



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS
CURSO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS

FRANCISCO STAYNE DE ARRUDA RIBEIRO

APLICAÇÃO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE MICROSCOPIA PARA A
QUANTIFICAÇÃO DE FASES DELETÉRIAS PRESENTES NO AÇO INOXIDÁVEL
SUPERDUPLEX UNS S32750

FORTALEZA

2017

FRANCISCO STAYNE DE ARRUDA RIBEIRO

APLICAÇÃO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE MICROSCOPIA PARA A
QUANTIFICAÇÃO DE FASES DELETÉRIAS PRESENTES NO AÇO INOXIDÁVEL
SUPERDUPLEX UNS S32750

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Metalurgia.

Orientador: Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva

FORTALEZA

2017

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca Universitária

Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

- R369a Ribeiro, Francisco Stayne de Arruda.
Aplicação de Diferentes Técnicas de Microscopia para Quantificação de Fases Deletérias Presentes no Aço Inoxidável Superduplex UNS S32750 / Francisco Stayne de Arruda Ribeiro. – 2017.
59 f. : il. color.
- Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Curso de Engenharia Metalúrgica, Fortaleza, 2017.
Orientação: Prof. Cleiton Carvalho Silva.
1. Aços. 2. Fases. 3. Quantificar. 4. Resistência. 5. Corrosão. I. Título.
- CDD 669
-

FRANCISCO STAYNE DE ARRUDA RIBEIRO

APLICAÇÃO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE MICROSCOPIA PARA A
QUANTIFICAÇÃO DE FASES DELETÉRIAS PRESENTES NO AÇO INOXIDÁVEL
SUPERDUPLEX UNS S32750

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Metalurgia.

Aprovada em: __/__/____.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva (Orientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Walney Silva Araújo
Universidade Federal do Ceará (UFC)

À Deus.

Aos meus pais, Francisco Ribeiro Barbosa e
Maria Silanir de Arruda Ribeiro.

AGRADECIMENTOS

A Deus, pelo dom da vida, pela saúde e inteligência a mim dados, por me guiar nas escolhas da vida e não permitir que eu desistisse dos meus objetivos.

Aos meus pais Francisco e Silanir, pela educação e todo amor que sempre me deram, por todos os conselhos, pela dedicação e apoio as minhas decisões. Vocês são meus exemplos de pessoas e minha inspiração de vida.

A minha vó Estela, por me acolher em sua casa e não medir esforços em me oferecer conforto e tranquilidade para que eu pudesse concluir minha graduação, por todo o amor e esforço dedicados a minha educação.

A minha tia Silma, pelos conselhos e pela motivação repassada durante essa trajetória. Por seu empenho e cuidados dados a mim em todas as dificuldades encontradas.

Ao Prof. Dr. Cleiton Carvalho da Silva, pela amizade, pela paciência e por me orientar de forma espetacular, agradeço por sua contribuição através de incentivos, conselhos e sugestões no decorrer da minha graduação.

Aos meus amigos de graduação Igor, Giovanni, Lucas, Bruno, Gustavo, Ronaldo, Gabriel, Narain, Diego, Guilherme e Jammil, pois eles foram essenciais durante a jornada feita esses últimos anos, me auxiliando sempre que necessário e sendo companheiros em todos os momentos.

A Universidade Federal do Ceará (UFC) e os respectivos laboratórios que permitiram o desenvolvimento deste trabalho.

“A persistência é o caminho do êxito”.

Charles Chaplin

RESUMO

Os aços inoxidáveis superduplex são utilizados devido suas características serem superiores aos dos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos, eles possuem elevada resistência mecânica e resistência a corrosão. Suas propriedades estão estreitamente ligadas a sua microestrutura de duas fases cristalinas, a ferrita e a austenita. A melhor relação de volume entre essas fases é 1:1. Processos com temperaturas extremas, como soldagem, podem modificar a proporção ideal das fases devido a precipitação de fases secundárias, que são prejudiciais as propriedades do material, daí a necessidade de se estudar diferentes técnicas de quantificação de fases nos aços inoxidáveis superduplex. Neste trabalho foram realizados tratamentos térmicos no aço inoxidável superduplex UNS S32750 com intuito de proporcionar a precipitação de fases secundárias, totalizando 7 (sete) amostras com diferentes frações de ferrita e austenita. Diferentes técnicas foram utilizadas para quantificar as fases, microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando modo BSE, difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e ferritoscópio. Os resultados da quantificação da fração volumétrica das fases obtidas por metalografia quantitativa foram os esperados para cada técnica utilizada, dando importância e avaliando as vantagens e limitações de cada técnica.

Palavras-chave: Aços. Fases. Resistência. Quantificar.

ABSTRACT

Superduplex stainless steels are used due to their characteristics are superior to those of ferritic and austenitic stainless steels, they have high mechanical strength and corrosion resistance. Its properties are closely linked to their crystalline two-phase microstructure, ferrite and austenite. The best volume ratio between these phases is 1: 1. Processes with extreme temperatures, such as welding, can modify the ideal proportion of the phases due to precipitation of secondary phases, which are detrimental to the properties of the material, hence the need to study different techniques of phase quantification in super duplex stainless steels. In this work, thermal treatments were performed on the stainless steel superduplex UNS S32750 in order to provide the precipitation of secondary phases, totaling 7 (seven) samples with different fractions of ferrite and austenite. Different techniques were used to quantify phases optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) using BSE mode, backscattered electron diffraction (EBSD) and ferritescope. The results of the quantification of the volumetric fraction of the phases obtained by quantitative metallography were those expected for each technique used, giving importance and evaluating the advantages and limitations of each technique.

Keywords: Stainless steels. Phases. Resistance. Quantify.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Microestrutura do AISD UNS S32750 sendo a ferrita (escura) e austenita (clara). .	17
Figura 2 - Diagrama TTT esquemático e a influência dos elementos de liga na precipitação de fases secundárias em AID.....	20
Figura 3- Escaneamento em linha da composição química do aço inoxidável duplex 2205 com presença de fase sigma em sua microestrutura, demonstrando a variação de Cr e Mo.....	22
Figura 4 – Desenho esquemático mostrando a formação de fase sigma em um AID por decomposição eutetóide da fase ferrita.....	23
Figura 5 – As três morfologias da fase sigma (σ), macia para 950 °C (a), lamelar 850 °C (b) e coral para 750 °C (c).....	23
Figura 6 – Formação da fase chi e crescimento da fase sigma em um aço inoxidável duplex.	24
Figura 7 - Volume de interação: a) localização dos sinais emitidos pela amostra; b) relação de voltagem para elementos leves e pesados.	29
Figura 8- Interação do feixe eletrônico com a superfície da amostra.....	30
Figura 9- Linhas de Kikuchi.....	32
Figura 10- Mapa de fases do AISD UNS S32750	33
Figura 11- Esquema de funcionamento do ferritocópio	33
Figura 12- Fluxograma da metodologia do estudo	34
Figura 13- Forno utilizado para realização dos tratamentos térmicos.....	35
Figura 14- Microscópio ótico ZEISS	36
Figura 15- Microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	37
Figura 16- Microestrutura do SAF 2507 como recebido. Ferrita (fase escura) e Austenita (fase clara). Microscopia ótica, ataque eletrolítico com solução de NaOH.	39
Figura 17- (a) Micrografia da amostra tratada termicamente por 10 minutos. (b) Respectiva imagem segmentada	40
Figura 18- (a) Micrografia da amostra tratada termicamente por 20 minutos. (b) Respectiva imagem segmentada.	41
Figura 19- (a) Micrografia da amostra tratada termicamente por 30 minutos. (b) Respectiva imagem segmentada.	42
Figura 20- (a) Micrografia da amostra tratada termicamente por 40 minutos. (b) Respectiva imagem segmentada.	42
Figura 21- (a) Micrografia da amostra tratada termicamente por 50 minutos. (b) Respectiva imagem segmentada.	43

Figura 22- (a) Micrografia da amostra tratada termicamente por 60 minutos. (b) Respectiva imagem segmentada.	43
Figura 23- (a) Microestrutura obtida no MEV modo BSE do aço UNS S32750 tratado termicamente por 10 minutos (b) Imagem de segmentação obtida no SVRNA.	45
Figura 24- (a) Microestrutura obtida no MEV modo BSE do aço SAF 2507 tratado termicamente por 20 minutos. (b) Imagem de segmentação obtida no SVRNA.	45
Figura 25- (a) Microestrutura obtida no MEV modo BSE do aço SAF 2507 tratado termicamente por 40 minutos. (b) Imagem de segmentação obtida no SVRNA.	46
Figura 26- (a) Microestrutura obtida no MEV modo BSE do aço SAF 2507 tratado termicamente por 50 minutos (b) Imagem de segmentação obtida no SVRNA.	47
Figura 27- (a) Microestrutura obtida no MEV modo BSE do aço SAF 2507 tratado termicamente por 60 minutos. (b) Imagem de segmentação obtida no SVRNA.	47
Figura 28- Mapeamento de fases obtidos pela análise de EBSD. Itens a) amostra envelhecida por 10 minutos b) amostra envelhecida por 30 minutos c) amostra envelhecida por 40 minutos d) amostra envelhecida por 50 minutos e) amostra envelhecida por 60 minutos.....	50
Figura 29- Gráfico referente aos resultados de quantificação das técnicas utilizadas no trabalho	52

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades mecânicas de algumas ligas de AID e AISD.....	18
Tabela 2 - Principais fases observadas nos aços inoxidáveis duplex e superduplex.	21
Tabela 3– Composição química das fases	21
Tabela 4 - Composição química do AISD UNS S32750	34
Tabela 5 - Valores obtidos pelas análises de EBSD.....	49
Tabela 6 - Exposição dos valores médios de ferrita obtidos pelo ferritoscópio.	51
Tabela 7- Exposição dos resultados de quantificação obtidos no trabalho.....	52

