções utilizadas no teste de ataques.	43
TABELA 6: Contagem da ferrita delta na zona fundida.	58

LISTA DE SÍMBOLOS

σ	Fase Sigma
χ	Fase Chi
α	Ferrita Alfa
δ	Ferrita Delta
γ	Austenita
η	Fase de Laves

LISTA DE ABREVIATURAS

AISI	American Iron and Steel Institute
CCC	Cúbico de Corpo Centrado
CFC	Cúbico de Face Centrada
EDS	Energy Dispersive X-ray detector
LAMAV	Laboratório de Materiais Avançados
MB	Metal de Base
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia Ótica
PRE	Pitting Resistance Equivalent
SAF	Sandvik Austenite Ferrite
SMAW	Shielded Metal Arc Welding
TIG(GTAW)	Tungsten Inert Gas (Gas Tungsten Arc Welding)
UENF	Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro
ZF	Zona Fundida
ZTA	Zona Termicamente Afetada

Resumo

Entre os diferentes tipos de aços inoxidáveis, os austeníticos e superduplex são os que apresentam melhores propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. Em condições de serviço a altas temperaturas ou quando expostos a operações de soldagem, várias fases podem se precipitar na sua microestrutura provocando modificações das suas propriedades. Após operações de soldagem são formadas no material as zonas do metal base (MB), zona termicamente afetada (ZTA) e zona fundida (ZF) onde são consideradas prejudiciais a ocorrência da precipitação de diferentes fases. Os aços inoxidáveis austeníticos apresentam na ZF a austenita como fase matriz e a ferrita delta como precipitado, enquanto que os superduplex, nesta zona, tem uma matriz ferrítica e a austenita como precipitado. Visando diminuir a precipitação de fases indesejáveis podem ser empregados tratamentos térmicos pós-soldagem. Neste trabalho foi analisado o efeito dos tratamentos térmicos pós-soldagem na micro e subestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 347 e do superduplex SAF 2507. Os resultados encontrados mostram que, em ambos os aços, as alterações são ressaltantes na ZF e na ZTA, onde as fases precipitadas sofrem solubilização. O AISI 347, tratado termicamente, apresenta uma diminuição na fração de ferrita δ presente na ZF, e ausência da precipitação de fases como σ . Na ZTA, verificou-se um crescimento anormal de grãos mesmo após o tratamento térmico. Na análise qualitativa da influência dos diferentes tratamentos térmicos, a 900, 1100 e 1150°C, aos quais foi submetido o SAF 2507, foi observado um aumento na relação das frações volumétricas das fases, na ZF e ZTA, nas temperaturas de 1100 e 1150°C. Nestas zonas a dissolução da austenita ocorreu e originou, na solidificação, maior quantidade de austenita secundária intragranular. A melhora no balanceamento das fases na ZF é muito desejável para que estes aços mantenham suas propriedades.

Palavras-chave: aços inoxidáveis austeníticos e superduplex soldados; tratamentos térmicos; microestrutura.

ABSTRACT

Among the different types of stainless steels, the austenitic and superduplex are the ones with the best mechanical properties and corrosion resistance. When these materials are exposed to high temperatures in service conditions or welding operations, many phases may precipitate on the microstructure causing modifications in its properties. After the welding operation different zones are formed in the material base metal (BM), heat-affected zone (HAZ) and fusion zone (FZ) where the presence of different phase precipitation are considered detrimental. The austenitic stainless steel has on the FZ austenite as the matrix phase and delta ferrite as a precipitate, where as the superduplex stainless steel, in this zone, has a ferritic matrix and the austenite as a precipitate. Aiming to decrease the precipitation of undesirable phases, postwelding heat treatments may be used. This work analyzed the effects of the postwelding heat treatment on the austenitic stainless steel AISI 347 and superduplex SAF 2507 in their micro and substructures. The results show that, in both steels, the changes are mainly in the FZ and the HAZ, where the solubilization of the precipitated phases is observed. The AISI 347, after heat treated, presents a decrease on the fraction of δ ferrite in the FZ, and the absence of phase as a precipitate, such as σ . The HAZ presented an abnormal grain growth even after the heat treatment. The qualitative analysis of the different temperature heat treatment's influence at 900, 1100 and 1150°C, on the SAF 2507, showed an increase of the volumetric fraction relation between phases, in the FZ and HAZ, at 1100 and 1150°C. In these zones the austenitic dissolution occurred and originated, on the solidification, a bigger amount of secondary intragranular austenite. The improvement in the FZ phases balancing is excellent to maintain the steel's properties.

Keywords: austenitic and superduplex stainless steels welded; heat treatments, microstructure.

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

A demanda, dos diversos setores da sociedade, por materiais que apresentassem melhor resistência à corrosão e que mantivessem suas propriedades mecânicas estimulou o surgimento dos aços inoxidáveis nas primeiras décadas do século XX e um grande desenvolvimento destes materiais nas últimas décadas (Modenesi, 2001).

Os aços inoxidáveis são ligas do sistema Fe-C que podem ter diferentes composições químicas desde que se mantenha um teor mínimo de aproximadamente 11% em peso de cromo, que proporciona a formação de uma camada protetora em sua superfície.

Esse grupo de materiais pode ser classificado em quatro tipos com base na microestrutura predominante: ferríticos, martensíticos, austeníticos e duplex. A utilização destes aços é muito ampla nas indústrias química, alimentícia, têxtil, petroquímica, nuclear entre outras (ASM Handbook, 1990).

Os aços inoxidáveis austeníticos e superduplex possuem em sua composição química principalmente o Fe, Cr e o Ni. Estes elementos proporcionam a estes aços uma excelente combinação de resistência à corrosão, propriedades mecânicas e soldabilidade, tornando-os adequados para diversas aplicações de engenharia. A realização de operações de soldagem pode gerar alterações microestruturais significativas, levando à degradação dessas propriedades (Ibrahim *et al.*, 2010).

Em condições de serviço de alta temperatura, durante tratamentos térmicos, processamento termomecânico, ou mesmo na zona termicamente afetada pelo calor em soldagens, os aços inoxidáveis podem apresentar a precipitação de numerosas fases. Como consequência desta precipitação o fenômeno da sensitização pode acontecer. Esse fenômeno é responsável pela diminuição de Cr nas regiões próximas aos contornos de grãos, tornando-as susceptíveis à corrosão. A microestrutura dos aços inoxidáveis austeníticos consiste basicamente de uma matriz austenítica, na qual podem estar presentes outros precipitados como carbeto, ferrita delta, dependendo das condições a que o aço é submetido (Farahat e Bitar, 2007).

Os aços inoxidáveis superduplex apresentam uma microestrutura bifásica que confere a estes materiais as propriedades mais favoráveis da ferrita e da austenita, pois estas fases estão presentes em aproximadamente as mesmas quantidades. Estes aços quando expostos a temperaturas elevadas, como durante tratamentos térmicos ou soldagem, podem apresentar uma alteração na razão entre as frações volumétricas das fases, podendo ocorrer também à precipitação de fases indesejáveis (Dobranszky *et al.*, 2004).

Dois aspectos muito importantes devem ser considerados durante a utilização ou aplicação dos aços inoxidáveis austeníticos e superduplex: (i) os processos de soldagem utilizados na conformação de peças ou sistemas e (ii) o comportamento desses materiais a altas temperaturas.

Devido aos processos de soldagem são observadas diferenças microestruturais, nas regiões adjacentes à junta soldada, a mais ressaltante é na zona fundida. Nesta zona, nos aços inoxidáveis austeníticos a ferrita delta, presente com alta fração volumétrica, influencia nas propriedades mecânicas e de corrosão destes materiais. Para diminuir a quantidade de ferrita delta, é recomendada a realização de tratamento térmico de solubilização (Kina *et al.*, 2008).

Devido às altas temperaturas, que podem ser resultantes do ciclo térmico da soldagem, pode ocorrer a precipitação de fases como a fase sigma, fase chi, carbeto, alfa linha, nitretos entre outras. A presença destas fases na microestrutura pode levar a reduções consideráveis nas propriedades mecânicas como tenacidade, ductilidade e resistência à fadiga, bem como a diminuição da resistência à corrosão.

O presente trabalho avalia a micro e subestrutura dos aços inoxidáveis AISI 347 e SAF 2507, formadas como consequência do processo de soldagem e do emprego de tratamentos térmicos pós-soldagem de solubilização. As principais técnicas envolvidas nesta caracterização são a microscopia ótica e a microscopia eletrônica de varredura.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho é estudar o efeito dos tratamentos térmicos pós-soldagem na micro e subestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 347 e do superduplex SAF 2507.

1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar no aço inoxidável austenítico AISI 347 tratamento térmico pós-soldagem de solubilização a 1060°C e tratamento térmico de estabilização a 900°C posteriormente.
- Quantificar a ferrita delta formada na zona fundida do aço AISI 347, nos aumentos de 200 e 400x.
- Realizar tratamento térmico pós-soldagem a 900, 1100 e 1150°C no aço inoxidável superduplex SAF 2507.
- Caracterizar as mudanças micro e subestruturais resultantes dos tratamentos térmicos empregados nos dois tipos de aço inoxidável no que se refere as frações volumétricas das fases.
- Identificar os precipitados e as fases presentes na microestrutura dos aços em estudo.

1.2 JUSTIFICATIVAS

A escolha dos aços inoxidáveis austeníticos e superduplex, para diferentes aplicações, baseia-se na sua microestrutura característica que lhe confere excelentes propriedades. Em condições de soldagem alterações microestruturais significativas podem ocorrer. Estas estão relacionadas com o tipo e a quantidade de precipitados ao longo das zonas no material. Estudos sobre tratamentos térmicos pós-soldagem de solubilização podem possibilitar aos pesquisadores reunir os dados necessários para o avanço na melhoria da aplicação destes materiais. No caso específico da região Norte Fluminense, em que a indústria de petróleo utiliza em grande escala esses tipos de aços inoxidáveis, as pesquisas nesta área são de grande relevância para o desenvolvimento regional.

CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis são ligas que surgiram para atender às solicitações de materiais resistentes à corrosão. O aparecimento destas ligas ocorreu no início do século XX, praticamente de forma simultânea em diversos países. Para que os aços inoxidáveis apresentem uma boa resistência à corrosão, devem conter em sua composição química ao menos 11% em peso de cromo. Devido às suas excelentes propriedades de resistência a corrosão, oxidação, trabalhabilidade e soldabilidade, estas ligas são utilizadas em diversas aplicações. Podendo ser expostas a temperaturas criogênicas ou a altas temperaturas (ASM Handbook, 1990; Modenesi, 2001).

A exposição dos aços inoxidáveis ao ar atmosférico ou a outros meios oxidantes proporciona a formação, em sua superfície, de uma camada de óxido de cromo. A menor ou maior capacidade de resistência à corrosão dependerá da natureza do óxido, da sua aderência, permeabilidade, composição química, estrutura, ponto de fusão e volatilização. Isto significa que a resistência à oxidação a alta temperatura de um metal ou liga é determinada pelas propriedades de difusão do óxido que se forma na sua superfície (Tang *et al.*, 2001).

Fatores como a composição química do aço e a capacidade de oxidação do meio terão grande influência na resistência à corrosão. A presença dos elementos de liga, vão influenciar essa resistência, podem estar associados ao aumento ou à diminuição da precipitação de fases. Várias fases secundárias como: carbetos, sigma (σ), chi (χ) e fases Laves (η) podem ocorrer quando os aços inoxidáveis são expostos a temperaturas elevadas, seja durante tratamentos térmicos ou em serviço (Terada *et al.*, 2006).

Os elementos de liga presentes nos aços inoxidáveis podem estar em solução sólida substitucional ou intersticial, melhorando as propriedades dos aços para certas aplicações. Os elementos que estabilizam a fase ferrita são os chamados elementos ferritizantes: cromo, molibdênio, titânio, silício, alumínio, nióbio, vanádio, tungstênio e boro. Já os elementos estabilizadores da austenita são chamados austenitizantes: níquel, cobre, carbono, nitrogênio, manganês e cobalto.

Os principais efeitos provocados pelos elementos de liga e de impurezas em aços inoxidáveis são sistematizados por Modenesi (2001) da seguinte forma:

- Alumínio: elemento considerado formador de ferrita, e nitretos. Colabora para aumentar a resistência à formação de carepa a alta temperatura. Usado em conjunto com o Ti, pode causar endurecimento por precipitação (aços inoxidáveis, endurecíveis por precipitação).
- Carbono: elemento considerado formador de austenita. Aumenta fortemente a resistência mecânica e dureza, particularmente nos aços martensíticos. No entanto, afeta a resistência à corrosão e tenacidade à baixa temperatura.
- Cobalto: aumenta a resistência mecânica e a fluência em temperatura elevada.
- Cromo: elemento considerado formador de ferrita e de carbeto. É o elemento principal responsável pela resistência à corrosão.
- Manganês: elemento considerado formador de austenita. Aumenta a resistência à fissuração da solda com estrutura austenítica.
- Molibdênio: elemento considerado formador de ferrita e de carbeto. Está associado ao aumento da resistência mecânica e à fluência em temperaturas elevadas. Melhora a resistência à corrosão geral em meios não oxidantes.
- Nióbio: elemento considerado como forte formador de carbeto e ferrita de intensidade moderada. Pode causar endurecimento por precipitação.
- Níquel: elemento considerado como formador de austenita. Aumenta a resistência à corrosão em meios não oxidantes. Quando está presente em pequenas quantidades, melhora a tenacidade e a soldabilidade de ligas ferríticas e martensíticas.
- Nitrogênio: elemento considerado como formador de austenita. Pode ser responsável por aumentar a resistência mecânica, mas também degradar fortemente a soldabilidade de ligas ferríticas.
- Silício: elemento considerado como formador de ferrita. Melhora a resistência à formação de carepa e à carburização a alta temperatura.
- Titânio: elemento considerado formador de ferrita, carbeto e nitreto. Melhora a resistência mecânica à alta temperatura. Em conjunto com o Al, causa endurecimento por precipitação.
- Cobre: considera-se que este elemento aumenta a resistência à corrosão em meios líquidos redutores.
- Tungstênio: elemento considerado como forte formador de ferrita. Aumenta a resistência mecânica e a fluência em temperaturas elevadas.

- Enxofre, Fósforo e Selênio: são elementos utilizados geralmente em conjunto com Mo ou Zr. Melhoram a usinabilidade, mas podem aumentar a sensibilidade à fissuração.

2.1.1 Classificação dos Aços Inoxidáveis

Os aços inoxidáveis podem ser classificados tendo como referência a sua microestrutura apresentada na temperatura ambiente. De acordo com esse critério, os aços inoxidáveis podem ser divididos em quatro classes: ferríticos, martensíticos, austeníticos e duplex (ASM Handbook, 1990).

2.1.1.1 Aços Inoxidáveis Ferríticos

Este tipo de aço apresenta na sua composição química de 12 a 30% de cromo e porcentagens inferiores a 0,1% de carbono. Possuem uma microestrutura ferrítica, até a sua fusão, predominando em qualquer temperatura e com qualquer velocidade de resfriamento (ASM Handbook, 1990).

São considerados mais econômicos que os aços inoxidáveis austeníticos porque não contêm um alto teor de níquel em sua composição. Além disso tem como característica maior resistência à fissuração (Yan *et al.*, 2009).

O aumento no tamanho de grão pode ocorrer no resfriamento, ocasionando uma diminuição da tenacidade. Isso ocorre devido à estrutura cristalina da matriz ser cúbica de corpo centrado (CCC) e não conter os elementos intersticiais (C, N) em solução, pois estes se precipitam na forma de carbeto e nitreto de cromo. O tamanho de grão destes aços pode ser refinado através da combinação adequada de trabalho mecânico e tratamento térmico de recristalização. Os precipitados (carbeto e nitreto) podem se dissolver quando o material for aquecido a temperaturas superiores a 1000°C (Modenesi, 2001).

Os aços inoxidáveis ferríticos (AIF) não são endurecíveis por têmpera, sendo necessário um tratamento térmico de recozimento para alívio das tensões resultantes do tratamento a frio e para se obter uma máxima ductilidade. Apresentam, geralmente, baixos valores da dureza, da resiliência e do coeficiente de expansão térmica. A altas temperaturas são resistentes à corrosão e à oxidação, porém em geral tem uma baixa soldabilidade. Esta pode ser melhorada adicionando-se alumínio, considerado responsável por melhorar a tenacidade (Chiaverini, 2005).

A utilização dos aços inoxidáveis ferríticos é bem ampla, como em condições de serviço expostas ao ácido nítrico, atmosferas com gases sulfurosos secos e quentes, a temperaturas elevadas. Servem como matéria-prima da fabricação de eletrodomésticos, de utensílios de laboratório, da indústria automobilística entre outros (Yan *et al.*, 2009).

Existe uma variedade de aços inoxidáveis ferríticos, e por causa do seu baixo custo, boa formabilidade, e coeficiente de expansão térmica semelhante à cerâmica tem sido utilizados também como componentes da célula de combustível a óxido sólido (Phaniraj *et al.*, 2011).

2.1.1.2 Aços Inoxidáveis Martensíticos

Os aços inoxidáveis martensíticos são ligas do tipo Fe-Cr-C, que apresentam composições entre 10,5 a 18% de cromo, entre 0,1 a 0,5% de carbono. Podem ter adições de Mo, W, V, ou Ni, em pequenas quantidades, para melhorar a resistência à fluência em condições a alta temperatura e também à adição de outros elementos estabilizadores da austenita para substituição parcial do carbono, melhorando a sua resistência à corrosão. São ferro-magnéticos e endurecíveis por tratamento térmico (Neri e Cola, 2001).

Estas ligas podem ser austenizadas quando aquecidas a uma temperatura adequada (suficientemente alta). A velocidade de resfriamento é responsável por transformar a austenita em outros produtos. Em condições de resfriamento com velocidade baixa, são formados ferrita e carbeto, enquanto que em condições de alta velocidade a martensita é formada (ASM Handbook, 1990).

Podem ser utilizados, na condição temperada ou na condição recozida, quando são necessárias elevada resistência mecânica, dureza e resistência à abrasão ou erosão em ambiente seco ou úmido. São empregados na construção de turbinas, compressores, componentes de instrumentos de medida, componentes da indústria petroquímica (Modenesi, 2001).

2.1.1.3 Aços Inoxidáveis Austeníticos

São ligas principalmente do tipo Fe-Cr-Ni, com o predomínio de uma microestrutura austenítica. O Cr é responsável por garantir a resistência à corrosão,

enquanto o Ni proporciona a extensão da região austenítica na temperatura ambiente (Dolinšek, 2003).

Apresentam composições químicas com cerca de 6 até 26% de níquel, 16 até 30% de cromo e porcentagens inferiores a 0,30% de carbono, com um teor de 26% de elementos de liga no total. À temperatura ambiente, estes aços possuem um baixo limite de escoamento, um alto limite de resistência à tração e uma elevada ductilidade. Geralmente estes aços são utilizados após um tratamento de estabilização com elementos como Nb e V, para evitar a sensitização e a corrosão intergranular (Lo *et al.*, 2009).

São os mais utilizados representando aproximadamente de 65 a 70% do total de aços inoxidáveis produzidos. Isso ocorre devido características (Lo *et al.*, 2009; Garcia *et al.*, 2008).

Estes aços são, portanto, muito encontrados em uma ampla variedade de indústrias, incluindo energia, química, petroquímica, nuclear por apresentarem excelente resistência à corrosão em geral, adequadas propriedades mecânicas e boas condições para fabricação (Shaikh *et al.*, 2006).

No entanto, em geral, aços inoxidáveis austeníticos não são relativamente resistentes à corrosão sob tensão em ambientes com cloro e soda cáustica. A degradação de suas propriedades mecânicas está relacionada com a morfologia e a quantidade de precipitados em sua microestrutura, pois estes influenciam de maneira significativa à redução da ductilidade e tenacidade (Sasikala *et al.*, 1999).

2.1.1.4 Aços Inoxidáveis Duplex

Os aços inoxidáveis duplex apresentam uma microestrutura com frações volumétricas aproximadamente iguais, da matriz ferrita e da fase dispersa austenita. São ligas Fe-C-Cr-Ni que podem apresentar de 18 a 30%Cr, 1,5 a 4,5%Mo, que são elementos estabilizadores da ferrita, chamados alfa-gênicos; e de elementos formadores e estabilizadores da austenita, chamados gama-gênicos, principalmente o níquel (3,5 a 8%) e o nitrogênio até 0,35% (ASM Handbook, 1990).

A fabricação destes aços ocorre por processos de conformação mecânica; existem também especificações para aços inoxidáveis fabricados por processo de fundição. Como consequência da microestrutura bifásica e adequada combinação de elementos de liga, os aços inoxidáveis duplex, possuem elevada resistência à

corrosão, elevada resistência mecânica e boa soldabilidade em comparação aos outros tipos (Furuhara e Tsuzaki, 2001).

São utilizados em indústrias de processamento químico, de papel, de geração de energia entre outras. São utilizados como componentes de equipamentos expostos à água do mar, trocadores de calor, bombas e tubos (ASM Handbook, 1990).

Devido à sua composição química, os aços inoxidáveis duplex apresentam melhoras significativas em sua propriedade de resistência à corrosão por pites em meios com a presença de cloretos. De acordo com uma estimativa sobre a resistência à corrosão por pites (Pitting Resistance Equivalent-PRE), estes aços podem ser denominados de duplex ou superduplex. Uma fórmula muito utilizada nesta estimativa é a:

$$\text{PRE} = \%Cr + 3,3(\%Mo) + 16(\%N) \quad \text{Eq. 1}$$

Aços inoxidáveis duplex são denominados assim quando apresentam o $\text{PRE} < 40$ enquanto que os com $\text{PRE} > 40$ são denominados aços inoxidáveis superduplex (Noble, 1993).

2.2 Metalurgia Física

A compreensão da metalurgia física dos aços inoxidáveis, principalmente no aspecto relacionado às fases presentes nas diversas composições, temperaturas e microestrutura, é possível a partir do estudo dos diagramas de fases: Fe-Cr, Fe-Cr-Ni e pseudo binário 70%Fe-30%Cr-Ni.

2.2.1 Diagrama de equilíbrio Fe-Cr

O diagrama de equilíbrio Fe-Cr é apresentado na figura 1. Nele pode-se observar que para qualquer composição das ligas Fe-Cr (puras), a solidificação tem início com a formação da ferrita (α). Esta é uma fase cúbica de corpo centrado (CCC), que é denominada de ferrita δ quando proveniente da solidificação (Padilha e Guedes, 1994).

Na figura 1, também é possível observar que a faixa de temperatura de existência da austenita diminui rapidamente para teores superiores a 7% de Cr e, para teores acima de 13% a austenita não é mais formada. Já, para teores de cromo entre aproximadamente 12 e 13%, o material apresenta somente a transformação

parcial da ferrita, isto é, permanece bifásico com ferrita e austenita, entre temperaturas de 900 e 1200°C.

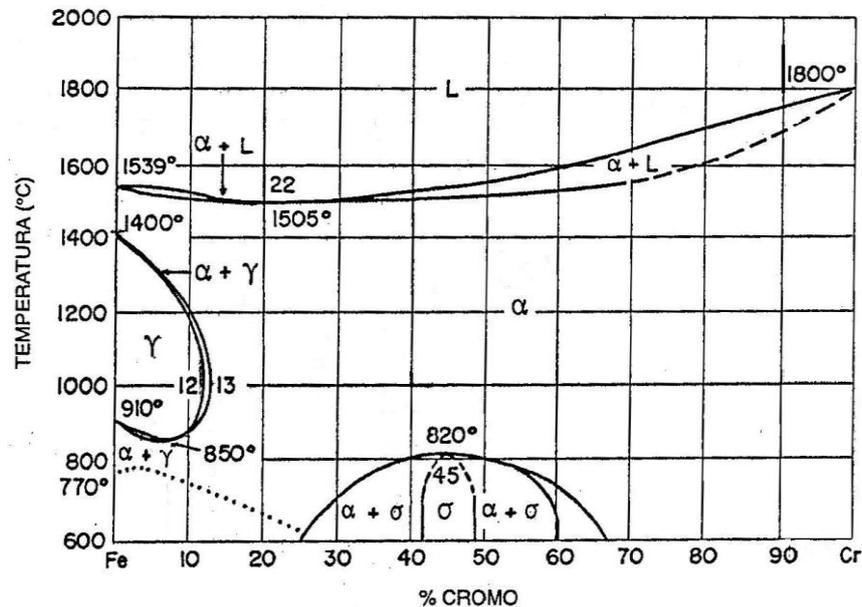


Figura 1: Diagrama de equilíbrio Fe-Cr (Metals Handbook, 1973).

Na composição química dos aços inoxidáveis, existe a presença de outros elementos, fazendo com que alterações na previsão do diagrama ocorra, por exemplo, na presença de elementos gamagênicos (particularmente C e N), o campo de existência da austenita é expandido em maiores teores de Cr. A diminuição ou até a completa eliminação da austenita é favorecida por maiores teores de cromo simultaneamente com menores teores de elementos intersticiais (C e N) e pela presença de elementos com alta afinidade por C e N (como nióbio e titânio, por exemplo) (Modenesi, 2001).

2.2.2 Diagrama de equilíbrio Fe-Cr-Ni

As ligas do sistema Fe-Cr-Ni possuem um complexo mecanismo de solidificação, sua microestrutura pode ser formada a partir de estruturas parcialmente ferríticas ou totalmente austeníticas (Fu *et al.*, 2008).

Devido às ligas mais utilizadas serem as de composição 18%Cr e 10%Ni (ASM Handbook, 1990), é conveniente uma maior atenção ao diagrama de equilíbrio para um teor fixo de 18% de Cr e variadas quantidades de Ni. A figura 2 mostra a

seção vertical do diagrama de fases Fe-Cr-Ni com 18% de cromo, válido para um teor de carbono inferior a 0,03%.

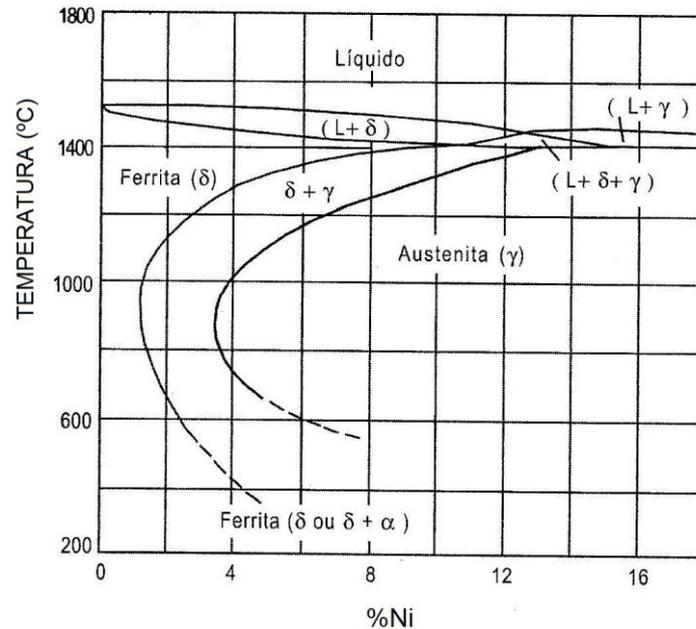


Figura 2: Seção vertical do diagrama de equilíbrio Fe-Cr-Ni (Castro e Cadenet, 1975).

Analisando-se o diagrama de equilíbrio mostrado na figura 2, verifica-se que, para teores de níquel abaixo de 1 ou 1,5%, a microestrutura formada será completamente ferrítica, em temperaturas entre a ambiente e a de início de fusão.

Para ligas com composições com maiores teores de Ni, vão existir faixas de temperaturas, nas quais o processo de solidificação da liga resultará numa microestrutura bifásica (austenita γ + ferrita δ). A ampliação das faixas de existência desta microestrutura ocorre à medida que se aumenta o teor deste elemento. Para composições acima de 3,5% de Ni, existe um intervalo de temperatura, na qual a liga está completamente austenítica, e que é aumentado com maiores teores de Ni.

Considera-se que, até cerca de 7 a 8% de Ni, a temperatura de formação da martensita permanece acima da temperatura ambiente, portanto, o aço é martensítico. Em teores de Ni acima de 8%, a estrutura austenítica é mantida à temperatura ambiente, portanto as ligas contendo teores superiores a 18% de Cr e 8% de Ni são os aços inoxidáveis austeníticos (Modenesi, 2001).

2.2.3 Diagrama Pseudo-Binário 70%Fe-30%Cr-Ni

O diagrama de fases para ligas contendo Fe-Cr-Ni com um teor fixo de ferro de 70% é apresentado na figura 3. Nesta observa-se que o metal líquido pode se solidificar inteiramente como austenita, inicialmente como austenita e posteriormente como ferrita, variando de acordo com o aumento da relação Cr/Ni.

Pode ser visto, também na figura 3, que para um aço com composição correspondente aos aços inoxidáveis superduplex, indicado pela linha vertical tracejada, a solidificação se inicia com a formação da fase ferrita. Em temperaturas próximas a 1200°C, é possível que já tenha início a formação de precipitados da austenita a partir da matriz ferrita. Esta microestrutura bifásica de ferrita e austenita pode ser obtida à temperatura ambiente se, a partir de 1200°C, for realizado um resfriamento adequado, para evitar a formação de outras fases, principalmente à fase sigma.

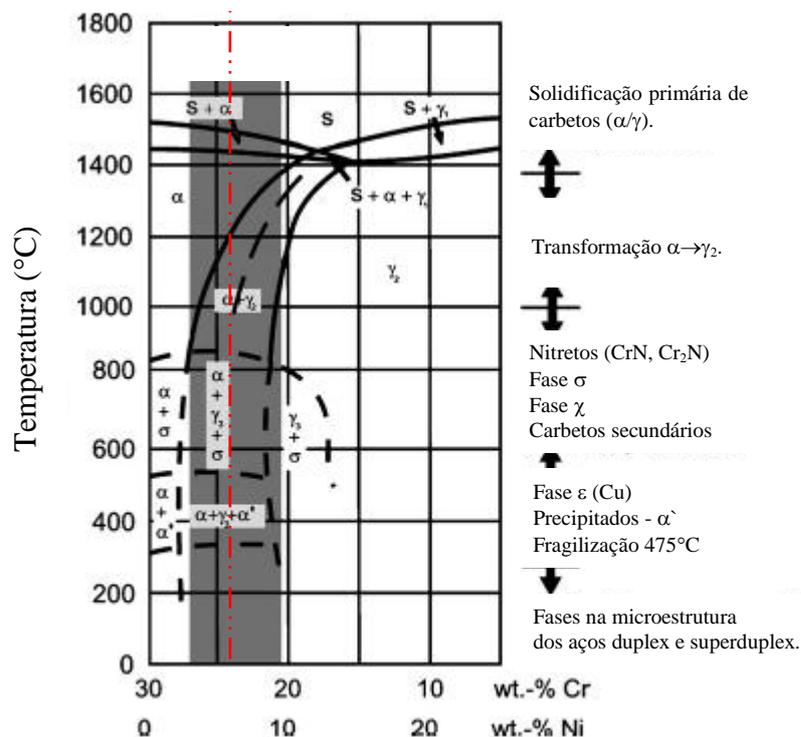


Figura 3: Relação entre as temperaturas e a precipitação de fases no diagrama de equilíbrio 70%Fe-30%Cr-Ni (Pohl *et al.*, 2007).

A solidificação, portanto, dos aços inoxidáveis duplex e superduplex ocorre principalmente com uma transformação parcial da ferrita em austenita, à

temperaturas mais baixas por uma reação no estado sólido. Assim, a razão entre ferrita e austenita é ajustada próxima a uma temperatura de 1000°C.

Analisando a relação entre os precipitados e as faixas de temperaturas mostradas no diagrama da figura 3, percebe-se que o intervalo mais perigoso para a precipitação de fases é entre 700-900°C, onde pode ocorrer uma fragilização principalmente devido à nitretos (Cr_2N), α' (475°C fragilização), fase σ e fase χ . As precipitações de intermetálicos são de maior interesse, pois além de sua influência nas propriedades mecânicas estão relacionados com a resistência à corrosão (Pohl *et al.*, 2007).

2.3 Microestrutura dos Aços Inoxidáveis Austeníticos e Superduplex

Neste item são apresentadas as diversas fases e compostos intermetálicos, presentes nos aços inoxidáveis austeníticos e superduplex, que resultam dos tratamentos térmicos empregados e da variação da composição química, principalmente na porcentagem dos elementos cromo e níquel.

2.3.1 Aços Inoxidáveis Austeníticos

A matriz desses aços consiste de uma microestrutura de grãos de austenita (γ). Na figura 4, pode-se observar uma microestrutura típica destes aços. O parâmetro de rede da γ tem um valor por volta de 0,36 nm (Padilha e Guedes, 1994). Esses grãos podem apresentar tamanhos diferentes e conter partículas de fases secundárias, dependendo das condições do tratamento térmico e da composição química. Estas fases podem estar localizadas tanto no interior como nos contornos de grão.

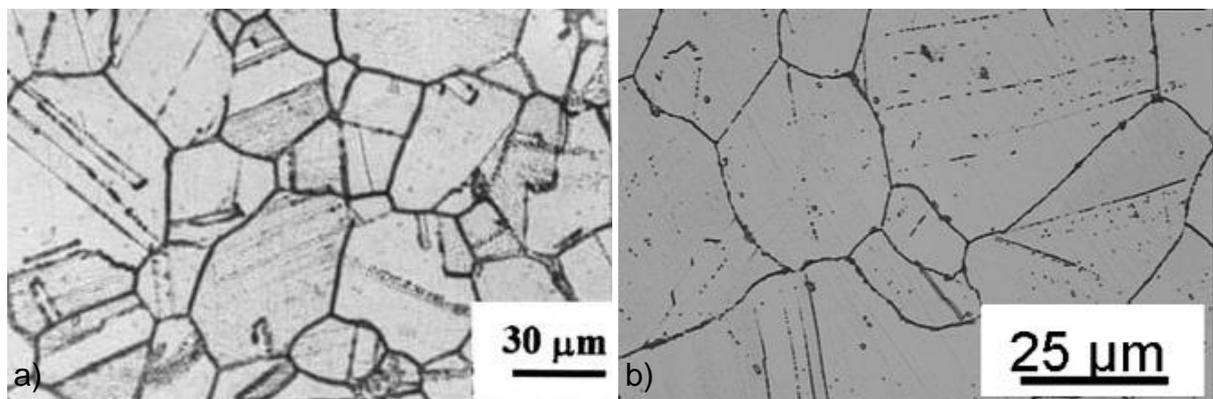


Figura 4: Microestrutura típica do aço inoxidável austenítico observada por MO: a) aço 316 (Shaik *et al.*, 2006), b) aço 18Cr-8Ni, (Vach *et al.*, 2008).

2.3.2 Aços Inoxidáveis Superduplex

Estes aços possuem a ferrita como fase matriz e a austenita como fase dispersa. O controle adequado de sua composição química permite que a microestrutura destes aços seja formada pelas duas fases em proporções aproximadas a 50%, como pode ser observado na figura 5, onde a fase clara é a austenita e a fase escura é a ferrita.

A microestrutura alternada de ferrita e austenita junto ao papel das interfaces confere a estes aços alta resistência à corrosão e melhor ductilidade (Michalska e Sozańska, 2006).

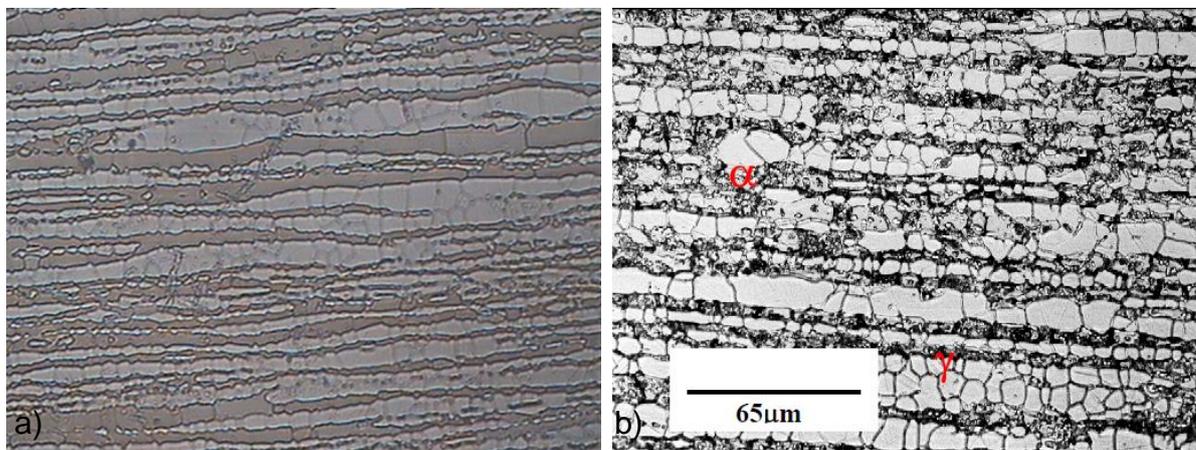


Figura 5: Microestrutura típica do aço inoxidável superduplex. MO: ataque com o ácido oxálico: a) 200x, b) 500x (Lima, 2005).

2.3.3 Fases Formadas e Suas Características

A seguir, são descritas as principais fases formadas nos aços inoxidáveis e suas características. O conhecimento da quantidade, a distribuição e o tipo das fases é fundamental para se prever as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis (Terada *et al.*, 2006).

2.3.3.1 Carbetos

A formação de carbeto pode ocorrer de diversas formas, e estes podem ser classificados como carbeto do tipo $M_{23}C_6$, MC , M_6C , e M_7C_3 .

2.3.3.2 Carbetos do tipo $M_{23}C_6$

Estes são os mais estudados entre os vários precipitados, em razão da sua presença em todos os aços inoxidáveis. A sua formação começa com a associação de átomos de carbono em aglomerados nos intertícios, em temperaturas aproximadas de 600 a 950°C (Lo *et al.*, 2009).

Em materiais solubilizados e envelhecidos, a sua precipitação pode ocorrer no contorno de grão, nos contornos incoerentes e/ou incoerentes de macla, no interior dos grãos em discordâncias e também pode ocorrer na interface de inclusões (Padilha e Guedes, 1994). Na figura 6, é mostrada a precipitação desse carbeto nos contornos de grão do aço inoxidável austenítico estabilizado.

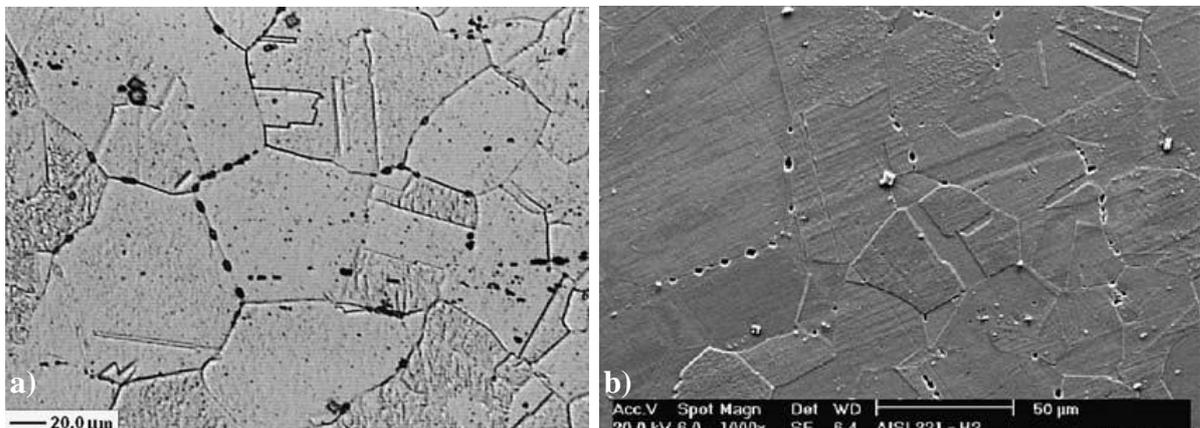


Figura 6: Carbeto do tipo $M_{23}C_6$ nos contornos de grão do aço AISI 321, estabilizado a 1000°C com Ti: a) observado por MO, b) observado por MEV (Moura *et al.*, 2008).

Estes carbetos apresentam uma estrutura CFC, com 116 átomos por célula unitária, sendo 92 átomos metálicos e 24 de carbono. O parâmetro de rede mais comum para o $M_{23}C_6$ puro é 1,0638 nm (Padilha e Guedes, 1994; Lo *et al.*, 2009).

A formação dos $M_{23}C_6$ tem sido amplamente observada quando ocorre exposição do material por muito tempo nas temperaturas em torno de 550°C. Essas partículas se estabelecem nos contornos de grãos, o que pode levar à susceptibilidade à corrosão intergranular (Vach *et al.*, 2008).

Ao se formarem nos contornos de grãos planos, esses carbetos tendem a ter um formato triangular e a serem numerosos (figura 7.b), enquanto os que se formam nos contornos de grãos serrilhados são geralmente planos ou facetados (figura 7.a) e são inferiores em quantidade (Lo *et al.*, 2009).

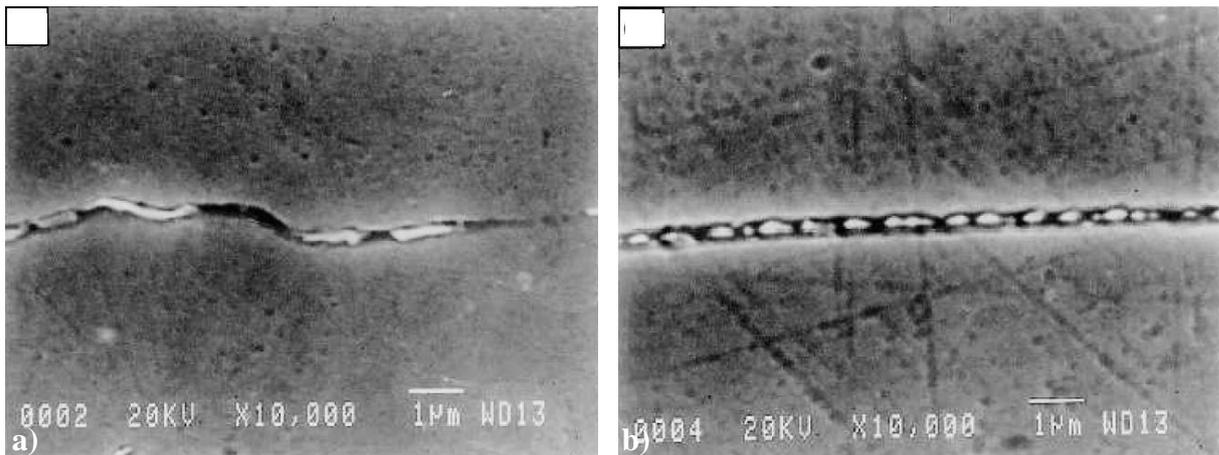


Figura 7: Formação de carbetos nos contornos: a) serrilhados, b) planos (Lo *et al.*, 2009).

Antes de ser utilizado, é recomendado que o aço passe por um tratamento térmico de estabilização. Porém, a adição de elementos estabilizadores não impede a precipitação de $M_{23}C_6$, mesmo quando estes estão presentes em grandes quantidades (Terada *et al.*, 2006).

Uma forma de suprimir a formação de $M_{23}C_6$ é alterar a química do aço, por exemplo, a adição de nitrogênio retarda a sua formação. Os estudos mostram que o nitrogênio é absolutamente insolúvel em $M_{23}C_6$, o que desestabiliza o carbeto (Lo *et al.*, 2009).

2.3.3.3 Carbeto do tipo MC

Esses carbetos possuem baixa energia interfacial e, portanto, são menos prejudiciais às propriedades mecânicas como a resistência à fluência. Em aços inoxidáveis austeníticos em temperaturas compreendidas entre 600 e 800°C, a taxa de crescimento do MC é mais baixa do que $M_{23}C_6$ (Lo *et al.*, 2009). Esse tipo de carbeto (figura 8) costuma apresentar uma maior solubilidade na matriz (Padilha e Guedes, 1994).

Quando estes carbetos são finos, são capazes de inibir o crescimento de grãos. Assim, é sempre desejável manter os carbetos de elementos de estabilização. Apesar de MC finos serem desejáveis, MC grosseiros degradam propriedades, como resistência à fluência-fadiga e resistência à fratura (Lo *et al.*, 2009).

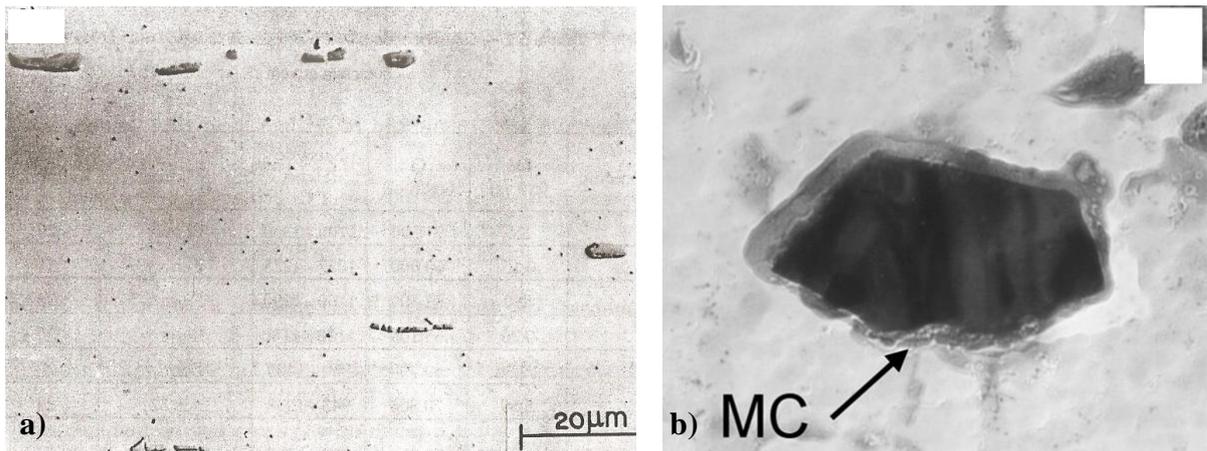


Figura 8: Carbeto do tipo MC: a) $(\text{Ti}, \text{Mo})\text{C}$ em aço laminado estabilizado com Ti, solubilizado (Padilha e Guedes, 1994), b) NbC identificado no interior de grãos do aço 18Cr-10Ni (Vach *et al.*, 2008).

Na figura 9, partículas grossas de TiC intergranular podem ser claramente observadas.

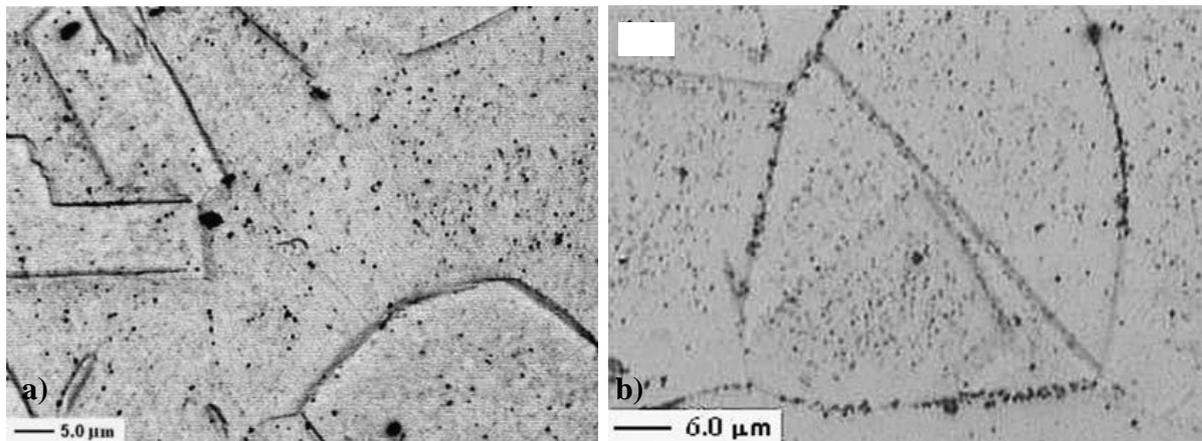


Figura 9: Microestrutura da amostra estabilizada a: a) 875°C e envelhecidas a 600°C por 100 h b) a 950°C e envelhecida a 600°C por 24 h. Microscopia ótica: ataque com o ácido oxálico (Moura *et al.*, 2008).

Na figura 10, é mostrado o carbeto de Nb, em forma de partículas grossas e finas, sendo uma tendência à precipitação intergranular das partículas finas, além de uma intragranular (Yoo *et al.*, 2005).

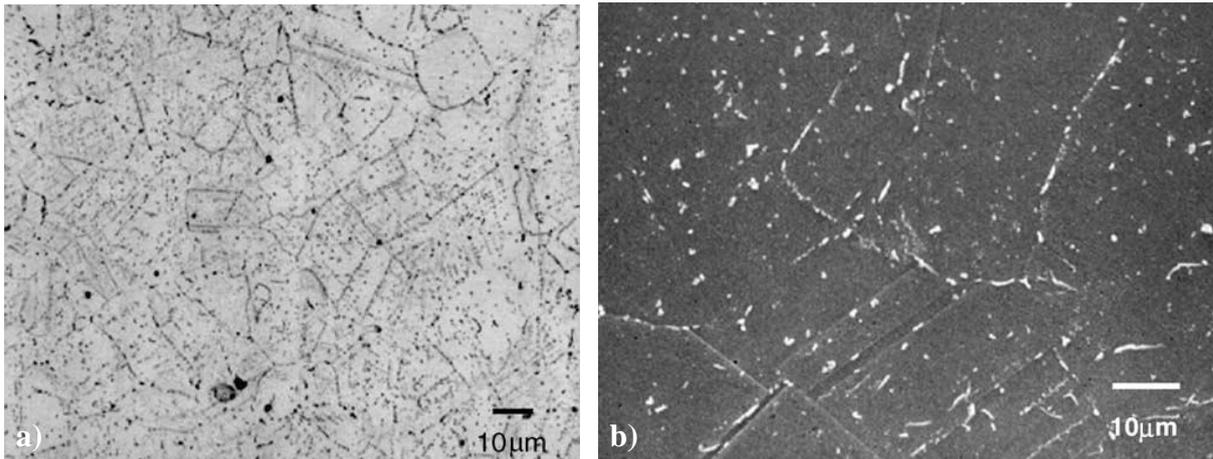


Figura 10: Microestruturas típicas do aço 347. Microscopia ótica: ataque com 20 mL de ácido acético, 20 mL de ácido nítrico, 30 mL de ácido clorídrico e 10 mL glicerol (Yoo *et al.*, 2005).

O MC pode ser observado após recozimento a curto prazo em temperaturas em torno de 750°C (Vach *et al.*, 2008) e, depois de longo tempo de envelhecimento, se transformar em $M_{23}C_6$. Uma explicação para esta transformação indica que a sequência de empilhamento na interface NbC/austenita se assemelha ao plano de austenita, contribuindo assim para a formação de $M_{23}C_6$. Além disso, pode se transformar também em outras fases como a fase Z, com envelhecimento prolongado a 850°C (Lo *et al.*, 2009).

2.3.3.4 Carbetos do tipo M_6C

Este carbeto está frequentemente presente em aços inoxidáveis austeníticos contendo Mo. Ao contrário do $M_{23}C_6$ que não dissolve nitrogênio, acredita-se que este carbeto acomode um pouco de nitrogênio em sua estrutura devido ao Mo. Portanto, é muito provável que esteja presente no aço inoxidável superaustenítico que geralmente contém o Mo, assim como o Nb, em altos níveis.

Este carbeto tem estrutura CFC com 112 átomos por célula unitária, sendo 96 metálicos e 16 de carbono. A maioria dos parâmetros de rede para esta fase está dentro da faixa de 0,1085 a 0,1111 nm. As estequiometrias encontradas mais frequentemente são Fe_3Mo_3C , Fe_3W_3C ou $Fe_3(W, Mo, V)_3C$. Em aços inoxidáveis austeníticos o Mo e o W podem ser facilmente substituídos por Cr e Fe, diminuindo assim seu parâmetro de rede (Lo *et al.*, 2009).

2.3.3.5 Carbetos do tipo M_7C_3 e M_5C_2

O carbeto M_7C_3 possui uma estrutura hexagonal, com 80 átomos por célula unitária, parâmetros de rede $a = 0,0140$ nm e $c = 0,0045$ nm, podendo dissolver Fe, Mn e Mo. O parâmetro a diminui linearmente com o teor de Fe, enquanto para o parâmetro c as variações são menores que 1% (Padilha e Guedes, 1994).

Esses carbetos são encontrados apenas quando os níveis de carbono são muito altos. Em aços inoxidáveis austeníticos com uma super saturação de carbono, o carbeto M_5C_2 também pode se formar (Lo *et al.*, 2009).

2.3.3.6 Fases Intermetálicas

Nos aços inoxidáveis, se precipitam mais freqüentemente três tipos de fases intermetálicas: a fase sigma (σ), a fase chi (χ) e a fase de Laves (η).

2.3.3.6.1 Fase sigma (σ)

A fase frágil σ é a fase intermetálica mais precipitada em aços austeníticos e superduplex. Ela tem um efeito negativo sobre as propriedades de fluência, quando precipitada nos contornos de grãos (Vach *et al.*, 2008). E torna-se um problema grave quando estes aços inoxidáveis são utilizados em temperaturas elevadas pois essa fase não só reduz a resistência à corrosão, devido à remoção de cromo e molibdênio, mas também deterioram as propriedades mecânicas destes aços (Guan *et al.*, 2005).

Esta fase apresenta em sua composição química principalmente os elementos ferro e cromo (Pohl *et al.*, 2007). É considerada um composto intermetálico de ferro e cromo, não magnético, é dura e quebradiça. Possui uma célula unitária tetragonal, com os seguintes parâmetros de rede: $a = 0,88$ nm e $c = 0,4544$ nm (Guan *et al.*, 2005).

A fase sigma (σ) é formada no intervalo de temperaturas de 600 a 1000°C, necessitando em geral de exposição nestas temperaturas por tempos longos, pois apresenta dificuldades de nucleação (incoerentemente com a matriz nucleia-se em locais de alta energia como contornos de grão) e crescimento (é dependente da baixa difusividade dos elementos intersticiais). Por não dissolver elementos intersticiais (carbono, boro e provavelmente nitrogênio), necessita do empobrecimento prévio da matriz nestes elementos para sua posterior precipitação

(Padilha e Guedes, 1994). Na figura 11, é mostrada a fase sigma no aço inoxidável austenítico.

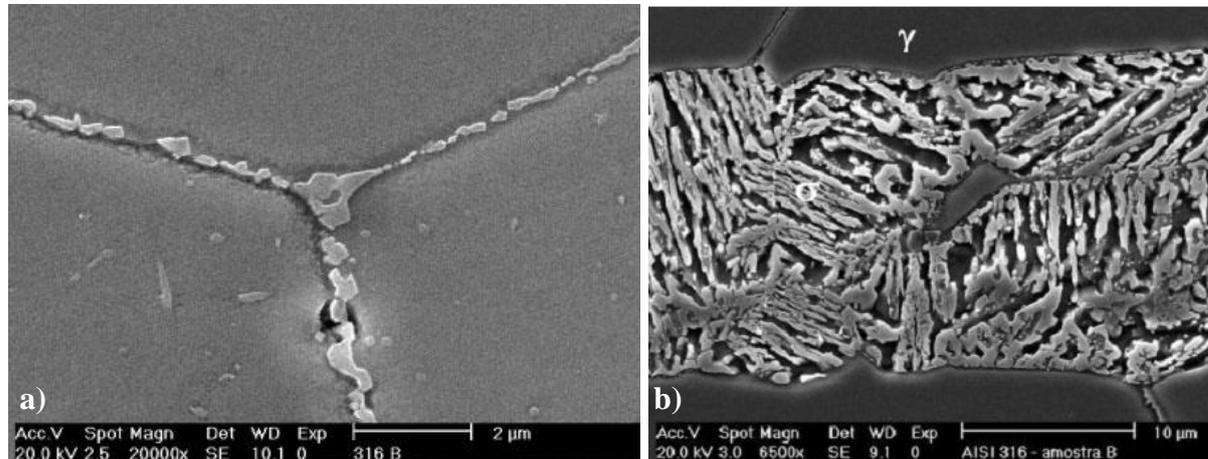


Figura 11: Fase sigma no aço inoxidável austenítico 316L tratado em 550°C por 85.000 h, microscopia eletrônica de varredura: a) 20000x, b) 6500x (Villeneuve *et al.*, 2006).

A difusão de Cr pode ser considerada como um dos fatores que controlam a sua precipitação. Além do Cr, a difusão de outro elemento substitucional como Mo também poderia ser importante para formação da fase sigma (Lo *et al.*, 2009).

Estudos mostram que a fase sigma, quando está finamente dispersa no contorno do grão, pode melhorar a resistência à fluência de um aço 25Cr-20Ni. Uma boa quantidade de fase sigma é relatada como responsável por melhorar o comportamento de desgaste corrosivo de aços inoxidáveis em ácido sulfúrico (Lo *et al.*, 2009).

O arrefecimento rápido das altas temperaturas é necessário para prevenir a formação da fase sigma (Shek *et al.*, 1996).

Após repetidos tratamentos térmicos, a fase sigma se forma de acordo com a reação eutetóide $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ (Topolska *et al.*, 2009).

2.3.3.6.2 Fase chi (χ)

A fase χ é relativamente a menor fase (figura 12), se forma em temperaturas entre 700 e 900°C, principalmente na interface ferrita-austenita (δ/γ), nos aços superduplex após períodos de tempo menores que os associados às fases anteriores. É uma fase com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado, dura e frágil que, em geral, para a sua formação necessita de molibdênio. O tungstênio é

responsável por estimular a formação da fase chi, ao mesmo tempo em que inibe a formação da fase sigma (Guan *et al.*, 2005; Lo *et al.*, 2009).

É encontrada em diferentes sistemas, sendo os de maior interesse os Fe-Cr-Mo e Fe-Cr-Ni-Ti. Apresenta uma composição próxima da fase σ , pode dissolver carbono e ser coerente com a matriz. No entanto, sua presença é prejudicial às propriedades dos aços (Padilha e Guedes, 1994).

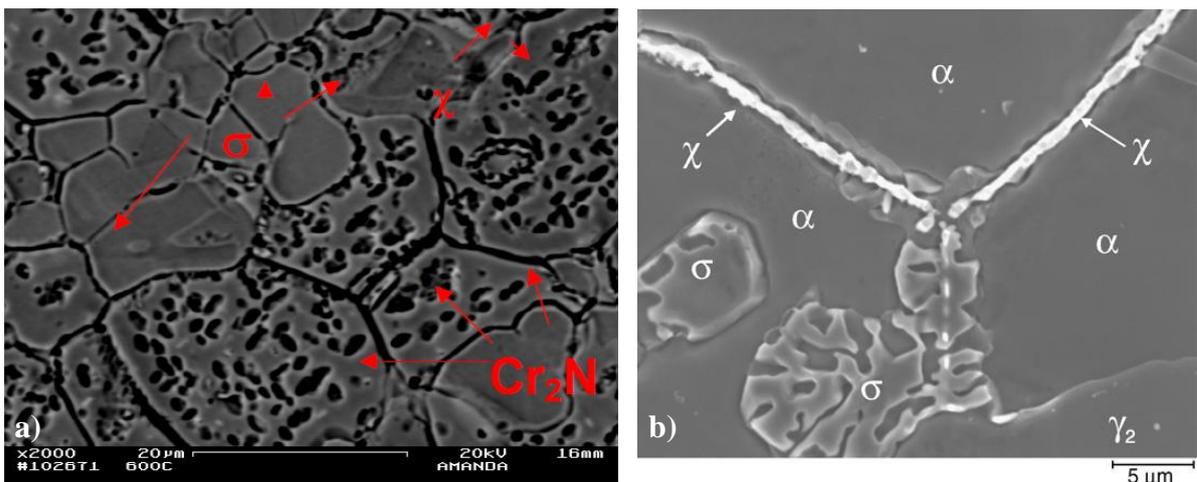


Figura 12: Fase chi nos contornos de grão do aço inoxidável superduplex 2507 a) próxima a nitretos (Lima, 2005), b) próxima a fase sigma (Pohl *et al.*, 2007).

Tanto a fase chi quanto a fase sigma são intermetálicos que se formam freqüentemente em aços inoxidáveis após envelhecimento térmico. Para uma melhor identificação das fases pode-se utilizar imagens de elétrons retro-espalhados. Inicialmente, esta fase se forma e depois se transforma em fase sigma após envelhecimento prolongado. É uma fase mais enriquecida com Mo do que a fase sigma, por isso considera-se que a adição de Mo tende a favorecer a sua precipitação. Atualmente, Mo costuma ser substituído por W, a fim de melhorar a resistência à corrosão sob tensão (Lo *et al.*, 2009).

A formação de fases intermetálicas chi entre 750 e 950°C leva a uma perda de tenacidade (Pohl *et al.*, 2007).

2.3.3.6.3 Fase de Laves (η)

A fase de Laves tem sido observada em vários tipos de aços. É, freqüentemente, uma fase de menor precipitação nos contornos de grãos

austeníticos, apresentando-se na forma de partículas equiaxiais, com ocorrência ocasional nos contornos de grãos (Guan *et al.*, 2005).

As fases de Laves (η) mais freqüentes nos aços inoxidáveis austeníticos são Fe_2Mo , Fe_2Ti e Fe_2Nb ou mistura delas, por exemplo, $\text{Fe}_2(\text{Nb}, \text{Mo})$. Estas fases podem dissolver carbono, o que pode favorecer a sua precipitação. A fase de Laves Fe_2Nb pode ser coerente com a matriz e causar endurecimento por precipitação.

Sugere-se que o Zr, Nb, Ti e V sejam estabilizadores formadores de fases de Laves. Esta fase pode ser observada na figura 13 (Padilha e Guedes, 1994).

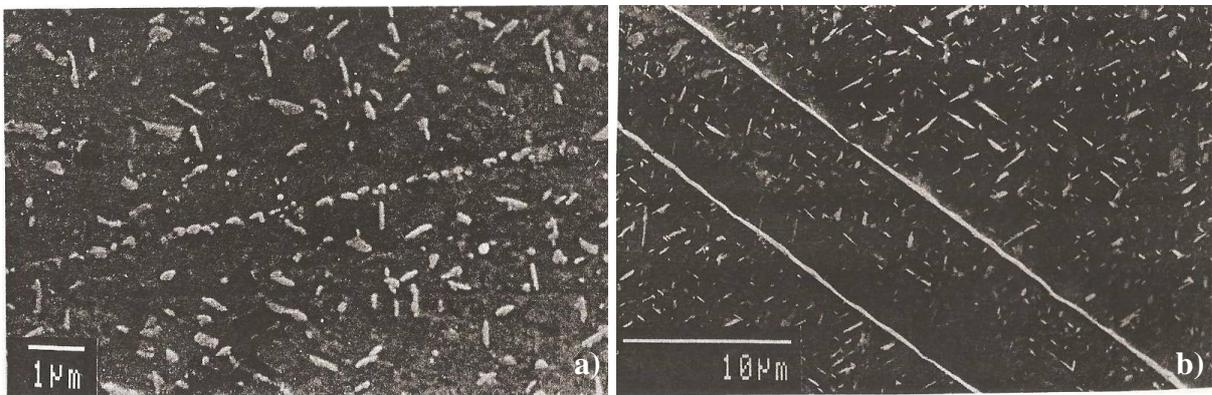


Figura 13: Microestruturas com a precipitação da fase de Laves do tipo Fe_2Nb em aço inoxidável austenítico contendo 1,7%Nb após envelhecimento por 25 h a 800°C (Padilha e Guedes, 1994).

2.3.3.6.4 Nitretos

A fase pi (π) é um nitreto que foi encontrado por se precipitar dentro dos grãos da fase ferrita do aço inoxidável duplex 22Cr-3Mo-8Ni e do aço inoxidável austenítico ligado com Mn (Lo *et al.*, 2009). Na figura 14, é possível observar alguns exemplos de nitretos.

A fase S é uma fase mais estável nos aços inoxidáveis austeníticos do que nos aços inoxidáveis ferríticos, em relação ao recozimento térmico, devido à maior taxa de difusão de nitrogênio na rede CCC. Esta fase costuma se formar através de nitretação, mas pode se formar também devido à cementação. A fase Z deve ser um nitreto com rede distorcida, que se forma mesmo quando o nível de N é relativamente baixo (como 0,06% em peso), e existe uma estreita associação entre esta fase e o carbeto M_7C_3 em aços contendo N (Lo *et al.*, 2009).

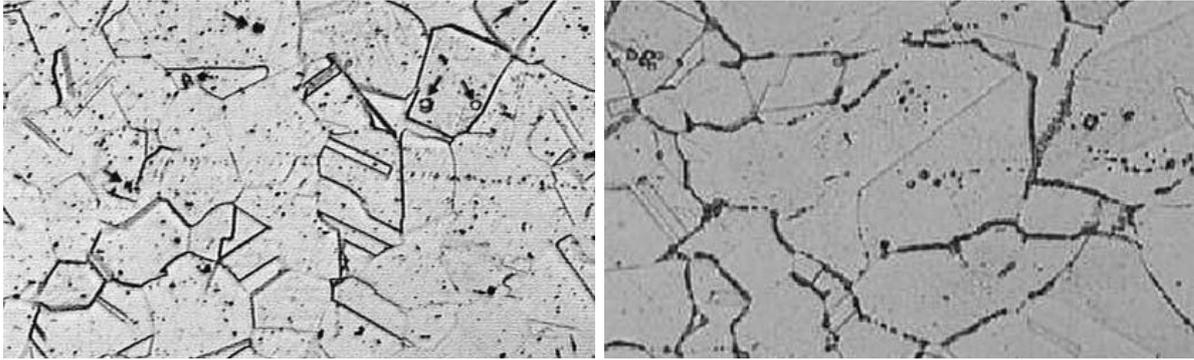


Figura 14: TiN, aço AISI 321. Microscopia ótica: a) tratado a 1100°C, b) envelhecido a 600°C (Moura *et al.*, 2007).

2.4 Sensitização, Solubilização e Estabilização em Aços Inoxidáveis

Uma das maneiras mais comuns de combate ao fenômeno da sensitização em aços inoxidáveis é fazer adições de elementos estabilizadores (Thorvaldsson e Dunlop, 1982).

A estabilização consiste na adição de elementos de liga como Titânio, Vanádio e Nióbio nos aços inoxidáveis devido à afinidade destes elementos com o carbono. Os elementos de estabilização têm como princípio maior afinidade ao carbono do que o cromo, e eles formam carbeto do tipo MC. Estes se associam ao carbono dentro dos grãos e reduzem desta forma a susceptibilidade à corrosão intergranular (Vach *et al.*, 2008).

A corrosão intergranular ocorre devido ao fenômeno conhecido como sensitização, que consiste na diminuição da quantidade de cromo em regiões próximas aos contornos de grão (figura 15), que tornam-se mais suscetíveis à corrosão. Portanto, em condições de temperatura favoráveis, o carbono e o cromo se combinam formando o carbeto $M_{23}C_6$.

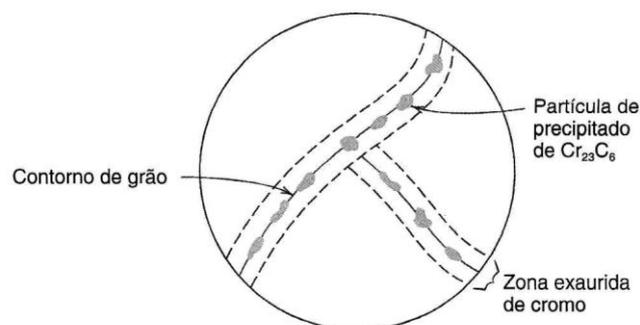


Figura 15: Corrosão intergranular (Callister, 2008).

Quando o material é exposto a uma dada faixa de temperaturas e por um tempo suficientemente longo, diferentes precipitados podem surgir. Na figura 16, é mostrado um diagrama que relaciona o tempo com a temperatura de exposição para a precipitação de carbeto. É possível observar que, entre aproximadamente 540 e 600°C, ocorre uma precipitação mais rápida e esta pode se estender até aproximadamente 875°C. Na faixa de temperatura próxima a 1150°C, a precipitação de carbeto se mantém constante.

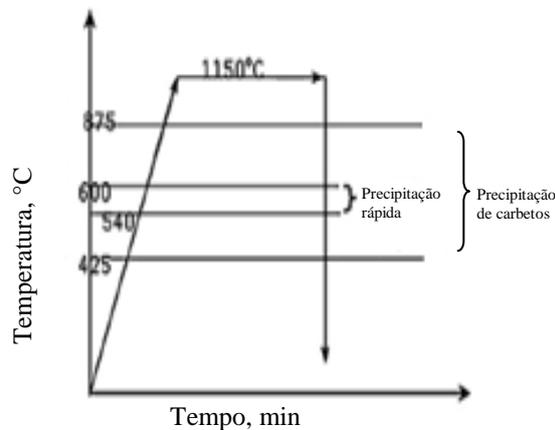


Figura 16: Influência da temperatura na precipitação de carbeto (Farahat e Bitar, 2010).

A adição de elementos de liga para estabilizar os aços inoxidáveis deve ocorrer na quantidade correta, pois uma quantidade muito baixa permite a formação de precipitados de cromo e o aparecimento de problemas de corrosão enquanto um excesso tende a piorar a deterioração das propriedades mecânicas e pode levar à precipitação de compostos intermetálicos como as fases σ e χ (Modenesi, 2001).

Adições de titânio ou nióbio evitam a precipitação de carbeto no contorno de grão e contribuem para o endurecimento por precipitação pela formação de pequenos MX, carbeto ou carbonitretos. No entanto, a adição de Nb/Ti também torna a austenita instável devido à contribuição para a formação de fases intermetálicas durante exposição a altas temperaturas (Guan *et al.*, 2005).

A adição de nitrogênio tem sido conhecida pelo seu efeito na sensitização. Este elemento pode retardar a formação de $M_{23}C_6$ (carbeto), o nitrogênio é absolutamente insolúvel em $M_{23}C_6$ e isso desestabiliza o carbeto, assim, uma pequena quantidade de C é substituída por N (Lo *et al.*, 2009).

É importante ressaltar que o nitrogênio apresenta uma solubilidade alta na austenita, não colaborando para a corrosão intergranular nos aços austeníticos, enquanto nos aços ferríticos promove a precipitação de nitretos que também causam a sensitização e à corrosão intergranular. Nestes aços, este fenômeno ocorre durante o resfriamento após um aquecimento acima de aproximadamente 925°C, na medida que são necessárias temperaturas maiores para solubilizar os elementos intersticiais (Modenesi, 2001).

Alguns tratamentos térmicos podem ser feitos para favorecer a presença de fases desejáveis na microestrutura assim como controlar a quantidade de precipitados que depreciam as propriedades mecânicas e de resistência a corrosão.

O tratamento térmico de solubilização tem o objetivo de deixar o material na melhor condição para aplicação, dissolvendo grande parte dos precipitados formados durante o processo de solidificação e mantendo os elementos de liga em solução sólida na matriz austenítica (Moura *et al.*, 2008; Ritoni *et al.*, 2010).

Em sua pesquisa, Kina e colaboradores (2008) afirmam que os tratamentos de estabilização nos aços inoxidáveis, tornam-se mais eficazes quando o material é previamente solubilizado, pois o nióbio dissolve-se em maior quantidade, proporcionando uma melhor resposta ao tratamento posterior de estabilização. Este procedimento é o mais indicado para evitar a sensitização das peças soldadas e componentes fundidos durante os serviços de alta temperatura.

Na figura 17, é mostrada a comparação feita por Kina *et al.*, (2008) entre o comportamento do grau de sensitização em função dos tratamentos térmicos empregados no aço AISI 347. Nota-se que a precipitação de carbeto, conseqüentemente o grau de sensitização, é menor nos aços solubilizados e posteriormente estabilizados quando comparados com aços estabilizados sem tratamento de solubilização.

A utilização de menores quantidades de elementos intersticiais, principalmente nos aços inoxidáveis ferríticos, minimiza a tendência à corrosão intergranular, assim como a utilização de elementos estabilizantes como nióbio e titânio em aços com maiores teores de elementos intersticiais (Modenesi, 2001). Quanto maior a quantidade de carbono presente no material maior também será a quantidade de cromo removido no processo de sensitização, favorecendo a corrosão intergranular.

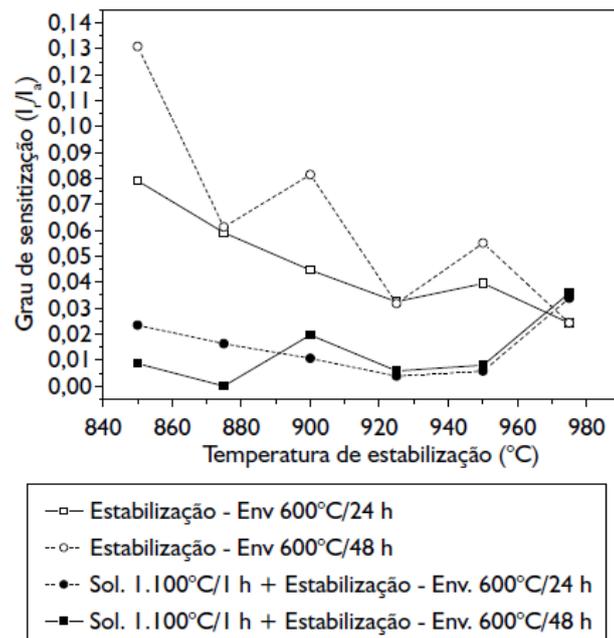


Figura 17: Influência dos tratamentos térmicos empregados no grau de sensitização do aço (Kina *et al.*, 2008).

Para evitar a ocorrência da corrosão intergranular, podem ser feitas as seguintes medidas:

- submeter o material a um tratamento térmico de solubilização em temperaturas elevadas (para dissolver as partículas de carbeto de cromo);
- diminuir a quantidade de carbono estabelecendo 0,03%p como máximo;
- e adicionar os chamados elementos estabilizadores, como titânio e nióbio, que têm maior afinidade com o carbono para formar carbetos destes elementos, deixando o cromo em solução sólida.

Os resultados encontrados, num trabalho sobre a relação da microestrutura com a corrosão intergranular, no aço inoxidável austenítico 1.4970, mostram que as amostras solubilizadas e aquelas utilizadas a 900°C não apresentam susceptibilidade à corrosão intergranular, enquanto as com tratamento de envelhecimento a 600-800°C apresentaram pequena susceptibilidade ao ataque intergranular, que diminuiu com a temperatura de envelhecimento. A formação

preferencial de carbeto dos elementos estabilizadores em temperaturas mais elevadas, comparativamente ao envelhecimento como o $M_{23}C_6$, manteve o cromo em solução sólida prevenindo a sensitização do aço e, conseqüentemente, a corrosão intergranular (Terada *et al.*, 2006).

2.5 Microestrutura dos Aços Inoxidáveis Soldados

O processo de soldagem de materiais consiste na união de duas ou mais partes com a utilização de uma fonte de calor. Objetiva-se uma peça com junta soldada que apresente uma continuidade das propriedades químicas, físicas, mecânicas e metalúrgicas do material base (Wainer *et al.*, 1995).

O material, após o processo de soldagem, irá apresentar 3 regiões básicas definidas como metal base, zona termicamente afetada e zona fundida. As regiões mais afastadas da solda, que durante o ciclo térmico não sofreram alterações, são as regiões de metal base (MB). A região onde ocorre a fusão do material durante a soldagem é denominada de zona fundida (ZF). A zona termicamente afetada (ZTA) é a região cuja microestrutura e/ou propriedades foram alteradas pelo ciclo térmico de soldagem, porém não foi fundida. A ZTA próxima à zona fundida é classificada como zona termicamente afetada de alta temperatura e será ao longo do texto mencionada como ZTA-AT. Na figura 18, pode-se observar esquematicamente como se estabelecem estas regiões no material.

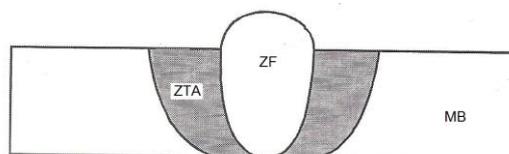


Figura 18: Esquema das 3 zonas formadas no material após a soldagem.

A microestrutura obtida na soldagem será dependente da composição química do material, dos ciclos térmicos realizados, das temperaturas a que são submetidos, sendo esta microestrutura fortemente influenciada pelo resultado da taxa de resfriamento. Verificou-se que as propriedades mecânicas finais, isto é pós-

soldagem estão diretamente relacionados com estes parâmetros do processo utilizado (Karci *et al.*, 2009)

A presença das diferentes fases na microestrutura dos aços inoxidáveis é influenciada por um número de fatores como a composição do metal de solda, percentual de ferrita e sua morfologia, além da temperatura e do tempo de transformação (Gill *et al.*, 1995).

O crescimento de grão costuma acontecer motivado pela diminuição da energia superficial dos contornos de grão. À medida que grãos crescem, outros são reduzidos e alguns completamente eliminados. Como a área total de contornos de grão diminui, em consequência, a energia total do contorno de grão também vai diminuir com a temperatura sendo o agente da mudança. O crescimento de grão, portanto, é um processo onde os fatores como tempo, temperatura, átomos do soluto, partículas de precipitados podem influenciar de diferentes formas. Esse mecanismo de crescimento de grão pode ser normal ou anormal. O crescimento de grão anormal é atribuído ao movimento dos contornos de grãos pelo mecanismo de nucleação, onde novos contornos são formados em detrimento de outros. O crescimento normal de grãos é diminuído ou cessado em função da fração volumétrica considerável de precipitados distribuídos no material, quando estes são estabilizados, como o AISI 347. Entretanto, verifica-se que o crescimento anormal dos grãos só acontece quando estes aços são submetidos a temperaturas, nas quais essas partículas se dissolvem ou sofrem coalescência, liberando alguns contornos para se moverem (Reed-Hill, 1992).

2.5.1 Aços Inoxidáveis Austeníticos

Os aços inoxidáveis austeníticos, em geral, não são relativamente resistentes à corrosão sob tensão em ambientes com cloro e soda cáustica. Em aços 316 soldados, observou-se que as soldas, quando expostas a ambientes marinhos, apresentaram falhas na zona termicamente afetada por corrosão sob tensão, devido à sensitização e à presença de tensões residuais introduzidas durante a soldagem (Garcia *et al.*, 2008).

Nas soldas, a presença da ferrita delta, a cinética da sua transformação e da natureza dos produtos de sua transformação controlam o comportamento de deformação e fratura. Em testes de curto prazo de fluência, a ferrita delta, com a

estrutura cristalina CCC, por ser menos compacta, configura-se como um caminho mais fácil para a difusão em comparação com a austenita (CFC). As interfaces δ - γ podem também atuar como caminhos de difusão (Guan *et al.*, 2005).

Em aços inoxidáveis austeníticos, o nitrogênio retarda o início da precipitação de qualquer fase que tem menor solubilidade que ele, até que todo o nitrogênio seja removido de outra forma, como precipitados. No entanto, a austenita tem uma boa solubilidade de nitrogênio, suportando até 0,15% em peso de nitrogênio para que ocorra a precipitação de nitretos. Além disso, a presença de nitrogênio é conhecida por retardar o endurecimento por precipitação dos $M_{23}C_6$ (Kim *et al.*, 2003).

A ductilidade e tenacidade podem ser significativamente reduzidas no material, especialmente na solda. Podem aparecer fissuras no metal de solda devido principalmente à fragilização do material causada por precipitação da fase sigma (fase sigma pode se originar da transformação de ferrita delta, e/ou austenita e/ou carbeto) e excessivas tensões na solda.

A fase sigma se configura como um grande concentrador de tensão e desempenha um papel como iniciador de trincas na interface com a matriz. Várias abordagens são encontradas no que se refere ao controle dessa precipitação de fase sigma em soldas, por exemplo, a diminuição do teor de ferrita e carbeto $M_{23}C_6$ em solda através da seleção de Nb para estabilização (Sasikala *et al.*, 1999).

O fato da precipitação de fase sigma ser menor no metal base do que na solda, faz com que a redução da ductilidade e da tenacidade no metal base não seja tanto quanto na solda. Assim, as trincas terão forte tendência a ocorrerem apenas nas regiões da zona fundida e próximo a ZTA (Guan *et al.*, 2005).

A precipitação da ferrita delta, que é ferromagnética, e sua presença na zona de fundida de peças soldadas, em frações volumétricas adequadas, tem efeito positivo (Padilha e Guedes, 1994).

Para quantidades de ferrita mais elevadas, geralmente acima de 13%, nos aços inoxidáveis austeníticos, esta poderá apresentar características de crescimento com morfologia colunar e acicular (Kim *et al.*, 2003).

Em soldas de aços inoxidáveis austeníticos, podem ser encontradas ferrita com as seguintes morfologias: ferrita eutética, ferrita em espinha, ferrita laminar e ferrita com austenita de Widmanstätten. O esquema destas é apresentado na figura 19.

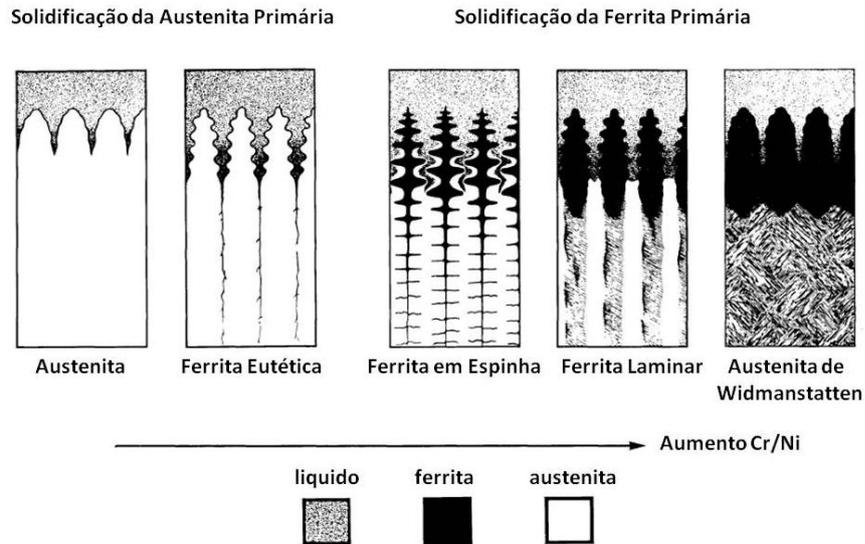


Figura 19: Esquema com as morfologias da ferrita formada na zona fundida do aço inoxidável austenítico (Brooks e Thompson, 1991).

A microestrutura mais comum da ferrita delta na região soldada de um aço inoxidável austenítico é a de morfologia denominada de ferrita em espinha ou vermicular, mostrada na figura 20.

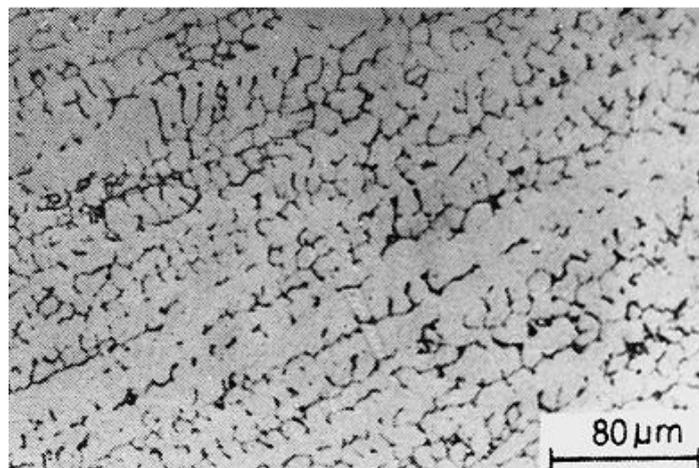


Figura 20: Morfologia vermicular da ferrita delta precipitada na ZF do aço 316 (Sasikala, 1999).

A zona termicamente afetada desses aços pode sofrer sensitização tornando essa região mais propensa ao ataque corrosivo. Na figura 21, é possível observar a micrografias de grãos na ZTA com sensitização.