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	15
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	17
2.1	Aço inoxidável duplex.....	17
2.2	Aço inoxidável superduplex.....	18
2.3	Fases Deletérias.....	19
2.3.1	Fase Sigma (σ).....	22
2.3.2	Fase Chi (χ).....	23
2.3.3	Nitretos de Cromo.....	24
2.3.4	Austenita Secundária (γ_2).....	25
2.3.5	Carbonetos de cromo.....	26
2.4	Técnicas para identificação da presença de fases deletérias.....	26
2.4.1	Microscópio Ótico (MO).....	27
2.4.2	Microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	28
2.4.2.1	Elétrons Secundários (“secondary electron” – SE).....	29
2.4.2.2	Elétrons Retroespalhados (“backscattering electron”- BSE).....	30
2.4.2.3	Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD).....	31
2.4.3	Ferritoscópio.....	33
3	Materiais e Métodos.....	34
3.1	Materiais.....	34
3.2	Metodologia.....	34
3.2.1	Tratamento Térmico.....	35
3.2.2	Caracterização Microestrutural.....	35
3.2.2.1	Preparação das amostras.....	35
3.2.2.2	Análise por Microscopia ótica (MO).....	36
3.2.2.3	Análise por Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	36
3.2.2.4	Análise utilizando ferritoscópio.....	37

3.2.2.5	Quantificação das fases deletérias.....	37
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	39
4.1	Microscopia Ótica e Quantificação de Fases	39
4.2	Analises Utilizando MEV (BSE)	44
4.3	EBSD	48
4.4	Análise de Ferritoscópio	51
4.5	Comparativo de Resultado das Técnicas	51
5	CONCLUSÃO.....	54
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	55
	REFERÊNCIAS	56

1 INTRODUÇÃO

O petróleo é uma das principais fontes de energia do mundo e um dos recursos naturais não renováveis mais utilizados como matéria prima na fabricação de produtos dos mais diversos ramos da indústria.

Vários materiais são empregados nas indústrias pertencentes ao setor de extração de petróleo e gás natural, tais materiais são submetidos a condições severas de temperatura e geralmente estão em contato com fluidos extremamente corrosivos ou contendo abrasivos, devido à presença de dióxido de carbono (CO_2) e sais como cloreto de sódio. Desse modo os materiais empregados devem possuir alta resistência à corrosão e mecânica.

Atualmente as indústrias do setor de petróleo e gás natural empregam, em uma grande parcela de seus equipamentos, aços inoxidáveis para suportar a alta agressividade dos fluidos nas mais diversas etapas de processamento e de transporte do petróleo e seus derivados. Com recente destaque para os aços inoxidáveis duplex (AID) e superduplex (AISD) que são ligas do tipo Fe-Cr-Ni que possuem, na condição como solubilizada, uma microestrutura composta por duas fases: ferrita (α) e austenita (γ) em proporções praticamente iguais. Sendo esta microestrutura bifásica que lhes permite aliar boas propriedades mecânicas a uma excelente resistência à corrosão.

Quando o AISD está exposto a temperaturas entre 300°C a 1000°C devido suas condições de operação, ciclos térmicos de soldagem, envelhecimentos térmicos ou tratamentos térmicos, esses aços sofrem um reaquecimento que propiciam a formação de fases secundárias como a fase sigma e a fase chi que diminuem as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão, deixando o material susceptível à formação de falhas como trincas, que se propagam no material e o danificam.

A queda de resistência à corrosão ocorre devido ao roubo de cromo da matriz do material, diminuindo então a quantidade de cromo necessária para a formação da camada passivadora que protege o aço.

As técnicas utilizadas na detecção de fases prejudiciais as propriedades mecânicas e de resistência a corrosão desses aços, em especial os AISD estão determinadas pelas normas ASTM A923 em que consiste a análise com ataque de NaOH, análise de Charpy e análise de corrosão com cloreto férrico. Esses ensaios são destrutivos e não indicados para a análise em campo nos equipamentos industriais.

O presente trabalho tem como objetivo utilizar diferentes técnicas de caracterização, microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração

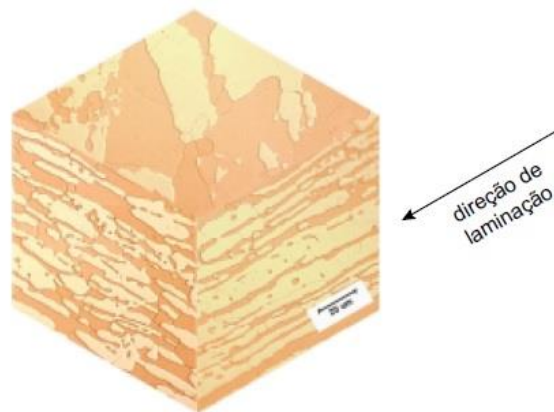
de elétrons retroespalhados (EBSD) para poder identificar e quantificar fases secundárias que são prejudiciais as propriedades dos AISD e assim conseguir determinar qual a técnica que apresenta os resultados mais confiáveis.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aço inoxidável duplex

Os aços inoxidáveis duplex (AID) são ligas bifásicas e quando na condição solubilizada, são compostas por ferrita e austenita. Estas ligas são baseadas no sistema Fe-Cr-Ni que possuem tipicamente em sua composição química: 22% de Cr; 5% de Ni e 3% de Mo; e teores menores que 0,03% de C, podendo ainda possuir pequenas adições de N, W e Cu (NILSSON, 1992). A proporção de fases observado em um AID, de ferrita e austenita depende da composição química e do processamento termomecânico ao qual esta liga foi submetida. Assim, para obter uma microestrutura balanceada em um AID laminado, o processo de laminação é feito no campo bifásico seguido de um tratamento térmico de solubilização que varia na faixa de temperatura de 1050 a 1150°C, e um resfriamento rápido até a temperatura ambiente para evitar a formação de fases secundárias. Logo, considerando que a composição química da liga foi ajustada, inclusive pela adição de elementos estabilizadores da austenita, tem-se uma microestrutura bifásica em que a fração volumétrica de ferrita varia entre 45 e 50% (MENEZES, 2005; MUTHUPANDI *et al.*, 2005).

2.1.1 *Figura 1- Microestrutura do AISD UNS S32750 sendo a ferrita (escura) e austenita (clara).*



Fonte: RAMIREZ, 2001.

Os AID surgiram da necessidade de criar um material que conciliasse as características de ambos os aços austeníticos e ferríticos. Esta composição de microestrutura mista, de ferrita e austenita em percentagens semelhantes promove a combinação de propriedades desejadas, tais como: elevada resistência mecânica, resistência à corrosão

intergranular, por pites e corrosão sob tensão; menor expansão e maior condutibilidade térmica que os austeníticos; boa aptidão à deformação plástica, soldabilidade e elevada resistência ao impacto (SANTOS, 2004).

Tabela 1 – Propriedades mecânicas de algumas ligas de AID e AISD.

Classificação	Limite de resistência ao escoamento (σ_y)	Limite de resistência à tração (σ_r)	Alongamento	Dureza
UNS	[Mpa]	[Mpa]	[%]	[HB]
S31200	450	690	25	280
S31500	440	630	30	290
S31803	450	620	25	290
S32304	400	600	25	290
S32550	550	760	15	297
S32750	550	800	15	310
S32760	550	750	25	270
S32900	485	620	20	271
S32950	485	690	20	209

Fonte: Adaptado de (Batista, 2012, p.6).

2.2 Aço inoxidável superduplex

Os aços inoxidáveis superduplex (AISD), foram desenvolvidos devido o grande interesse em aprimorar as propriedades dos aços inoxidáveis duplex (AID). Estes aços são conhecidos como uma variação dos AID, o que os diferenciam é o fato de possuírem o índice de resistência à corrosão por pites (PRE) acima de 40 (SANTOS, 2013). Os AISD possuem maiores teores de Cr, Mo e N com a composição química típica 25% Cr – 7% Ni – 4% Mo – 0,3% N. Esta composição resulta em boa resistência mecânica e resistência à corrosão, especialmente à corrosão sob tensão em ambientes contendo H₂S (TABAN, 2008). Tais características foram relevantes para que estes aços sejam frequentemente selecionados em substituição aos aços inoxidáveis austeníticos, em diversas aplicações onde a corrosão sob tensão e corrosão por pites são relevantes, como na indústria do papel e celulose, petrolífera e em aplicações *off-shore* (TABAN, 2008; NILSSON, 2007; RAMIREZ, 2001).

Os AID e AISD são susceptíveis à corrosão por pites, porém são mais resistentes dos que os demais aços. O processo de nucleação dos pites ocorre preferencialmente em interfaces, austenita/ferrita e ferrita/ferrita por exemplo. Logo, as interfaces entre austenita e ferrita tornam-se susceptíveis à nucleação dos pites e é intensificado, caso haja nessas interfaces, sulfetos e/ou fases intermetálicas que empobrecem a região à sua volta em cromo e molibdênio (VALENTIN, 2013).

A maioria das fases intermetálicas que precipitam nos AID e AISD, são em geral ricas em cromo e molibdênio, fator que pode causar redução destes elementos na matriz. O empobrecimento da matriz favorece a formação de pequenas regiões empobrecidas destes elementos, também ocasionando um desequilíbrio eletroquímico, tornando a região um pá galvânico, com matriz anódica e precipitação catódica o que pode levar à alterações das propriedades mecânicas do material, além de influenciar fortemente os processos de corrosão e trincamento associado à corrosão sob tensão (CST) (VALENTIN 2013).

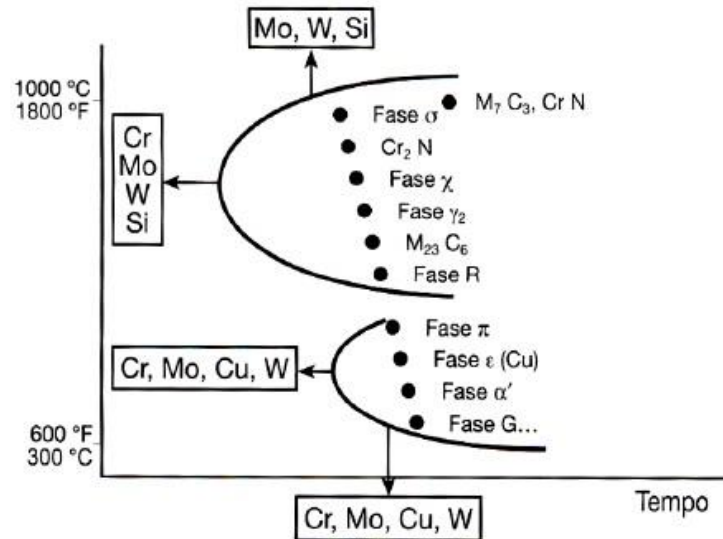
2.3 Fases Deletérias

Os aços inoxidáveis duplex e superduplex fazem parte de sistemas termodinamicamente metaestáveis na condição solubilizada e resfriada em água, sendo que a estrutura estável em altas temperaturas passa a ser metaestável em temperatura ambiente, e para qualquer insumo de energia na forma de calor que receberem, sempre haverá uma forte tendência termodinâmica de alcançarem uma condição de equilíbrio mais estável, e isso implica em precipitação de fases secundárias ou deletérias (GIRÃO, 2015).

Durante processo de soldagem ou tratamento térmico, fases secundárias podem ser formadas no intervalo de temperatura de 300-1000 °C, como pode ser visto na figura 2 a formação dessas fases secundárias geram zonas pobres em cromo na microestrutura e isso pode afetar drasticamente as propriedades mecânicas, as de resistência à corrosão, também podem ocasionar diminuição na tenacidade e capacidade de deformação do material (NILSSON, 1992; POHL, 2007; SATHIRACHINDA, 2011). Essas fases geralmente coexistem e é bem complicado poder separar as contribuições relativas de cada fase. (NILSSON, 1992).

A figura 2 mostra o diagrama tempo-temperatura-transformação (TTT) esquemático dessas fases deletérias sendo essas: fase sigma (σ), fase chi (χ), fase R, fase τ , fase π , Cr₂N, CrN, austenita secundária (γ_2), carbonetos do tipo M₂₃C₆ e M₇C₃, e outras.

Figura 2 - Diagrama TTT esquemático e a influência dos elementos de liga na precipitação de fases secundárias em AID.



Fonte: COLPAERT, 2008.

As fases secundárias mais frequentemente relacionadas à soldagem e tratamentos térmicos das ligas duplex e superduplex são sigma (σ), chi (χ), austenita secundária (γ_2) e nitretos.

As diversas transformações estruturais que ocorrem nos aços AID e AISD estão relacionadas a ferrita (δ), pois a taxa de difusão nesta fase é cem vezes mais rápida do que na austenita (γ), devido ao menor parâmetro de rede da estrutura cristalina CCC. Além disso, a ferrita é enriquecida em Cr e Mo, que são conhecidos por promover a precipitação de fases intermetálicas. A solubilidade desses elementos diminui na ferrita conforme o decréscimo da temperatura, aumentando a possibilidade de precipitação destes compostos durante o tratamento térmico (PARDAL, 2009).

Tabela 2 - Principais fases observadas nos aços inoxidáveis duplex e superduplex.

Fases Precipitadas	Composição Química	Estrutura Cristalina	Temperatura Precipitação	Localização Preferencial
Sigma (σ)	$(Fe,Ni)_x(CrMo)_y$	Tetragonal de Corpo Centrado	600-1000	Interface δ/γ
Nitreto de cromo	Cr_2N	Hexagonal	700-900	Intergranular na δ
	CrN	Cúbica		
Chi (χ)	$Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$	Cúbica de Corpo Centrado	700-900	Interface δ/γ
Carboneto	M_7C_3		950-1050	Interface δ/γ
	$M_{23}C_6$	Cúbica de Corpo Centrado	550-950	Interface δ/γ
Alfa linha (α')		Cúbica de Corpo Centrado	350-750	Intergranular na δ
Austenita secundária (γ_2)		Cúbica de Face Centrado	600-1000	Interface δ/γ e δ

Fonte: Adaptado de (Pardal, 2009, p.52)

Tabela 3– Composição química das fases

Composição química					
Fase	Fe	Cr	Ni	Mo	Outros
Ferrita (δ)	54,5	27,9	8,4	2,9	0,05 N
Austenita (γ)	55,5	27	10	3,6	0,54 N
Austenita secundária (γ_2)	56,8	25,3	11,2	2,4	0,19 N
Nitreto (Cr_2N)	4,6	85,5	-	4,8	5,1 V N
Nitreto (CrN)	5,8	83,1	-	9,3	1,8 Mn N
Carboneto ($M_{23}C_6$)	35	60	2	3	C
Chi (χ)	48,2	26,7	3,3	21,8	-
Sigma (σ)	55	29	5	11	-

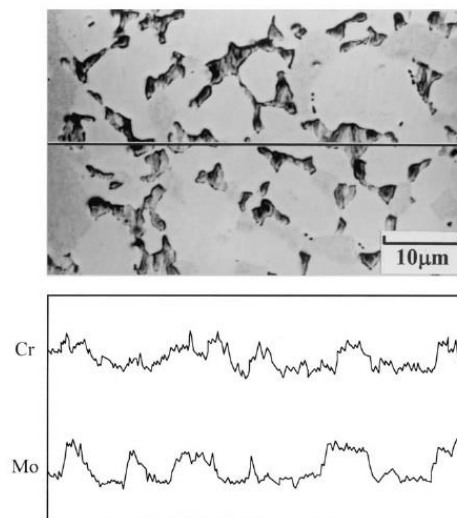
Fonte: Adaptado de (LONDOÑO, 2001).

2.3.1 Fase Sigma (σ)

A fase sigma é a fase secundária mais indesejada e conseqüentemente a mais estudada que pode ocorrer nos AID. Caracteriza-se pela alta dureza, aproximadamente 940 HV ou 68 HRC, fragilidade e o alto teor de elementos como Cr, Mo, Si e W. Pode ser formada em sistemas binários, terciários e quaternários como: Fe–Cr, Fe–Mo, Fe–V, Fe–Mn, Fe–Cr–Ni, Fe–Cr–Mo, Fe–Cr–Mn e Fe–Cr–Ni–Mo (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

Como relatado anteriormente, a fase σ é uma fase muito dura e sua precipitação tem efeito significativo na redução da tenacidade. A redução do limite de escoamento também é atribuída à precipitação de fase σ . A redução na resistência à corrosão provocada pela presença de fase σ ocorre devido a um mecanismo de empobrecimento de elementos passivadores, principalmente Cr e Mo, análogo ao da formação de nitretos (KARLSSON, 1992; LI, 2009).

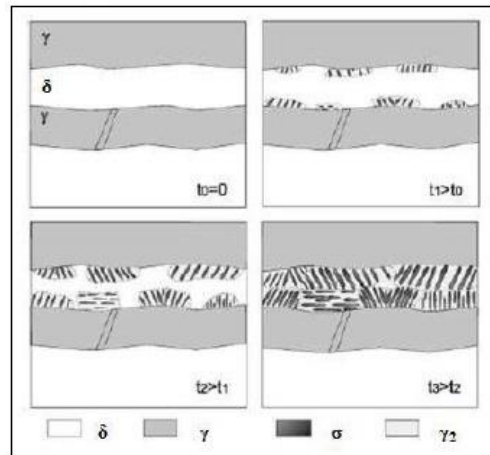
Figura 3- Escaneamento em linha da composição química do aço inoxidável duplex 2205 com presença de fase sigma em sua microestrutura, demonstrando a variação de Cr e Mo.



Fonte: Chen et al. (2002).

A fase sigma nucleia na interface ferrita/austenita no início do envelhecimento e aumenta consumindo preferencialmente a fase ferrita (MAGNABOSCO, 2005). Também pode se formar na austenita em torno da austenita secundária (REED *et al*, 1999) e em alguns casos está associada com precipitados de Cr_2N .

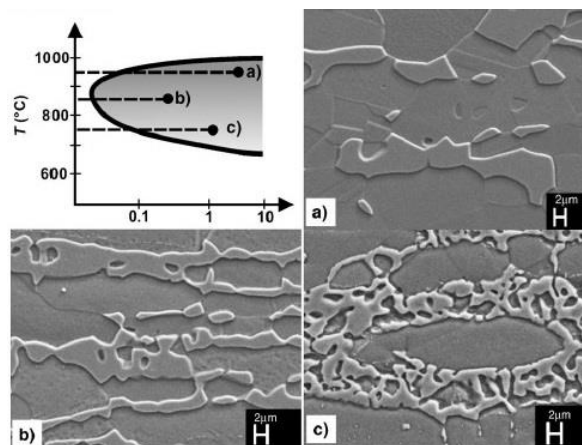
Figura 4 – Desenho esquemático mostrando a formação de fase sigma em um AID por decomposição eutetóide da fase ferrita.



Fonte: Adaptado de (Padilha, 2006, p.897)

A fase sigma tem três morfologias, que ocorrem em temperaturas distintas de tratamento. A Figura 5a apresenta uma morfologia mais macia obtida para tratamentos acima de 900 °C, já a Figura 5b apresenta uma forma lamelar, geralmente a temperaturas 850 °C e por fim na Figura 5c com morfologia em forma de coral, para tratamentos de exposição a 750 °C (POHL, 2007).