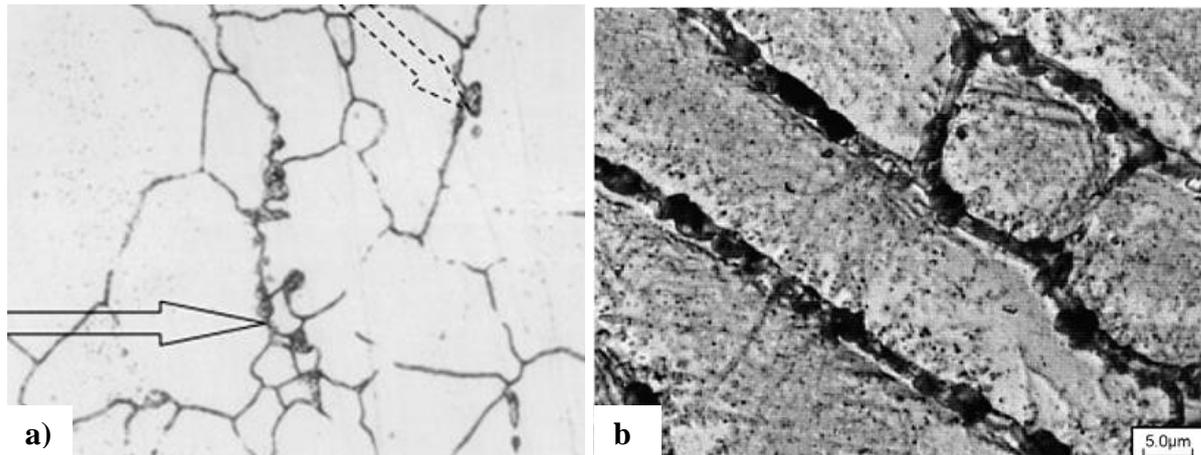


Figura 21: Sensitização: a) aço 316L. Microscopia ótica: ataque eletrolítico (Farahat e Bitar, 2010), b) aço 347. Microscopia eletrônica de varredura: ataque eletrolítico (Kina *et al.*, 2008).

Em comparação com a austenita, a ferrita delta tem maior capacidade de dissolver elementos formadores de eutéticos de baixo ponto de fusão, tais como Nb, Si, P, S, assim como maior capacidade de acomodar tensões térmicas provenientes do resfriamento (Padilha e Guedes, 1994).

A ferrita delta na matriz austenítica pode ser observada na figura 22. Esta fase tem uma estrutura cristalina CFC, com baixa energia de falha de empilhamento. A ferrita delta se origina na solidificação; as ilhas estão com uma ferrita de forma alongada e paralelas à direção de laminação (Villanueva *et al.*, 2006).

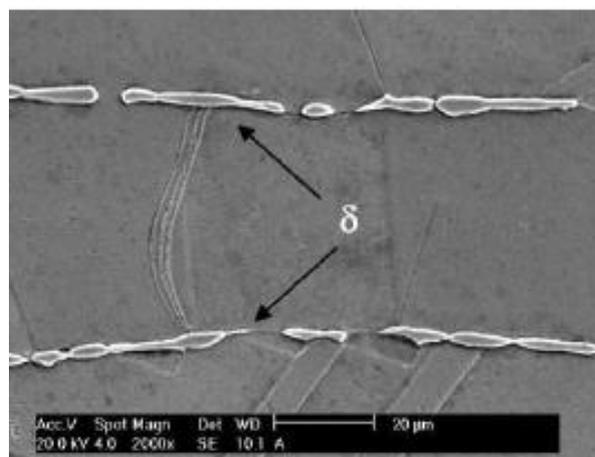


Figura 22: Ferrita delta, no aço AISI 316L solubilizado. Microscopia eletrônica de varredura: ataque com água régia (Villanueva *et al.*, 2006).

Como discutido ao longo do texto, uma quantidade desejável de ferrita delta pode ser importante na manutenção de algumas propriedades do aço. A quantidade de ferrita delta presente em um material pode ser encontrada por diferentes métodos. No trabalho de Glownia *et al.*(2001), são medidas as quantidades de ferrita delta em aços duplex com altos teores de nitrogênio por três técnicas: quantificação, software e ferritoscópico. Como pode-se observar na figura 23, ocorre uma pequena variação nos resultados encontrados para a quantidade de ferrita delta utilizando diferentes métodos.

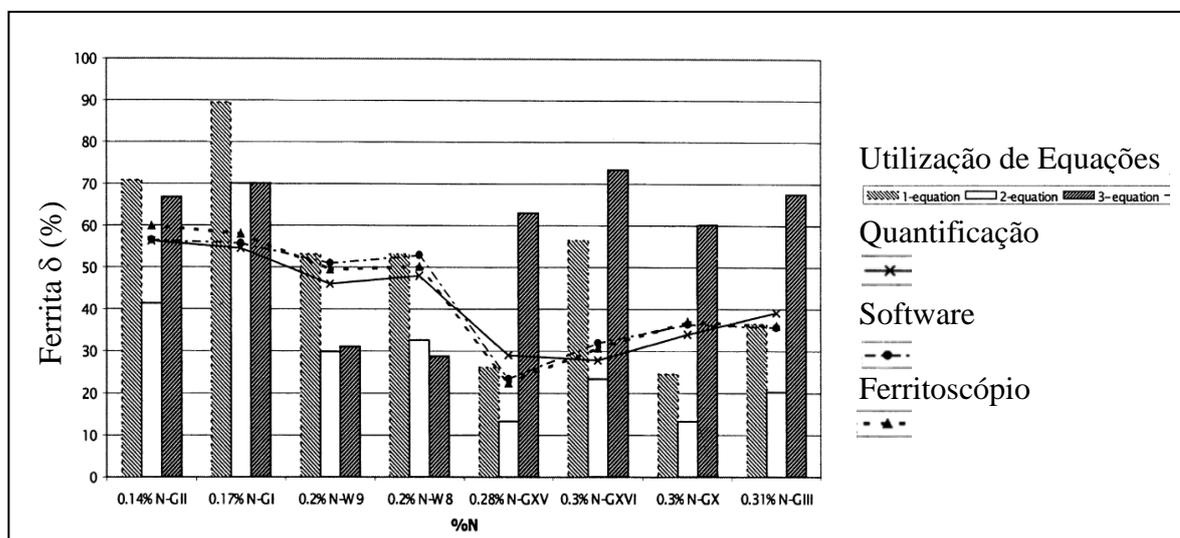


Figura 23: Quantificação da ferrita delta por diferentes métodos (Glownia *et al.*, 2001).

2.5.2 Aços Inoxidáveis Superduplex

Os aços inoxidáveis superduplex apresentam na região da zona fundida (ZF), quando o metal de solda tem composição similar ao metal base, a formação de uma microestrutura similar e caracterizada pela existência de grãos colunares de ferrita. O excesso de ferrita pode ser controlado pelo uso de um metal de adição com maior teor de elementos gamagênicos, principalmente o níquel (cerca de 2 a 3%Ni a mais que o metal base). Em casos de soldagem com proteção gasosa, sugere-se adicionar uma mistura que contenha o nitrogênio (Modenesi, 2001).

Estudos mostram que as temperaturas elevadas, provocadas por operações de soldagem, aumentam a susceptibilidade a fissuras na solidificação da zona de

fusão dos aços inoxidáveis duplex (Bramfitt e Benschoter, 2002). Durante o resfriamento da zona fundida das ligas soldadas de aços duplex, a precipitação de outras fases ocorre principalmente na fase matriz ferrítica. A morfologia adotada para a precipitação de austenita na ferrita, em aços inoxidáveis duplex, mostrada na figura 26, e a partir de uma série de estudos sugere as classificações abaixo (Shek *et al.*, 1996; Ferro *et al.*, 2008).

A primeira austenita que se precipita é a austenita alotrimórfica de contorno de grão que origina-se e cresce, na interface ferrita-ferrita. Outra morfologia é a austenita secundária de interface, que tem origem na interface α - γ , crescendo na matriz ferrítica. A austenita com morfologia intragranular pode ser originada na interface α - γ inicial ou α - α , e vai crescer como carbeto ou fase σ , durante a decomposição eutetóide da ferrita. A morfologia austenita de Widmanstätten frequentemente tem origem dentro do grão de ferrita, no contorno de grão da austenita alotrimórfica, ou em uma austenita de interface (α - γ) original (Muthupandi *et al.*, 2003; Shek *et al.*, 1996). Essas morfologias principais encontradas podem ser observadas na figura 24.

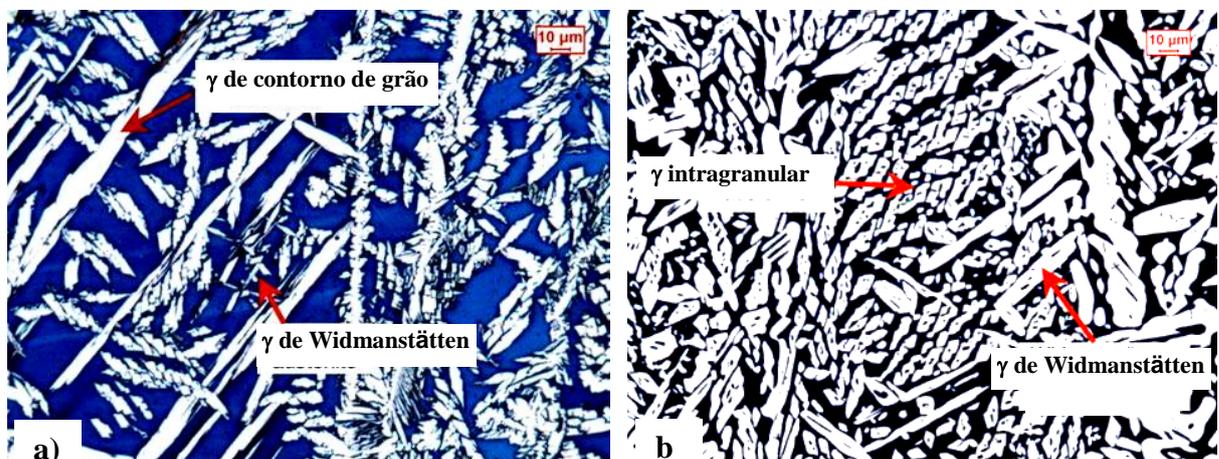


Figura 24: Identificação das morfologias da austenita formada no resfriamento de aços inoxidáveis duplex (Ferro *et al.*, 2008).

Para um adequado controle da microestrutura destes aços, os parâmetros de soldagem devem ser ajustados. As taxas de resfriamento global devem ser lentas o suficiente para permitir a adequada formação de austenita, dentro da região de alta temperatura, e ainda tenha rapidez suficiente para evitar a precipitação de Cr_2N na região de baixa temperatura (Liou *et al.*, 2002).

Para atingir o desejado equilíbrio entre a fração de ferrita e austenita e, portanto, as propriedades resultantes, tanto a composição química do metal de solda e/ou a entrada de calor devem ser controladas (Muthupandi *et al.*, 2003).

Condições de soldagem com velocidades de resfriamento baixas favorecem a formação de um tamanho de grão ferrítico maior na ZTA e a precipitação de nitretos e carbetos. Por outro lado, uma soldagem com elevadas velocidades de resfriamento favorecem uma maior quantidade de ferrita na ZTA, e diminuição da quantidade de austenita (Modenesi, 2001).

Assim, é desejável controlar as condições de soldagem, tais que o resfriamento seja lento o suficiente para adequada formação de austenita, mas rápido o suficiente para evitar a precipitação de fases indesejáveis (Muthupandi, *et al.*, 2003).

Como nos outros tipos de aços inoxidáveis, também nos aços duplex, a ferrita presente na ZTA prejudica as propriedades mecânicas, especificamente a tenacidade e a resistência à corrosão. Além disso, quando uma microestrutura apresenta mais de 80% de ferrita, a solda tende a tornar-se sensível ao aparecimento de trincas pelo hidrogênio. Devem, portanto, serem estabelecidas condições de resfriamento adequadas especificamente para cada tipo de aços. Aportes térmicos com velocidades entre cerca de 0,5 e 2,5 kJ/mm são os recomendados para os aços inoxidáveis duplex visando manter a quantidade original entre as fases δ e γ , bem como evitando a precipitação de fases intermetálicas. (Modenesi, 2001).

Nas regiões de MB, as temperaturas de pico são elevadas, porém, são inferiores às que ocorrem na ZTA, promovendo uma microestrutura com um crescimento de grão menos intenso do que o que ocorre nas regiões na ZF e ZTA. Acontece uma pequena redução na quantidade de austenita, que, porém, não apresenta mudança na sua morfologia (Modenesi, 2001).

Na figura 25, é mostrado um corte do diagrama ternário Fe-Cr-Ni, para um teor constante de 70% em peso de Fe e para uma composição referente a um aço inoxidável duplex (linha vertical no diagrama da direita). Para essa composição e em temperaturas muito elevadas (acima de cerca de 1300°C), a austenita torna-se instável e o material tende a tornar-se completamente ferrítico, ocorrendo um intenso crescimento de grão. A austenita começa novamente a se formar no resfriamento, nucleando-se nos contornos de grão da ferrita e apresentando um

crescimento na forma de placas com uma estrutura de Widmanstätten (Modenesi, 2001).

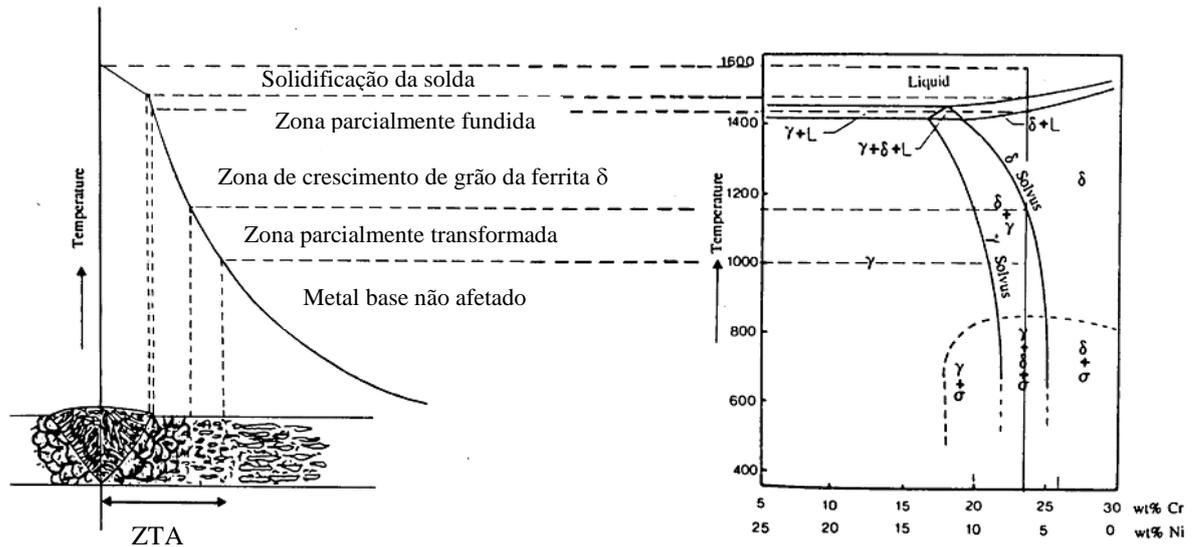


Figura 25: Esquema de correlação da formação da microestrutura da solda de um aço inoxidável com o corte do sistema Fe-Ni-Cr com 70%Fe (Atamert e King, 1992).

A zona termicamente afetada de acordo com a variação de temperatura, pode ser dividida em duas áreas: a ZTA de alta temperatura (ZTA-AT), na zona de crescimento de grão da ferrita δ , região próxima da linha de fusão, quase que ferrítica totalmente no aquecimento. A ZTA de baixa temperatura (ZTA-BT) está situada na zona parcialmente transformada, localizada mais longe da linha de fusão, e sendo considerada como responsável pela formação de fases intermetálicas, apresenta constante balanceamento entre as fases (Atamert e King, 1992).

No resfriamento não é possível a completa difusão dos átomos de carbono e nitrogênio em solução para a austenita (ocasionando a perda do balanço original das fases) formada, fazendo com que ocorra a precipitação de nitretos e carbeto no interior dos grãos de ferrita. A microestrutura, portanto, da região da ZTA mais próxima da zona fundida (ZTA-AT) apresenta os grãos ferríticos maiores, uma menor quantidade de austenita (com sua morfologia modificada) e a precipitação de carbeto e nitretos (Modenesi, 2001).

A microestrutura das regiões formadas após um processo de soldagem (neste caso pelo processo GTAW) de um aço duplex é mostrada na figura 26.

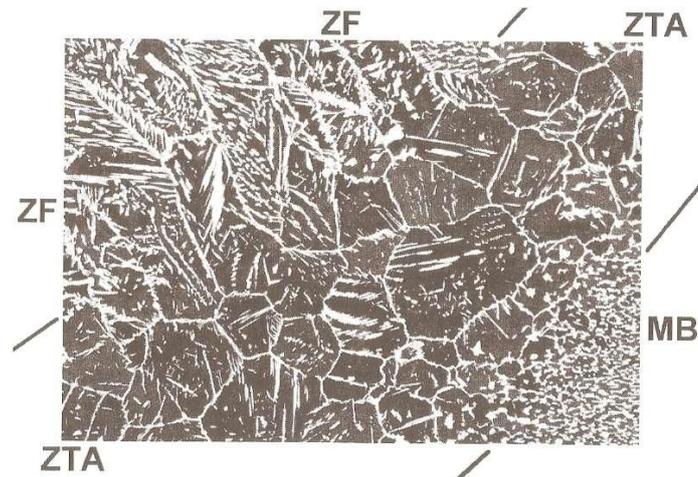


Figura 26: Microestrutura da ZTA de um aço duplex. As regiões escuras correspondem à ferrita e as claras à austenita (Modenesi, 2001).

Os ciclos térmicos podem provocar efeitos indesejados tanto na zona fundida (ZF) quanto na zona termicamente afetada (ZTA). O surgimento de tensões residuais pode levar à propagação de trincas, corrosão sob tensão, fadiga. Os aspectos do ciclo térmico que são considerados mais importantes são: a taxa de aquecimento, a temperatura de pico, a distribuição da temperatura ao longo da peça, o tempo em determinada temperatura, à taxa de resfriamento das zonas aquecidas e a utilização de múltiplos passes (Wainer *et al.*, 1995).

CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, são apresentados os materiais, procedimentos, tratamentos térmicos e as principais técnicas que foram utilizadas para o presente estudo.

3.1 Materiais

As amostras estudadas foram retiradas de chapas de dois tipos de aço inoxidável que tinham um formato tubular: (i) austenítico AISI 347 e (ii) superduplex SAF 2507. Um esquema da retirada de amostras para o estudo é apresentado na figura 27. Estas amostras foram observadas nas diferentes técnicas de microscopia pela face lateral, isto é, transversal ao cordão de solda.

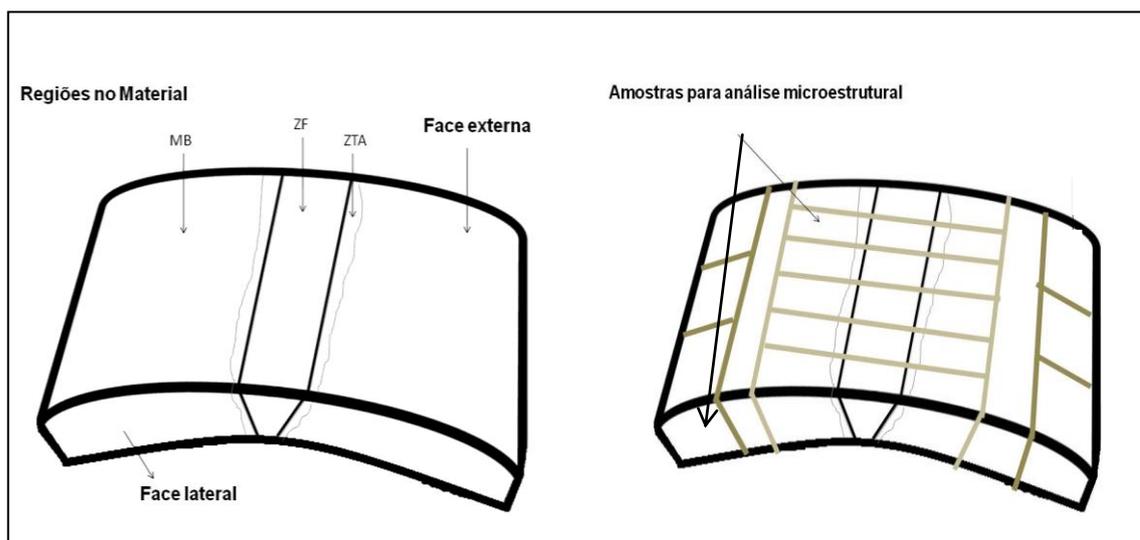


Figura 27: Esquema da retirada de amostras, observações na face lateral, transversal a solda.

Na tabela 1 são mostradas as condições das amostras estudadas, isto é, as condições a que o material foi submetido.

Tabela 1: Condições das amostras estudadas.

Aços	Condição 1	Condição 2	Condição 3	Condição 4	Condição 5
AISI 347	Como Recebido	Soldado	Solubilizado a 1060°C	Estabilizado a 900°C	_____
SAF 2507	Como Recebido	Soldado	Solubilizado a 900°C	Solubilizado a 1100°C	Solubilizado a 1150°C

O aço inoxidável austenítico AISI 347, na condição como recebido, está estabilizado com Nb. O material consiste de um tubo com espessura de 1,5 cm que foi soldado longitudinalmente pelo processo TIG automático no passe de raiz, e soldagem a plasma nos passes de enchimento e acabamento. A solda foi do tipo junta de topo com chanfro em “V” simples e com três cordões de solda, como pode ser observada na figura 28.



Figura 28: Amostra do AISI 347 soldado.

A composição química nominal deste aço e do consumível utilizado na soldagem está apresentada na tabela 2. Nesta composição é possível observar que o teor de Nb encontra-se aproximadamente 10 vezes mais que o teor de C presente no material.

Tabela 2: Composição química do aço inoxidável AISI 347.

	Elementos											
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Al	Nb	Outros
AISI 347	0,047	0,410	1,850	0,027	0,002	17,430	9,020	0,010	0,00	0,0036	0,483	—
Metal de Solda ER308L	0,047	0,480	1,850	0,015	0,010	20,000	10,100	0,500	<0,60	0,000	0,000	Cu: <0,200

O aço inoxidável superduplex SAF 2507, com espessura de 5,5 mm, foi soldado pelo processo TIG (GTAW) na raiz e eletrodo revestido (SMAW) nos passes de enchimento. Uma amostra deste aço nesta condição é mostrada na figura 29.

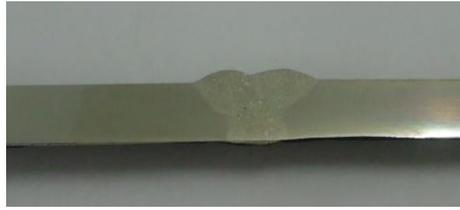


Figura 29: Amostra do SAF 2507 soldado.

A composição química nominal do aço como recebido e do consumível utilizado no processo de soldagem está apresentada na tabela 3.

Tabela 3: Composição química do aço inoxidável SAF 2507.

	Elementos										
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Cu	Co
SAF 2507	0,030	0,800	1,200	0,035	0,015	25,000	7,000	4,000	0,300	—	0,010
Metal de Solda E2293	0,030	0,510	0,600	0,018	0,005	24,700	10,300	3,900	0,240	0,000	0,010

3.2 Preparação Metalográfica

As amostras dos aços inoxidáveis austenítico e superduplex, nas condições citadas na tabela 1, passaram pelas etapas de preparação metalográfica.

As amostras foram cortadas de forma transversal ao cordão de solda, no cortador mecânico Mesotom, com disco de alumina. Para facilitar o manuseio, o tamanho das amostras foi de forma a permitir que estas não precisassem ser embutidas.

Foi realizado o lixamento manual das amostras (úmido com água corrente) sucessivamente com lixas de granulometria cada vez menor: 100#, 220#, 320#, 400#, 600#, 1000#, 1200#, alternando-se em 90° o sentido do lixamento a cada troca de lixa.

Após o lixamento, foi feito o uso sucessivo de suspensões de alumina com granulometrias de 1 μm e 0,3 μm dispersas em água destilada para o polimento. As amostras foram lavadas, secas e observadas no microscópio Jenavert em campo

escuro. Não identificando riscos consideráveis, na amostra observada em campo escuro, fez-se o ataque eletrolítico com diferentes reagentes e tempos com o objetivo de identificar os precipitados presentes, utilizando-se microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

3.3 Tratamentos Térmicos

Os tratamentos térmicos foram realizados nas amostras dos aços inoxidáveis austenítico e superduplex soldados, e tiveram como objetivo provocar as mudanças microestruturais previstas no diagrama de fases como, por exemplo, a dissolução da ferrita delta presente na zona fundida do aço inoxidável austenítico, e no caso do aço inoxidável superduplex a solubilização dos diferentes precipitados.

Foi utilizado o forno da marca EDG 7000, disponível no LAMAV/UENF. Este possibilita um aquecimento controlado com a programação da temperatura desejada e do tempo de permanência na mesma. Os parâmetros utilizados nos tratamentos térmicos são apresentados na tabela 4.

Tabela 4: Parâmetros utilizados nos tratamentos térmicos.

Tratamentos Térmicos	Taxa de Aquecimento	Tempo no patamar	Resfriamento	Aço
Solubilização a 1060°C	7°/min	60 min	ao ar	AISI 347 soldado
Estabilização a 900°C	7°/min	45 min	ao ar	AISI 347 solubilizado
Solubilização a 900°C	7°/min	60 min	em água a 35°C	SAF 2507 soldado
Solubilização a 1100°C	7°/min	18 min	em água a 35°C	SAF 2507 Soldado
Solubilização a 1150°C	7°/min	30 min	em água a 35°C	SAF 2507 Soldado

3.4 Técnicas para Avaliação Microestrutural

Visando efetuar uma avaliação microestrutural das amostras para o estudo do efeito do tratamento térmico pós-soldagem na micro e subestrutura dos aços, foram realizados os procedimentos citados abaixo.

3.4.1 Ataques

A realização dos ataques nas amostras metálicas tem em geral a finalidade de revelar sua microestrutura, a morfologia das fases presentes e, em alguns casos revelam também as impurezas dispersas na matriz.

Neste trabalho, procurou-se observar as condições de ataque, tais como quantidade de reagentes (e sua proporção) e tempo, procurando variar essas constantes para atingir os diferentes contrastes nas amostras quando observadas através de microscopia ótica.

A principal dificuldade na revelação da microestrutura desses aços está no fato de terem uma tendência a se passivar devido ao teor mínimo de 11%Cr. Na literatura, encontra-se que, no ataque a estes tipos de aços, é necessário uma maior concentração de ácido a fim de se obter a resposta adequada.

É sugerido que os tipos de ataque eletrolítico são os mais indicados para os aços inoxidáveis. O processo de ataque eletrolítico consiste basicamente de um eletrólito anódico (a própria amostra) e um eletrólito catódico adequado para o material da amostra, e aplicação de uma corrente que deve ser constante (Bramfitt e Benscoter, 2002). Na figura 30, é mostrado o esquema básico deste tipo de ataque.

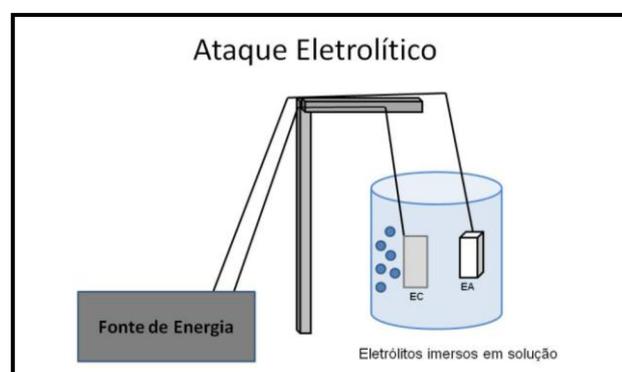


Figura 30: Esquema do ataque eletrolítico.

O objetivo do teste com diferentes ataques foi selecionar ataques, sejam químicos ou eletrolíticos que revelassem os principais precipitados e também os contornos de grão na microestrutura dos aços: AISI 347 e SAF 2507.

A escolha das variáveis empregadas nos testes tiveram como referência teórica os trabalhos que estão relacionados com o ataque a materiais como os deste estudo. Na tabela 5, são mostradas as principais soluções utilizadas. As variáveis citadas são ilustrativas tendo em vista que, durante os testes, foram utilizadas pelo menos 3, em cada ataque.

Tabela 5: Soluções utilizadas no teste de ataques.

Ataque	Reagentes	Variáveis	Função Metalográfica
Ácido Clorídrico (ataque eletrolítico)	5 mL de HCl 95 mL de CH ₃ OH	tempo: 30s, 2V DC	Criou uma película, na superfície, que não permitiu distinguir os precipitados.
Ácido Oxálico (ataque eletrolítico)	10 g de H ₂ C ₂ O ₄ .H ₂ O 100 mL de H ₂ O	tempo: 60 s, 0,02V DC	Revelou as fases, os contornos de grão e precipitados.
Hidróxido de Potássio (ataque eletrolítico)	56 g de KOH 100 mL de H ₂ O	tempo: 60 s, 2V DC	Era esperado que a fase sigma e a ferrita fossem coloridas, mas não ocorreu.
Ácido Nítrico (ataque eletrolítico)	60 mL de HNO ₃ 40 mL de H ₂ O	tempo: 15 s, 0,02V DC	Revelou os grãos e precipitados de forma geral.
Água-Régia (ataque químico)	45 mL de HCl 15 mL de HNO ₃	tempo: 30 s	Realçou a ferrita, mas não os contornos.
Reativo Vilela (ataque químico)	1 g de C ₆ H ₃ N ₃ O ₂ 5 mL de HCl	tempo: 30 s	Destacou a ferrita delta e carbeto, mas não revelou os contornos de grão.
Glicerégia (ataque químico)	30 mL de glicerina 50 mL de HCl 10 mL de HNO ₃	tempo: 30 s	Realçou os carbeto, mas não destacou contornos.

Na micrografia mostrada na figura 31, é mostrada a microestrutura revelada pelo ataque com Glicerégia, com observação feita por microscopia ótica, utilizando a técnica de interferência diferencial, aço AISI 347.

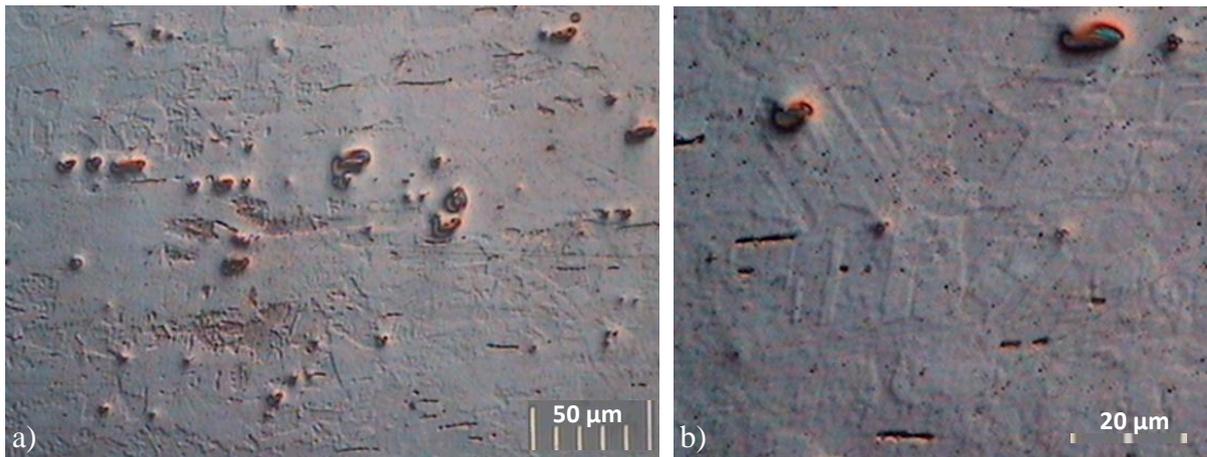


Figura 31: AISI 347 atacado com glicerégia, MO: a) 200x, b) 500x.

Após a realização dos testes com os ataques citados anteriormente na tabela 5, os escolhidos para a observação por microscopia ótica foram os com a solução de ácido nítrico e com ácido oxálico. Para a microscopia eletrônica de varredura, utilizou-se apenas o ataque com ácido oxálico. Estas soluções mostraram-se mais adequadas para a pesquisa.

3.4.2 Microscopia Ótica

As amostras atacadas foram observadas, inicialmente, no microscópio ótico Neophot, disponível no LAMAV/UENF, que permite o emprego de diferentes técnicas de observação como campo claro (CC), campo escuro (CE), interferência diferencial (ID), luz polarizada (LP) e luz monocromática (LM). Esse equipamento permite a captação das micrografias em meio digital. Foram feitas micrografias em diferentes aumentos com os métodos de observação em campo claro e interferência diferencial. As regiões de interesse foram a zona de metal base, zona termicamente afetada e zona fundida.

Através desta técnica, é possível acompanhar a evolução das fases formadas durante o processo de soldagem e posteriormente nos tratamentos térmicos empregados, observando os grãos e os precipitados.

3.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é uma técnica que possibilita a aquisição de imagens da microestrutura do material com maiores aumentos e melhor resolução. As imagens adquiridas permitem a observação de contornos de grãos,

regiões inter e intragranular, revelando a existência de fases que não são reveladas em menores aumentos por microscopia ótica.

A análise destas imagens teve como finalidade a identificação das transformações ocorridas no resfriamento do material após o processo de soldagem e dos tratamentos térmicos, proporcionando estabelecer o tamanho, morfologia e distribuição das fases presentes.

Foram feitas micrografias nas diferentes zonas dos materiais no microscópio eletrônico disponível no LAMAV/UENF, fabricado pela Shimadzu, modelo SSX-550 Super Scan, utilizando-se a técnica de elétrons secundários.

Micrografias da zona fundida do aço inoxidável austenítico foram feitas em diferentes aumentos na perspectiva de se observar a dependência dos aumentos na quantificação da ferrita delta presente nessa região.

A quantificação da ferrita delta fundamenta-se no método da contagem de pontos. Este método consiste na aplicação sobre a micrografia de uma malha com 100 pontos, e, posteriormente, identificação da quantidade de pontos que interceptam cada fase. O número de pontos que interceptam a fase (n_p) dividido pelo número total de pontos (P) permite o estabelecimento do percentual de fases presentes, isto é, a fração volumétrica das fases na microestrutura.

Além das micrografias, foram feitas análises pontuais qualitativas nas fases presentes na microestrutura dos aços, utilizando-se espectrometria de energia dispersiva de raios-X (mencionada ao longo do texto como EDS, sigla devido o nome em inglês: energy-disperse X-ray spectroscopy) acoplado ao microscópio eletrônico.

CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo apresentam-se os resultados e a discussão da análise micro e subestrutural das amostras dos aços inoxidáveis em estudo: austenítico e superduplex.

Para cada tipo de aço, são apresentados os resultados das amostras nas condições: (i) como recebido, (ii) soldado e (iii) tratado termicamente após a solda.

Nas amostras nas condições (ii) e (iii), as análises micro e sub estruturais foram realizadas em cada uma das zonas da solda: metal base (MB), zona termicamente afetada (ZTA) e zona fundida (ZF).

São apresentados também os percentuais de ferrita delta na zona fundida do aço inoxidável austenítico.

É importante ressaltar que as micrografias apresentadas são das amostras atacadas eletroliticamente com ácido oxálico e com o ácido nítrico. Estes ataques foram selecionados por apresentarem melhor qualidade para observação da microestrutura do que os outros.

A observação da microestrutura dos aços em estudo, utilizando-se microscopia ótica (MO), foi realizada no material nas áreas consideradas mais representativas. Na figura 32 são destacadas as regiões de onde foram obtidas micrografias, nesta a região 1:C-ZF é próxima ao centro da zona fundida, a região 2: C-ZTA é a área da zona termicamente afetada próxima a zona fundida e a região 3:C-MB é a do metal base.

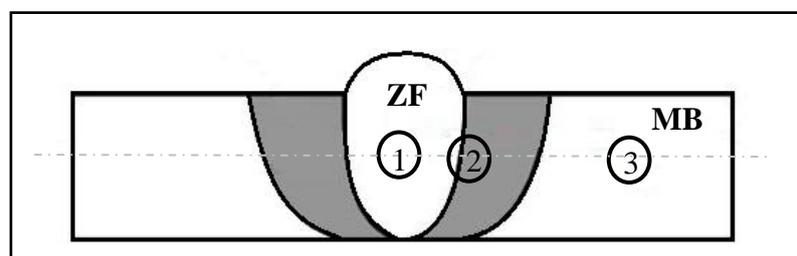


Figura 32: Esquema indicando as regiões analisadas por microscopia ótica, corte transversal a solda.

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada para fornecer informações com maiores aumentos e também para a realização da análise pontual em locais de interesse. Na figura 33, é apresentada uma macrografia com as

regiões, na amostra soldada do aço 347, de onde foram obtidas as micrografias com esta técnica assim como a análise pontual. Estas mesmas regiões foram selecionadas para a análise no aço superduplex.

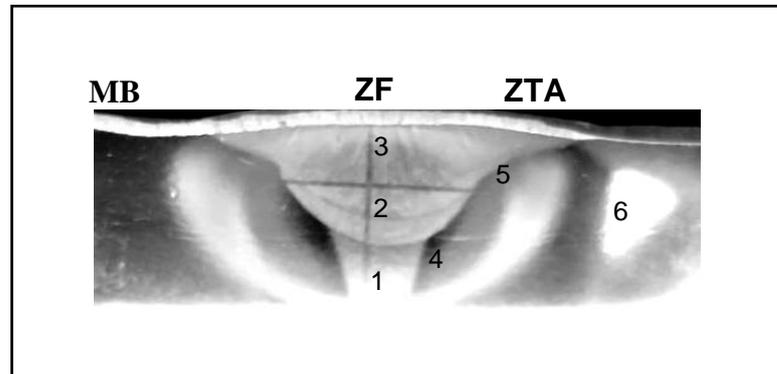


Figura 33: Macrografia indicando as regiões analisadas por MEV.

A região indicada na figura 33 pelo número 1 é na zona fundida próxima ao primeiro passe e será mencionada ao longo do texto como 1-ZF; a região 2 é no centro da zona fundida (C-ZF); o número 3 indica a região da zona fundida próxima ao último passe (3-ZF); 4 e 5 são regiões da zona termicamente afetada bem próxima a zona fundida sendo mencionadas no texto como ZTA próxima a 1-ZF(4) e próxima a 3-ZF(5); e o número 6 indica a região do metal base, mencionada no texto como MB.

4.1 Microscopia Ótica

4.1.1 Aço Inoxidável Austenítico AISI 347

4.1.1.1 Material como Recebido

A microestrutura característica deste aço (figura 34) não se diferencia muito do previsto na literatura para esta família de aços inoxidáveis. Consiste de grãos austeníticos de diferentes tamanhos e com a presença de alguns precipitados no interior e nos contornos dos grãos. Estes precipitados são identificados na literatura como carbeto do tipo $M_{23}C_6$ (os com menor tamanho) e ferrita delta (os mais alongados e maiores).

A microscopia ótica do material com o ataque eletrolítico, usando solução de ácido nítrico, é apresentada na figura 35. Este ataque permitiu que a amostra

observada apresenta-se um melhor contraste da microestrutura, revelando melhor os contornos de grão (figura 35: i), maclas (figura 35: ii), e os carbeto (Figura 35: iii).

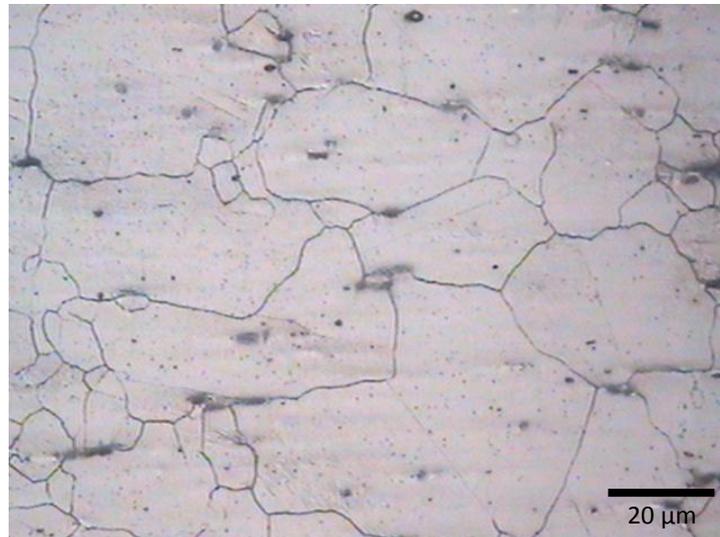


Figura 34: Microestrutura do aço 347 como recebido. 500x.

As excelentes propriedades mecânicas destes aços são atribuídas à sua microestrutura. A estrutura cristalina austenítica tem uma maior tendência para se deformar devido ao maior número de planos de deslizamento, enquanto o aumento da resistência e dureza são resultados da deformação resultante da transformação da austenita metaestável (Dolinšek, 2003).

O aço inoxidável AISI 347 é estabilizado com Nb. Essa adição tem como função provocar a precipitação de carbeto do tipo NbC, que evitam o fenômeno da sensitização e aumentam a resistência a fluência.

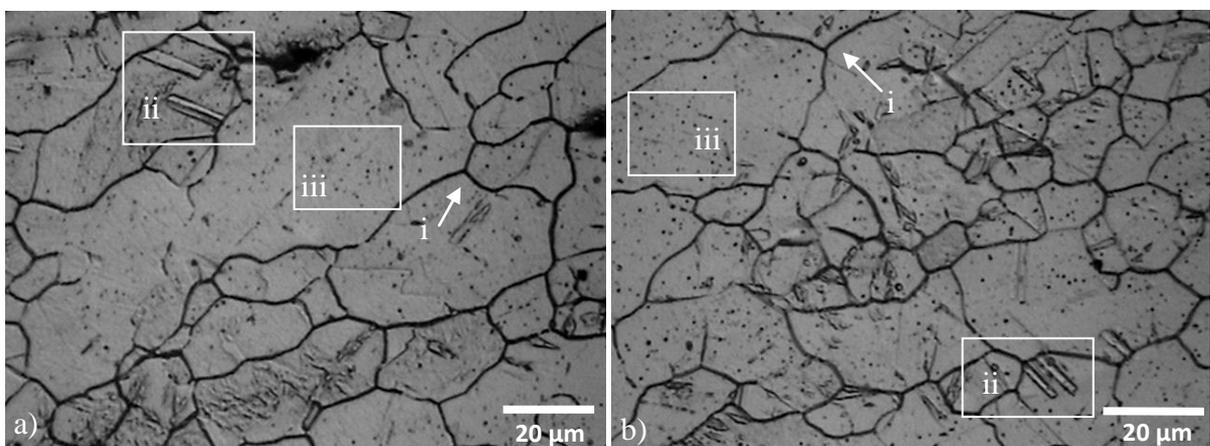


Figura 35: Microestrutura do material como recebido. Solução de ácido nítrico, 500x: a) e b) identificação da microestrutura.

Essas características são discutidas no trabalho de Erneman *et al.* (2006) sobre a evolução dos carbonitretos de nióbio primário e secundário no aço inoxidável AISI 347, durante a fabricação e quando expostos a temperaturas elevadas como em operações de soldagem e tratamentos térmicos.

Em geral, o aumento da quantidade de estabilizantes (Ti, Nb) influencia significativamente o refinamento de grãos e altera a morfologia dos carbeto. Segundo o trabalho de Piekarski (2001), sobre o efeito das adições de Nb e Ti em aços inoxidáveis austeníticos, esses elementos podem ser empregados de forma independente ou associados.

4.1.1.2 Material Soldado

4.1.1.2.1 Metal Base

A microestrutura do metal base se assemelha à encontrada no material na condição como recebido. Consiste de grãos equiaxiais de diferentes tamanhos e com precipitados em seu interior. Estes podem ser observados na figura 36.

Como as temperaturas envolvidas nos processos de soldagem nesta região são abaixo das transformações de fases previstas, essas regiões não apresentam mudanças estruturais significativas.

No trabalho de Ibrahim *et al.* (2010), sobre a tenacidade ao impacto dos aços inoxidáveis soldados, é proposto que a estabilidade microestrutural do metal base em temperaturas elevadas seja superior ao do metal de solda, pois este possui um teor mais alto de ferrita delta em sua microestrutura.

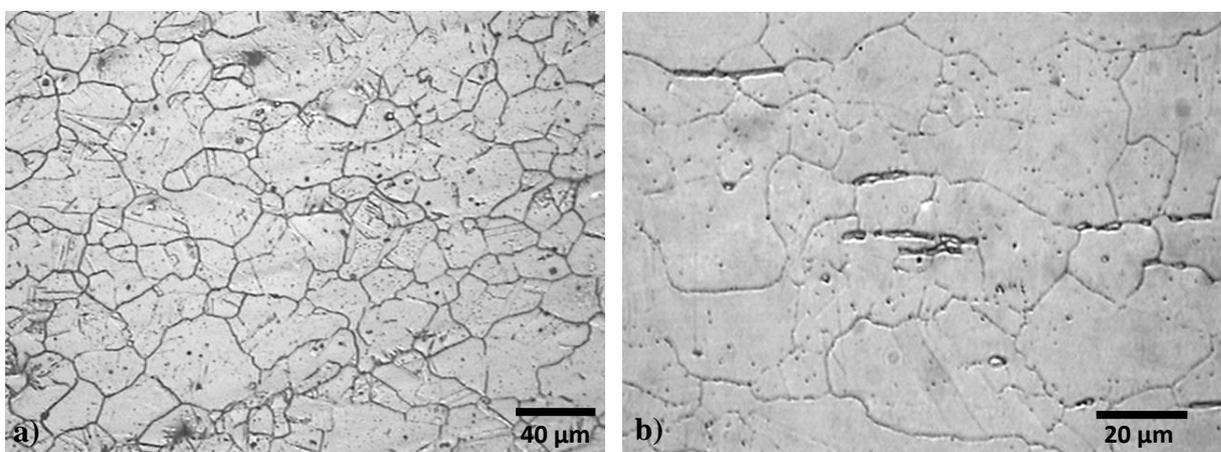


Figura 36: Microestrutura característica do metal base do aço inoxidável austenítico AISI 347. Ataque com ácido nítrico: a) 200x, b) 500x.

4.1.1.2.2 Zona Termicamente Afetada

A região de transição entre o metal base e a zona fundida é a ZTA, por sofrer a influência dos ciclos térmicos da soldagem, vai apresentar como consequência uma microestrutura com um mecanismo de crescimento no tamanho dos grãos diferenciado, como pode ser observado na figura 37, comparando-se com a do metal base (figura 36).

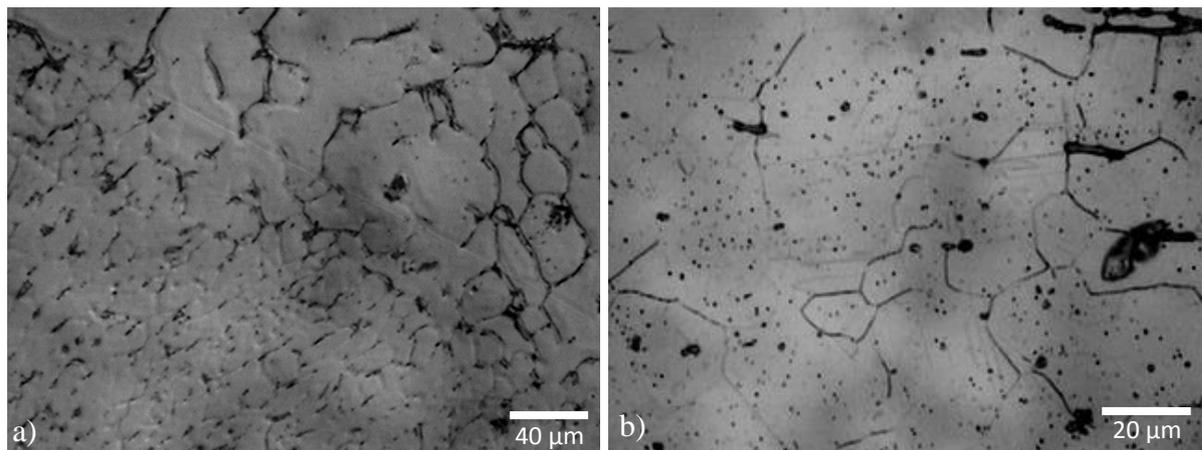


Figura 37: Zona termicamente afetada do aço AISI 347, atacado com ácido oxálico: a) 200x, b) 500.

Esta região pode também ser observada na figura 38, em um maior aumento, que mostra a microestrutura da ZTA após o ataque com a solução de ácido nítrico. Em geral observa-se que ocorreu um aumento no tamanho de alguns grãos e aparecimento de novos grãos pequenos, consistindo de um mecanismo de crescimento anormal com recristalização secundária (Hu, 2000). É observada também uma diminuição na quantidade de ferrita δ e carbeto em comparação com a zona do metal base.

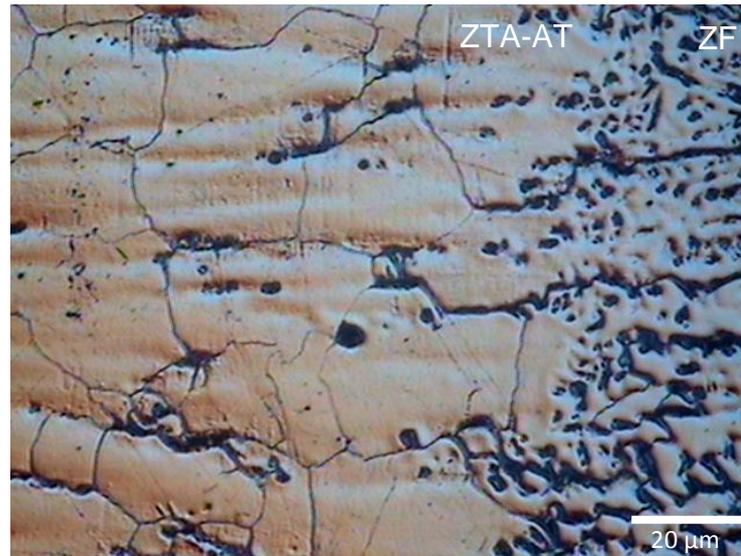


Figura 38: Zona termicamente afetada. Ataque eletrolítico com solução de ácido nítrico. 500x.

O mecanismo de precipitação da ferrita delta ocorre predominantemente nos grãos austeníticos ao longo dos contornos, mas pode ocorrer também no seu interior, como indicado pelas setas na figura 39.

Segundo Brummer e Charlott (1986), em seu trabalho com aços do tipo 304 e 316, a probabilidade da zona termicamente afetada ser sensibilizada durante a soldagem dependerá do tempo que o material permanece na faixa de temperatura de sensibilização, de acordo com a entrada de calor de soldagem, que irá governar o aquecimento e as taxas de resfriamento.

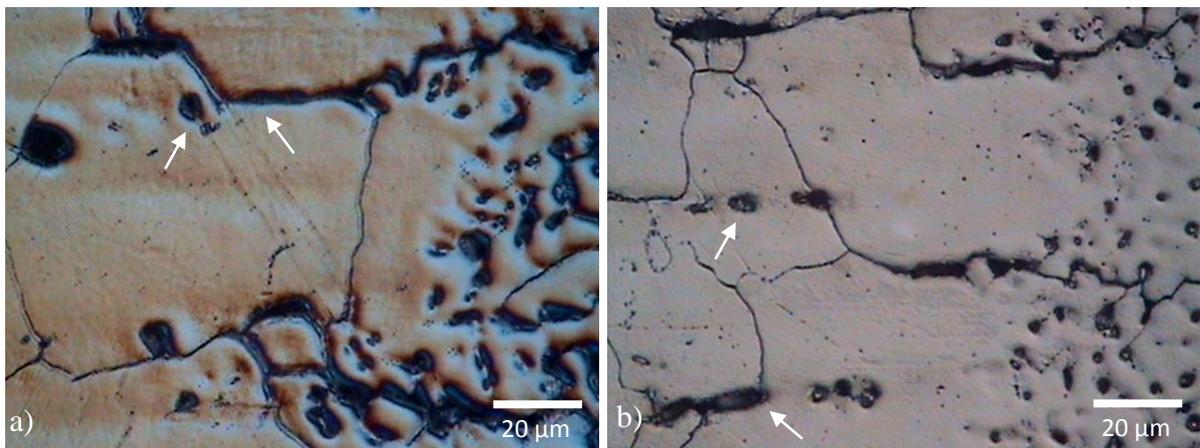


Figura 39: Microestrutura da ZTA. Ataque com solução de ácido nítrico. 500x: a) e b) presença de ferrita delta na zona termicamente afetada.

4.1.1.2.3 Zona Fundida

A microestrutura da zona fundida consiste de uma matriz austenítica com a precipitação de ferrita delta a partir dessa matriz como pode ser observado na figura 40.

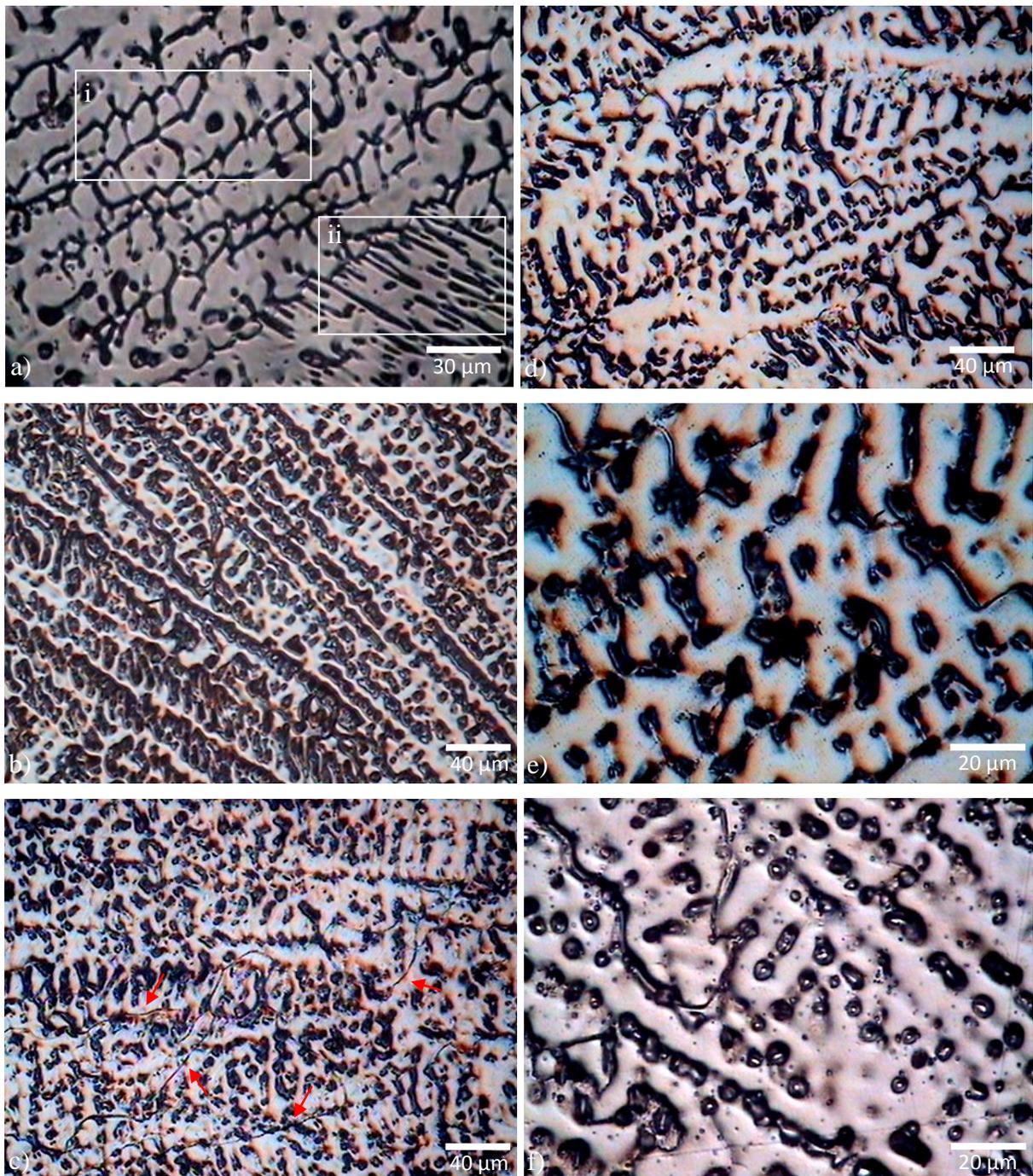


Figura 40: Microestrutura da ZF por MO, ataque com ácido nítrico: a) identificação da morfologia da ferrita δ , 320x; b) centro da ZF sem a evidência de contornos de grão, 200x; c) microestrutura da região próxima a ZTA evidenciando os contornos de grão, 200x; d) diferentes morfologias da ferrita δ , 200x; e) microestrutura do centro da ZF, 500x; f) ferrita eutética na região da ZF próxima a ZTA, 500x.

Na figura 40, identifica-se que a ferrita se precipita principalmente com duas morfologias: vermicular destacada em (a) pela região i, e laminar, destacada na região ii. A zona fundida mais próxima da ZTA (figura 40:c,d,f) apresenta uma diferença maior em sua microestrutura, pois a ferrita δ apresenta-se com um maior espaço entre si, sendo identificadas como pequenas partículas esféricas e alongadas, que pode ser classificada como ferrita eutética (figura 40:f).

Realizando-se uma comparação da microestrutura da ZF próxima a ZTA (figura 40:c,d,f) com a da microestrutura do centro da ZF (figura 40:b,e), percebe-se que, no centro da zona fundida, não se evidencia a presença de contornos de grão muito destacados (figura 40:b,e). Estes vão aparecer na região da ZF mais próxima à ZTA como pode ser observado nas regiões indicadas pelas setas na figura 40:c.

4.1.1.3 Material com Tratamento Térmico de Solubilização

4.1.1.3.1 Metal Base

A microestrutura do metal base do aço solubilizado a 1060°C por 1h é semelhante a do material como recebido, pois esta região não sofre grande influência do ciclo térmico de soldagem. Alguma ferrita δ pode ainda ser observada principalmente nos contornos de grão e são indicadas pelas setas na figura 41.

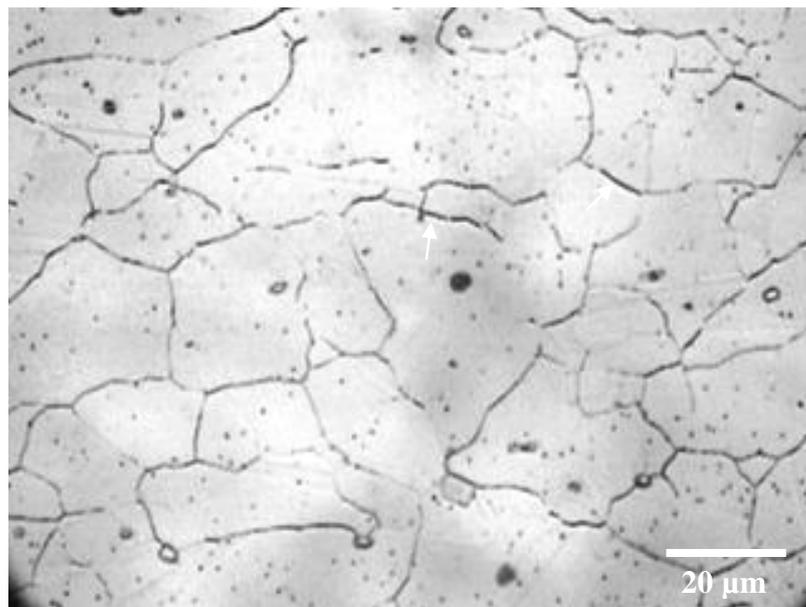


Figura 41: Microestrutura do metal base do aço soldado após tratamento térmico de solubilização. Ataque eletrolítico com ácido oxálico. 500x.

4.1.1.3.2 Zona Termicamente Afetada

A ZTA do aço solubilizado possui uma microestrutura com grãos maiores e menores semelhante à encontrada na ZTA do aço apenas soldado, porém vai apresentar algumas especificidades. Na figura 42, apresenta-se a micrografia dessa região onde são evidenciados os grãos que variam de tamanho e a presença intensa de pequenas partículas de carbeto. Analisando-se qualitativamente a microestrutura é possível perceber uma diminuição na fração volumétrica da ferrita delta precipitada.

O crescimento diferenciado dos grãos sugere que ocorreu uma recristalização secundária durante o mecanismo de crescimento de grão (Hu, 2000).

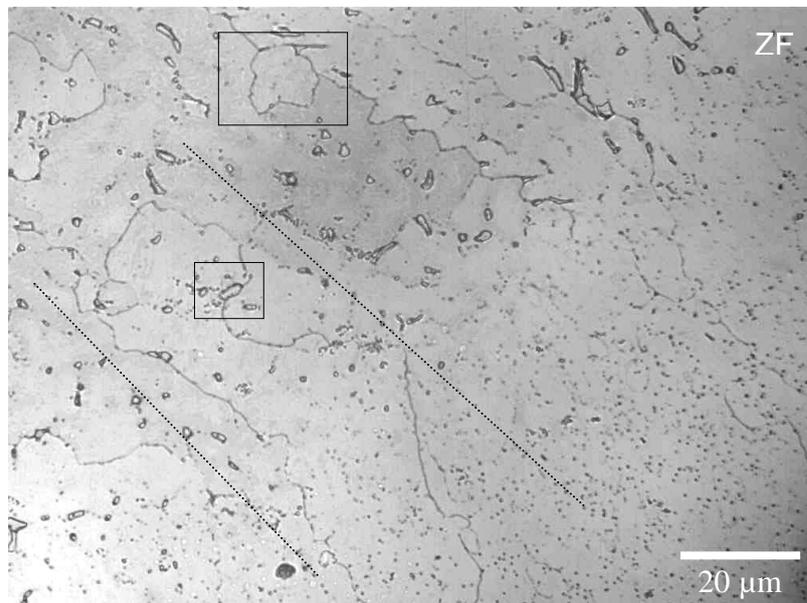


Figura 42: ZTA, aço soldado com tratamento térmico de solubilização. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. 500x.

4.1.1.3.3 Zona Fundida

Após o tratamento térmico, a microestrutura da zona fundida apresentou uma mudança considerável na morfologia e também na quantidade de ferrita delta precipitada. Uma análise qualitativa, das micrografias obtidas por microscopia ótica mostram uma diminuição na fração volumétrica de ferrita delta presente nessa região.

Na microestrutura da ZF, a delimitação dos contornos de grão foi muito evidenciada após o tratamento térmico de solubilização, mantendo a fase austenita como matriz e a precipitação da ferrita delta.

A precipitação da ferrita δ na ZF ocorre no interior e nos contornos dos grãos austeníticos. Esta fase apresenta-se, predominantemente, com morfologia esférica e/ou menos alongada, que são destacadas na figura 43, do que a presente na zona fundida do material soldado sem o tratamento térmico.

O tratamento térmico de solubilização é considerado de grande importância por promover a diminuição da fração volumétrica da ferrita δ . No trabalho de Kina *et al.*, (2008) com o aço inoxidável austenítico 347, uma grande quantidade desta fase está associada à formação de fase sigma, que não é desejável por favorecer a degradação das propriedades mecânicas e de resistência à corrosão do aço. No entanto, em porcentagens baixas, a ferrita delta confere ao material boas características como discutido por Tavares *et al.*, (2008) em seu trabalho sobre aços inoxidáveis austeníticos soldados.

No trabalho de Sasikala *et al.* (1999), com um aço 316 soldado, verificou-se que a ferrita delta influencia o comportamento de deformação do material, pois esta fase apresenta-se como um caminho mais fácil para difusão em comparação com a austenita.

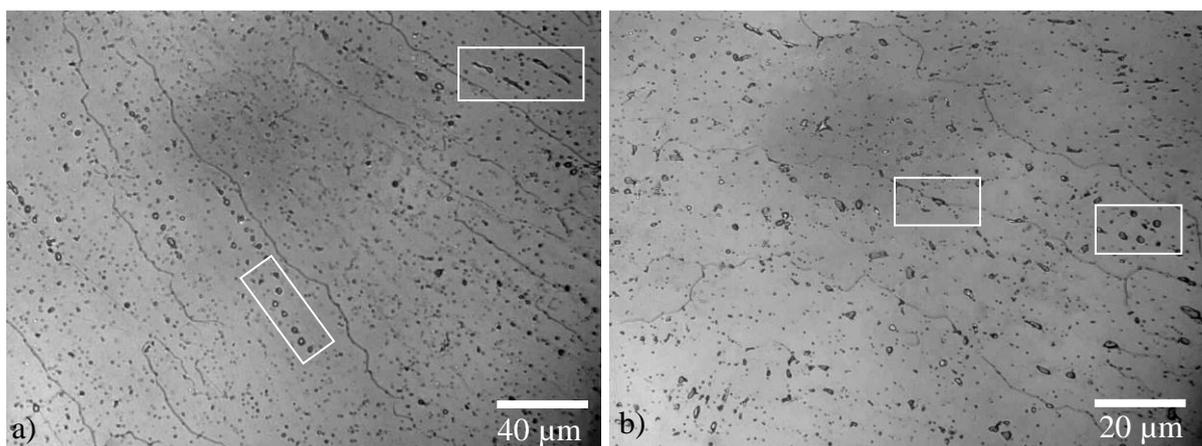


Figura 43: Zona fundida, aço soldado com tratamento térmico de solubilização. Ataque eletrolítico com ácido oxálico. a) 200x, b) 500x.

4.1.1.4 Material com Tratamento Térmico de Estabilização

A microestrutura das zonas do aço inoxidável 347 soldado, solubilizado e com o tratamento de estabilização a 900°C por 45min é mostrada nas micrografias da

figura 44, onde em cada uma das zonas verifica-se que não ocorreu variação na microestrutura se comparadas com as do material solubilizado. Destaca-se, nesta microestrutura, a presença das pequenas partículas de carbeto nas três zonas e a evidência dos contornos de grão da austenita na zona fundida.

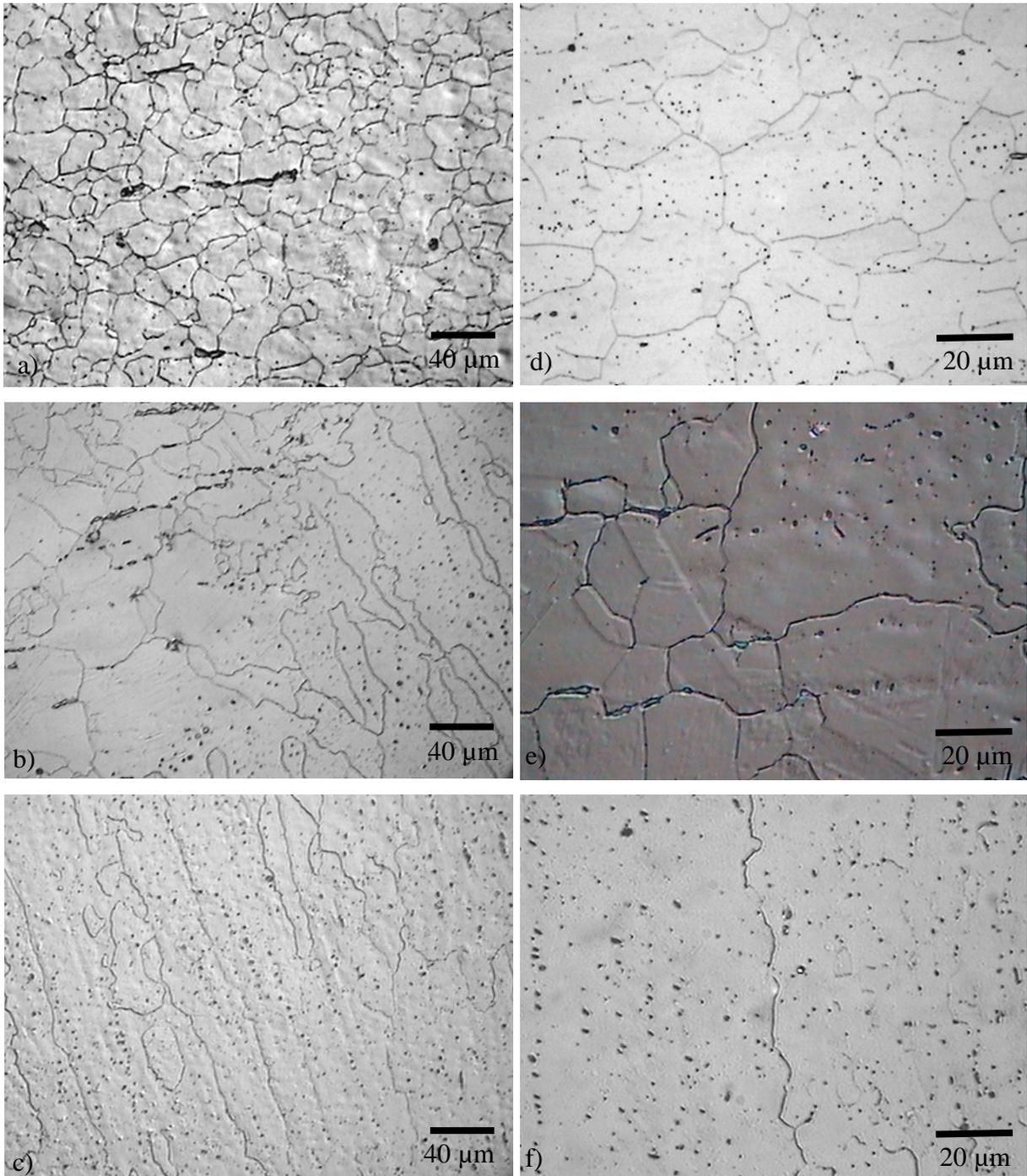


Figura 44: Microestrutura do aço 304 estabilizado. Ataque eletrolítico com ácido oxálico). MB: a) 200x, d) 500x; ZTA: b) 200x, e) 500x; ZF: c) 200x, f) 500x.

Em seu trabalho sobre o aço 347 soldado, Kina *et al.*, (2008) relacionam o efeito dos tratamentos térmicos na resistência à corrosão intergranular, quando estes aços são utilizados em serviços a altas temperaturas. Neste é mostrado que o tratamento de estabilização permite que parte da ferrita delta se dissolva, favorecendo a redistribuição do nióbio na fase austenita, evitando a formação de carbeto de cromo e conseqüentemente o fenômeno da sensitização.

Segundo Moura *et al.*(2008), o tratamento térmico de estabilização deve ser realizado a partir de 900°C. Com este tratamento, o aço inoxidável pode ser melhor utilizado em aplicações de alta temperatura. Isto ocorre porque as finas partículas de TiC, NbC distribuídas previnem a corrosão intergranular, sensitização e melhoram o comportamento em fluência.

4.1.1.5 Contagem da ferrita delta na ZF

Em diferentes pesquisas, é discutida a influência da quantidade de ferrita delta na microestrutura dos aços, estando relacionadas com a resistência à corrosão e com as propriedades mecânicas. Como mencionado anteriormente, uma alta fração volumétrica dessa fase pode ser considerada prejudicial por ser facilitadora à precipitação de fases indesejáveis como a fase sigma (Kim *et al.*, 2003).

No entanto, pequenas quantidades, em geral em torno de 5%, costumam ser intencionalmente retidas na microestrutura para evitar a ocorrência de trincas na solidificação em operações de soldagem, como encontrado no trabalho de Gill *et al.* (1995), com o aço austenítico 316.

É previsto que a ferrita delta se precipite tanto nos contornos de grão quanto intragranularmente. Os seus aspectos benéficos são no sentido de reduzir a susceptibilidade a trincas à quente, durante a solidificação da poça de fusão nos processos de soldagem, e de maximizar a resistência à corrosão em ambientes agressivos. A presença de pequenas quantidades de ferrita δ nestes aços também contribui para o aumento da resistência à formação de trincas no processo de corrosão sob tensão e na corrosão intergranular. Estas favorecem a precipitação de carbeto no seu interior, ao invés de se precipitarem nos contornos de grão austenítico, o que reduz a susceptibilidade à sensitização (David *et al.*, 1996)

Num trabalho, Tavares *et al.*, (2008) através de metalografia quantitativa observou que o teor de ferrita delta em aços soldados diminuiu com o tratamento de

solubilização. Esta diminuição também foi verificada no trabalho de Pessanha (2011), que realizou a contagem, através do método da contagem de pontos, da quantidade de ferrita delta nas três zonas do material soldado, e tratado termicamente.

Neste trabalho, com o objetivo de verificar a influência dos aumentos utilizados na obtenção de micrografias, na fração volumétrica da fase ferrita delta, fez-se a contagem desta também pelo método da contagem de pontos. Foram utilizadas micrografias da zona fundida do aço soldado obtidas por microscopia eletrônica de varredura. A escolha dessa região se justificou por ser a que apresenta maiores modificações quando são empregados além de processos de soldagem, tratamentos térmicos.

Na tabela 6, são apresentados os dados encontrados na contagem de pontos, que foi realizada com micrografias em dois aumentos: 200x e 400x nas regiões da zona fundida que foram indicadas na figura 34: 1-ZF, C-ZF e 3-ZF.

Tabela 6: Contagem da ferrita delta na zona fundida.

Localização	Micrografia	Aumentos	Quantidade de Ferrita δ (n_p)	Micrografia	Aumentos	Quantidade de Ferrita δ (n_p)
1-ZF	1	200x	29	10	400x	18
	2	200x	19	11	400x	14
	3	200x	25	12	400x	14
C-ZF	4	200x	25	13	400x	11
	5	200x	22	14	400x	13
	6	200x	27	15	400x	9
3-ZF	7	200x	21	16	400x	13
	8	200x	22	17	400x	12
	9	200x	17	18	400x	15

Foram analisadas um total de 18 micrografias; em cada uma delas foi sobreposta uma malha com 100 pontos. Obteve-se um total de 900 pontos no aumento de 200x, dos quais foram 207 que interceptaram a ferrita δ , o que

corresponde a um teor médio de aproximadamente 23% de ferrita delta na zona fundida. No aumento de 400x também obteve-se 900 pontos no total sendo que 119 interceptaram a ferrita δ o que corresponde a um teor de aproximadamente 13% de ferrita delta na zona fundida.

Os resultados encontrados nos diferentes aumentos mostram a influência do aumento, utilizado na obtenção de micrografias, no valor encontrado para a fração volumétrica das fases. No mesmo aumento, 200x, os valores encontrados neste trabalho e no de Pessanha (2011) são aproximados. Porém, em maiores aumentos, a quantidade de ferrita delta em comparação com os aumentos menores é bem divergente.

Considera-se, portanto, pertinente, para uma melhor caracterização, a utilização da associação de diferentes métodos. Exemplos destes métodos são encontrados no trabalho de Glowina *et al.* (2001), no qual foi verificado a utilização de diferentes métodos de identificação da quantidade de ferrita delta. São exemplos, os que se baseiam na composição química da liga, instrumentos de medida como ferritoscópio, e softwares.

Pessanha (2011), em sua pesquisa com este mesmo aço, encontrou, através da análise quantitativa das frações volumétricas das fases (utilizando o método da contagem de pontos), aproximadamente 5,8% de ferrita delta presentes na zona fundida após o tratamento de solubilização. Essa porcentagem é bem abaixo da encontrada para esta zona na condição do aço apenas soldado onde foi encontrada uma porcentagem de 26% de ferrita delta na zona fundida.

4.1.2 Aço Inoxidável Superduplex

4.1.2.1 Material como recebido

A microestrutura observada nas amostras do aço inoxidável superduplex, na condição como recebido, consiste de grãos da fase austenita imersos numa matriz ferrítica, com interfaces ferrita/austenita e contornos de grão bem definidos e em proporções aproximadamente iguais.

A morfologia alinhada destas fases é devido ao processo de laminação durante a fabricação. Esta microestrutura pode ser vista na figura 45. Microestruturas similares para este tipo de aço são encontradas em diversos outros trabalhos como o de Liou *et al.* (2002).

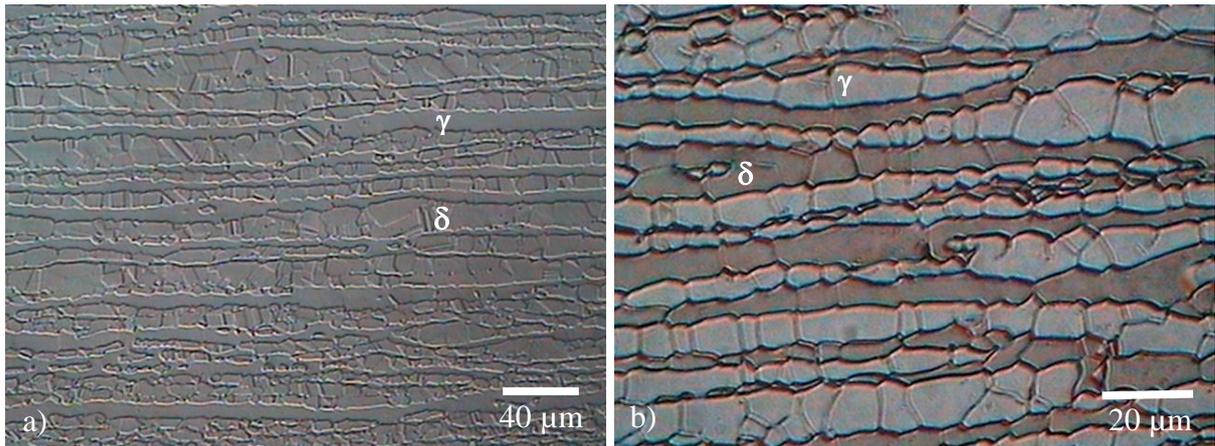


Figura 45: Microestrutura do aço inoxidável superduplex como recebido. Ataque com ácido oxálico, a) 200x b) 500x.

4.1.2.2 Material Soldado

4.1.2.2.1 Metal Base

A microestrutura nesta zona do material, após a soldagem, é semelhante ao material como recebido e se diferencia da zona fundida e da zona termicamente afetada.

A figura 46 apresenta uma microestrutura da zona do metal base: a matriz ferrítica e a austenita como fase dispersa. Nestas camadas alternadas das fases, não foi observada a presença de fases intermetálicas e precipitados diferentes, indicando que os ciclos térmicos da soldagem não afetaram esta zona.

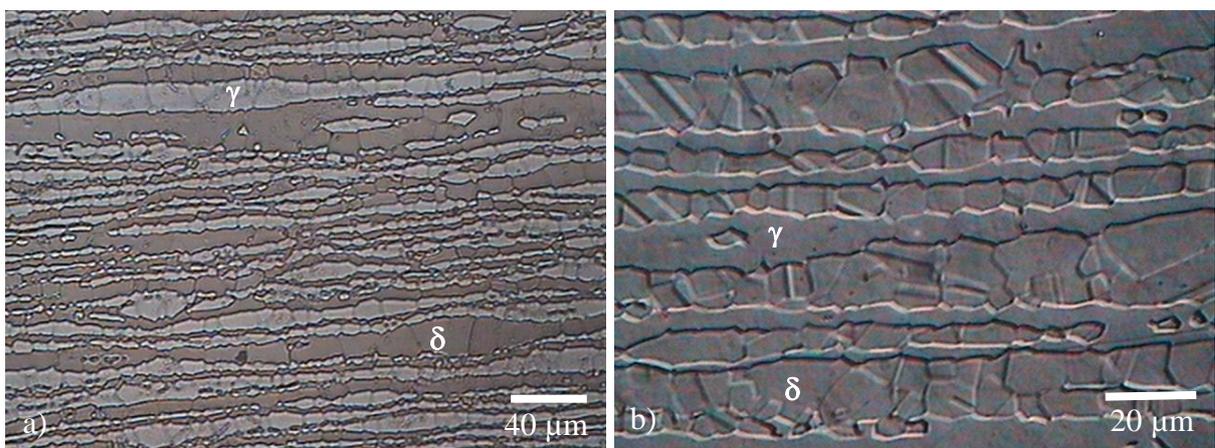


Figura 46: Microestrutura do aço inoxidável superduplex: zona do metal base. Ataque com ácido oxálico: a) 200x b) 500x.

Como discutido por Atamert e King (1992), em seu trabalho sobre a microestrutura formada em aços inoxidáveis superduplex, a fração volumétrica da fase ferrita e austenita no MB permanece praticamente inalterada. Esta zona não é influenciada pelos ciclos térmicos na soldagem. Nas faixas de temperaturas envolvida no MB está previsto o campo bifásico, conforme o diagrama de fases mostrado na figura 3.

4.1.2.2.2 Zona Termicamente Afetada

Em geral, ocorre na ZTA dos aços inoxidáveis superduplex a formação de uma microestrutura com a fase matriz ferrítica mais grosseira, a precipitação da austenita e o surgimento de fases intermetálicas como nitretos e carbeto. A microestrutura da ZTA do aço superduplex em estudo é mostrada na figura 47.

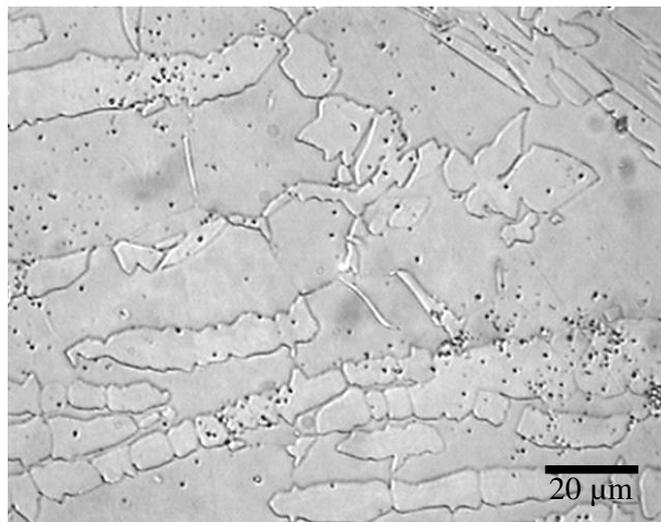


Figura 47: Microestrutura da ZTA do aço inoxidável superduplex. Ataque com ácido oxálico, 500x.

A microestrutura formada na ZTA é influenciada pelo processo de solidificação da zona fundida, sendo intensamente afetada pelo ciclo térmico da soldagem. As variações na temperatura a qual esta zona é submetida podem gerar diversas mudanças na sua microestrutura.

No trabalho de Dobranszky *et al.* (2004) sobre o comportamento de aços inoxidáveis superduplex 2507, utilizando espectrometria de energia dispersiva, é mostrado que as transformações, durante os tratamentos térmicos isotérmicos ou

soldagem, estão principalmente relacionadas com a ferrita delta. Nesta as taxas de difusão são cerca de cem vezes mais rápidas do que na austenita. Além disso, a ferrita por ter um teor maior de cromo e molibdênio, torna-se facilitadora da formação de fases intermetálicas.

Neste trabalho, encontrou-se, semelhante a Vasconcelos (2008), a austenita precipitada na ZTA com diferentes morfologias, mostradas na micrografia da figura 48, onde a região delimitada pelo i: corresponde à austenita de Widmanstätten; ii: austenita alotrimórfica de contorno de grão; iii: austenita intragranular; iv: segregações de carbeto e nitreto. No trabalho de Nilsson (1992) sobre as características gerais dos aços inoxidáveis superduplex, é mostrado que a precipitação de nitreto é intensa em processos com baixa energia de soldagem.

No trabalho de Tavares et al. (2007) sobre a microestrutura do aço 2507 soldado, é mostrado que o excesso da fase ferrita e de precipitados de nitreto de cromo, durante um teste de corrosão cíclico, fez com que este fosse mais intensivamente corroído quando comparado com aços sem/ou com menor precipitação destes.