Figura 5 – As três morfologias da fase sigma (σ), macia para 950 °C (a), lamelar 850 °C (b) e coral para 750 °C (c).



Fonte: POHL. et al, 2007.

2.3.2 Fase Chi (χ)

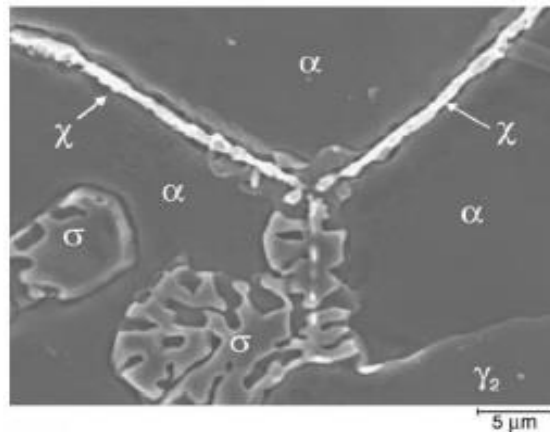
A fase Chi é semelhante a fase sigma, por ser uma fase frágil e indesejável, além de comprometer tanto a resistência à corrosão, quanto a tenacidade em um AID. Possui estrutura cúbica de corpo centrado, é rica em Cr e Mo, sendo frequentemente encontrada nos AID quando

estes são expostos à temperaturas na faixa de 700-900°C. As composições para a fase Chi variam de 20-28% Cr, 3-5% Ni e 9-22% Mo em aços que não possuem W em sua composição, e 4-17% Mo e 3-16% W nos AID que possuem até 4,3% W (ESCRIBA *et al.*, 2009).

Assim, como a fase sigma, a fase χ é localizada preferencialmente nos contornos de α/α e nas interfaces γ/α . (OLIVEIRA, 2014).

É considerada uma fase metaestável, pois é dito na literatura que a fase χ facilita a formação da fase sigma, coexistindo com essa fase que é mais termodinamicamente estável. Foi observado na liga SAF 2507, envelhecida isotermicamente, que a fase χ precipita primeiro e em menor quantidade que a fase sigma (NILSON, 1996). A coexistência da fase sigma como a fase chi é mostrada na Figura 6.

Figura 6 – Formação da fase chi e crescimento da fase sigma em um aço inoxidável duplex.



Fonte: POHL. Et al, 2007.

2.3.3 Nitretos de Cromo

A precipitação dos nitretos de cromo (Cr_2N na forma de bastonetes ou CrN na forma de plaquetas) ocorre no intervalo de temperatura de 900 a 700°C nos AID e AISD, um super resfriamento a partir de temperaturas altas ocasiona uma supersaturação de nitrogênio na ferrita. Como a ferrita apresenta baixa solubilidade para esse elemento, ele irá se ligar ao cromo, formando esses nitretos (OLIVEIRA, 2014).

Durante o resfriamento, partindo do campo ferrítico, há uma competição entre a precipitação da austenita e dos nitretos de cromo. Se a porcentagem de austenita formada for próxima do valor do equilíbrio, o nitrogênio será totalmente dissolvido nela e não haverá nitrogênio disponível para formar nitreto de cromo na ferrita, contudo, se isso não acontecer, a

precipitação de austenita será impedida e a ferrita fica supersaturada em nitrogênio e precipitará o nitreto de cromo (OLIVEIRA, 2014).

A precipitação dos nitretos de cromo diminui a resistência à corrosão dos AISD facilitando a corrosão localizada nas regiões adjacentes aos nitretos de cromo, onde a quantidade de cromo é menor que a da matriz do aço, tornando essa zona empobrecida em cromo mais susceptível à corrosão localizada. Além disso, a diferença entre as quantidades de cromo irá fazer com que o nitreto tenha efeito catódico e facilite a ocorrência da corrosão. Em relação às propriedades mecânicas, a formação dessa fase atua negativamente ao reduzir drasticamente a tenacidade do AID (RAMIREZ, 2001).

2.3.4 *Austenita Secundária (γ_2)*

Nos AID, durante o resfriamento, parte da fase ferrítica se transforma em austenita primária (γ_1). Caso este resfriamento seja muito rápido, a formação de (γ_1) pode ser prejudicada, obtendo-se uma microestrutura metaestável com elevados teores de ferrita. Desta forma, durante o reaquecimento, seja por um tratamento isotérmico ou por reaquecimento devido ao processo de soldagem, a austenita secundária (γ_2) precipita a partir da ferrita (RAMIREZ, 2001).

A precipitação de austenita secundária pode ocorrer de formas diferentes e recebem denominações diferentes. De acordo com Ramirez (2001), a formação de γ_2 intergranular está associada à dissolução de nitretos de cromo anteriormente presentes na interface, resultando em um processo de precipitação cooperativa. A outra denominação de austenita é devido a nucleação de uma “nova” austenita, denominada γ_2 intragranular (LIPPOLD e KOTECKI, 2005), que encontra-se no interior dos grãos de ferrita com uma morfologia agulhada (Widmanstätten). A precipitação γ_2 intragranular ocorre em forma de grãos com menor tamanho (quando comparado com os grãos de γ primária) e se apresentam como aglomerados no interior dos grãos de α .

Existe a precipitação de austenita secundária através de uma reação eutetóide onde a ferrita se decompõe em sigma e em austenita. A reação eutetóide ocorre pela rápida difusão ao longo dos limites dos contornos da ferrita e austenita e em grãos de ferrita anteriores, resultando nas fases sigma e austenita secundária. Esta reação acontece no intervalo de temperatura 700-900°C, na qual a ferrita é desestabilizada pela precipitação de fase sigma, reduzindo os teores de cromo e de molibdênio na ferrita (OLIVEIRA, 2014).

2.3.5 Carbonetos de cromo

A precipitação de carbonetos tem pouca influência nos aços inoxidáveis modernos devido à baixa composição de C, geralmente 0,03% no máximo. Porém, a precipitação dos carbonetos $M_{23}C_6$ e M_7C_3 tem sido observada em muitos AISD. Os carbonetos $M_{23}C_6$ se precipitam rapidamente em temperaturas abaixo de 950°C, enquanto que os carbonetos M_7C_3 são formados entre 950°C a 1050°C (KARLSSON, 1999).

Com o surgimento desses carbonetos eles retiram cromo da região adjacente ao precipitado, ficando assim rico nesse elemento e reduzindo o teor de cromo no contorno de grão para um teor menor que 11%, fazendo que o aço não possua mais a camada passivadora e deixando essa região mais suscetível a ocorrer corrosão, ocorrendo o fenômeno de sensitização como é conhecido. (OLIVEIRA, 2014).

2.4 Técnicas para identificação da presença de fases deletérias.

No presente trabalho foi feito o uso de normas e técnicas para observar a diminuição da porcentagem da fase ferrita e correlacionar essa diminuição com o surgimento de fases secundárias prejudiciais as propriedades dos AID e AISD, tais observações foram realizadas utilizando a microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e o ferritoscópio. Então foi utilizado um programa que é capaz de quantificar fases através das diferenças da coloração dos pixels da imagem.

A norma ASTM A923 é um teste padrão para a detecção da presença de fases deletérias nos aços inoxidáveis duplex. Assim é possível conhecer como a resistência ao impacto e a resistência a corrosão são afetadas pela presença dessas fases. Essa norma determina três métodos de teste para a comprovação da presença destas fases deletérias na microestrutura do AID: método A é o teste com hidróxido de sódio, método B é o teste de impacto Charpy e método C o teste de corrosão por cloreto férrico.

A utilização dessas técnicas em campo, ou seja, diretamente nos equipamentos utilizados nos ambientes industriais, não são indicadas.

O método A é uma análise microestrutural, sendo necessário a retirada de amostras do material de estudo, estas amostras serão atacadas (submersas) com solução de NaOH. Esse método requer cuidados na escolha dos parâmetros do ataque eletrolítico, dependendo do tempo de ataque pode existir dificuldades para visualizar a presença de fases deletéria devido ao contraste da fase deletéria com a matriz do aço.

Para a método B, o ensaio de Charpy é necessário a retirada de amostras do material e a quebra do mesmo para que seja avaliada a resistência ao impacto, no qual tende a diminuir conforme ocorra a presença de fases deletérias precipitadas. Para o método C, além da necessidade da retirada de uma amostra do material, durante a análise há perda de massa do mesmo. Concluindo que os métodos são destrutivos e demandam tempo para execução, inviabilizando sua utilização em campo.

2.4.1 Microscópio Ótico (MO)

Dentre as diversas técnicas de observação da microestrutura dos aços e ferros fundidos, a mais comum é a microscopia óptica. Neste caso, emprega-se luz visível, que incide sobre a amostra e é refletida até o observador. A resolução que pode ser obtida em uma imagem depende do comprimento de onda da radiação empregada. Para a luz visível de cor verde, isto resulta em uma resolução de 220 a 250 nm, que corresponde a um aumento máximo da ordem de 1.400 vezes. (MANNHEIMER, 2002).

No microscópio óptico, com a utilização de iluminação em campo claro é possível a observação de certas características e detalhes microestruturais em amostra simplesmente polida, sem que sua superfície tenha sido submetida a tratamentos ou processos químicos, desde que as estruturas constituintes do material examinado apresentem grandes diferenças de reflexibilidade da luz após polimento. Em aços ao carbono e aços liga, inclusões e precipitados podem ser perfeitamente examinados, sem maiores dificuldades, na condição polida da amostra (BRANFITT, LAWRENCE, 2004). Vários recursos da microscopia óptica como luz polarizada ou aplicação de campo escuro podem auxiliar na identificação de estruturas de amostras na condição polida (VOORT, 1984). Porém, em muitos materiais, as distinções entre as fases constituintes demandam aplicação de apropriados tratamentos ou processos químicos na superfície da amostra.