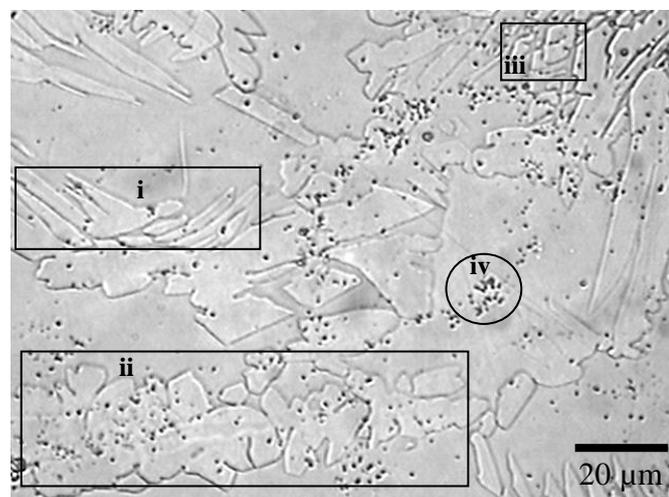


Figura 48: Morfologia da austenita precipitada na ZTA do aço inoxidável superduplex. Ataque solução de ácido oxálico, 500x.

Segundo Menezes *et al.*, (2005) na ZTA mais próxima da zona fundida, ocorre a dissolução total da austenita primária, original do metal base, devido ao aquecimento. No resfriamento é formada a austenita com nova morfologia a partir da que sofreu dissolução. Metalurgicamente, o que acontece é que o calor proveniente da soldagem leva a ZTA-AT a uma microestrutura totalmente ferrítica e, logo em

seguida, inicia-se o resfriamento que pode ser longo ou rápido. Durante esse resfriamento, vão ocorrer diferentes processos metalúrgicos como a precipitação da fase austenítica, que será mais intensa para tempos de resfriamentos mais longos e menos intensa para tempos mais curtos.

4.1.2.2.3 Zona Fundida

Na zona fundida desses aços, encontra-se a presença da austenita, principalmente com as morfologias indicadas na figura 49: austenita alotrimórfica de contorno de grão (i), austenita intragranular (ii) e austenita de Widmanstätten (iii).

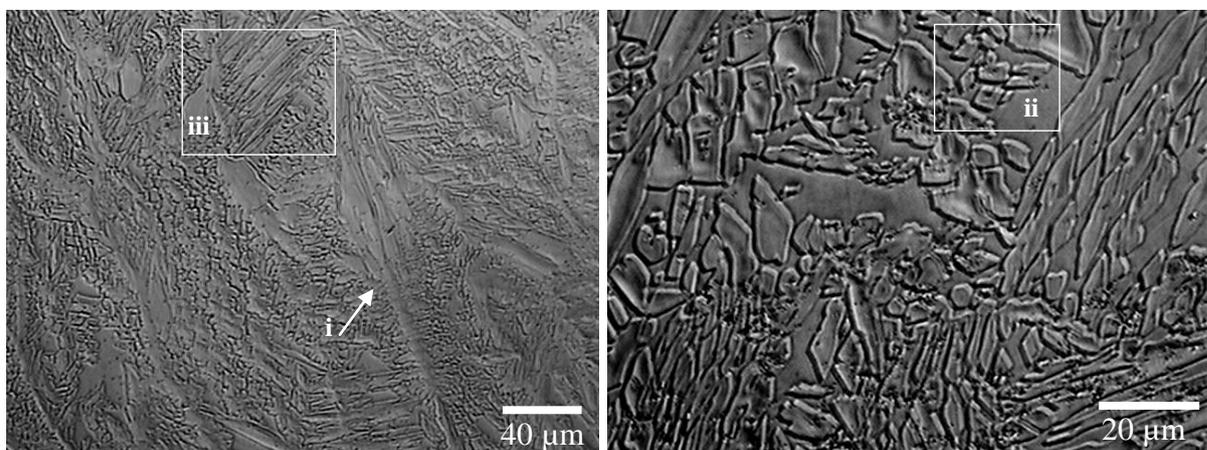


Figura 49: Morfologia da austenita precipitada na ZF do aço inoxidável superduplex. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico, a) 200x, b) 500x.

No trabalho de Glowina *et al.* (2001) com o aço inoxidável superduplex, o estudo da fração volumétrica da ferrita delta é apresentado com micrografias da microestrutura da região da zona fundida semelhante à encontrada neste trabalho, onde a austenita está precipitada com diferentes morfologias e segregações no interior desta região. É realizada também a discussão acerca da solidificação destes aços, que pode ocorrer dependendo fortemente do teor de nitrogênio, como uma microestrutura predominantemente acicular ou globular. Neste material, o predomínio da microestrutura é acicular, sendo a fase austenita encontrada com diferentes morfologias.

Muthupandi *et al.*, (2003) pesquisando sobre o efeito dos metais de adição e a entrada de calor na microestrutura e propriedades dos aços inoxidáveis duplex, encontrou, na zona fundida, uma microestrutura com a austenita precipitada também

com diferentes morfologias, sendo as principais encontradas a austenita de contorno de grão, de Widmanstätten e intragranular.

Esta zona é fortemente influenciada pela energia de soldagem e, segundo Menezes *et al.* (2005), apenas alguns ajustes na energia de soldagem são suficientes para promover uma zona fundida mais rica ou não em ferrita. A medida que se aumenta a energia de soldagem, diminui-se a velocidade de resfriamento, sendo justamente esse retardo no resfriamento o responsável pela nucleação e crescimento da austenita.

Essas diferenças na microestrutura resultante na zona fundida podem ser observadas na apresentada pelo material em estudo devido a diferentes condições do processo de soldagem e tratamentos térmicos posteriores.

4.1.2.3 Material com Tratamento Térmico de Solubilização a 900°C por 1h

4.1.2.3.1 Metal Base

Quando o aço inoxidável superduplex é tratado termicamente a 900°C durante 1h, é possível a precipitação de diferentes fases, associadas à composição química e física deste material. A microestrutura do metal base nesta condição, portanto, se diferencia do metal base do material na condição como soldado, como pode ser observado nas micrografias da figura 50.

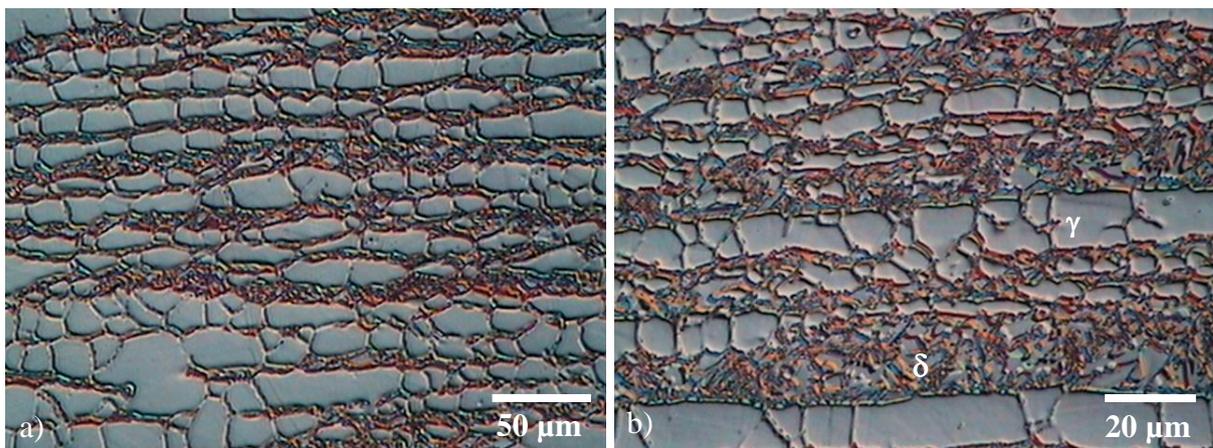


Figura 50: Microestrutura do metal base do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 900°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico, a) 200x, b) 500x.

A ferrita apresentada com um contraste escuro (figura 50) sofreu uma dissolução, e no seu interior, ocorreu a formação de uma alta concentração de precipitados. A formação destes precipitados na ferrita, nesta temperatura, é prevista no diagrama de fases, mostrado na figura 3.

Segundo Dobranszky *et al.* (2004), os processos de precipitação que ocorrem nos aços inoxidáveis duplex podem ser classificados em intervalos de temperatura claramente distintos, sendo o maior intervalo entre 550 e 1000°C. A esta temperatura, a qual o material foi submetido no tratamento térmico (900°C) a fase sigma pode se formar muito rapidamente, assim como é possível também a formação de fase chi.

4.1.2.3.2 Zona Termicamente Afetada

A microestrutura da zona termicamente afetada é mostrada na figura 51. Nesta é possível observar a precipitação da fase austenita com diferentes morfologias e orientações. A principal diferença em comparação com a do material soldado (figura 48) é a dissolução da ferrita formando outras fases como nitretos, carbeto, sigma.

A morfologia da austenita presente nessa região consiste basicamente de austenita alotrimórfica de contorno de grão, identificada na figura 51, com a seta, enquanto a região indicada pela letra i apresenta a austenita intragranular e a ii a austenita de Widmanstätten.

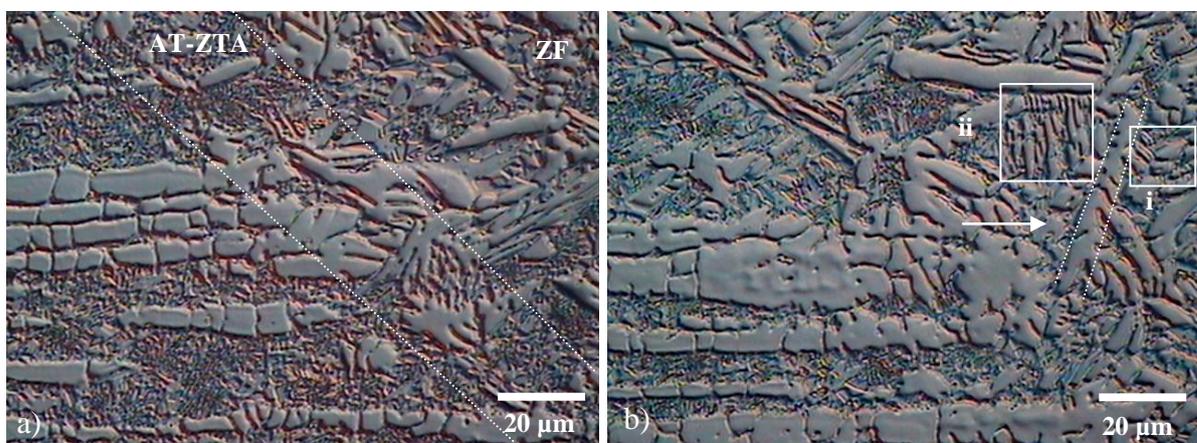


Figura 51: Microestrutura da zona termicamente afetada do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 900°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. MO: a) e b) 400x.

4.1.2.3.3 Zona Fundida

A zona fundida do aço tratado a 900°C apresenta uma alta fração volumétrica da fase austenita. Esta apresenta-se com morfologias de contorno de grão (i), Widmanstätten (ii) e intragranular (iii), como pode ser observado nos destaques na figura 52. Observando a microestrutura com um maior aumento (52:b,d), pode-se destacar que nos grãos austeníticos observa-se precipitação de partículas pequenas, provavelmente carbeto. Estes precipitados não foram observados na austenita do metal base e da zona termicamente afetada.

Essa microestrutura encontrada na zona fundida do aço, submetido a tratamento térmico à temperatura de 900°C, apresenta um crescimento maior da austenita. Esse crescimento é semelhante ao encontrado no trabalho de Ghosh e Mondal (2008), no qual atribuem esta microestrutura mais grosseira ao crescimento da austenita devido à maior difusão de elementos dentro da matriz de ferrita δ .

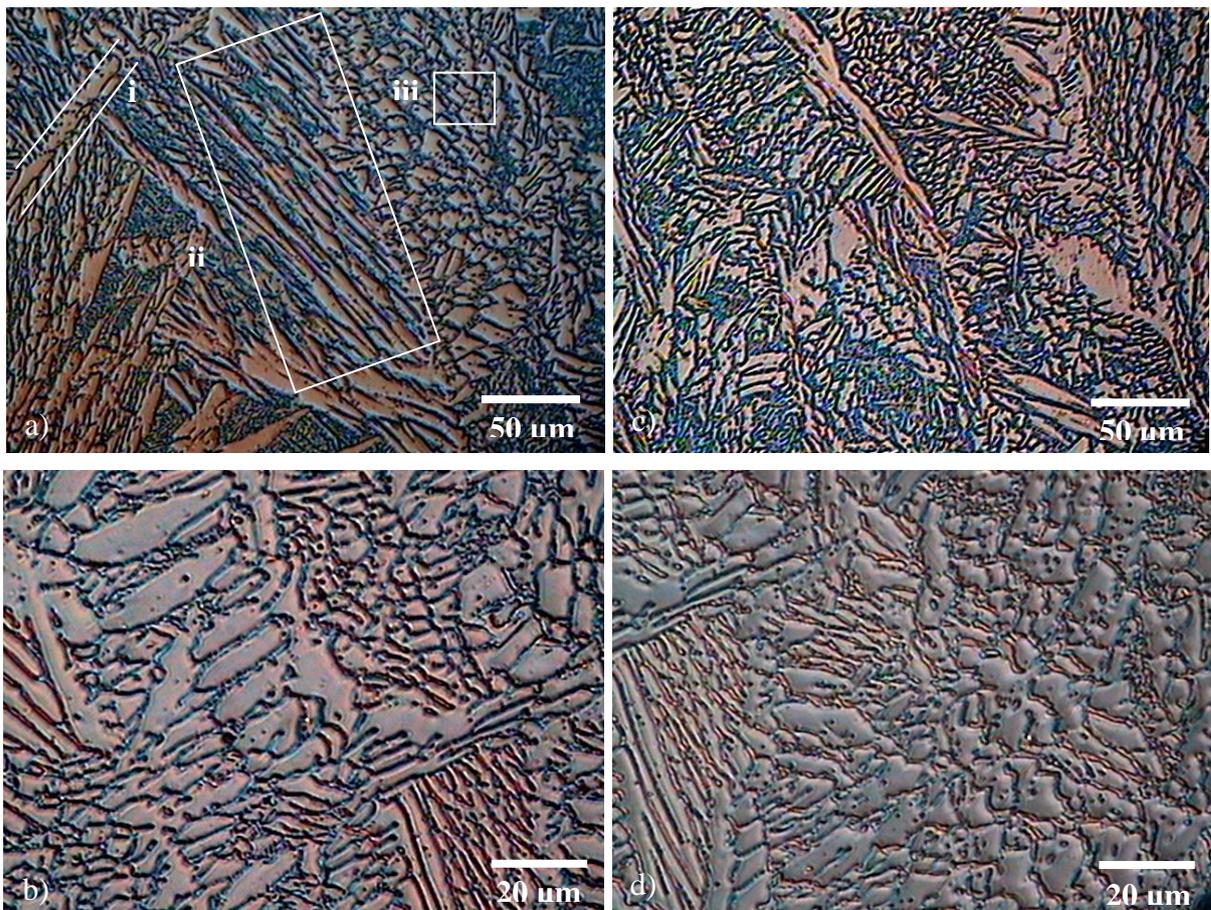


Figura 52: Microestrutura da zona fundida do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 900°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico, a) e c) 200x; b) e d) 500x.

4.1.2.4 Material com Tratamento Térmico de Solubilização a 1100°C por 18 min

4.1.2.4.1 Metal Base

A microestrutura do metal base do aço, com tratamento térmico a 1100°C, (figura 53) apresenta os grãos das duas fases bem delimitados, distribuídos principalmente com formato alongado, grãos austeníticos no interior dos grãos ferríticos. Observa-se que os grãos das duas fases estão praticamente livres da presença de precipitados em seu interior.

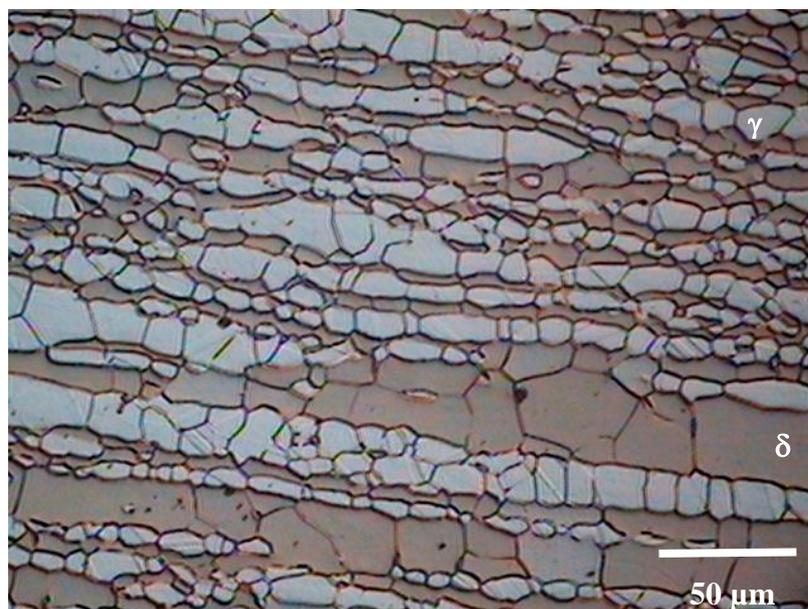


Figura 53: Microestrutura do metal base do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 1100°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. 200x.

O tratamento de solubilização, em geral, está relacionado principalmente com a fase ferrita, porém, no caso dos aços inoxidáveis duplex, onde a fase dispersa é a austenita, espera-se que esta sofra modificações desejáveis como refinamento do tamanho dos grãos. Espera-se, também, que ocorra a dissolução de fases indesejáveis. Em seu estudo sobre o comportamento dos aços inoxidáveis duplex submetidos a diferentes tratamentos térmicos, Ghosh e Mondal (2008) verificaram que, ao submeter estes aços a temperaturas acima de 1000°C, a fase sigma é completamente dissolvida.

A microestrutura do metal base observada em um aumento maior é mostrada na figura 54. Nesta, as setas indicam os grãos das fases que apresentam-se de forma menos espaçada.

Quando comparada a microestrutura do metal base deste aço tratado a 1100°C com a microestrutura do metal base do aço tratado a 900°C (onde a ferrita delta sofreu dissolução), verifica-se que esta temperatura não dissolveu a ferrita, mas garantiu a dissolução de outras fases como a fase sigma e carbeto, estando de acordo com o previsto no diagrama de fases para esta temperatura.



Figura 54: Microestrutura do metal base do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 1100°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. 500x.

4.1.2.4.2 Zona Termicamente Afetada

A zona termicamente afetada, por ser uma região em que as temperaturas não são tão elevadas quanto a da zona fundida, mas também não chegam a ser como as quais o metal base é exposto, vai apresentar uma microestrutura com algumas características diferenciadas.

Ao realizar-se uma comparação da microestrutura da ZTA do aço soldado com a do aço tratado a 900°C, encontra-se que o aço soldado apresenta uma intensa precipitação de fases bem pequenas, provavelmente carbeto, nos grãos austeníticos e ferríticos enquanto que o aço tratado a 900°C apresenta os grãos austeníticos praticamente livres desses precipitados.

Na ZTA do aço tratado a 1100°C, os grãos austeníticos também encontram-se praticamente livres desses precipitados, que provavelmente estão na fase ferrita.

Na figura 55 pode-se observar a microestrutura da ZTA do aço tratado a 1100°C. Nesta qualitativamente a fase austenita apresenta-se com grãos menores em comparação com a ZTA dos aços citados anteriormente.

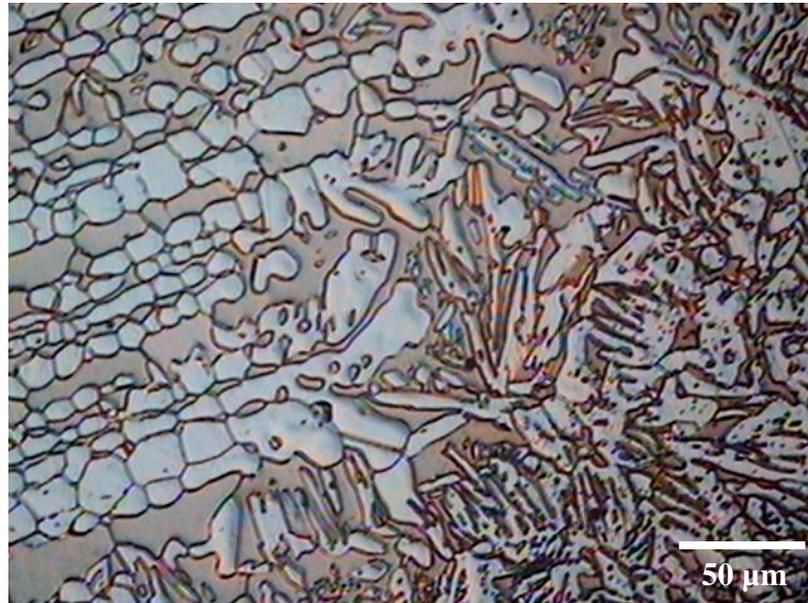


Figura 55: Microestrutura da zona termicamente afetada do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 1100°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. 200x.

Na micrografia da figura 55, também é possível observar que a microestrutura encontrada, com este tratamento térmico, qualitativamente apresenta a fração volumétrica das fases austenita e ferrita mais próximas.

A alta temperatura envolvida mais o resfriamento rápido em água favorecem a precipitação da austenita intragranular. Nestes grãos é encontrada uma maior quantidade de carbeto do que na fase ferrita, como pode ser observado em maiores aumentos (figura 56). Deve ser observado também que os grãos das duas fases, ferrita e austenita, não apresentam-se de forma alinhada, isto é, não apresentam-se orientados, estando precipitados dentro de grãos da fase ferrita além das lamelas de austenita.

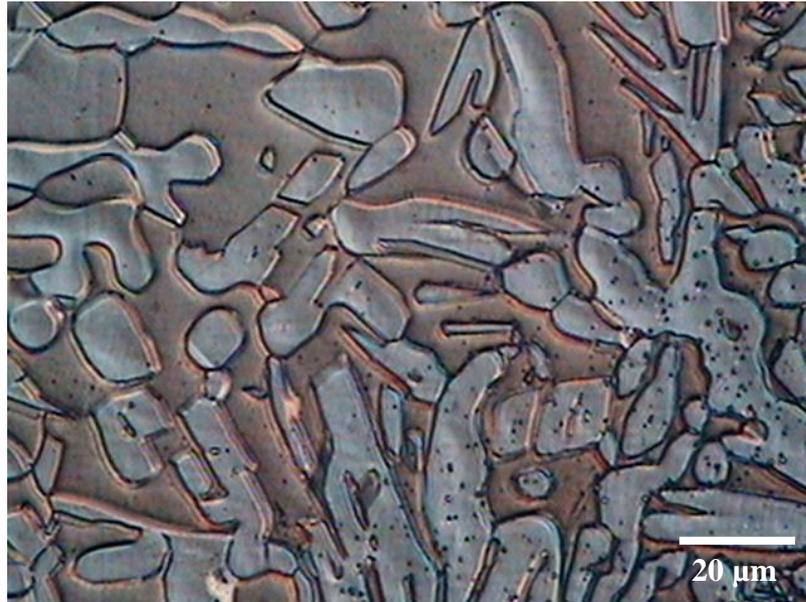


Figura 56: Precipitados nos grãos das fases na zona termicamente afetada do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 1100°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. 500x.

4.1.2.4.3 Zona Fundida

A zona fundida do aço com este tratamento, em comparação com a dos aços citados anteriormente, apresenta uma microestrutura com os grãos menores da fase austenita, que qualitativamente se aproxima da fração volumétrica da fase ferrita. Na figura 57, podem-se observar as diferentes morfologias da austenita que se precipita na zona fundida, principalmente a austenita intragranular e a de Widmanstätten.

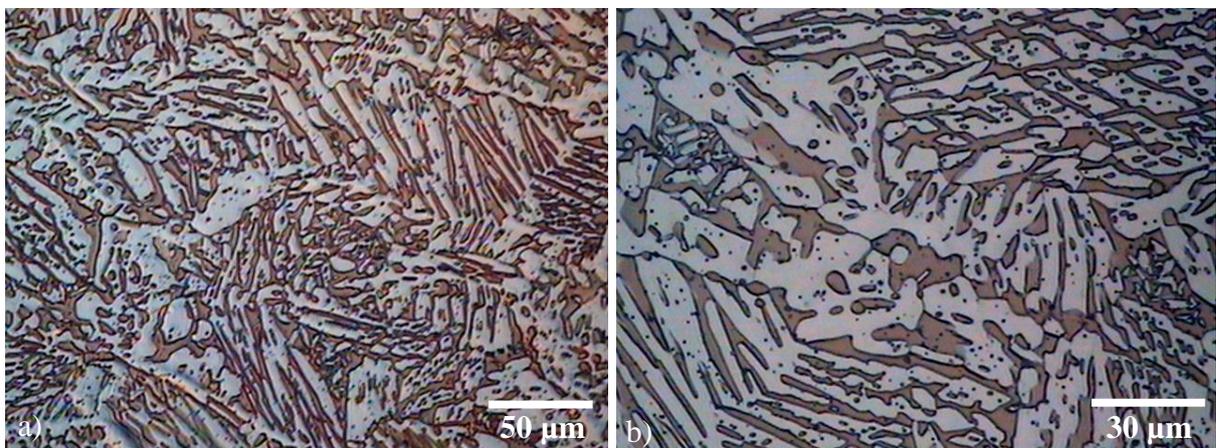


Figura 57: Microestrutura da zona fundida do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 1100°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico, a) 200x, b) 400x.

Em maiores aumentos (figura 57:b), é possível observar a diferenciação entre esta microestrutura da zona fundida do aço com esse tratamento e a dos aços citados anteriormente. Nestes, evidencia-se principalmente, no que se refere ao balanceamento das fases, que é semelhante a microestrutura encontrada na zona do metal base. A distribuição das fases ocorre sem orientação, devido o material não ter sido submetido a uma conformação.

4.1.2.5 Material com Tratamento Térmico de Solubilização a 1150°C por 30 min

A microestrutura das 3 zonas do material solubilizado a 1150°C por 30 minutos é mostrada na figura 58. Esta não difere muito da microestrutura das zonas do material tratado a 1100°C.

A zona do metal base apresenta uma microestrutura (figura 58:a) que consiste basicamente de lamelas das duas fases em proporções aproximadas. Nos grãos das fases, praticamente, não são observados precipitados.

Na zona termicamente afetada do aço nessa condição (figura 58:b,c), a microestrutura consiste das fases ferrita e austenita que apresentam-se com espessuras aproximadas. As morfologias da austenita precipitada nessa região são basicamente a austenita de Widmanstätten e austenita intragranular. Estas mesmas morfologias são encontradas na microestrutura da zona fundida (figura 58:d,e,f). A presença de fases intermetálicas não são previstas, na microestrutura do material com este tratamento térmico, em virtude da temperatura empregada que, segundo a literatura, está acima da temperatura que permite a solubilização destas fases.

Embora na zona fundida ainda tenha austenita de Widmanstätten esta se encontra mais dispersa. De forma geral houve uma diminuição no tamanho das fases presentes nesta zona, sendo a austenita intragranular a fase predominante. Destaca-se, ainda, que a microestrutura do material com este tratamento, quando comparada com a do anterior (1100°C), qualitativamente apresenta uma fração de ferrita mais próxima da fração de austenita.

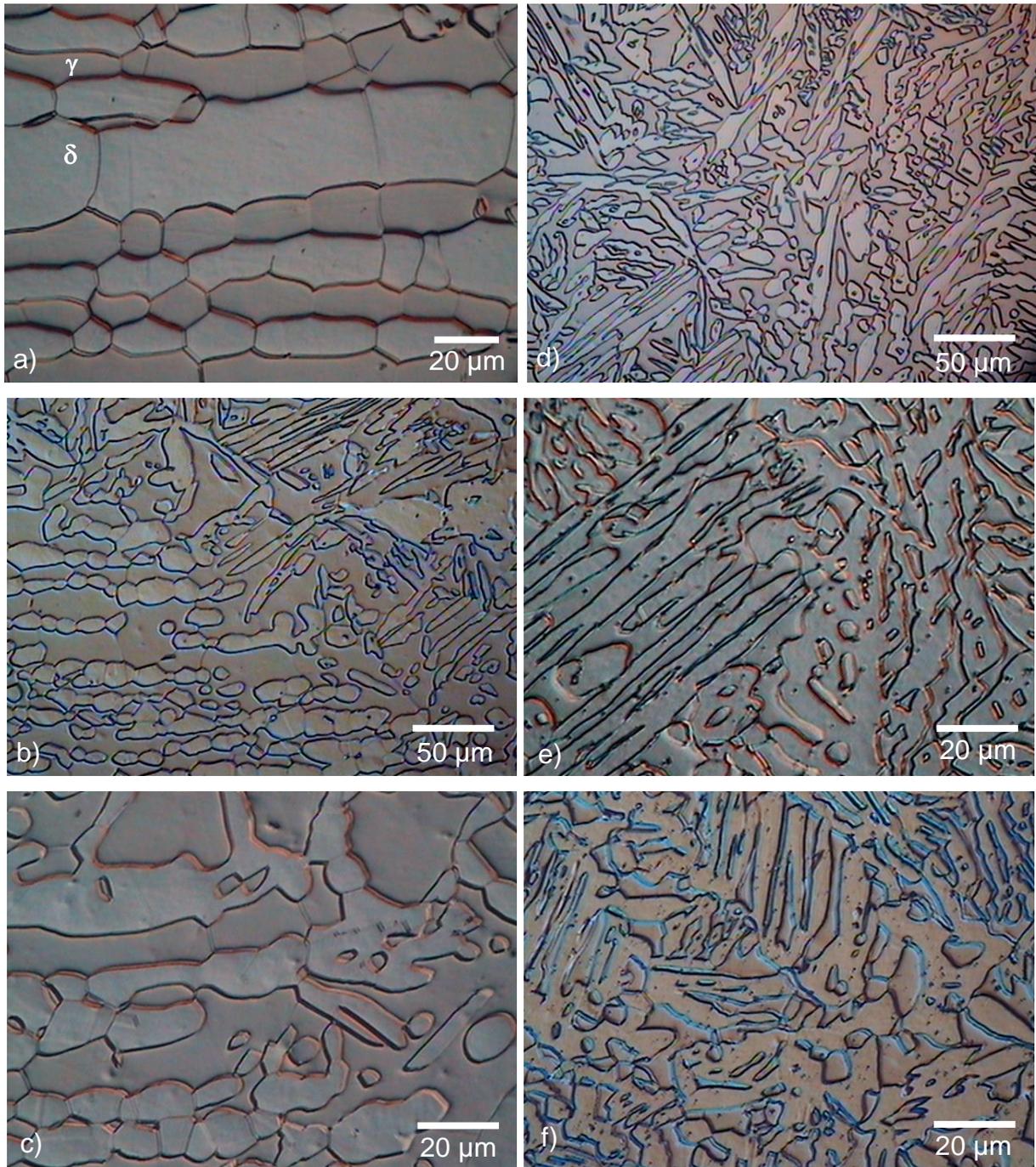


Figura 58: Microestrutura das zonas do aço inoxidável 2507 com tratamento térmico a 1150°C. Ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. a) MB, 400x, b) ZTA, 200x, c) ZTA, 500x, d) ZF, 200x, e) ZF, 500x, f) ZF, 500x.

4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

4.2.1 Aço Inoxidável Austenítico AISI 347

4.2.1.1 Material como Recebido

A microestrutura do material como recebido, observada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com a técnica de elétrons secundários, é semelhante à observada por microscopia ótica apresentada na figura 34, por exemplo.

4.2.1.2 Material Soldado

4.2.1.2.1 Metal Base

A micrografia da microestrutura do metal base, obtida por MEV na região mostrada na figura 32, é igual a do material na condição como recebido, como pode ser observado na figura 59 se comparada com a figura 34.

É possível observar que, mesmo após o processo de soldagem, os grãos presentes nessa região possuem o tamanho e a distribuição semelhante aos encontrados no material como recebido.

Os carbeto são distribuídos com um aspecto brilhante, e a ferrita delta precipitada apresenta-se alinhada nessa zona preferencialmente nos contornos de grão, em virtude do processo de laminação, e não sofreu alteração devido às temperaturas serem inferiores à prevista no diagrama de fases para transformações.

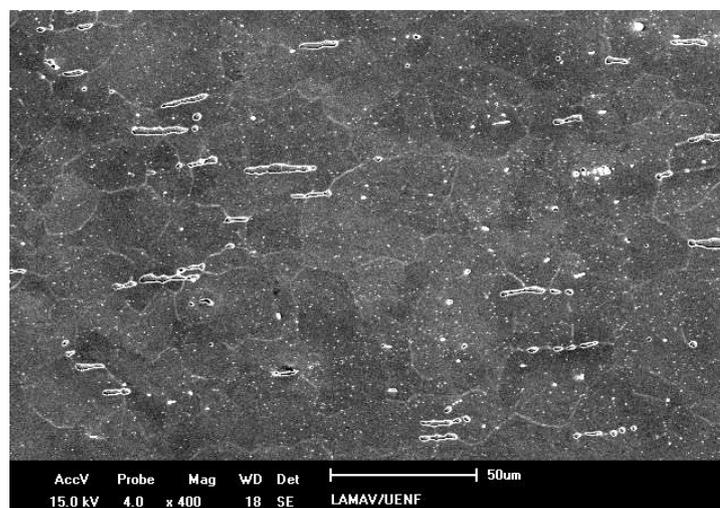


Figura 59: Microestrutura da zona do metal base do aço 347 soldado.

4.2.1.2.2 Zona Termicamente Afetada

A microestrutura da ZTA, devido aos ciclos térmicos vai se apresentar com algumas diferenças da encontrada no metal base. A ZTA de alta temperatura (ZTA-AT) é a que sofre maior influência desses ciclos e, por isso, a discussão neste trabalho priorizou esta região e não a ZTA de baixa temperatura (região mais afastada da zona fundida).

Embora exista uma variação na distribuição do tamanho de grão na microestrutura do material, em geral na ZTA (figura 60), estes serão maiores se comparados com os da figura 59. O crescimento desproporcional de alguns grãos sugere um mecanismo de crescimento de grão denominado de anormal com recristalização secundária (Hu, 2000).

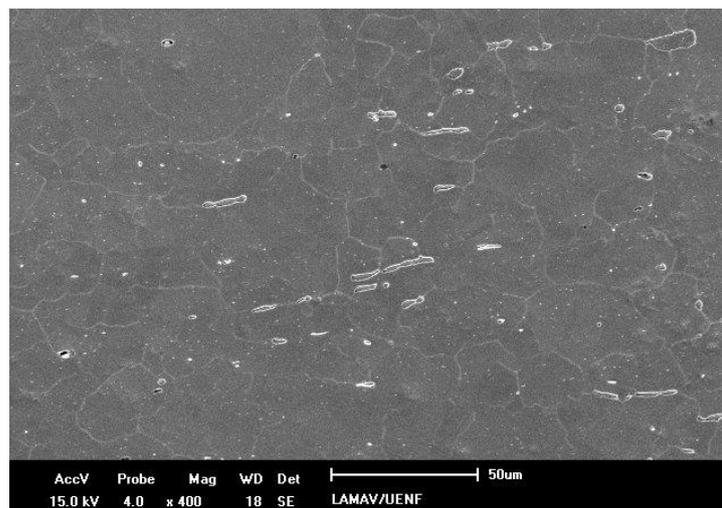


Figura 60: Microestrutura da ZTA-AT observada por MEV.

Na ZTA mais próxima a ZF é encontrada maior precipitação da ferrita delta e uma diminuição desta na ZTA, mais próxima do MB, como pode ser observada nos destaques presentes na figura 61. Nesta micrografia também é possível observar que na ZTA-AT, a tendência da precipitação da ferrita delta é nos contornos de grão.

A análise pontual de precipitados por EDS nessa zona mostrou a predominância da intensidade dos elementos Fe e Cr, como resultado da composição química do aço.

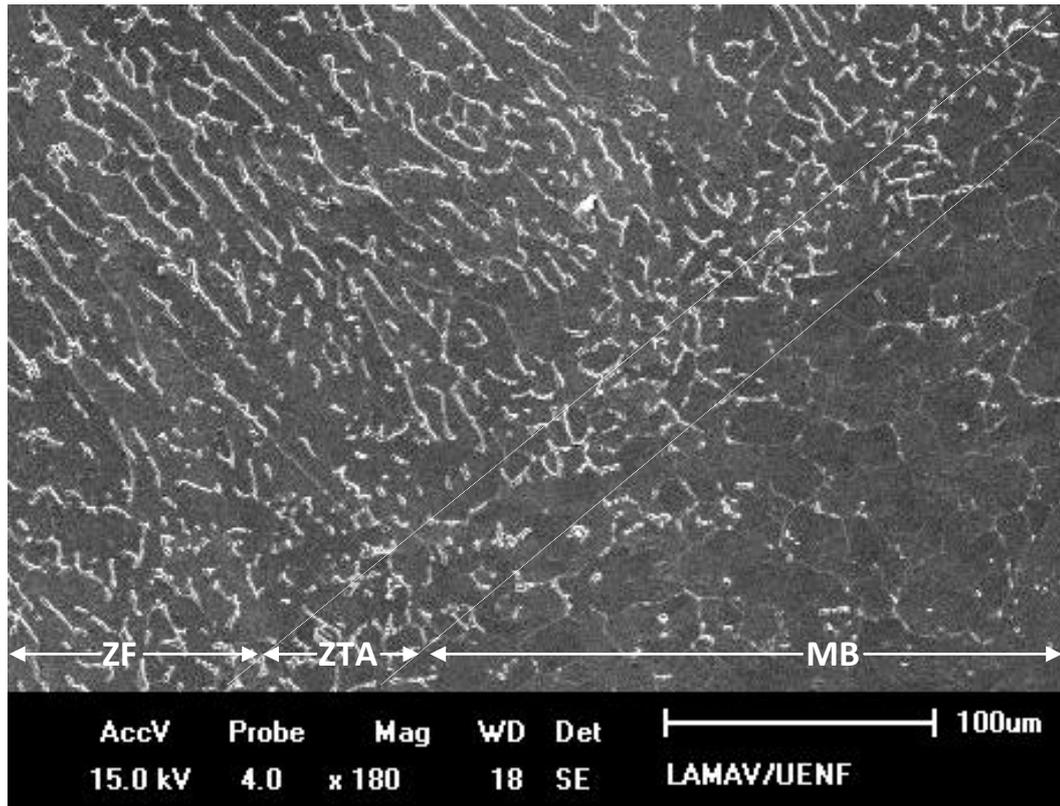


Figura 61: Microestrutura da ZTA do aço 347 soldado com interface: MB-ZF. MEV.

Na figura 62, são identificados na microestrutura, através de números, os precipitados analisados por EDS. Estes apresentam diferentes morfologias, no entanto, possuem um aspecto visual muito parecido quanto ao contraste. Nesta técnica de observação, estão distribuídos na microestrutura tanto nos contornos de grão quanto no seu interior.

O fato do material ter no processo de fabricação o Nb, partículas como carbeto de Nb estão presentes de forma intensa na microestrutura. Estes são identificados na figura 62 com a cor esbranquiçada e indicados por setas. Apresentam diferentes morfologias e um tamanho, em geral, menor do que o da ferrita delta e maior do que os carbeto de Cr. O ponto 1 é um carbeto de Nb, onde observa-se que o pico é intenso para o elemento Nb.

A fase ferrita delta está indicada pelo ponto 2, precipitada no contorno do grão austenítico. Os pontos 3 e 4 apresentam morfologias distintas, como pode ser observado, provavelmente por causa do plano em que foram cortados. Os picos da intensidade dos elementos que constituem estes precipitados são muito parecidos, sugerindo que seja o mesmo tipo de precipitado: ferrita delta. A presença dos picos

de Nb para esta fase pode ser justificada pela preferência deste elemento em se precipitar nesta fase.

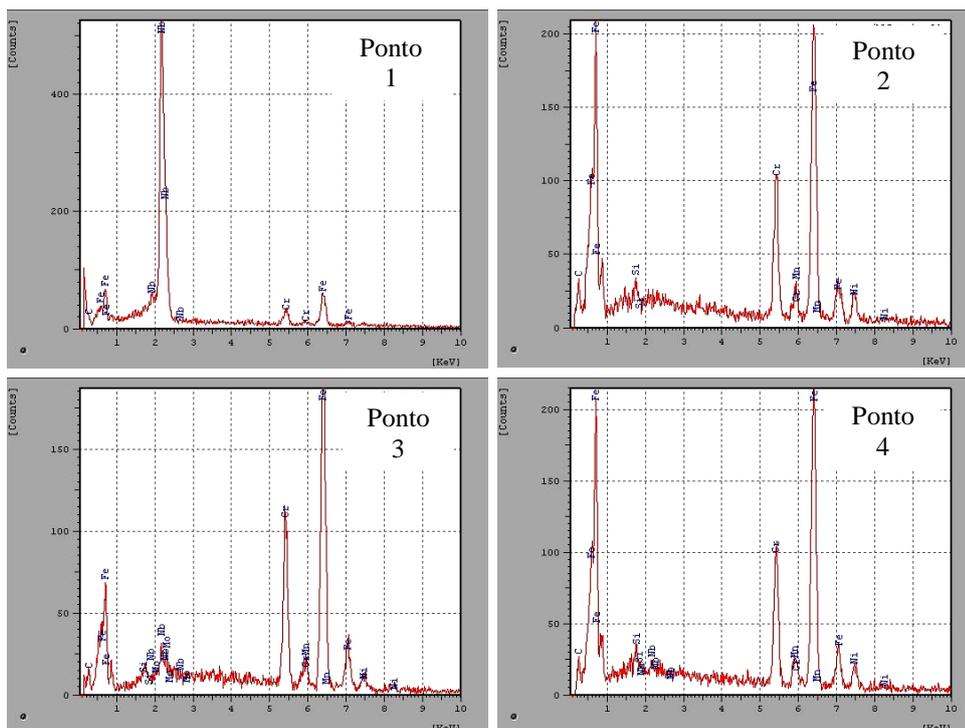
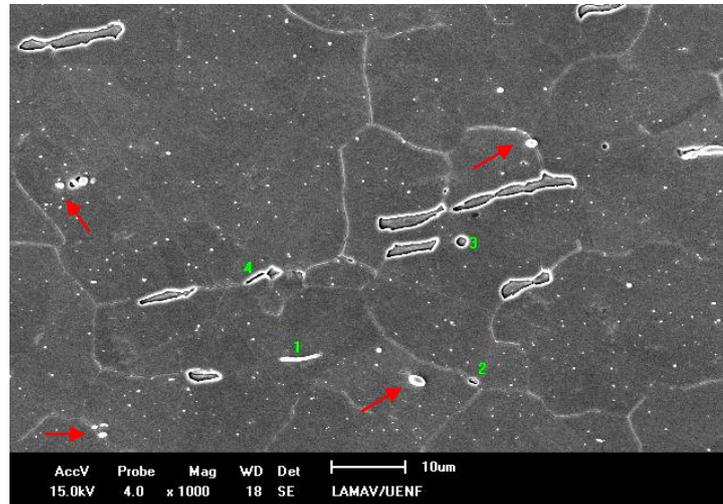


Figura 62: Análise qualitativa por EDS dos precipitados indicados pelos pontos na micrografia da ZTA.

4.2.1.2.3 Zona Fundida

A microestrutura da zona fundida na região 1-ZF é mostrada na figura 63. A ferrita delta, que está precipitada nesta zona com diferentes morfologias, está identificada na figura 63(a): ferrita delta vermicular (i), e laminar (ii). A distribuição destas ocorre de forma uniforme (figura 63:b).

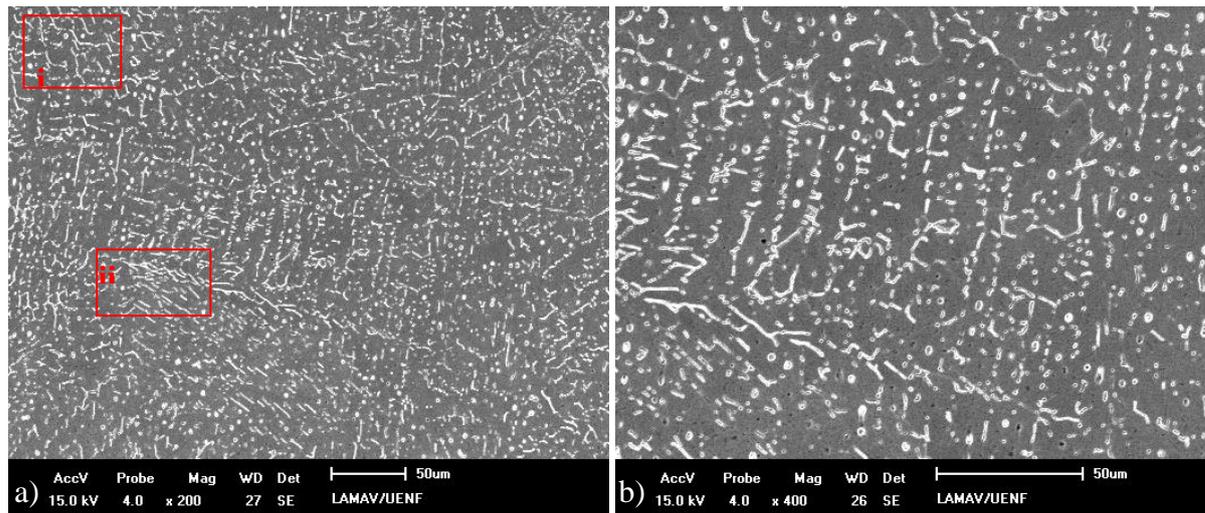


Figura 63: Microestrutura da 1-ZF. a) identificação da morfologia da ferrita delta precipitada, b) distribuição da ferrita delta na matriz austenítica.

Os resultados da análise EDS nessa região (1-ZF) mostram que os precipitados apresentam composição química semelhante aos encontrados na zona termicamente afetada com predominância do Fe e do Cr, um resultado coerente.

Na figura 64, são identificados os precipitados e os resultados do EDS. Encontra-se na 1-ZF, a ferrita delta com diferentes formatos, devido ao plano de corte da amostra e são identificadas pelos números 1, 2 e 3. Esta zona apresenta também os carbeto de Nb (figura 64, ponto 4) com a mesma característica: brancos e brilhantes.

Em seu trabalho sobre a precipitação de carbeto de Nb no aço inoxidável 347, quando este é exposto a altas temperaturas, Erneman *et al.* (2006) mostram que os NbC, por apresentarem maior afinidade ao carbono do que o cromo e por estarem dispersos na matriz austenítica, vão reduzir a susceptibilidade destes aços à corrosão intergranular.

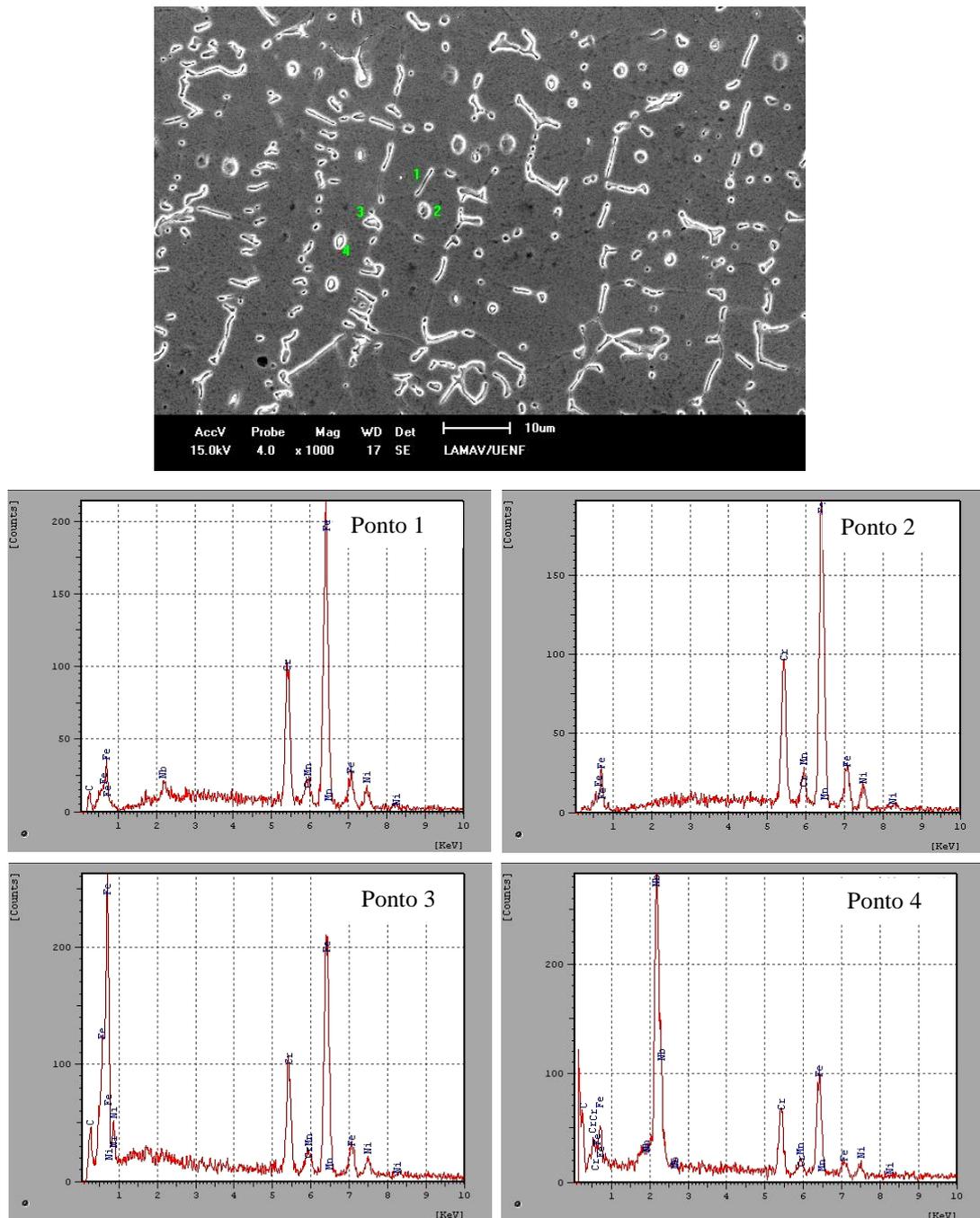


Figura 64: Análise qualitativa por EDS dos precipitados indicados pelos pontos na micrografia da 1-ZF.

A microestrutura da C-ZTA é mostrada na figura 65. Nessa micrografia, a distribuição da ferrita delta tem predominância da morfologia laminar identificada na região delimitada por i, e ferrita vermicular delimitada pela área ii.

Essa região apresenta variações na microestrutura devido à realização do primeiro passe já ter influenciado essa região. Este promove uma variação na temperatura como se fosse um pré-aquecimento.

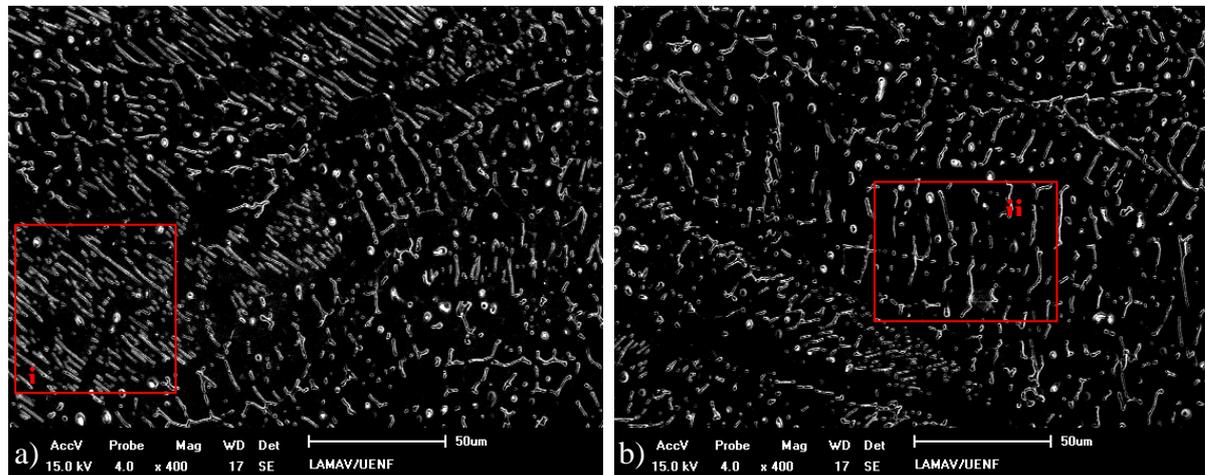


Figura 65: Microestrutura da C-ZF. a) identificação da morfologia da ferrita delta laminar, b) identificação da morfologia da ferrita delta vermicular. MEV.

A análise, utilizando EDS, foi feita nos pontos identificados na figura 66. Os precipitados possuem composição química e aspecto visual semelhante ao dos citados anteriormente. Nesta micrografia, os pontos 1 e 2 possuem a intensidade dos picos com uma composição química muito parecida, sendo o pico do Nb o de maior intensidade, são carbetos de Nb do tipo NbC.

Estes carbetos são desejáveis na microestrutura como demonstra Yoon *et al.* (2007), em seu trabalho. Este correlacionou a microestrutura com variáveis como a composição química dos aços austeníticos estabilizados com Nb, demonstrando a importância do NbC na prevenção da formação de carbetos do tipo $M_{23}C_6$. Estes por serem ricos em cromo podem gerar um empobrecimento neste elemento, na matriz austenítica, o que favoreceria o fenômeno da sensitização.

Os pontos 3 e 4 apresentam os elementos com a intensidade dos picos semelhantes, os de maior intensidade são os do Fe e do Cr.

Na região próxima ao último passe (3-ZF), a microestrutura é mais grosseira, apresentando a ferrita precipitada predominantemente com morfologia laminar (figura 67).

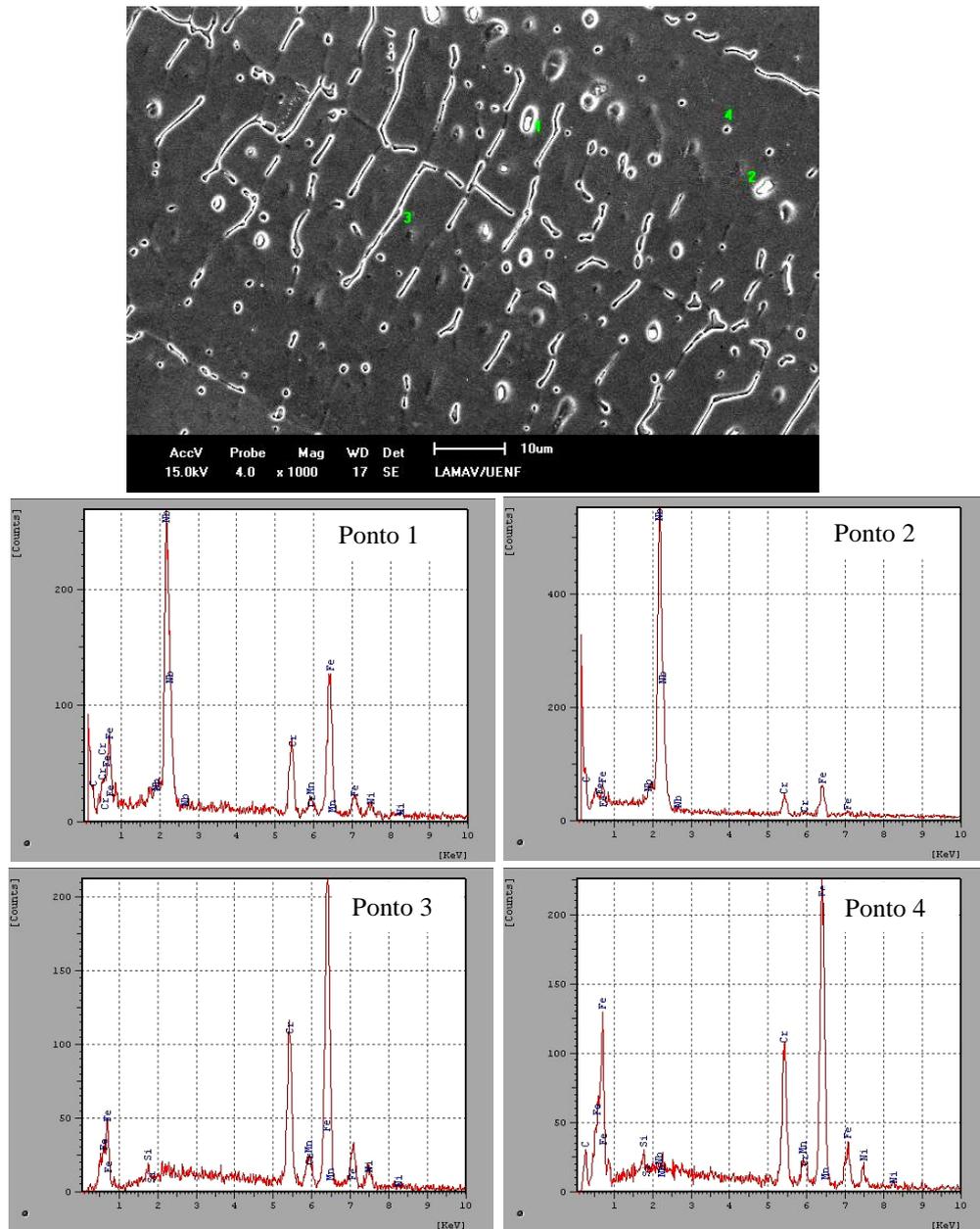


Figura 66: Análise qualitativa por EDS dos precipitados indicados pelos pontos na micrografia da C-ZF.

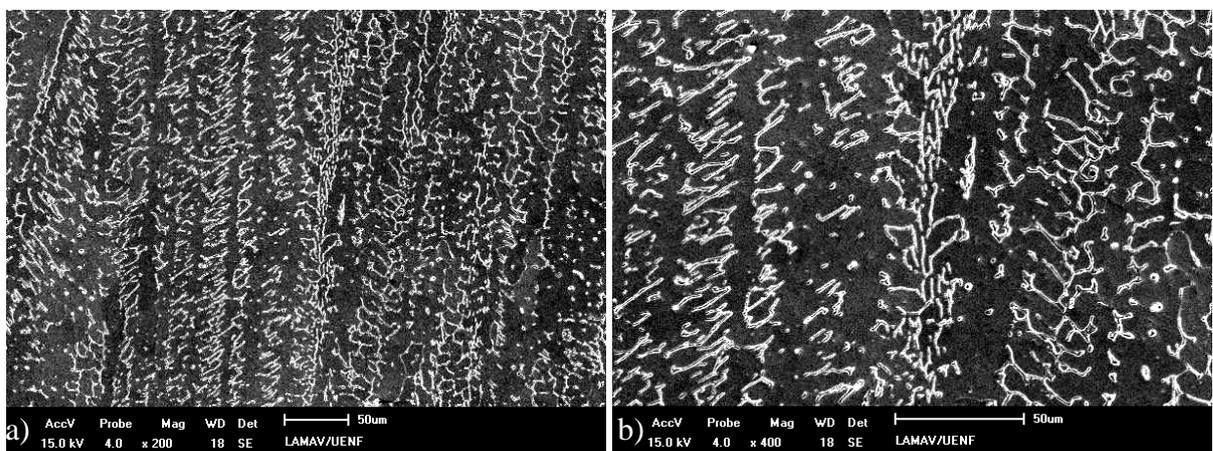


Figura 67: Microestrutura da 3-ZF com predominância da ferrita com morfologia laminar.

Os precipitados identificados por EDS na região 3-ZF são mostrados na figura 68.

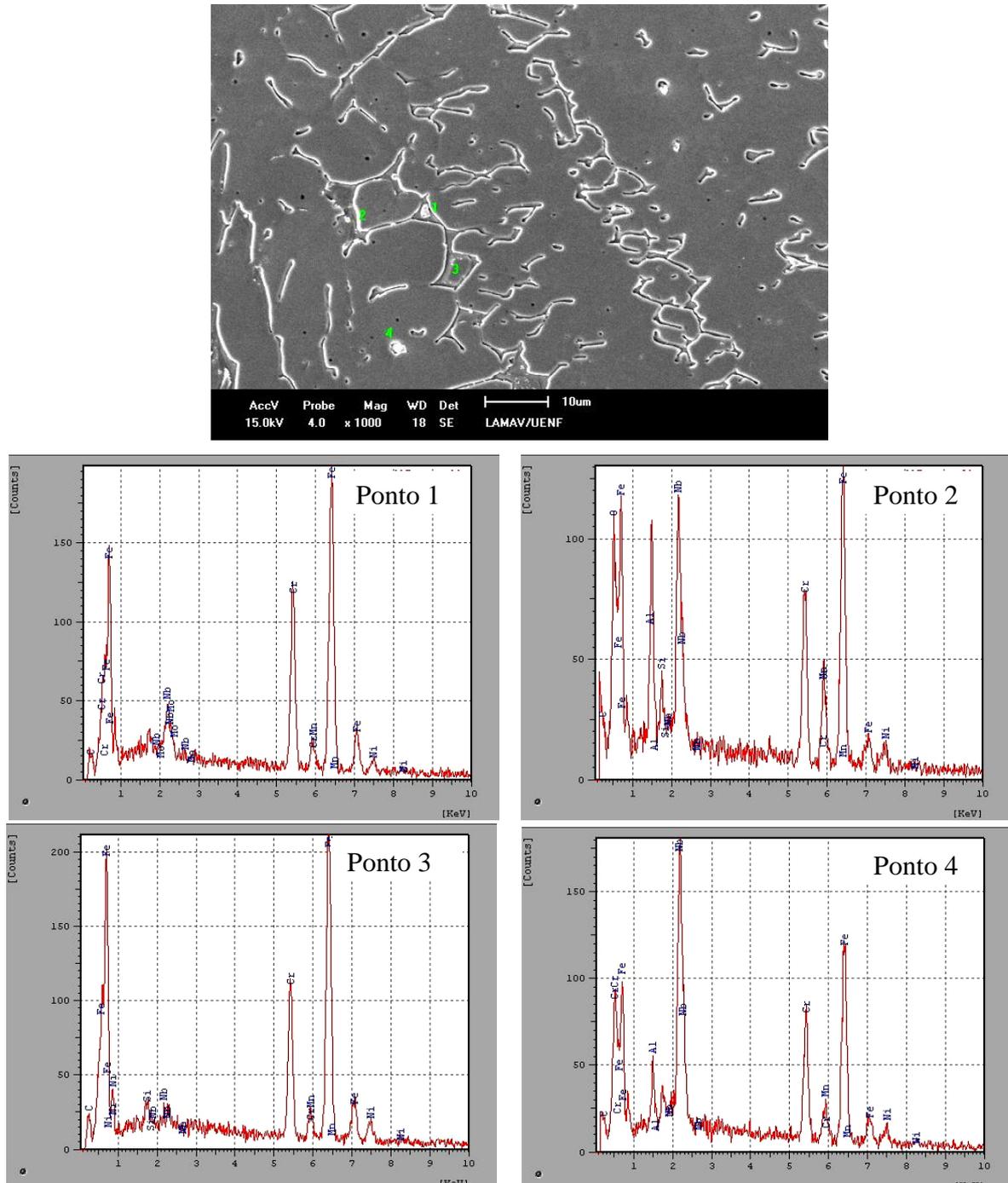


Figura 68: Análise qualitativa por EDS dos precipitados indicados pelos pontos na micrografia da 3-ZF.

O ponto 1 apresenta picos de maior intensidade do Fe, Cr, Nb e baixa intensidade de Ni. Este está sobre a ferrita delta. O contorno de grão da ferrita é

indicado pelo ponto 2. Neste, os picos dos elementos que se apresentam de forma geral com maior intensidade são Al, Nb, Mn, Fe, Cr. O ponto 3 está próximo a ferrita delta onde foi feita análise EDS. A distribuição da intensidade dos picos é bem semelhante à encontrada no ponto 1. O ponto 4 consiste de uma fase rica em Nb, um carbeto do tipo NbC. Destaca-se que, visualmente, é possível observar que este encontra-se precipitado sobre a ferrita delta, embora esta esteja com um tamanho bem reduzido.

Fu *et al.* (2008), em seu trabalho sobre a solidificação de ligas Fe-Cr-Ni, mostram que a morfologia da ferrita delta geralmente está vinculada ao modo de solidificação da liga. No trabalho de Brooks e Thompson (1991) sobre o processo de solidificação nos aços inoxidáveis austeníticos soldados, foi observado que a ferrita delta, presente numa solidificação primariamente austenítica, se solidifica nas regiões entre os braços das dendritas, e a sua morfologia mais característica é a vermicular.

Segundo Hunter e Ferry (2002), em seu trabalho sobre a formação de fases durante a solidificação do aço inoxidável austenítico AISI 304, as variações de composição no aço, adições de elementos de liga e condições de resfriamento vão contribuir nessa diferenciação das morfologias da ferrita delta. A ferrita delta com morfologia vermicular tende a se apresentar de forma mais espaçada enquanto que a ferrita laminar apresenta-se com um formato mais regular, consistindo de placas paralelas (numerosas ripas).

4.2.1.3 Material com Tratamento Térmico de Solubilização

4.2.1.3.1 Metal Base

O efeito do tratamento térmico de solubilização, a 1060°C durante 1h, na microestrutura do metal base pode ser observado na figura 69.

Após este tratamento, a microestrutura do MB possui uma quantidade de pequenos precipitados no interior dos grãos da austenita. É possível identificar que os carbetos de Nb estão presentes, porém visualmente estes estão com tamanhos menores. O tempo e a temperatura utilizados não foram suficientes para sua completa solubilização.

Nos contornos da matriz austenítica, observa-se ainda a presença da ferrita delta com formatos alongados e irregulares. A explicação para isto é encontrada no

estudo do diagrama de fases mostrado na figura 1 onde, para teores de Cr acima de 12%, a ferrita é esperada em qualquer temperatura. A redução da precipitação de ferrita delta após o tratamento de solubilização, portanto, é esperada e, como mostrado por Tavares et al. (2008), está relacionada com efeitos benéficos ao material como melhor condição para a realização de tratamento posterior de estabilização e resistência a corrosão intergranular.

Os precipitados encontrados no MB do aço, na condição como solubilizado, são mostrados na figura 69. O ponto 1, analisado por EDS, corresponde à ferrita delta. Os pontos 2, 3 e 4 correspondem a carbeto de Nb, embora visualmente sejam parecidos quanto ao formato e contraste, esses pontos apresentaram diferenças na intensidade dos picos dos elementos.

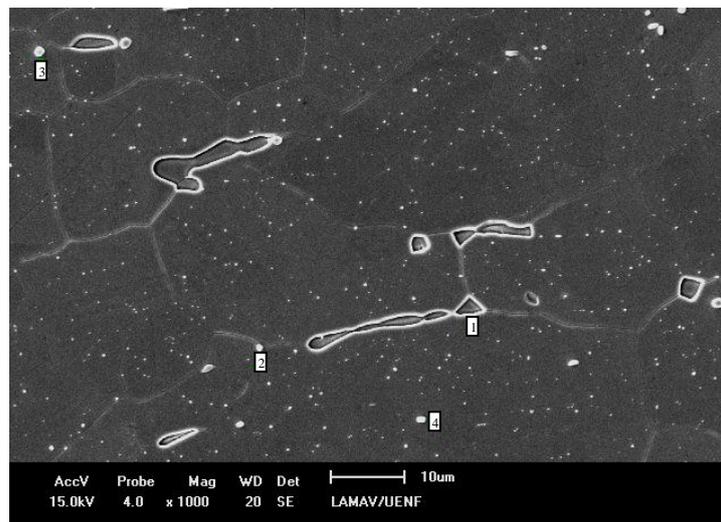


Figura 69: Pontos em que foi realizada análise qualitativa por EDS na microestrutura do MB do aço 347 solubilizado.

4.2.1.3.2 Zona Termicamente Afetada

A observação da microestrutura na ZTA confirma que, como consequência deste tratamento, ocorreu um mecanismo de crescimento anormal dos grãos. A composição química dos precipitados encontrados na região da ZTA próxima a 1-ZF (figura 71) é muito parecida com a dos precipitados presentes na região da ZTA próxima a 3-ZF (figura 70). Os precipitados identificados na figura 71 apresentaram picos na análise EDS que correspondem a ferrita delta (1), carbeto de Nb (2 e 4), grão austenítico (3).

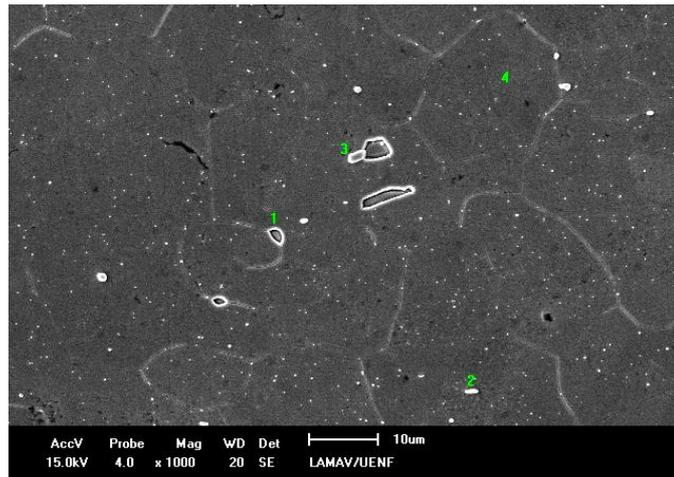


Figura 70: Precipitados na microestrutura da ZTA próxima a 3-ZF, no aço 347 solubilizado.

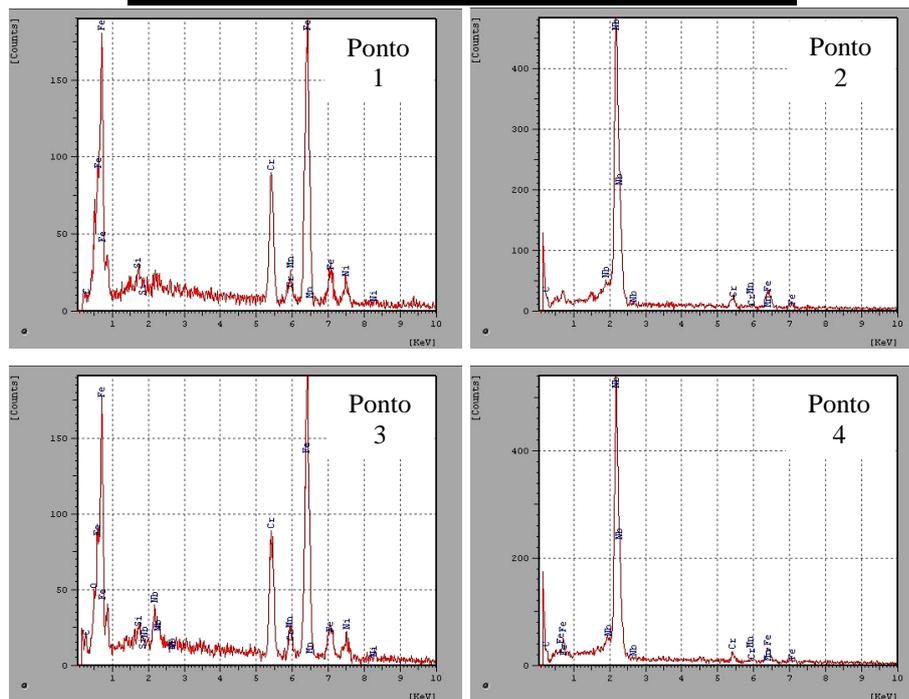
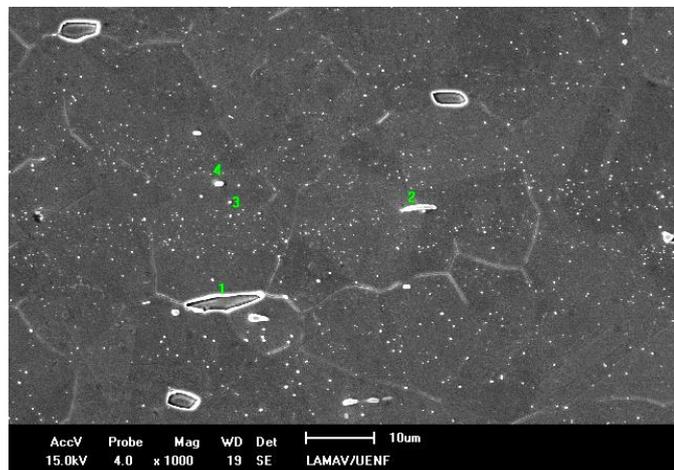


Figura 71: Análise qualitativa por EDS dos precipitados na micrografia da ZTA próxima a 1-ZF do aço 347 solubilizado.

4.2.1.3.3 Zona Fundida

A região 1-ZF é mostrada na figura 72. A análise EDS nesta região mostrou que os precipitados apresentam em geral picos com maior intensidade dos elementos Fe, Cr e Nb. Os pontos 1 e 3 correspondem a um contorno de grão austenítico, 2 e 4 está localizado sobre a ferrita delta.

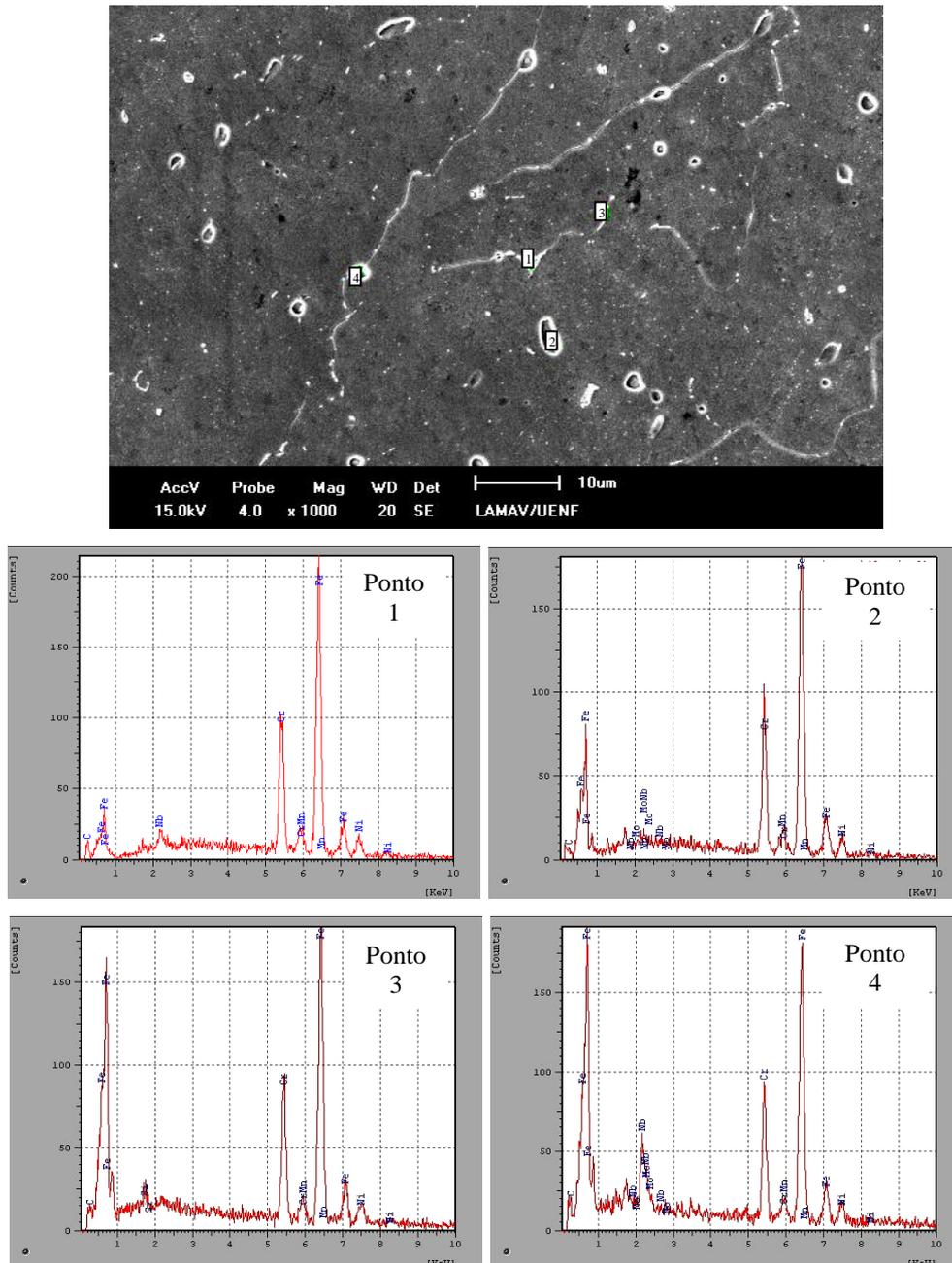


Figura 72: Análise qualitativa por EDS dos precipitados na 1-ZF do aço 347 solubilizado.

A micrografia mostrada na figura 73 é da região C-ZF. Nesta os precipitados apresentam a composição química, encontrada na análise por EDS, semelhante a dos encontrados na 1-ZF. Os pontos na figura 73 indicam a ferrita delta (1,2,3), e a matriz austenítica (4).

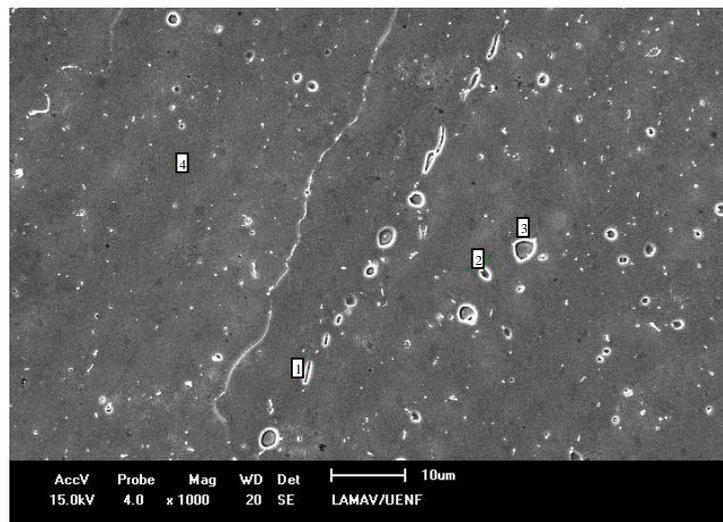


Figura 73: Precipitados na microestrutura da C-ZF no aço 347 solubilizado.

Os precipitados identificados na figura 74 estão presentes na microestrutura da região da 3-ZF. A análise por EDS indicou que estes também apresentam a composição química semelhante a dos encontrados na 1-ZF, sendo a ferrita delta indicada nos pontos 1, 2, 4 e o NbC indicado no ponto 3.

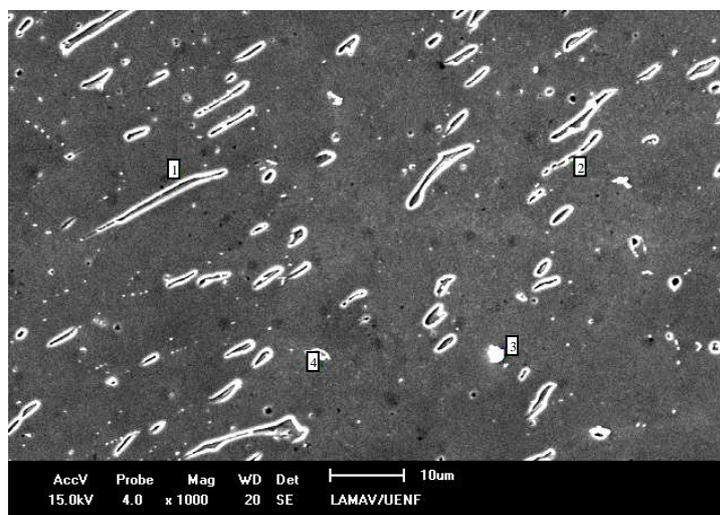


Figura 74: Análise qualitativa por EDS dos precipitados na 3-ZF do aço 347 solubilizado.

4.2.2 Aço Inoxidável Superduplex SAF 2507

4.2.2.1 Material como Recebido

A microestrutura do material como recebido observada por MEV confirma o observado por MO. Consiste de austenita e ferrita em proporções aproximadas como mostrado na figura 75. Pode-se observar também que praticamente não há presença de precipitados.

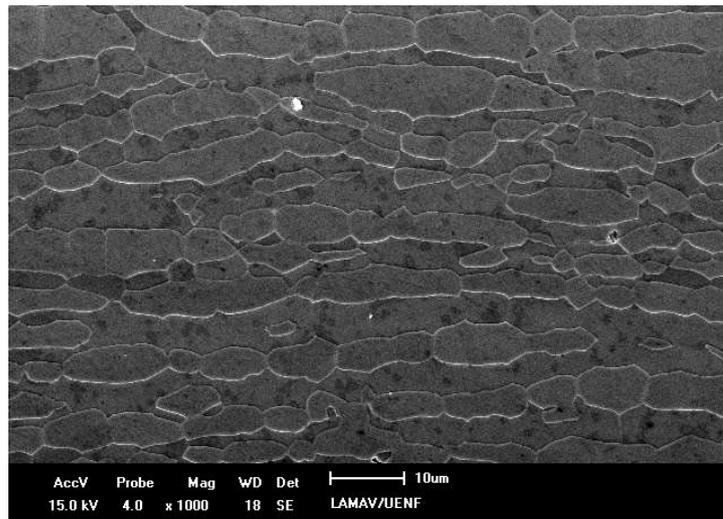


Figura 75: Microestrutura do aço SAF 2507 na condição como recebido.

4.2.2.2 Material Soldado

4.2.2.2.1 Metal Base

Como discutido anteriormente ao longo do texto, devido s temperaturas de pico nessa zona serem inferiores às encontradas na ZTA e na ZF, a sua microestrutura vai permanecer praticamente inalterada se comparada com a do material como recebido.

Na figura 76, é possível observar a microestrutura do MB deste aço em estudo por MEV, onde nota-se que este apresenta uma microestrutura semelhante a da mostrada na figura 75, do material na condição como recebido.

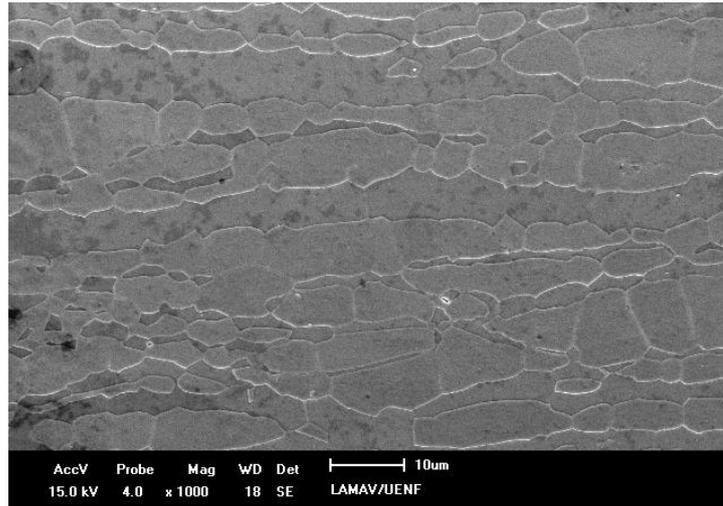


Figura 76: Microestrutura do MB do aço SAF 2507 soldado.

4.2.2.2 Zona Termicamente Afetada

A microestrutura observada na zona termicamente afetada, próxima a 1-ZF, pode ser observada na figura 77.