Na análise metalográfica de aços são geralmente utilizados processos químicos para a identificação ou segregação dos constituintes do material, os quais podem ser divididos em dois grupos, com base em seus princípios ativos: os ataques químicos corrosivos e os ataques químicos denominados Tint Etching (BRANFITT, LAWRENCE, 2004).

Existem diferentes possibilidades de reagentes para revelação da microestrutura de aços inoxidáveis duplex, porém cada um tem sua particularidade e é necessário ter devidos cuidados em relação a concentração de reagentes, tempo de reação e no caso de ataques eletrolíticos o valor da voltagem utilizado. Cada solução utilizada para o ataque químico reage

de forma diferente para as fases presentes, alguns reagem apenas com o contorno de grão e a fase sigma, outros apenas com a fase sigma e nitretos e alguns reagem com todas as fases presentes, porém a qualidade de contraste entre as fases não é o ideal. Por isso a necessidade de um estudo prévio para a escolha do reagente mais adequado de acordo com a finalidade do trabalho.

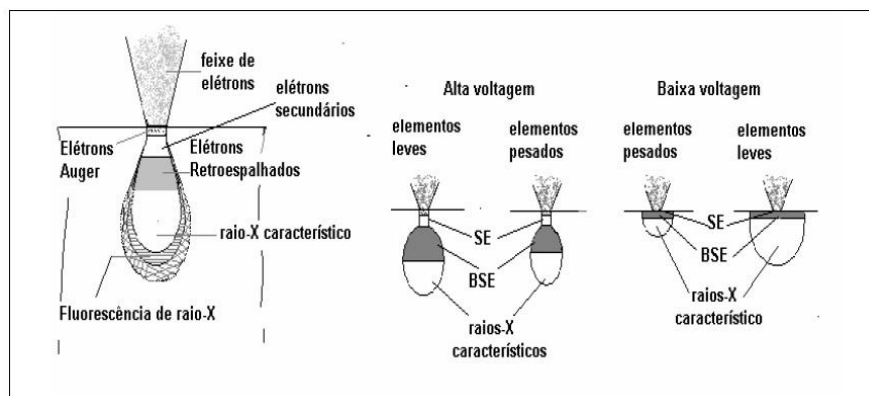
2.4.2 *Microscópio eletrônico de varredura (MEV)*

Um microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um dos instrumentos disponíveis mais versáteis para observação e análises de características das microestruturas dos materiais sólidos, devido a obtenção de uma alta resolução das amostras observadas, valores que podem chegar a ordem de 2 a 5 nanômetros. Utiliza-se um feixe de elétrons no lugar de fótons utilizados em um microscópio óptico convencional, o que permite solucionar o problema de resolução relacionado com a fonte de luz branca.

O funcionamento de um MEV consiste em operar um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para explorar a superfície da amostra, ponto a ponto, por linhas sucessivas e transmitir o sinal do detector a uma tela catódica cuja varredura está perfeitamente sincronizada com aquela do feixe incidente. O sinal de imagem resulta da interação do feixe incidente com a superfície da amostra. O sinal que é recebido pelo detector é utilizado para modular o brilho do monitor, permitindo a observação. A maioria dos instrumentos usa como fonte de elétrons um filamento de tungstênio (W) aquecido, operando numa faixa de tensões de aceleração de 1 a 50 kV. O feixe é acelerado pela alta tensão criada entre o filamento e o ânodo. O feixe interagindo com a amostra produz elétrons e fótons que podem ser coletadas por detectores adequados e convertidas em um sinal de vídeo. (DEDAVID, 2007).

Um feixe primário de elétrons incide sobre a superfície da amostra a ser analisada, parte dos elétrons se difundem e formam um volume de interação cuja sua forma irá depender da tensão de aceleração e do número atômico da amostra. Neste volume de interação, os elétrons e as ondas eletromagnéticas geradas são utilizados para formar imagens.

Figura 7 - Volume de interação: a) localização dos sinais emitidos pela amostra; b) relação de voltagem para elementos leves e pesados.



Fonte: Figura adaptada de (KESTENBACH, 1994).

A imagem gerada a partir da superfície do material resulta da amplificação de um sinal obtido de uma interação entre o feixe eletrônico e o material da amostra, sendo assim poderá apresentar diferentes características. Diferentes sinais podem ser emitidos pela amostra. Dentre os sinais emitidos, os mais utilizados para obtenção da imagem são originários dos elétrons secundários e/ou dos elétrons retroespalhados (DEDAVID, 2007).

2.4.2.1 Elétrons Secundários (“secondary electron” – SE)

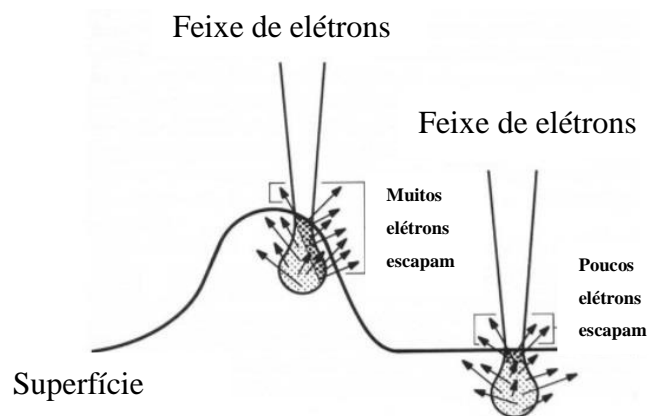
Os elétrons secundários no MEV são resultantes da interação do feixe de elétrons com o material da amostra. Estes elétrons resultantes possuem baixa energia (<50eV), e irão formar imagens com alta resolução (3-5 nm). Os MEV comerciais geralmente são configurados para detectar somente os elétrons secundários produzidos próximos à superfície. O contraste na imagem é dado, sobretudo, pelo relevo da amostra, que é o principal modo de formação de imagem no MEV. Os elétrons secundários, elétrons de baixa energia, gerados pelas interações elétron-átomo da amostra têm um livre caminho médio de 2 a 20 nm, por isso, somente aqueles gerados junto à superfície podem ser reemitidos e, mesmo assim correm o risco de ocorrer à absorção pela topografia da superfície (DEDAVID, 2007).

Devido à sua baixa energia, esses elétrons se originam a poucos nanômetros da superfície da amostra. Os elétrons são detectados por um detector Everhart-Thornley, que é um tipo de sistema de cintilador-fotomultiplicador. Os elétrons secundários são primeiro coletados atraindo-os para uma grade eletricamente polarizada em cerca de +400 V, e depois acelerados para um cintilador positivamente polarizado. Os elétrons secundários acelerados são agora suficientemente energéticos para fazer com que o cintilador emita flashes de luz

(catodoluminescência), que são conduzidos para um fotomultiplicador fora da coluna MEV. A saída de sinal elétrico amplificada pelo fotomultiplicador é exibida como uma distribuição de intensidade bidimensional que pode ser vista e fotografada em uma exibição de vídeo e salva como uma imagem digital. (MANNHEIMER, 2002)

O brilho do sinal depende do número de elétrons secundários atingindo o detector. Se o feixe entrar na amostra perpendicular à superfície, a região ativada é uniforme em relação ao eixo do feixe e um certo número de elétrons "escapam" da amostra. À medida que o ângulo de incidência aumenta, o volume de interação aumenta e a distância de "escape" de um lado do feixe diminui, resultando em mais elétrons secundários sendo emitidos a partir da amostra. Assim, superfícies e bordas íngremes tendem a ser mais brilhantes do que superfícies planas, o que resulta em imagens com uma aparência tridimensional bem definida. (MALISKA).

Figura 8- Interação do feixe eletrônico com a superfície da amostra



Fonte: Figura adaptada de: <http://www.microscopy.ethz.ch/se.htm>

2.4.2.2 Elétrons Retroespalhados (“backscattering electron”- BSE)

Os elétrons retroespalhados, por definição, possuem energia que varia entre 50eV até o valor da energia do elétron primário. Os elétrons retroespalhados que sofrem espalhamento elástico são aqueles que possuem energia próxima à dos elétrons primários e são os responsáveis por formam a maior parte do sinal de ERE. Os elétrons retroespalhados de alta energia são gerados nas camadas mais superficiais da amostra por serem resultantes de uma simples colisão elástica. Sendo assim, as informações de profundidade contidas na imagem serão poucas se comparadas com a profundidade de penetração do feixe. O sinal de

BSE é resultante das interações ocorridas mais para o interior da amostra e proveniente de uma região do volume de interação abrangendo um diâmetro maior do que o diâmetro do feixe primário. A imagem gerada por esses elétrons fornece diferentes informações em relação ao contraste que apresentam: além de uma imagem topográfica (contraste em função do relevo) também obtém-se uma imagem de composição (contraste em função do número atômico dos elementos presentes na amostra) (DEDAVID, 2007).

Os detectores de BSE são comumente integrados no MEV. Eles geralmente são posicionados acima da amostra na câmara de amostra com base na geometria de dispersão em relação ao feixe incidente. Os detectores de BSE são dispositivos de estado sólido, muitas vezes com componentes separados para a coleta simultânea de elétrons espalhados em diferentes direções. Os detectores acima da amostra coletam elétrons espalhados como uma função da composição da amostra, enquanto que os detectores colocados no lado colhem elétrons espalhados em função da topografia da superfície. (KRINSLEY, 1998)

As imagens de BSE podem ser obtidas quase que instantaneamente, dependendo da taxa de varredura e de qualquer ampliação dentro da faixa do instrumento. Assim, eles são um meio rápido de determinar o número de fases em um material e suas relações texturais mútuas.