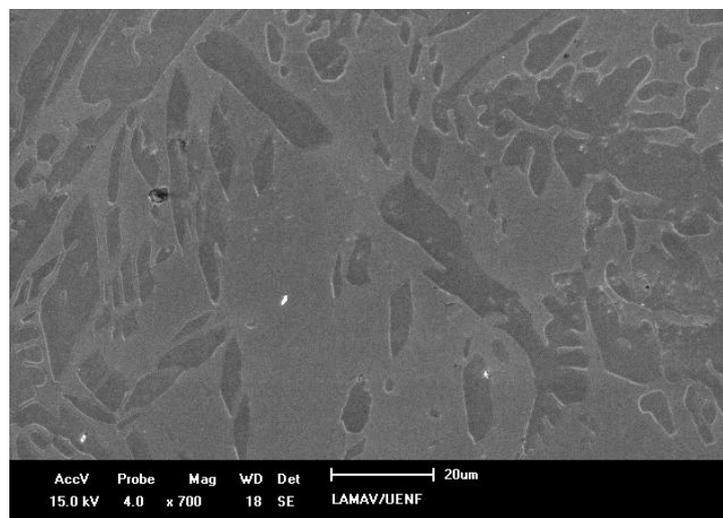


Figura 77: Microestrutura da ZTA do aço SAF 2507 próxima a 1-ZF.

A ZTA-AT, de acordo com a figura 25 sofre a influência de picos de temperatura superiores a aproximadamente 1400°C, no trabalho de Atamert e King (1992), é encontrado que a região da ZTA próxima a 1-ZF pode sofrer grande influência na precipitação de fases também devido ao reaquecimento provocado pelos passes subsequentes.

Os precipitados encontrados nesta zona, analisados por EDS (pontos 1, 2, 3, e 4), são mostrados na figura 78, onde verifica-se que a composição química destes são bem próximas, tendo como picos principais o Fe e o Cr e também a presença de Mo e Ni, como esperado devido à composição química do material.

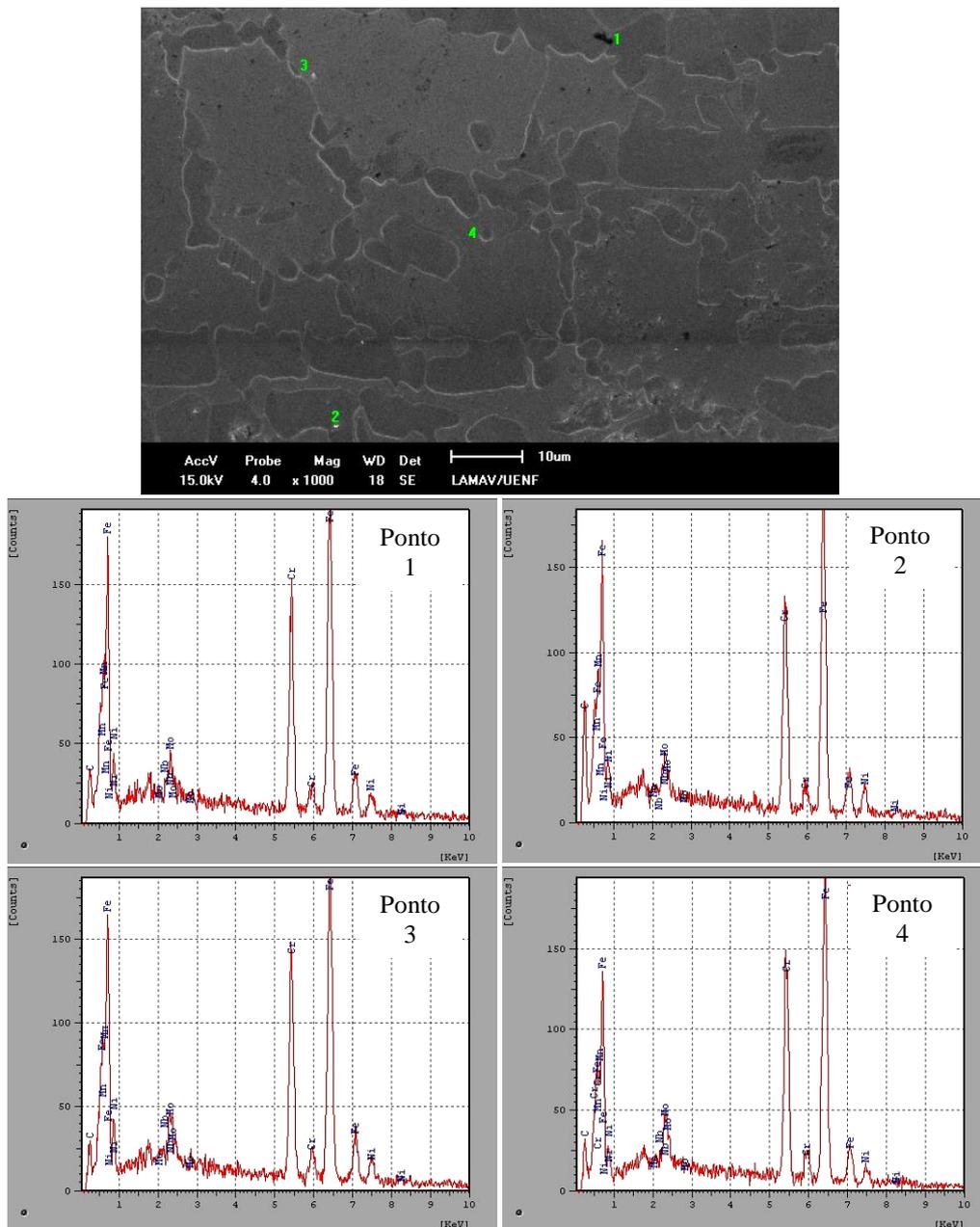


Figura 78: Análise qualitativa por EDS dos precipitados na ZTA próxima a 1-ZF do aço SAF 2507.

A microestrutura da ZTA, próxima a 3-ZF, é mostrada na figura 79. Nesta, a análise EDS nos pontos identificados também tiveram como picos principais os dos elementos Fe, Cr, Mo e Ni.

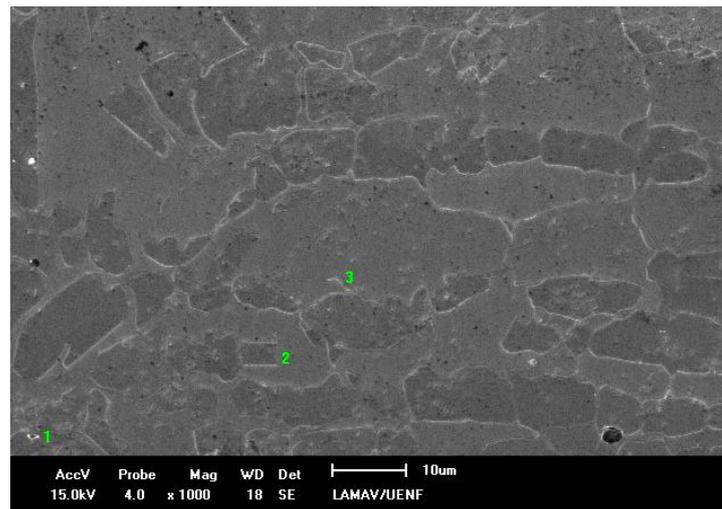


Figura 79: Microestrutura da ZTA do aço SAF 2507 próxima a 3-ZF.

4.2.2.2.3 Zona Fundida

A observação da zona fundida destes aços, através da microscopia eletrônica de varredura, permite a visualização de austenita precipitada na matriz ferrítica com diferentes morfologias.

Na região próxima a 1-ZF, é possível observar a presença de austenita de Widmanstätten (i) e austenita intragranular (ii) indicadas nas setas mostradas na figura 80.

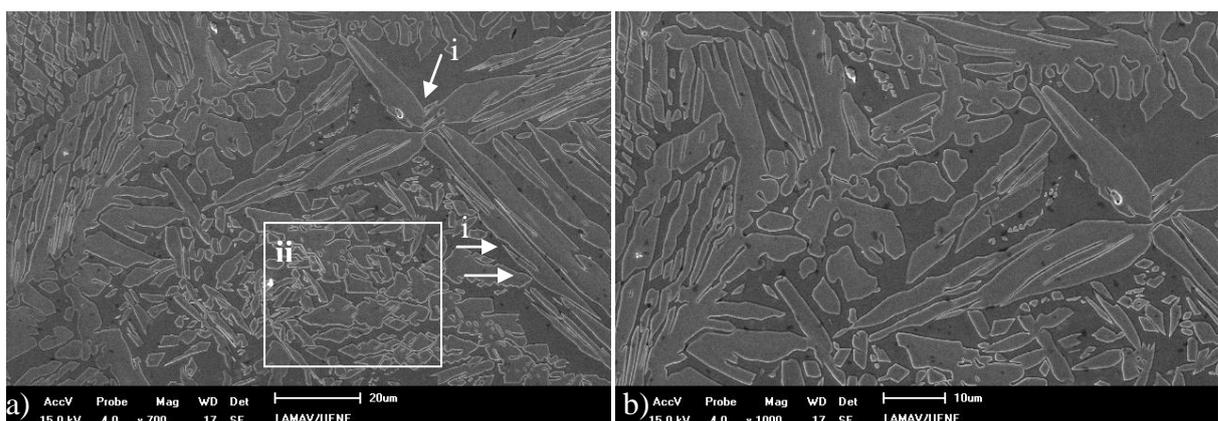


Figura 80: Morfologias da austenita precipitada na 1-ZF do SAF 2507 soldado: a) 700x, b) 1000x.

Nesta zona do material, foram observadas pequenas partículas. A análise pontual por EDS nessa região, figura 81, mostrou que o ponto 1 é um carbeto; 2 e 4

são a austenita e o ponto 3 está na matriz ferrita. Embora sejam bem diferentes quanto ao seu aspecto visual, a sua composição química é muito parecida.

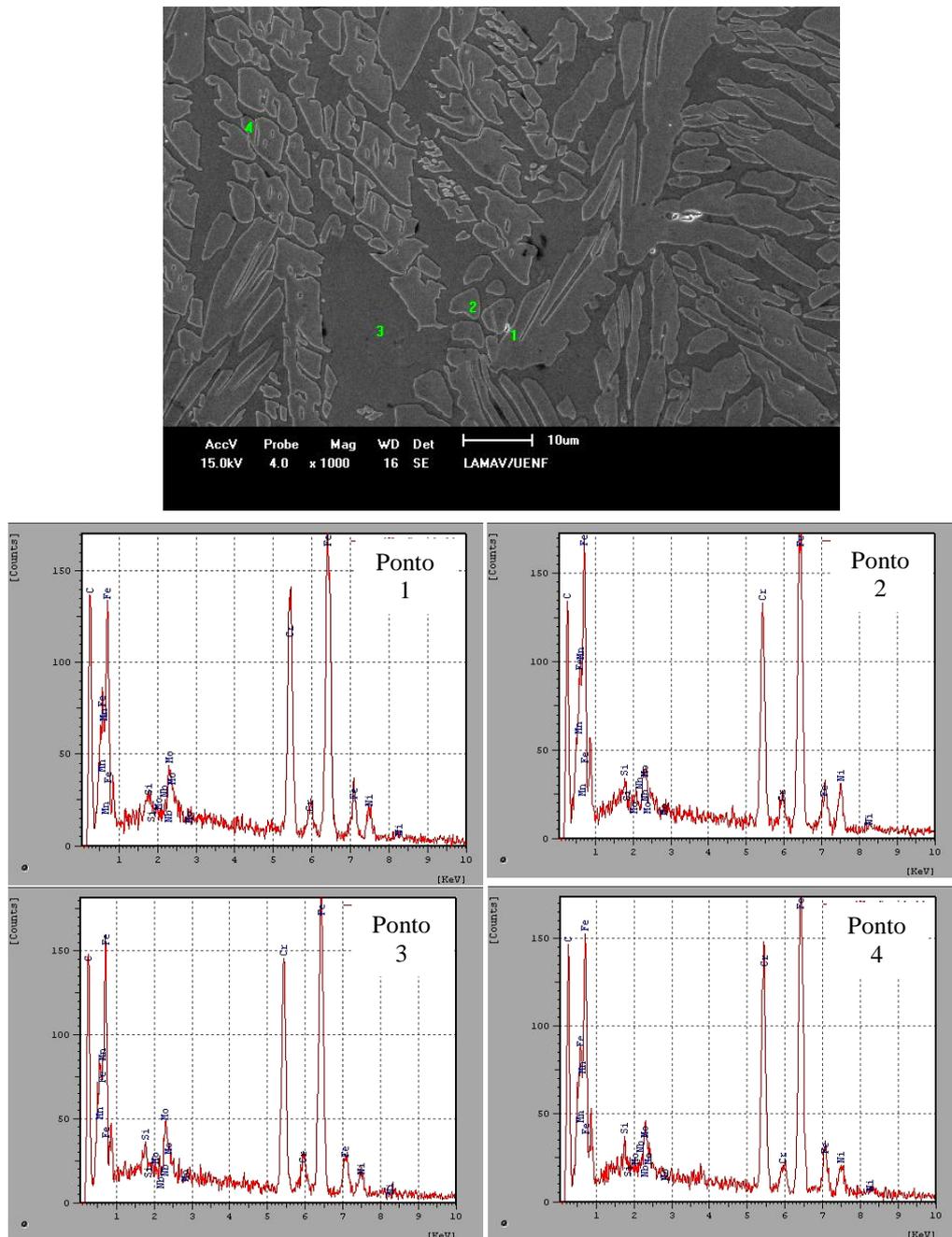


Figura 81: Identificação de fases e precipitados por EDS na 1-ZF.

A região C-ZF na ZF apresenta uma microestrutura com a presença mais intensa de partículas tanto no interior da fase ferrita quanto da austenita, como é mostrado na figura 82(a). Na análise por EDS dessas partículas (pontos 1 ao 4) encontra-se a intensidade dos picos diferenciados, porém, com a presença dos

mesmos elementos, em geral, Fe, Cr, Si, C, Mo e Ni. O precipitado que se diferencia quanto à composição química é o ponto 2, este apresentou picos de Ti e O.

Embora a microestrutura das 3 regiões observadas na zona fundida sejam semelhantes, as regiões C-ZF (figura 82.a) e 3-ZF (figura 82b) são mais parecidas entre si e apresentam maior quantidade de precipitados se forem comparadas com a região 1-ZF (figura 81).

O resultado da análise por EDS nos precipitados presentes na microestrutura da 3-ZF mostrou que estes também possuem em sua composição química o Fe, Cr, Si, C, Mo e Ni.

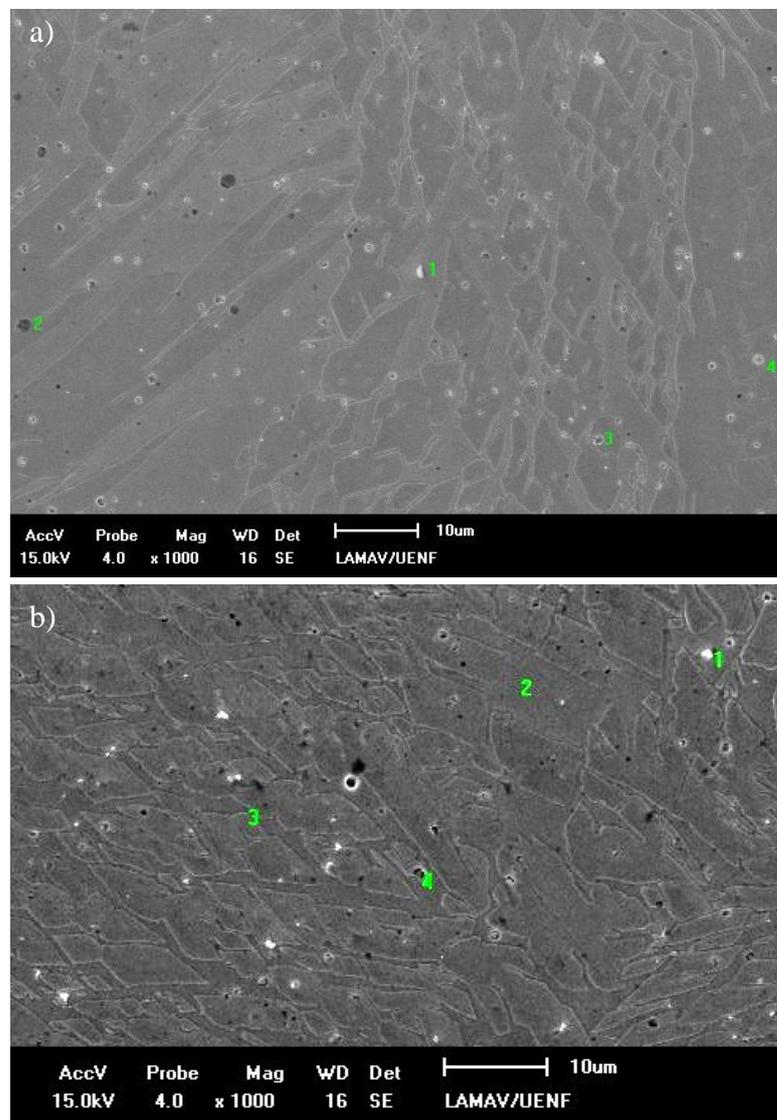


Figura 82: Microestrutura da ZF do aço SAF 2507, a) precipitados na C-ZF, b) região 3-ZF.

4.2.2.3 Material com Tratamento Térmico de Solubilização a 900°C por 1h

4.2.2.3.1 Metal Base

A microestrutura do metal base do aço inoxidável superduplex, na condição com tratamento térmico a 900°C por 1h, observada por MEV é mostrada na figura 83. Nesta, semelhante ao encontrado por MO, destaca-se a diferença encontrada no metal base na condição como soldado. Os grãos ferríticos sofrem uma dissolução formando precipitados no seu interior, e também precipitados associados à interface δ/γ .

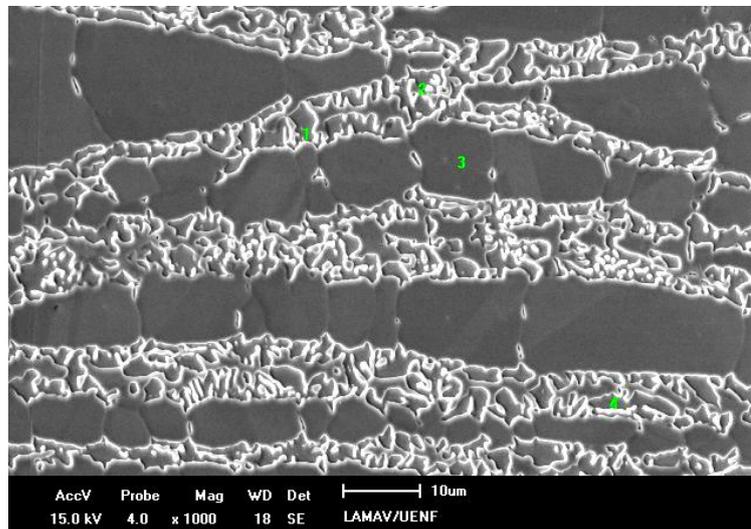


Figura 83: Microestrutura no MB do aço SAF 2507 submetido a 900°C por 1h.

4.2.2.3.2 Zona Termicamente Afetada

A microestrutura formada na ZTA, devido a este tratamento térmico, visualizada por MEV na ZTA, é mostrada na figura 84, onde também são identificados os pontos analisados por EDS. Esses pontos, de forma geral, apresentam em sua composição química o Fe, Cr, Ni.

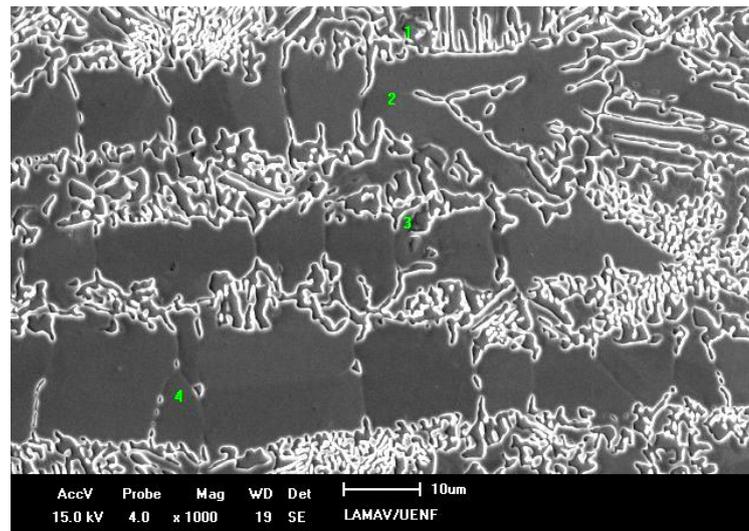


Figura 84: Precipitados encontrados na ZTA do aço SAF 2507 submetido a 900°C por 1h.

Considera-se que esta temperatura provoca um aumento na extensão desta zona no material em comparação com a ZTA do aço soldado. No entanto, esta consideração é apenas qualitativa e baseia-se nas observações realizadas. Na figura 85, é mostrada a ZTA em menor aumento, o que também permite identificar, aproximadamente, os limites das zonas no material.

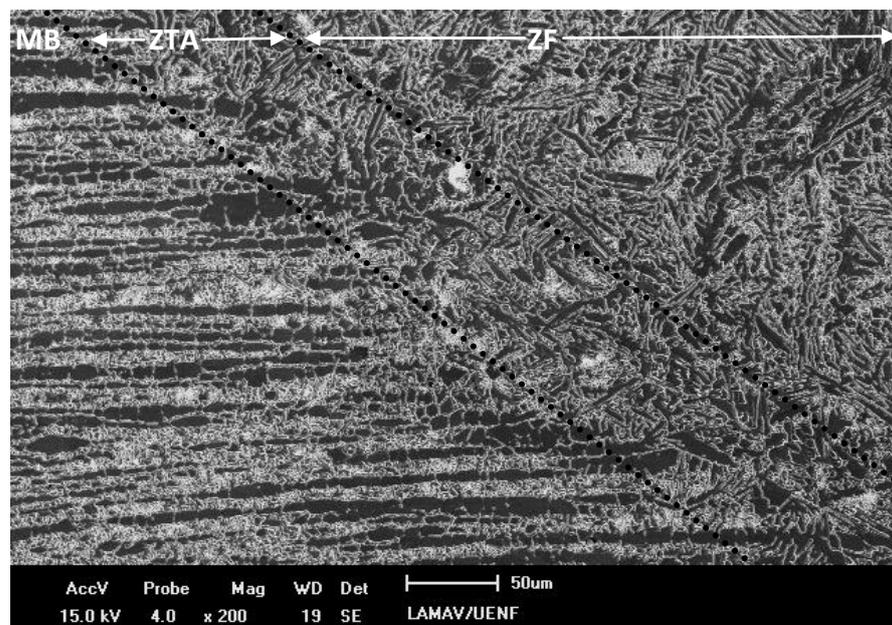


Figura 85: Microestrutura da ZTA do aço SAF 2507, submetido a 900°C por 1h.

4.2.2.3.3 Zona Fundida

A região 1-ZF é mostrada na figura 86, observa-se na microestrutura, uma intensa precipitação de austenita, como também foi observado por MO. As morfologias da austenita são destacadas também nesta micrografia, setas indicam a austenita de contorno de grão, na região delimitada por i tem-se a austenita de Widmanstätten, e (ii) austenita intragranular.

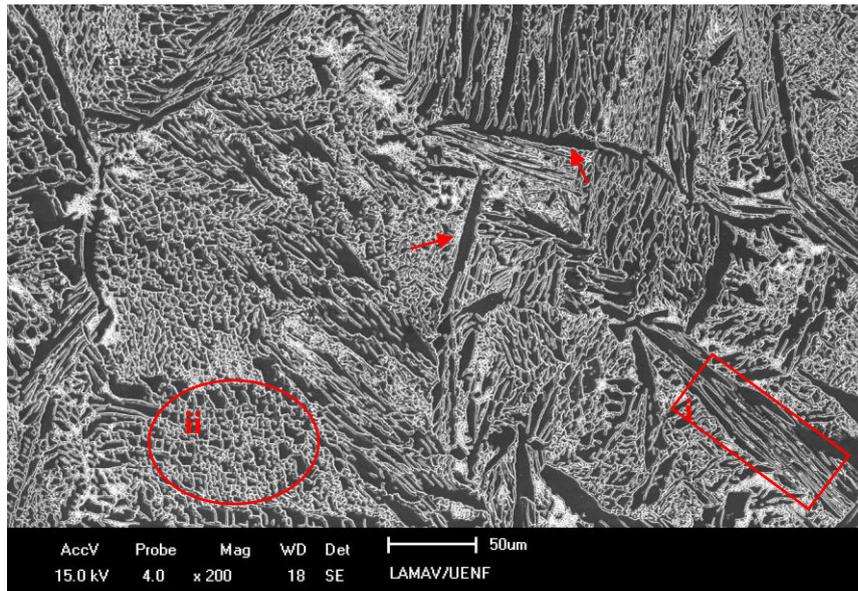


Figura 86: Morfologias da austenita precipitada na ZTA do aço SAF 2507, submetido a 900°C por 1h.

Os precipitados presentes na região C-ZF são muito semelhantes aos encontrados na 1-ZF (figura 87.a) e aos encontrados na 3-ZF (figura 87.b), tanto em

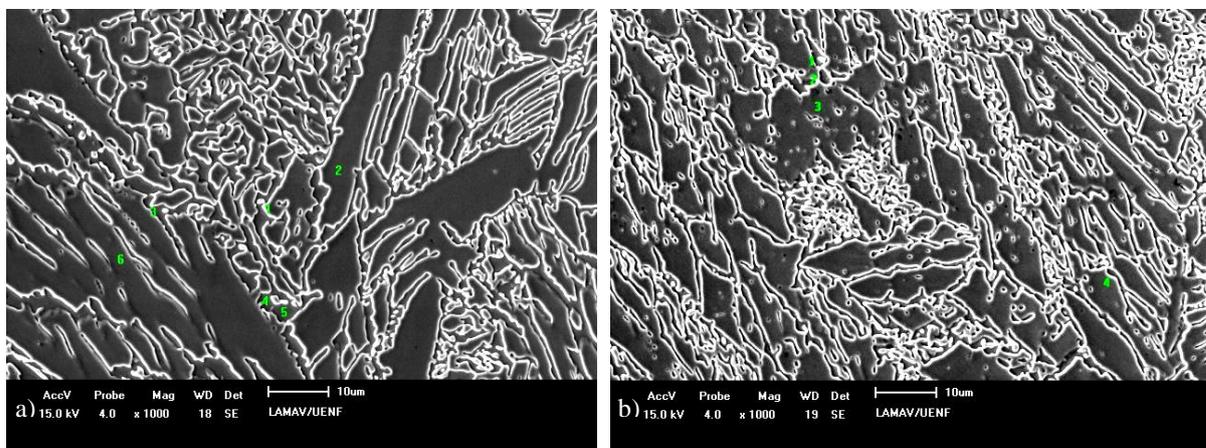


Figura 87: Identificação de precipitados na microestrutura da zona fundida do aço SAF 2507, submetido a 900°C por 1h. a) 1-ZF, b) 3-ZF.

relação ao aspecto visual quanto na composição química. A análise por EDS desses precipitados é mostrada na figura 88, em geral encontram-se picos de Fe, Cr, Ni, Si e Mo.

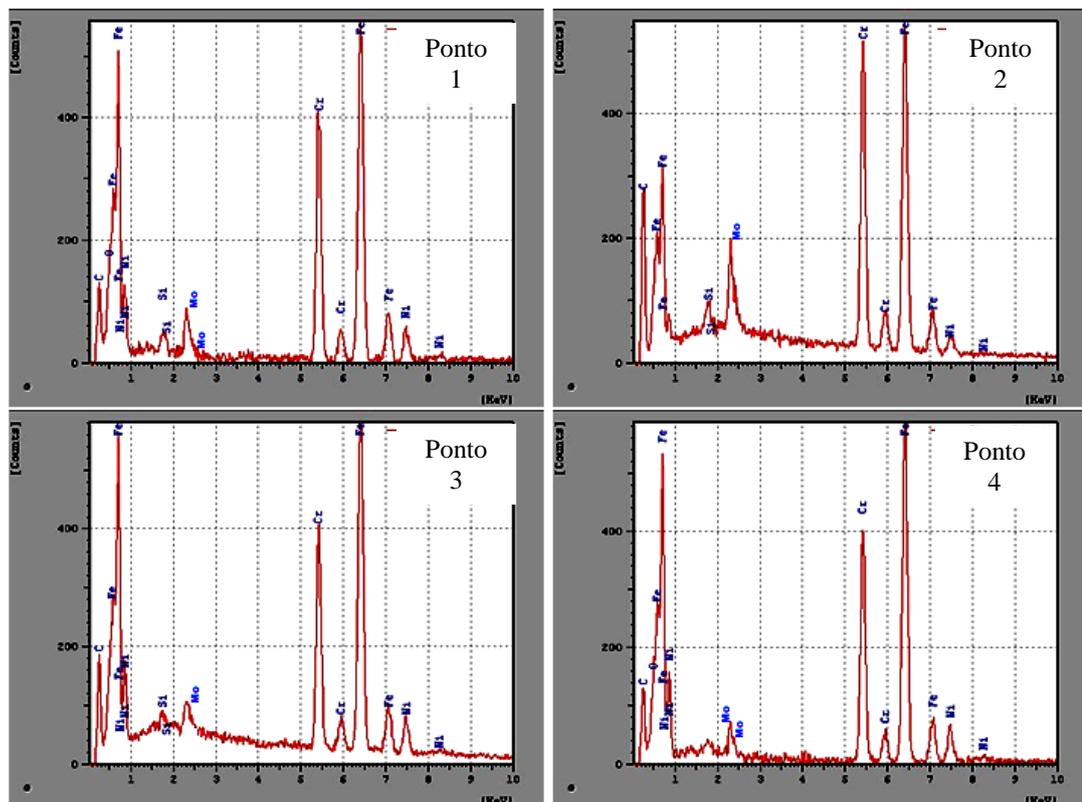
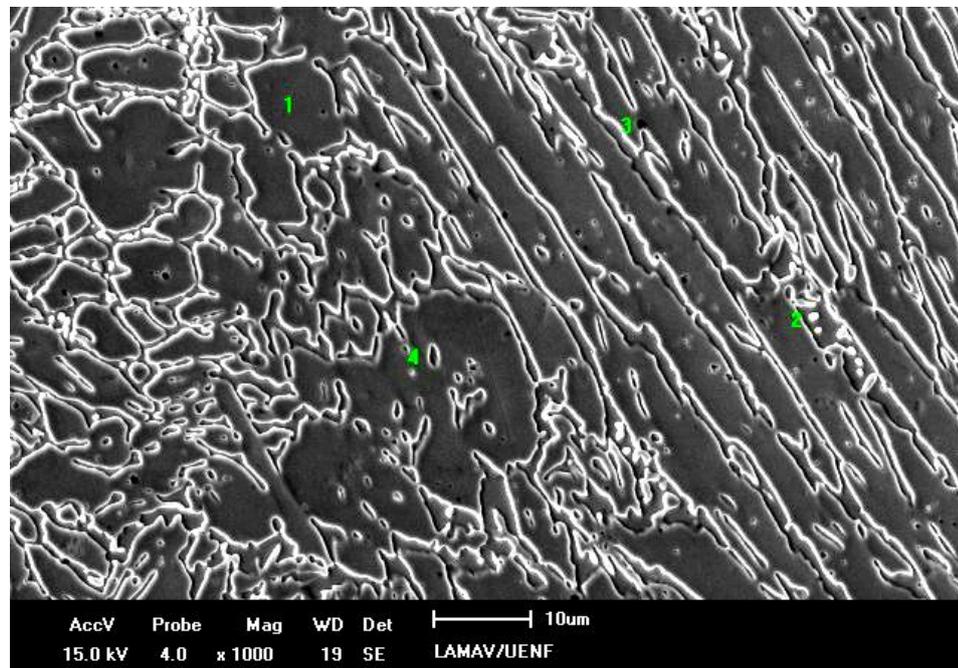


Figura 88: Análise EDS de precipitados na microestrutura da C-ZF do aço SAF 2507, submetido a 900°C por 1h.

4.2.2.4 Material com Tratamento Térmico de Solubilização a 1100°C por 18min

4.2.2.4.1 Metal Base

Embora nessa zona o ciclo térmico do processo de soldagem não provoque alterações significativas, como discutido em diversos momentos ao longo deste trabalho, verificou-se que a microestrutura do MB observada por MEV (figura 89) foi influenciada quando este foi tratado a 1100°C por 18 minutos, pois as fases na microestrutura apresentaram-se mais alinhadas.

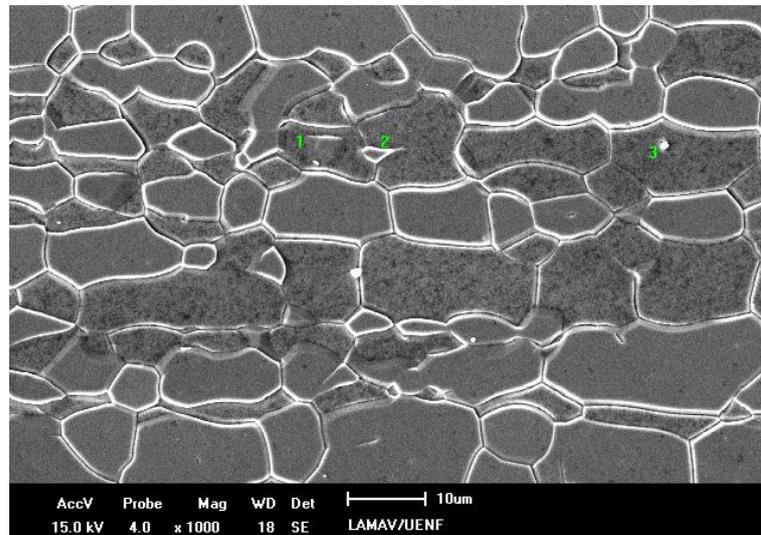


Figura 89: Microestrutura do MB do aço SAF 2507, submetido a 1100°C por 18min.

4.2.2.4.2 Zona Termicamente Afetada

A microestrutura da ZTA, próxima às três regiões em destaque na ZF: 1-ZF(a), C-ZF(b) 3-ZF(c), no material com este tratamento térmico é mostrada na figura 90. Nesta as micrografias, obtidas por MEV em menores aumentos, permite que se faça uma comparação qualitativa entre esta ZTA (aço tratado a 1100°C por 18 minutos) e a das mostradas nas figuras da ZTA do aço soldado e na ZTA do aço tratado a 900°C por 1h. Nota-se que a extensão da ZTA deste aço e também o tamanho dos grãos é maior de forma geral, se comparada com do tratado a 900°C.

Observa-se, qualitativamente, ainda nesta ZTA em comparação com as anteriores, à diminuição da quantidade de austenita precipitada, tornando as frações das fases mais aproximadas.

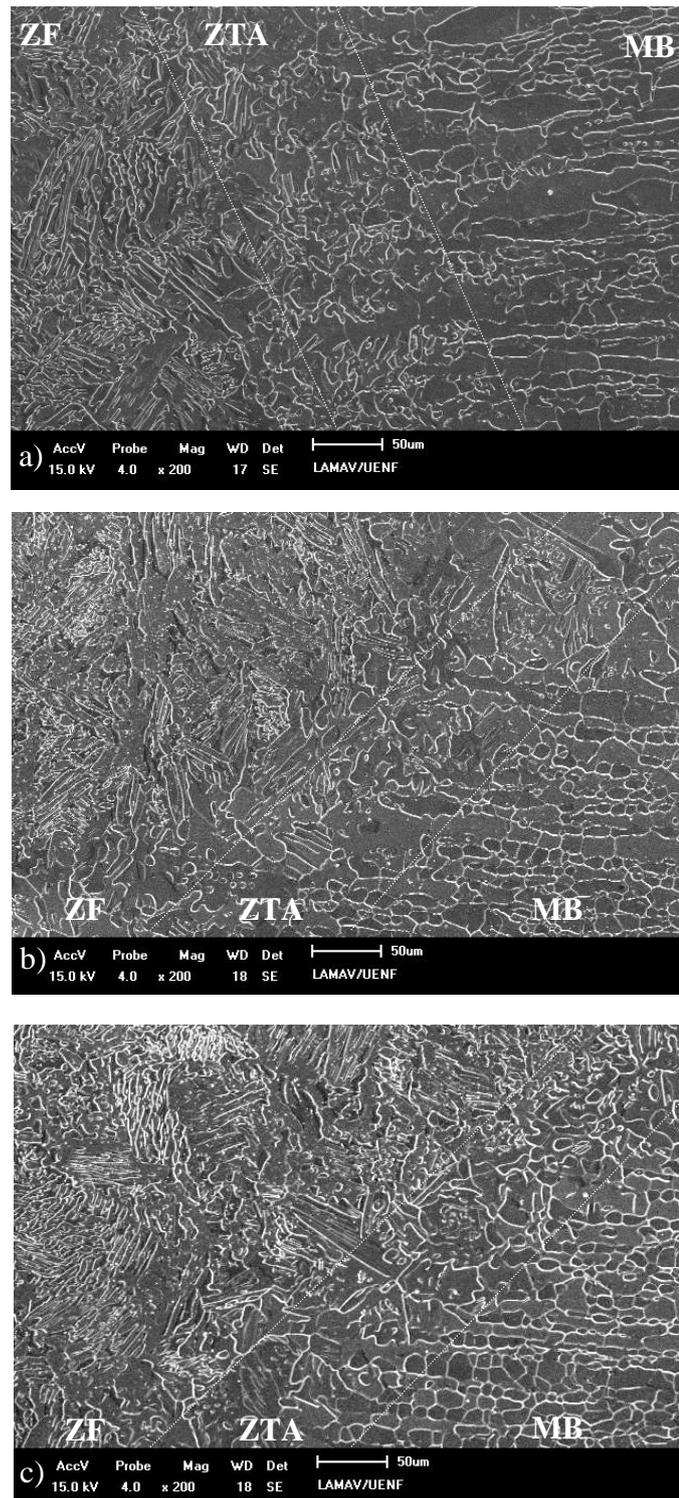


Figura 90: Microestrutura da ZTA do aço SAF 2507, submetido a 1100°C por 18min. a) ZTA próxima a 1-ZF, b) ZTA próxima a C-ZF e c) ZTA próxima a 3-ZF

Essas alterações nas frações fásicas de γ e δ influenciam na resistência à corrosão destes aços. Segundo Cervo *et al.* (2010), a resistência à corrosão por

pites, por exemplo, está relacionada com a quantidade de ferrita e austenita na microestrutura resultante do tratamento térmico, sendo esta dependente também da fração das fases no material, composição química das fases individuais e da eventual presença de fases secundárias. Em seu trabalho sobre o efeito das temperaturas empregadas em tratamentos térmicos na microestrutura de aços inoxidáveis superduplex soldados, recomendam um tratamento térmico pós-soldagem para estes aços, visando homogeneizar a microestrutura. Nestes, a temperatura de recozimento é considerada o parâmetro mais importante.

4.2.2.4.3 Zona Fundida

A microestrutura da zona fundida é destacada nas diferentes regiões em que foram obtidas as micrografias por MEV nas figuras 91, 92 e 93. Nestas, podem ser observados, em menores aumentos (figura 91:a, 92:a, 93:a), os aspectos gerais como as morfologias e distribuição da austenita na matriz ferrítica. Utilizando-se maiores aumentos (figura 91:b, 92:b, 93:b), qualitativamente verifica-se a diminuição em todas as regiões, nesta zona, da quantidade de austenita precipitada, colaborando para a aproximação entre o equilíbrio entre as frações de δ e γ nesta zona.

A microestrutura da 1-ZF é mostrada na figura 91. Nesta, numa análise qualitativa, encontram-se os precipitados da austenita de Widmanstätten mais espessos assim como a austenita intragranular com tamanhos maiores do que os encontrados anteriormente com os outros tratamentos.

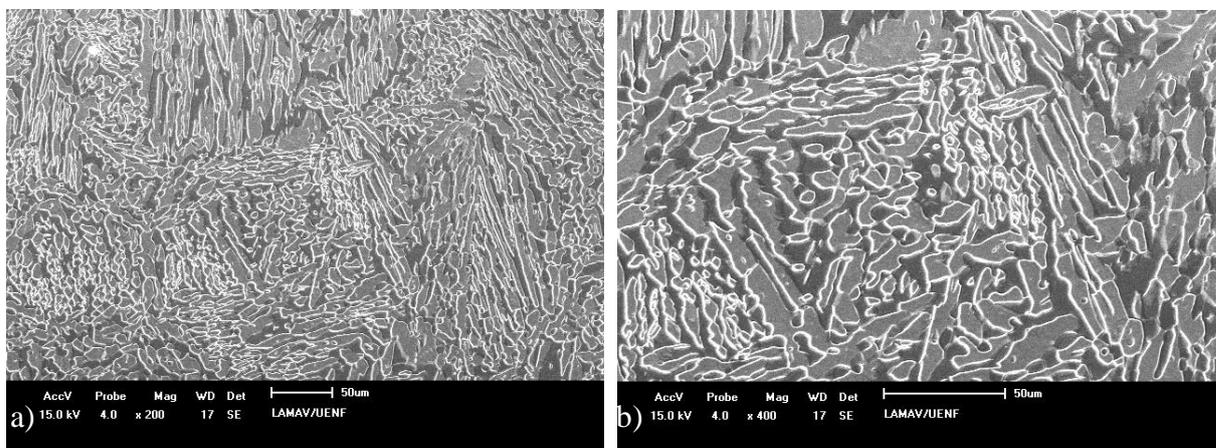


Figura 91: Microestrutura da 1-ZF do aço SAF 2507, submetido a 1100°C por 18min: a) distribuição da morfologia da γ , b) frações entre as fases γ e δ .

A região C-ZF tem uma microestrutura muito parecida com a mostrada na figura 91, como pode-se observar na figura 92.

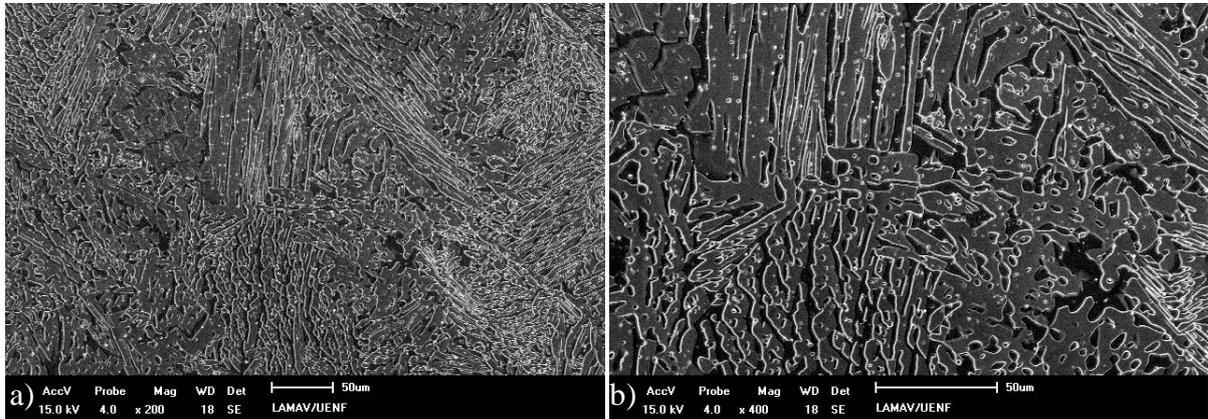


Figura 92: Microestrutura da C-ZF do aço SAF 2507, submetido a 1100°C por 18min: a) distribuição da morfologia da γ , b) frações entre as fases γ e δ .

Além das diferenças nesta ZF se comparada com a dos aços nas outras condições, o aspecto visual dos precipitados também se diferencia. A análise EDS dos precipitados encontrados na C-ZF é mostrada na figura 94.

Os pontos indicam precipitados com maior intensidade de picos de Mo se comparados com os encontrados no aço apenas soldado e diminuição na intensidade de picos de Si.

Como pode ser observado na figura 93, a distribuição da austenita na microestrutura da 3-ZF e os precipitados presentes são muito semelhantes aos da C-ZF. Inclusive, na análise desses pontos, os espectros apresentaram as mesmas características que os mostrados na figura 94.

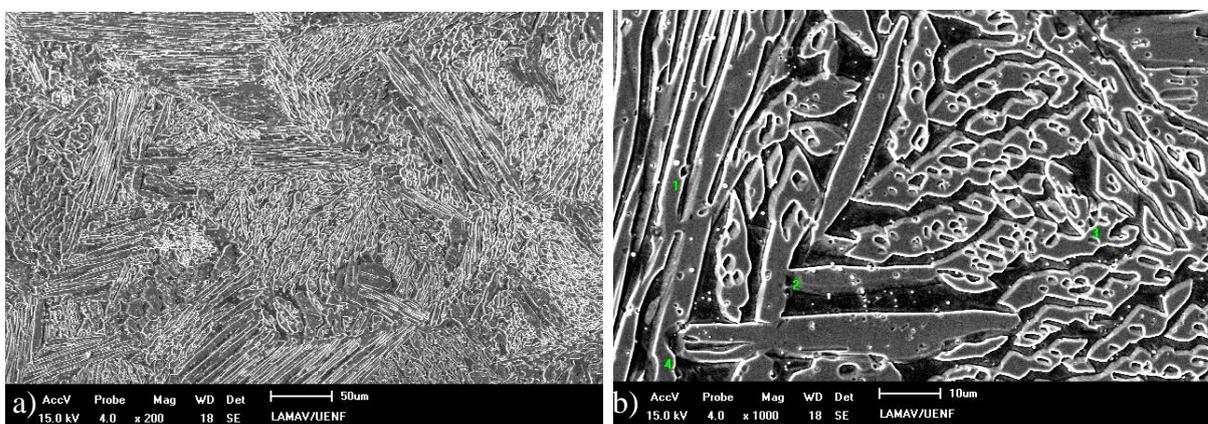


Figura 93: Microestrutura da 3-ZF do aço SAF 2507, submetido a 1100°C por 18min: a) distribuição da morfologia da γ , b) precipitados presentes nas fases γ e δ .

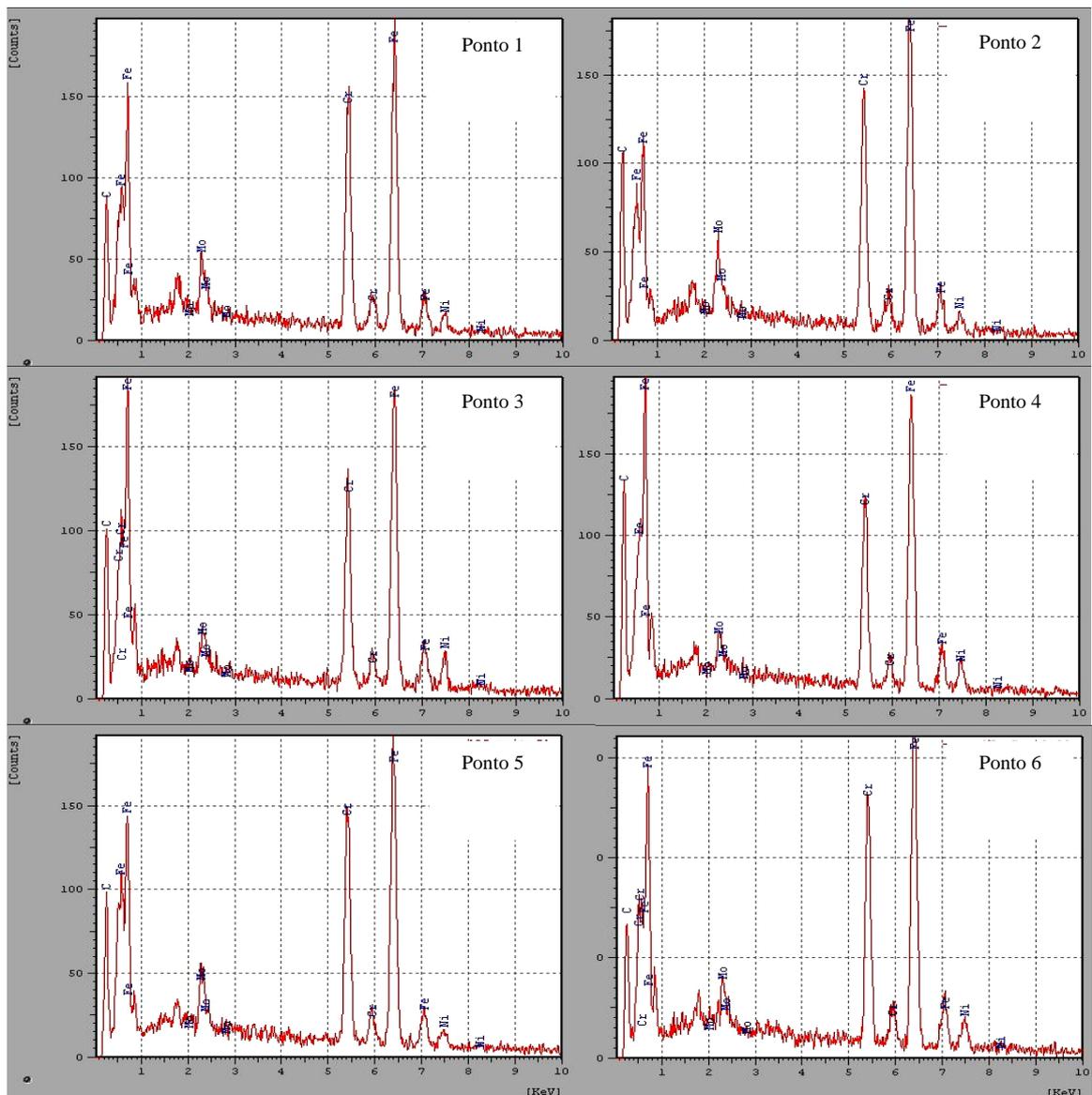
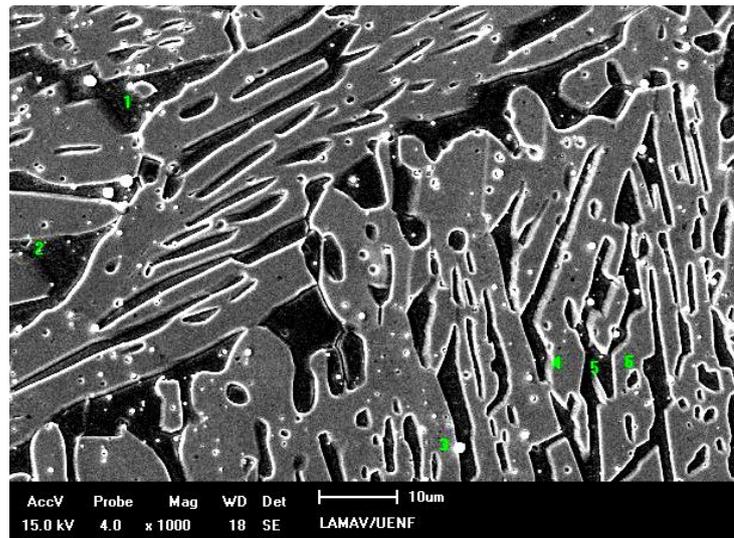


Figura 94: Análise EDS de precipitados na microestrutura da C-ZF do aço SAF 2507, submetido a 1100°C por 18min.

De acordo com o trabalho de Taban (2008), as variações na fração de austenita tendem a diminuir na ZF com o aumento da temperatura do tratamento térmico, ou poderiam ser resultantes da alta temperatura a que a microestrutura do material é submetida durante operações de soldagem. Muthupandi *et al.* (2003) mostram em seu trabalho que isso ocorre devido às altas taxas de resfriamento do metal de solda, fazendo com que a transformação δ - γ seja menor, se comparada com a do metal base. Este pesquisador sugere que os metais de enchimento sejam ligas com teores de Ni de 2 a 4% maiores do que o do metal base para que a razão δ/γ na ZF se mantenha adequada.

4.2.2.5 Material com Tratamento Térmico de Solubilização a 1150°C por 30 min

Para um melhor estudo do efeito do tratamento de solubilização na microestrutura do aço inoxidável superduplex soldado, foi realizado um tratamento à maior temperatura e tempo, 1150°C durante 30 minutos.

A microestrutura do metal base do material tratado nesta condição pode ser observada na figura 95. Analogamente ao material tratado a 1100°C, os grãos das fases estão orientados e também com contornos bem delimitados.

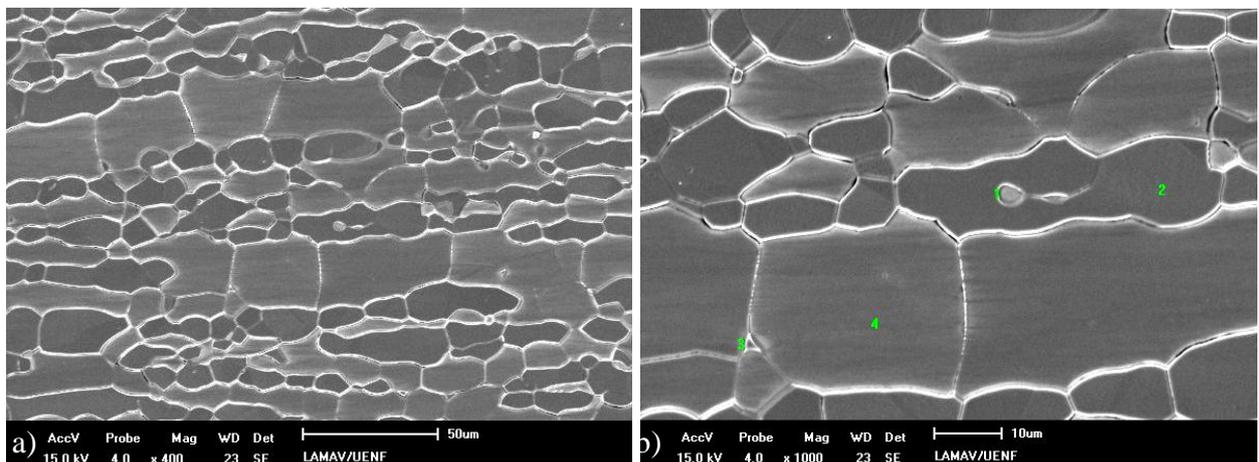


Figura 95: Microestrutura do MB do aço SAF 2507, submetido a 1150°C por 30min: a) distribuição das fases γ e δ , b) identificação dos pontos analisados por EDS.

Através da observação da figura 96, nota-se alguma diferenciação na microestrutura da ZTA do aço com este tratamento se comparada com a mostrada na figura 90. As fases estão com um tamanho maior, em proporções mais

aproximadas onde a fase dispersa δ está presente com diferentes orientações e morfologias.

Cervo *et al.* (2010) em seu trabalho, analisando a microestrutura formada em aços superduplex submetidos a tratamentos térmicos pós-soldagem, verificaram que a maior parte das ilhas de austenita nessa estrutura se dissolvem antes na matriz de ferrita delta durante o período de aquecimento. Este fato justifica o observado nas alterações microestruturais resultantes do tratamento térmico realizado.

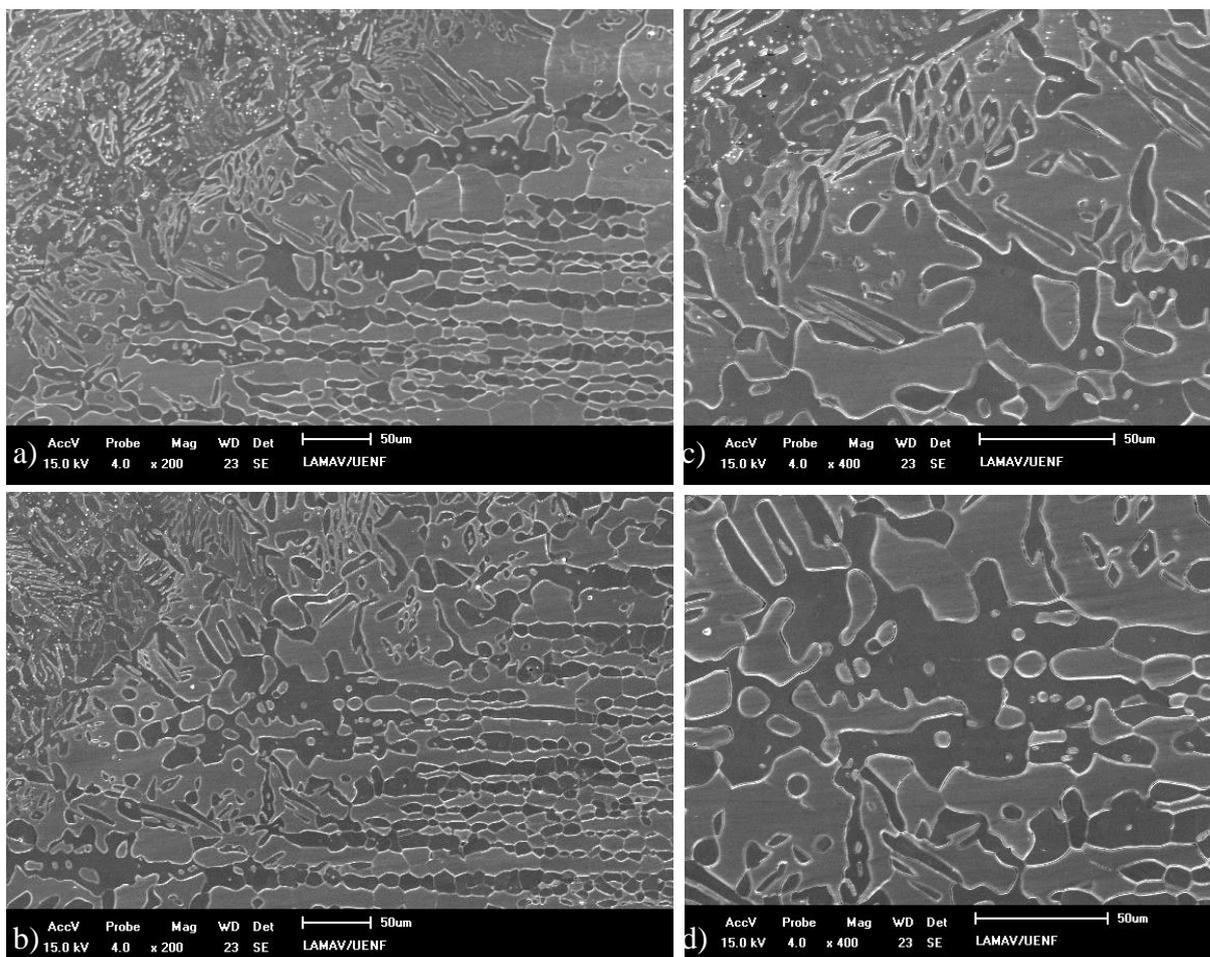


Figura 96: Microestrutura da ZTA do aço SAF 2507, submetido a 1150°C por 30min. a) e c) ZTA próxima a 1-ZF, b) e d) ZTA próxima a 3-ZF.

A cinética de precipitação da austenita, de acordo com Muthupandi *et al.* (2003), acontece no resfriamento, no intervalo de temperatura entre 1300 e 800°C, onde a austenita começa a se precipitar, tanto na ZF quanto na ZTA, nos contornos de grão da ferrita delta devido à maior energia livre destes locais. Na figura 97, são mostradas micrografias da microestrutura da ZF, nas diferentes regiões, visando

caracterizar a formação da austenita nesta região. Estas permitem concluir que, à esta temperatura, a fração das fases se aproxima de forma mais evidente do que os tratamentos anteriores e a morfologia da austenita precipitada consiste basicamente de intragranular e Widmanstätten.

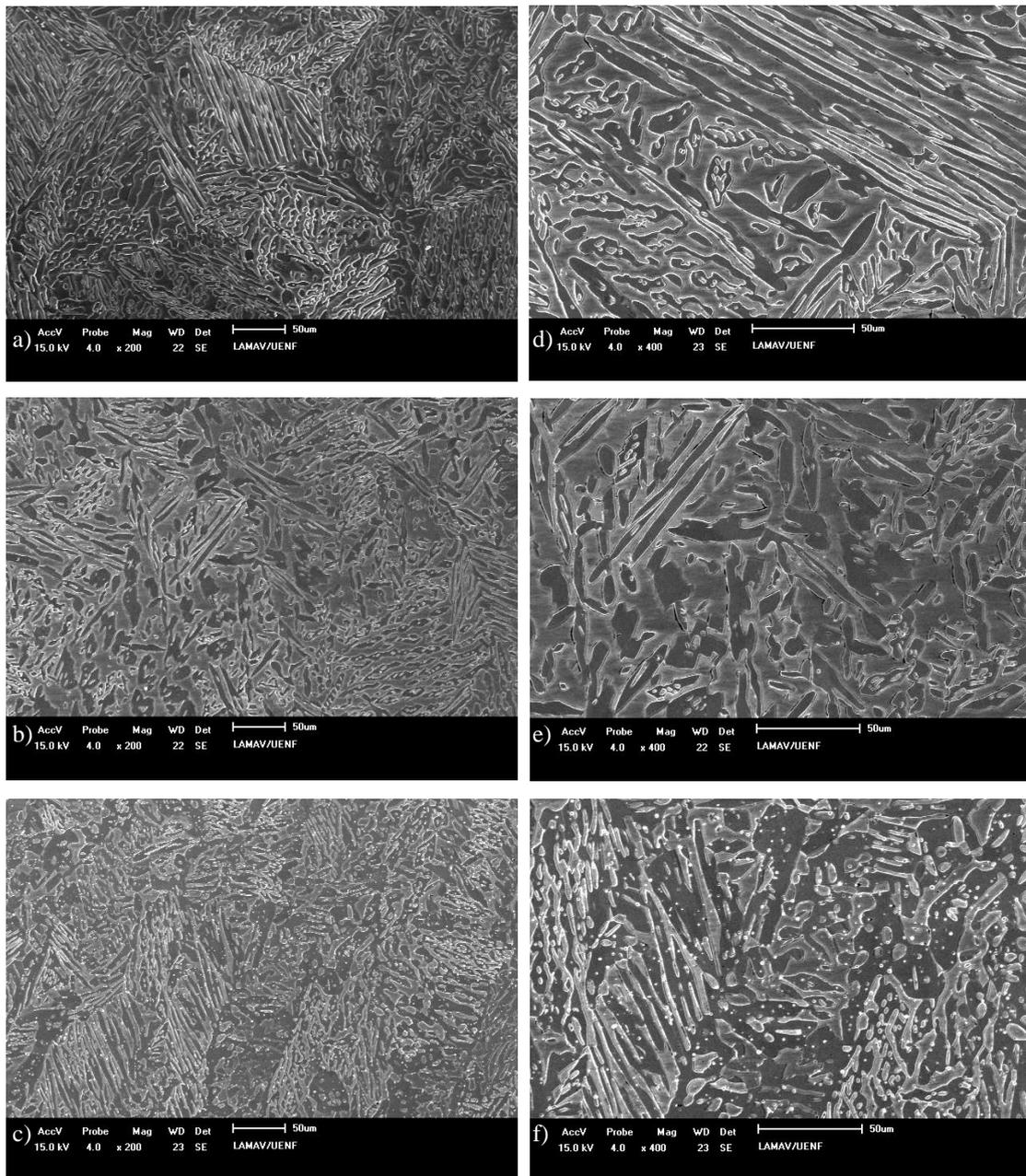


Figura 97: Microestrutura da ZF do aço SAF 2507, submetido a 1150°C por 30min. a), d): 1-ZF, b), e): C-ZF, c), f) 3-ZF.

No trabalho de Cervo *et al.* (2008) utilizando métodos de análise para identificação quantitativa da composição química das fases é mostrada a existência

de uma variação nestas, após tratamentos na faixa de temperatura entre 1050-1150°C. A ferrita apresentou uma diminuição na quantidade de Ni e a austenita uma diminuição, em sua composição química, da quantidade de Mn.

Como discutido anteriormente, a principal dificuldade na aplicação de operações de soldagem está relacionada com as mudanças microestruturais provocadas pelos ciclos térmicos envolvidos. No que se refere aos aços duplex soldados, Nilsson *et al.* (1995), em seu trabalho, consideram ser a principal dificuldade a obtenção de frações da austenita próximas a 50%, fato que considera ser muito importante para evitar a precipitação de fases indesejáveis.

Segundo Ferro *et al.* (2008) em seu trabalho sobre o efeito de tratamentos térmicos pós-soldagem na microestrutura dos aços duplex SAF 2207, mostram ser necessário, geralmente, a realização de um tratamento térmico de solubilização em estruturas destes aços soldados a fim de provocar a sua homogeneização. Os tratamentos térmicos sugeridos consistem em aquecimento do material a temperaturas entre 1050 e 1150°C durante 30 min ou 1 h, seguido por um resfriamento rápido a fim de evitar a precipitação de fases intermetálicas, tais como σ , χ e outras também deletérias.

Neste estudo, mesmo no material tratado com um tempo inferior ao sugerido na pesquisa de Ferro *et al.* (2008) mudanças na microestrutura foram encontradas, e a proposta deste tratamento a 1150°C com um tempo maior foi verificar se maiores alterações seriam encontradas. Os resultados obtidos, relacionados à análise qualitativa da microestrutura foram coerentes com os previstos para esta faixa de temperatura.

CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES

Do estudo do efeito dos tratamentos térmicos pós-soldagem na micro e subestrutura dos aços AISI 347 e SAF 2507, podem-se obter as conclusões apresentadas a seguir:

5.1. Aço Inoxidável Austenítico AISI 347

1. Na análise microestrutural deste aço, na condição como recebido, verificou-se que sua microestrutura monofásica está constituída de grãos austeníticos com pequenos precipitados de carbetos dispersos no seu interior. Também foi observado a presença constante de maclas.
2. Este aço, na condição como soldado, não apresentou mudanças significativas na zona do MB se comparado com a microestrutura do material como recebido. A microestrutura da ZTA apresentou um crescimento de grão com um mecanismo anormal. Nesta observa-se a presença da ferrita delta na forma de precipitados principalmente ao longo dos contornos dos grãos. Na ZF a precipitação da ferrita δ ocorreu com diferentes morfologias, sendo predominantes a morfologia vermicular e laminar. Nesta zona, encontra-se alta concentração de ferrita delta, determinada com fração volumétrica em torno de 23%.
3. A microestrutura, com tratamento térmico de solubilização, da zona do MB não apresentou variações. Na ZTA também se observou o mecanismo de crescimento de grãos anormal. Esta em comparação com a ZTA do material sem tratamento térmico de solubilização, apresenta uma quantidade menor da ferrita delta, que também está precipitada principalmente ao longo dos contornos de grão. Este tratamento foi efetivo na diminuição da ferrita delta, provocando também uma alteração na sua morfologia. A ferrita delta apresentou-se, na microestrutura, mais esférica e menos alongada, ocupando menor fração volumétrica e dispersa inter e intragranularmente. A ZF fundida do material solubilizado se diferencia também do na condição soldado, nesta

pode ser observado uma diminuição da formação de ferrita delta nos contornos de grão da austenita.

4. Os tratamentos térmicos de solubilização e estabilização nas temperaturas realizadas não foram suficientes para a completa dissolução dos carbeto que permaneceram dispersos na microestrutura. Os precipitados encontrados nas diferentes zonas, MB, ZTA e ZF, analisados qualitativamente por EDS possuem, em sua composição química, o predomínio do Fe, Cr, Ni, Mn e Nb, como esperado devido à composição química do aço.

5.2. Aço Inoxidável Superduplex SAF 2507

1. O aço, na condição como soldado, apresenta uma microestrutura do metal base com as fases δ/γ , orientadas e distribuídas em proporções aproximadas, que não sofrem mudanças significativas como resultado do processo de soldagem. Nesta condição, a ZTA apresenta a austenita dispersa com diferentes morfologias, sendo as principais a austenita de Widmanstätten, intragranular e de contorno de grão. Nesta zona, também verificou-se a presença de pequenos carbeto e nitreto. A microestrutura da ZF consiste de uma matriz ferrítica com a precipitação de austenita com as morfologias de contorno de grão, Widmanstätten, e intragranular.
2. O aço tratado a 900°C apresenta uma microestrutura diferente, mesmo o MB apresenta mudanças com este tratamento. Nesta temperatura, a ferrita delta sofreu uma dissolução em diversas outras fases e a austenita se manteve inalterada. A ZTA do aço, tratado nesta temperatura, teve a precipitação de austenita com as morfologias semelhantes às encontradas na ZTA do material soldado. A ZF apresentou as mesmas morfologias da austenita precipitada no aço soldado, porém essa precipitação foi mais grosseira, evidenciando-se mais a austenita com a morfologia de contorno de grão, também apresentou a austenita intragranular e a de Widmanstätten.
3. Com os tratamentos à alta temperatura 1100 e 1150°C, as zonas, MB, ZTA e ZF, em geral, tiveram um comportamento semelhante. O MB manteve as fases alternadas e as frações volumétricas. A microestrutura da ZTA ainda

apresentava partículas de carbeto, e a precipitação da austenita com as mesmas morfologias que na condição soldada. No entanto, a austenita apresenta-se com um tamanho menor, promovendo nesta região a aproximação da razão entre a fração volumétrica das fases. Na ZF percebe-se também a diminuição do tamanho da austenita, as frações volumétricas das fases próximas e que estas não se apresentam orientadas.

4. A microestrutura da ZTA do aço tratado a 1100°C apresentou uma diminuição dos carbeto precipitados, se comparada com a do aço na condição soldado, porém quando tratado a 1150°C, este apresentou novamente uma intensa precipitação.
5. Na análise EDS dos diversos precipitados encontrados na diferentes zonas, MB, ZTA e ZF, identificou-se que possuem na composição química o predomínio do Fe, Cr, Ni, Mo, Mn, e Si, como esperado devido à composição química do aço.

CAPÍTULO 6: SUGESTÕES

1. Verificar a influência dos tratamentos térmicos na microestrutura, relacionando-as com as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão destes aços.
2. Identificar e caracterizar as fases pequenas não identificadas por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura, utilizando-se a microscopia eletrônica de transmissão.

CAPÍTULO 7: REFERÊNCIAS

ASM Handbook. (1990) *Properties and selection: Irons, Steel and High-Performance Alloys*. 10^a ed. USA: ASM International.

Atamert, S., King, J.E. (1992) Super duplex stainless steel - part 1: heat affected zone microstructures. *Materials Science and Technology*. 8(10): 896-912.

Barnhouse, BY E. J., LIPPOLD, J. C. (1998) Microstructure/Property Relationships in Dissimilar Welds Between Duplex Stainless Steels and Carbon Steels. *Welding Journal*. 77(12): 477-487.

Bramfitt, B.C., Benscoter, A.O. (2002) Practices and Procedures for Irons and Steels: The basic etchans for stainless steels. *Metallographe's Guide*. ASM International.

Brooks, J.A., Thompson, A.W. (1991) Microstructural development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless steel welds. *International Materials Reviews*. 36: 16-44.

Brooks, J.A., Thompson, A.W., Willians, J.C. (1984) A fundamental study of the benefical effects of delta ferrite in reducing weld craking. *Welding Journal*. 63(3): 71s-33s.

Bruemmer, S.M., Charlott, L.A. (1986) Development of grain boundary chromiun depletion in type 304 and 316 stainless steels. *Scripta Metallurgica*. 20: 1019-1024.

Callister Jr, W.D. (2008) *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução*. 7^a edição. Rio de Janeiro: LTC.

Castro, R., Cadenet, J. J. (1975) *Welding Metallurgy of Stainless and Heat Resisting Steel*. Cambridge Universidade Press, Londres.

Cervo, R., Ferro, P., Tiziani, A. (2010) Annealing temperature effects on super duplex stainless steel UNS s32750 welded joints. I: microstructure and partitioning of elements. *Journal Materials Science*. 45: 4369-4377.

Chiaverini, V. (1965) *Aços-Carbono e Aços-Liga*. 2^a edição. São Paulo. Associação Brasileira de Metais.

Chiaverini, V. (2005) *Aços e Ferros Fundidos*. 7^a edição. São Paulo: Associação Brasileira de Metais.

David, S.A., Vitek, J.M., Alexander, D.J. (1996) Embrittlement of Austenitic Stainless Steel Welds. *Journal of Nondestructive Evaluation*. 15: 3-4.

Díaz, J.J.D.C., Rodríguez, P.M., Nieto, P.J.G., Fresno, D.C. (2010) Comparative analysis of TIG welding distortions between austenitic and duplex stainless steels by FEM. *Applied Thermal Engineering*. 30: 2448-2459.

- Dobranszky, J., Szabo, P.J., Berecz, T., Hrotko, V., Portko, M. (2004) Energy-dispersive spectroscopy and electron backscatter diffraction analysis of isothermally aged SAF 2507 type superduplex stainless steel. *Spectrochimica Acta Part B*. 59: 1781-1788.
- Dolinšek, S. (2003) Work-hardening in the drilling of austenitic stainless steels. *Journal of Materials Processing Technology*. 133: 63-70.
- Erneman, J., Schwind, M., Liu, P., Nilsson, J.O., Andrén, H.O., Ågren, J. (2004) Precipitation reactions caused by nitrogen uptake during service at high temperatures of a niobium stabilised austenitic stainless steel. *Acta Materialia*. 52: 4337-4350.
- Erneman, J., Schwind, M., Andrén, H.O., Nilsson, J.O., Wilson, A., Ågren, J. (2006) The evolution of primary and secondary niobium carbonitrides in AISI 347 stainless steel during manufacturing and long-term ageing. *Acta Materialia*. 54: 67-76.
- Farahat, A.I.Z., Bitar, T.A.E (2010) Effect of Nb, Ti and cold deformation on microstructure and mechanical properties of austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering A*. 527: 3662-3669.
- Ferro, P., Tiziani, A., Bonollo, F. (2008) Influence of Induction and Furnace Postweld Heat Treatment on Corrosion Properties of SAF 2205 (UNS 31803). *Welding Reserch*. 87: 298s-306.
- Fu, J.W., Yang, Y.S., Guo, J.J., Ma, J.C., Tong, W.H. (2008) Formation of a two-phase microstructure in Fe–Cr–Ni alloy during directional solidification. *Journal Of Crystal Growth*. 311: 132-136.
- Furuhara, M.T.T., Tsuzaki, K. (2001) Microstructure development by thermomechanical processing in duplex stainless steel. *ISIJ*. 41: 571-579.
- Garcia, C., Martin, F., Tiedra, P., Blanco, Y., Lopez, M. (2008) Pitting corrosion of welded joints of austenitic stainless steels studied by using an electrochemical minicell. *Corrosion Science*. 50: 2390-2397.
- Gill, T.P.S., Shankar, V., Pujar and, M.G., Rodriguez, P. (1995) Effect of Composition on The Transformation of δ -ferrite to σ in Type 316 Stainless Steel Weld Metals. *Scripta Metallurgica et Materialia*. 32(10): 595-1600.
- Guan, K.S., Xu, X.D., Xu, H., Wang, Z.W. (2005) Effect of aging at 700°C on precipitation and toughness of AISI 321 and AISI 347 austenitic stainless steel welds. *Nuclear Engineering and Design*. 235: 2485-2494.
- Ghosh, S.K., Mondal, S. (2008) High temperature ageing behaviour of a duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 59: 1776-1783.
- Glownia, J., Kalandyka, B., Hübner, K. (2001) Delta ferrite predictions for cast duplex steels with high nitrogen content. *Materials Characterization*. 47: 149-155.

- Hu, H. (2000) Recovery, recrystallization and grain-growth structures. ASM Handbook. Vol.9. Metallography and Microstructure.
- Hunter, A., Ferry, M. (2002) Phase formation during solidification of AISI 304 austenitic stainless steel. *Scripta Materialia*. 46: 253-258.
- Ibrahim, O.H., Ibrahim, I.S., Ibrahim, S., Khalifa, T.A.F. (2010) Effect of aging on the toughness of austenitic and duplex stainless steel weldments. *Materials Science and Technology*. 26(9): 810-816.
- Karci, F., Karçar, R., Gunduz, S. (2009) The effect of process parameter on the properties of spot welded cold deformed AISI 304 grade austenitic stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*. 209: 4011-4019.
- Kim, S.H., Moon, H.K., Kang, T., Lee, C.S. (2003) Dissolution kinetics of delta ferrite in AISI 304 stainless steel produced by strip casting process. *Materials Science and Engineering*. A356: 390-398.
- Kina, A.Y., Souza, V.M., Tavares, S.S.M., Souza, J.A., Abreu, H.F.G. (2008) Influence of heat treatments on the intergranular corrosion resistance of the AISI 347 cast and weld metal for high temperature services. *Journal of Materials Processing Technology*. 199: 391-395.
- Lima, A.C. (2005) *Efeito do envelhecimento a diversas temperaturas na microestrutura de um aço inoxidável superduplex*. Tese (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais)-Campos dos Goytacazes-RJ, Universidade Estadual do Norte Fluminense-UENF, 92p.
- Liou, H.Y., Hsieh, R.I., Tsai, W.T. (2002) Microstructure and pitting corrosion in simulated heat-affected zones of duplex stainless steels. *Materials Chemistry and Physics*. 74: 33-42.
- Lo, K.H., Shek, C.H., Lai, J.K.L. (2009) Recent Developments in Stainless Steels. *Materials Science and Engineering R*. 65: 39-104.
- Metals Handbook. (1973) *Metallography, Structure and Phase Diagrams*. vol.9, 8ª edição. ASM, Metals Park, Ohio, USA.
- Menezes, J.W.A., Reis, F.E.U., Abreu, H.F.G, Miranda, H.C., Ribeiro, J.E.M., Oliveira, H.R. (2005) Efeito da energia de soldagem sobre a fração volumétrica da fase ferrítica no aço inoxidável duplex UNS S 31803. Anais do 3º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás. Salvador-Ba: Instituto Brasileiro de Petróleo e Gás.
- Michalska, J., Sozańska, M. (2006) Qualitative and quantitative analysis of σ and χ phases in 2205 duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 56: 355-362.
- Modenesi, P. J. (2001) *Soldabilidade dos Aços Austeníticos*. São Paulo: SENAI-SP.

- Moura, V., Kina, A.Y., Tavares, S.S.M., Lima, L.D., Mainier, F.B. (2008) Influence of stabilization heat treatments on microstructure, hardness and intergranular corrosion resistance of the AISI 321 stainless steel. *Journal of Materials Science*. 43: 536-540.
- Muthupandi, V., Srinivasan, P.B., Seshadri, S.K., Sundaresan, S. (2003) Effect of weld metal chemistry and heat input on the structure and properties of duplex stainless steel welds. *Materials Science & Engineering A*. 358: 9-16.
- Neri, M.A., Cola, R. (2001) Analysis of a martensitic stainless steel that failed due to the presence of coarse carbides. *Materials Characterization*. 47: 283- 289.
- Nilsson, J.O. (1992) Super duplex stainless steels. *Materials Science and Technology*. 8: 685-700.
- Nilsson, J.O., Karlsson, L., Andersson, J.O. (1995) Secondary austenite formation and its relation to pitting corrosion in duplex stainless steel weld metal. *Materials Science and Technology*. 11: 276-283.
- Noble, D.N. (1993) Selection of wrought duplex stainless steels. Welding, Brazing and Soldering. *ASM Handbook*, v.6. 10^a edição. USA: ASM International, 471- 480.
- Padilha, F., Guedes, L. C. (1994) *Aços inoxidáveis austeníticos – Microestrutura e propriedades*. São Paulo: Ed. Hemus.
- Phaniraj, M.P., Kim, D.I., Cho, Y.W. (2011) Effect of grain boundary characteristics on the oxidation behavior of ferritic stainless steel. *Corrosion Science*. 53: 4124-4130.
- Pereira, P.A. de S. (2009) Efeito da energia de soldagem na microestrutura de um aço inoxidável duplex e superduplex. Tese (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais)-Campos dos Goytacazes-RJ, Universidade Estadual do Norte Fluminense-UENF, 116p.
- Pessanha, E.C. (2011) Quantificação da ferrita delta e a avaliação da relação microestrutura/propriedades de um aço inoxidável austenítico 347 soldado. Tese (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais)-Campos dos Goytacazes-RJ, Universidade Estadual do Norte Fluminense-UENF, 95p.
- Piekarski. (2001) Effect of Nb and Ti additions on microstructure, and identification of precipitates in stabilized Ni-Cr cast austenitic steels. *Materials Characterization*. 47:181-186.
- Pohl, M., Storz, O., Glogowski, T. (2007) Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 58: 65-71.
- Reed-Hill, R.E. (1992) *Princípios de Metalurgia Física*. RJ: Guanabara Dois.

- Rittoni, M., Mei, P.R., Martins, M. (2010) Efeito do tratamento térmico de solubilização na microestrutura e nas propriedades de impacto do aço inoxidável superaustenítico ASTM A 744 Gr. CN3MN. *Revista Escola de Minas, Ouro Preto*, 63(1): 13-20.
- Sasikala, G., Mathew, M.D., Rao, B.S., Mannan, R.L. (1999) Creep deformation and fracture behaviour of a nitrogen-bearing type 316 stainless steel weld metal. *Journal of Nuclear Materials*. 273: 257-264.
- Shaikh, H., Sivaibharasi, N., Sasi, B., Anita, T., Amirthalingam, R., Rao, B.P.C., Jayakumar, T., Khatak, H.S., Raj, B. (2006) Use of eddy current testing method in detection and evaluation of sensitisation and intergranular corrosion in austenitic stainless steels. *Corrosion Science*. 48: 1462-1482.
- Shek, C.H. Wong, K.W., Lai, J.K.L. (1996) Review of temperature indicators and the use of duplex stainless steels for life assessment. *Materials Science and Engineering*. R19: 153-200.
- Taban, E. (2008) Toughness and microstructural analysis of superduplex stainless steel joined by plasma arc welding. *Journal Materials Science*. 43: 4309-4315.
- Tang, J.E., Halvarsson, M., Asteman, H. Svensson, J.E. (2001) The microstructure of the base oxide on 304L steel. *Micron*. 32: 799-805.
- Tavares, S.S.M., Castro, J.L.G., Côrte, R.R.A., Souza, V.M., Pardal, J.M. (2006) Detecção de pequenos teores de fase sigma e Avaliação dos seus efeitos na resistência à corrosão do aço inoxidável duplex UNS S31803. *ENGEVISTA*. 8(2): 77-82.
- Tavares, S.S., Souza, V.M., Souza, J.A., Kina, A.Y. (2008) Influência dos tratamentos térmicos de estabilização e solubilização na resistência à corrosão intergranular do aço inoxidável AISI 347 fundido. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*. 4(3): 18-22.
- Terada, M., Mitiko, S., Costa, I., Padilha, A.F. (2006) Microstructure and intergranular corrosion of the austenitic stainless steel 1.4970. *Journal of Nuclear Materials*. 358: 40-46.
- Thorvaldsson, T., Dunlop, G.L. (1982) Effect of stabilizing additions on precipitation reactions in austenitic stainless steel. *Metal Science*. 16: 184-190.
- Topolska, S., Labanowski, J. (2009) Effect of microstructure on impact toughness of duplex and superduplex stainless steels. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. 36(2): 142-149.
- Vach, M., Kuníková T., Dománková M., Sevc, P., Caplovic, L., Gogola, P., Janovec, J. (2008) Evolution of secondary phases in austenitic stainless steels during long-term exposures at 600, 650 and 800°C. *Materials Characterization*. 59: 1792-1798.

Vasconcellos, P.I.G. (2008) Soldagem em Campo de Tubos de Aço Inox Duplex e Superduplex. Tese (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais)-Campos dos Goytacazes-RJ, Universidade Estadual do Norte Fluminense-UENF, 92p.

Villanueva, D. M. E., Junior, F. C. P., Plaut, R. L., Padilha, A. F. (2006) Comparative study on sigma phase precipitation of three types of stainless steels: austenitic, superferritic and duplex. *Materials Science and Technology*. 22(9): 1098-1104.

Wainer, E.(ed.), Brandi, S.D.(ed.), Mello, F.D.H. (ed.). (1992) *Soldagem: processos e metalurgia*. São Paulo: E. Blücher.

Yan, H., Bi, H., Li, X., Xu, Z. (2009) Microstructure, texture and grain boundaries character distribution evolution of ferritic stainless steel during rolling process. *Journal of Materials Processing Technology*. 209: 2627-2631.

Yoon, J.H., Yoon, E.P., Lee, B.S. (2007) Correlation of chemistry, microstructure and ductile fracture behaviours of niobium-stabilized austenitic stainless steel at elevated temperature. *Scripta Materialia*. 57: 25-28.

Yoo, O., Oh, Y., Lee, B., Nam, S.W. (2005) The effect of the carbon and nitrogen contents on the fracture toughness of Type 347 austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering A*. 405: 147-157.