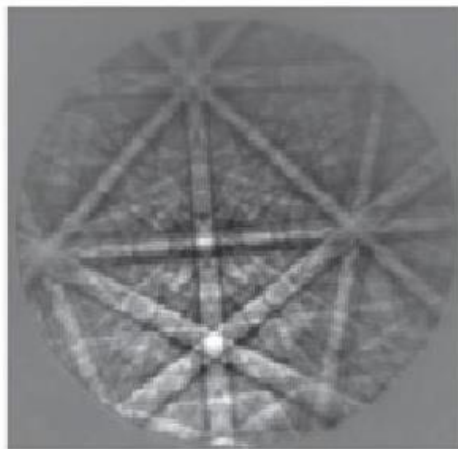
2.4.2.3 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)

A técnica de EBSD (em inglês “Electron BackScatter Diffraction” ou difração de elétrons retroespalhados) permite a análise cristalográfica de um material, ou seja, a determinação da orientação cristalina pontualmente ou em áreas específicas. A superfície da amostra a ser analisada é posicionada no porta amostras a um ângulo de 70° a 80° em relação ao feixe de elétrons incidente, de modo a diminuir o percurso dos elétrons retroespalhados no interior dos cristais e diminuir a fração de elétrons absorvidos. O feixe de elétrons é direcionado para o ponto ou a área de interesse. O espalhamento elástico dos elétrons incidentes prova a difração na condição de Bragg, como os elétrons da amostra.

As figuras de difração são capturadas por uma tela de fósforo posicionada no interior da câmara de vácuo e conectada a uma TV ou câmara CCD. A imagem é processada e então comparada com padrões pré-estabelecidos. A largura das bandas formadas devido à difração está relacionada com a distância interplanar, e os ângulos entre as bandas correspondem ao ângulo entre os planos cristalinos (PINTO *et al.*, 2003).

A análise por difração de elétrons retroespalhados está baseada na análise das linhas de Kikuchi formadas por difração de elétrons. O programa de coleta de dados permite a seleção de uma área para ser analisada sobre a qual será disposta uma grade, de espaçamentos definidos pelo operador, no qual define os pontos em que serão feitas as coletas de dados. Cada ponto da grade tem associado a si a orientação daquele ponto na amostra, um índice de confiabilidade da indexação e um índice de qualidade da imagem, baseado na qualidade do padrão obtido.

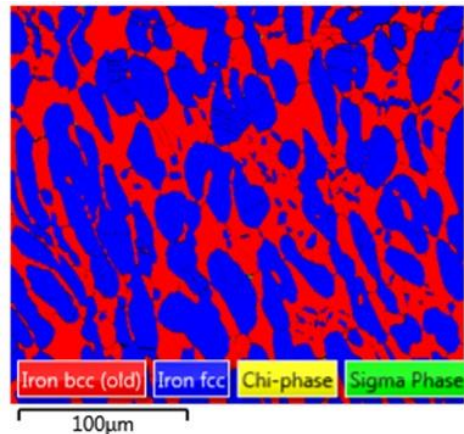
Figura 9- Linhas de Kikuchi



Fonte: Moreira (2012).

Com base nos dados coletados, o programa de análise constrói a imagem da área analisada, permitindo a criação de mapas de fases, qualidade de imagens (pontos mais claros quanto melhor for a qualidade do padrão), orientação, entre outros, havendo a possibilidade de combinar mapas de diferentes tipos. (PÉREZ, 2005).

Figura 10- Mapa de fases do AISD UNS S32750



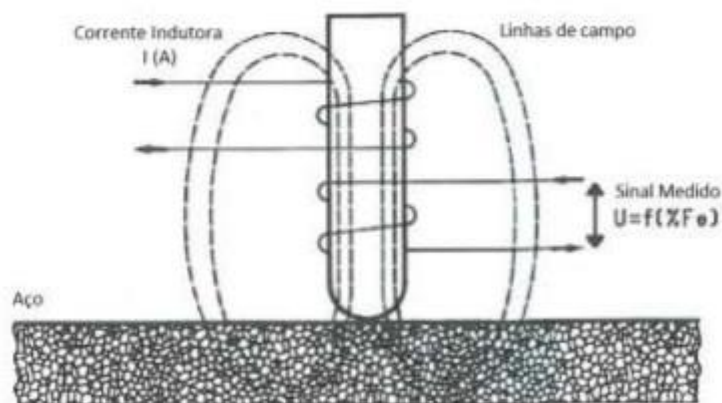
Fonte: Próprio Autor

2.4.3 Ferritoscópio

Este aparelho consiste em um equipamento portátil e é indicado para medição do teor de ferrita presente em aços inoxidáveis, ou seja, o teor de fase ferromagnética. É um instrumento particularmente útil pela facilidade de utilização em campo, e conveniente, pois efetua a mensuração de maneira não destrutiva. O princípio de funcionamento desse aparelho consiste no método da indução magnética.

É aplicada uma corrente de excitação em uma bobina, gerando um campo magnético que irá interagir com a fase magnética da amostra. Esta interação causará uma variação no campo magnético e será detectada por uma segunda bobina, induzindo uma voltagem que é proporcional a quantidade de fase magnética no material. (TAVARES *et al.*, 2006).

Figura 11- Esquema de funcionamento do ferritoscópio



Fonte: HEMULT (2006)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

O material utilizado nesse estudo foi o AISD UNS S32750 (SAF 2507) na forma de tubos com diâmetro de 200 mm e parede de 18 mm e sua composição química foi determinada por espectroscopia de emissão óptica utilizando o equipamento Shimadzu PDA 7000 do LACAM-UFC, e estão apresentados na Tabela 4. Foram retiradas sete amostras, sendo seis delas submetidas a tratamentos térmicos de envelhecimento.

Tabela 4 - Composição química do AISD UNS S32750

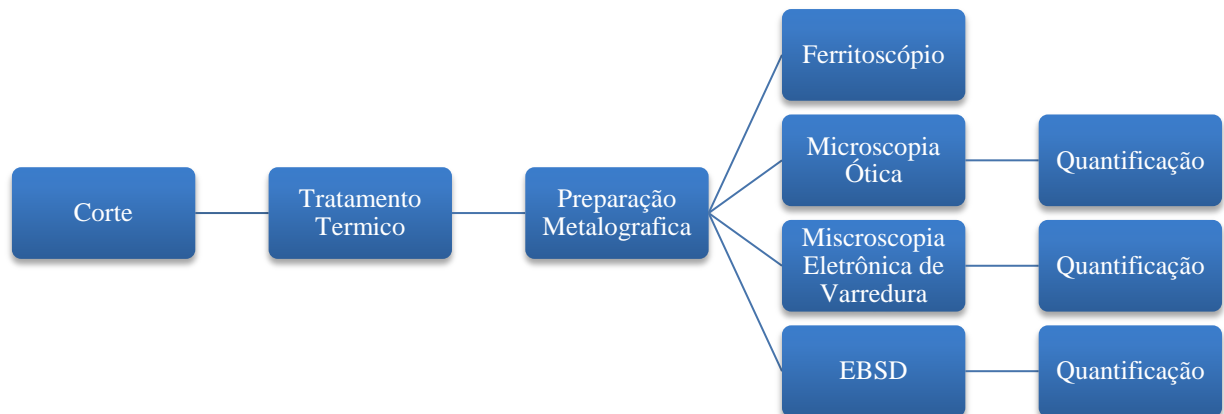
Aço UNS	Composição química (%em peso)								
	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Cu	S	Fe
S32750	0,02	25,0	6,63	3,95	0,5	0,25	0,12	0,002	Bal

Fonte: Próprio Autor

3.2 Metodologia

Será apresentado através da Figura 12 um fluxograma da metodologia aplicada no trabalho.

Figura 12- Fluxograma da metodologia do estudo



Fonte: Própria do Autor

Cada ensaio teve preparação metalográfica adequada, os resultados serão mostrados e relatados posteriormente.

3.2.1 Tratamento Térmico

Os tratamentos térmicos foram realizados no forno elétrico do tipo mufla “EDG 3P-S” do Laboratório de Pesquisa e Tecnologia em Soldagem (LPTS-UFC), conforme ilustrado na Figura 13.

Figura 13- Forno utilizado para realização dos tratamentos térmicos



Fonte: Próprio do Autor

Seis amostras do tubo do AISD UNS S32750 foram submetidas a um envelhecimento a 850 °C com diferentes tempos de exposição e resfriados rapidamente em água. Os tempos de exposição foram 10, 20, 30, 40, 50 e 60 minutos.

Os tratamentos térmicos foram realizados com o intuito de promover a precipitação de fases deletérias em diferentes percentuais no material. A escolha da temperatura foi baseada no trabalho de OLIVEIRA (2014), no qual observou que a maior cinética de precipitação de fases deletérias e redução da fase ferrita acontece em 850°C.

3.2.2 Caracterização Microestrutural

3.2.2.1 Preparação das amostras

Foram preparadas sete amostras, uma amostra sem a realização de tratamento térmico e as outras seis amostras que foram submetidas ao envelhecimento. Nesta etapa elas

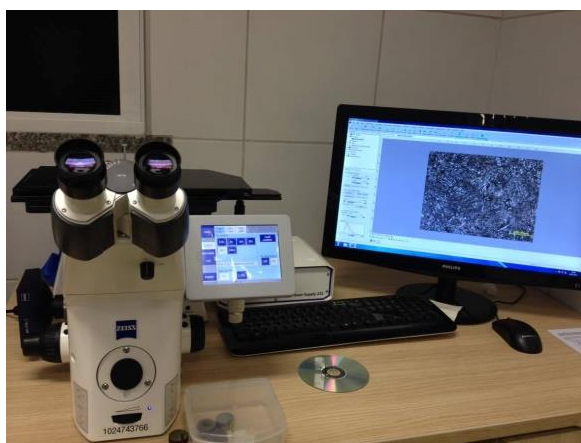
foram cortadas em amostras menores utilizando a máquina de corte “cut-off” do Laboratório de Metalografia da UFC. Posteriormente foram submetidas a embutimento a quente para facilitar seu manuseio nas etapas seguintes. Os corpos de prova foram lixados em 100, 220, 320, 400, 600 e 1200 *mesh*, em seguida polidas utilizando pasta de diamante de 3 e 1 μm .

3.2.2.2 Análise por Microscopia ótica (MO)

Após a preparação metalográfica as amostras foram submetidas a um ataque eletrolítico, seguindo as recomendações da norma ASTM 923-08 que determina o método (método A) para detecção das fases intermetálicas nos aços inoxidáveis superduplex. A solução do ataque consiste de 20 g de hidróxido de sódio (NaOH) em 100 ml de água destilada, utilizando uma faixa de voltagem de 1 a 3 V, com intervalo de tempo de 3 a 10 segundos.

As amostras foram submetidas á técnica de microscopia ótica, utilizando um microscópio ótico ZEISS, de acordo com a Figura 14, no qual foi possível observar o balanço de fases ferrita e austenita, além da presença de fases deletérias.

Figura 14- Microscópio ótico ZEISS



Fonte: Própria do Autor

3.2.2.3 Análise por Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para realizar a análise de microscopia utilizando o MEV é necessário que a superfície das amostras esteja extremamente polidas, sendo ainda necessário a utilização do equipamento de polimento automático BUEHLER de modelo 69-1100 com abrasivo de sílica coloidal diluída em água Mili-Q.

A microscopia por MEV foi realizada modo backscattering electron (BSE). No modo de observação BSE ele irá gerar um contraste pela diferença de concentração de elementos químicos de número atômico elevado entre as fases, ideal para observar as fases deletérias sigma (σ) e chi (χ), visto que essas fases são as que possuem um maior teor de elementos como o Cr e Mo, gerando assim uma diferença de brilho e um bom contraste entre elas.

Figura 15- Microscópio eletrônico de varredura (MEV)



Fonte: Própria do Autor

3.2.2.4 Análise utilizando ferritoscópio

Para quantificar a fração volumétrica de ferrita em cada amostra, foi empregado um Ferritoscópio Fischer MP30E-R, sendo necessário para sua calibração iniciar com limite mínimo de leitura de ferrita de 0,1%, sendo assim para realizar esta calibração foram feitas cinco medições iniciais até conseguir um padrão de medidas confiáveis para dar início a análise. Para cada uma das amostras foram realizadas 30 medições aleatórias pela área superficial da amostra e feito a média dos valores, isto para nos dá uma maior confiabilidade dos resultados.

3.2.2.5 Quantificação das fases deletérias

Para a realização da quantificação de fases, foram retiradas fotos das amostras no MO (30 fotos de cada amostra em diferentes regiões com aumento de 200x) e no MEV (10 fotos de cada amostra com aumento de 2000x) estas imagens foram salvas em arquivo *Bitmap* (.bmp) com dimensões 640x480 pixels, pois estas imagens foram submetidas ao programa de

análise de imagens por segmentação automática via redes neurais (SVRNA) desenvolvido na Universidade Federal do Ceará, no qual é necessário essa formatação de imagem. Então inicialmente foi realizado um treinamento na rede neural que compõe o programa e depois realizado a quantificação das fases pelas diferenças da coloração dos pixels da imagem.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

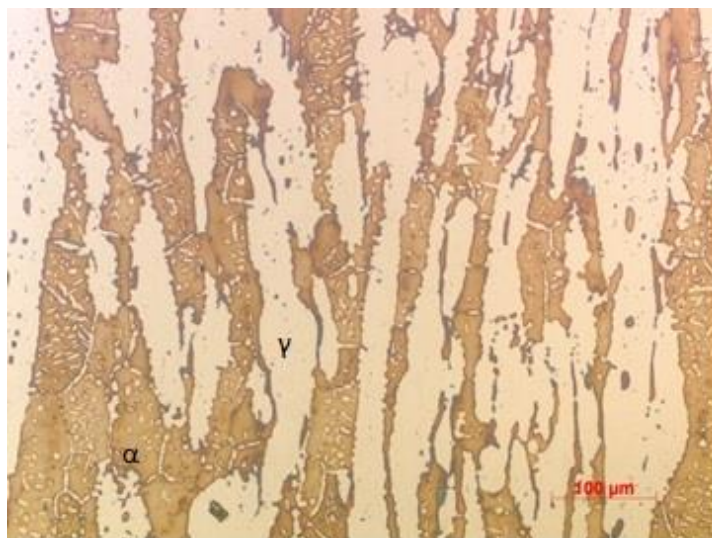
A partir deste tópico serão demonstrados e discutidos os resultados referentes às diferentes técnicas usadas no AISD UNS S32750 nas condições de como recebido, e os tratados termicamente a 850°C com tempos diferentes de tratamento. Todas essas amostras foram submetidas às técnicas de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e ferritoscópico.

4.1 Microscopia ótica e quantificação de fases

Todas as amostras submetidas ao tratamento térmico realizado a 850°C, com diferentes tempos de envelhecimento e analisadas por microscopia ótica. Para uma melhor confiabilidade dos resultados quantitativos obtidos por esta técnica, foram obtidas trinta micrografias e posteriormente realizada a quantificação de fases com segmentação por análise de imagens. A observação da microestrutura do material foi realizada com aumento de 200x, pois com esta magnificação teremos uma área maior de observação e já é possível distinguir as possíveis fases.

Observa-se na Figura 16 a microestrutura do material como recebido sendo composta por ferrita (α) e austenita (γ). Por análise de quantificação de fases foram observados 46,8% de ferrita e 53,2% de austenita.

Figura 16- Microestrutura do SAF 2507 como recebido. Ferrita (fase escura) e Austenita (fase clara). Microscopia ótica, ataque eletrolítico com solução de NaOH.



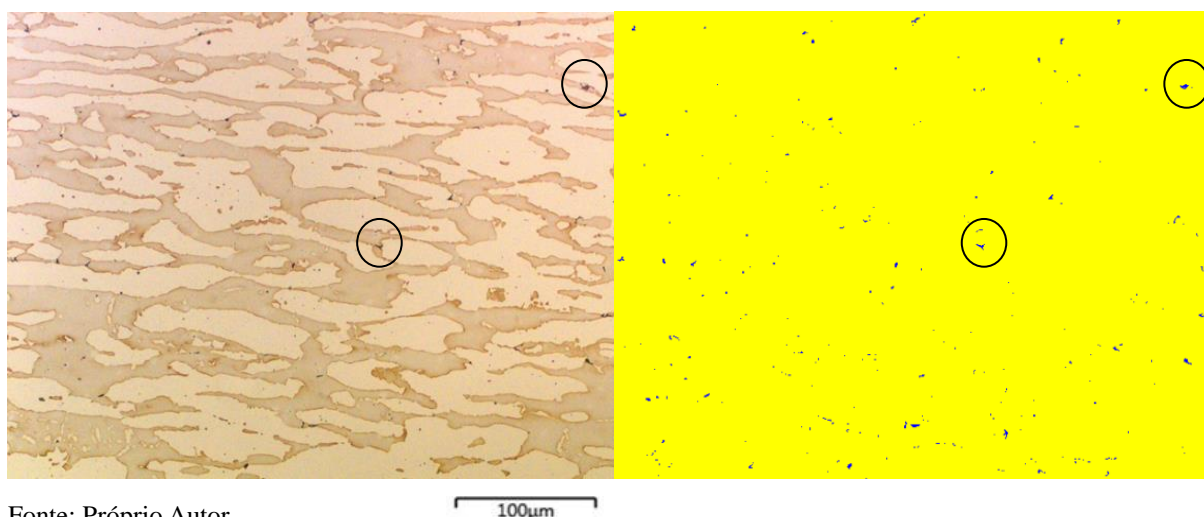
Fonte: Própria do Autor

A Figura 17a apresenta a microestrutura da amostra tratada termicamente por 10 minutos e a Figura 17b temos a imagem gerada pelo programa de quantificação de fases. Na Figura 16a observou-se alterações de contraste em relação à Figura 15, isto possivelmente decorrente do ataque químico uma vez que o reagente evidencia a presença de possíveis fases deletérias precipitadas (circuladas na figura 16a).

O programa SVRNA utilizado para quantificar as fases teve dificuldade em diferenciar as tonalidades das fases. Como o intuito do trabalho é a identificação e a quantificação das fases deletérias, optou-se por não diferenciar as fases austenita e ferrita, segmentando-as como uma única fase, no caso com a cor amarela e as fases deletérias, prejudiciais às propriedades de resistência mecânica e resistência à corrosão foi segmentada na cor azul.

Avaliando a Figura 16b que corresponde à imagem gerada pelo programa SVRNA, observou-se uma razoável correlação entre as duas imagens. Os pontos azuis na Figura 16b correspondem aos possíveis precipitados de fases deletérias. O resultado desta análise indicou uma fração de área média de 0,24% de fases deletérias presente na microestrutura.

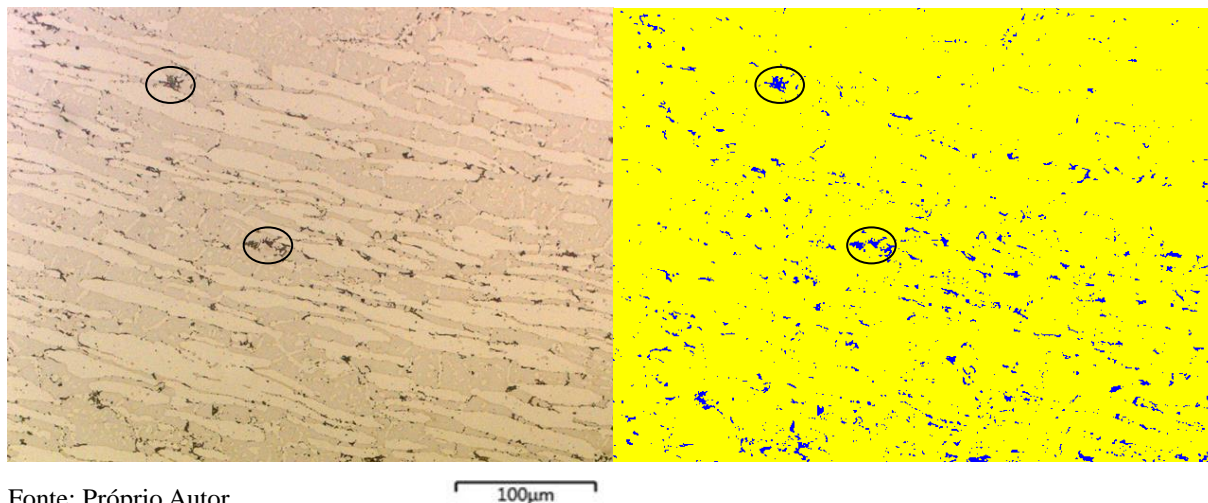
Figura 17- (a) Micrografia da amostra tratada termicamente por 10 minutos. (b) Respectiva imagem segmentada



A Figura 18a apresenta a microestrutura da amostra tratada termicamente por 20 minutos e ao lado temos a Figura 18b tem-se a sua respectiva imagem de segmentação gerada pelo programa de quantificação de fases. Com base na Figura 18 é notável o aumento no volume de precipitação de fases prejudiciais as propriedades do aço, em relação à Figura 16, isto devido ao maior tempo de envelhecimento da amostra. O resultado da segmentação

determinou uma fração média de 4,4% com desvio médio de 1,73% de fases deletérias presente na microestrutura.

Figura 18- (a) Micrografia da amostra tratada termicamente por 20 minutos. (b) Respectiva imagem segmentada.

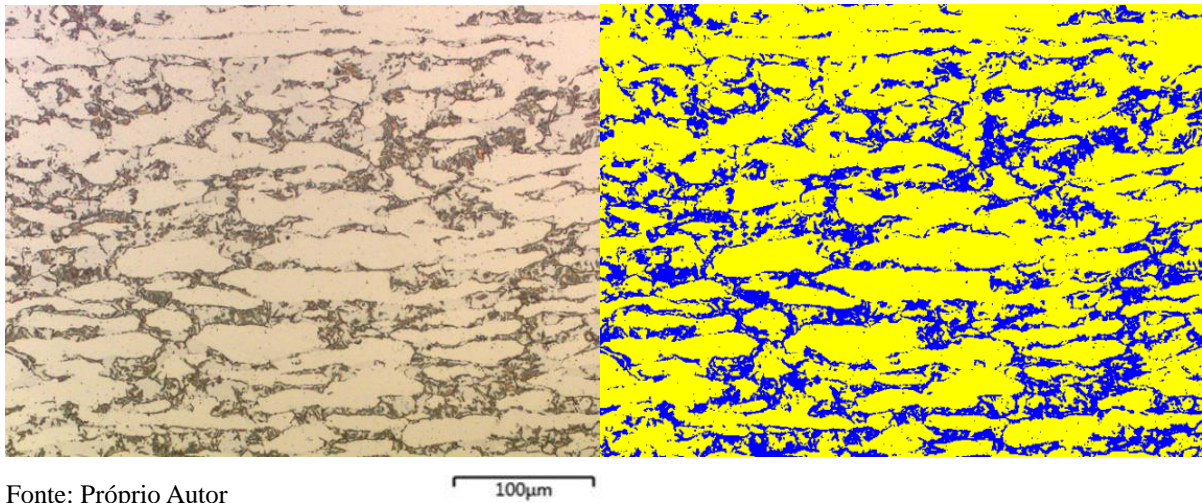


Fonte: Próprio Autor

A Figura 19a apresenta a microestrutura da amostra tratada termicamente por 30 minutos e ao lado temos a Figura 19b apresentando sua respectiva imagem segmentada. É possível observar nas imagens um aumento significativo na quantidade de precipitação de fases deletérias em relação às figuras de microestruturas anteriores e a dissolução da fase ferrita (α), uma vez que esta é decomposta nas fases deletérias. Obtemos uma melhor segmentação na Figura 19b em comparação com as segmentações anteriores devido a um melhor contraste entre as fases e uma maior quantidade de fases deletérias presentes na microestrutura. O programa SVRNA determinou uma segmentação com fração média de 26,1% com desvio médio de 1,79% de fases deletérias.

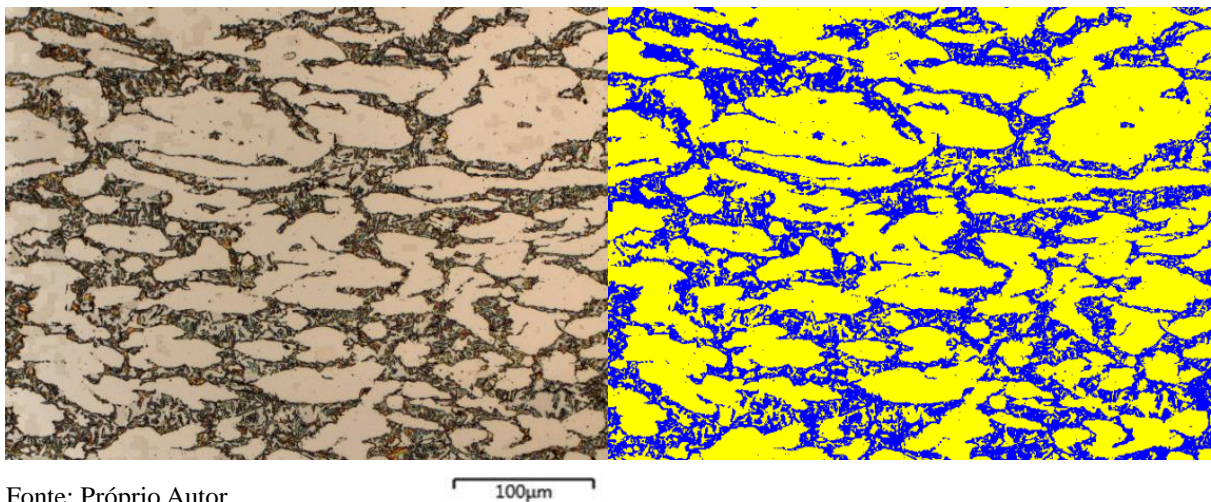
É importante ressaltar que devido à tonalidade entre as fases deletérias e a fase ferrita serem próximas o programa de quantificação pode estar contabilizando certa fração de fase ferrita como sendo fase deletéria.

Figura 19- (a) Micrografia da amostra tratada termicamente por 30 minutos. (b) Respectiva imagem segmentada.



A Figura 20a apresenta a microestrutura da amostra tratada termicamente por 40 minutos e sua respectiva imagem segmentada na Figura 20b demonstrando a imagem de segmentação gerada pelo programa de quantificação de fases. A dissolução da fase ferrita continua ocorrendo para formação de fases deletérias e é perceptível na Figura 20a o aumento dessas fases na microestrutura. A confirmação do aumento da fração dessas fases foi constatado pela segmentação, com uma fração média de 31,8% com desvio médio de 2,03% de fases deletérias presentes na microestrutura.

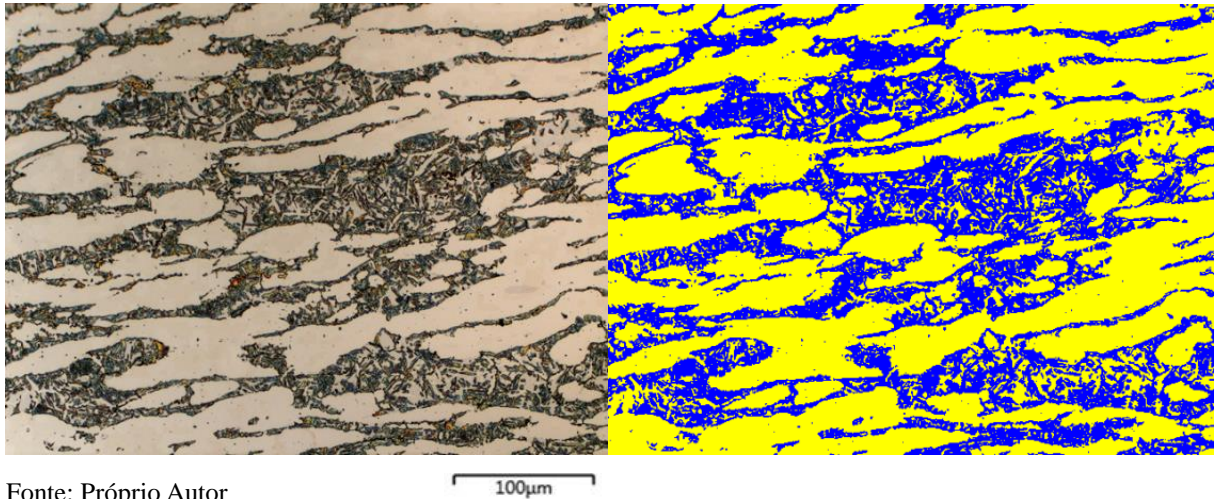
Figura 20- (a) Micrografia da amostra tratada termicamente por 40 minutos. (b) Respectiva imagem segmentada.



Na Figura 21a é apresentada a microestrutura representativa da amostra tratada termicamente por 50 minutos e ao lado temos a Figura 21b. Após 50 minutos de envelhecimento do aço inoxidável superduplex UNS S32750 observa-se uma quase que total dissolução da fase ferrita (α) da microestrutura e uma elevada precipitação de fases deletérias.

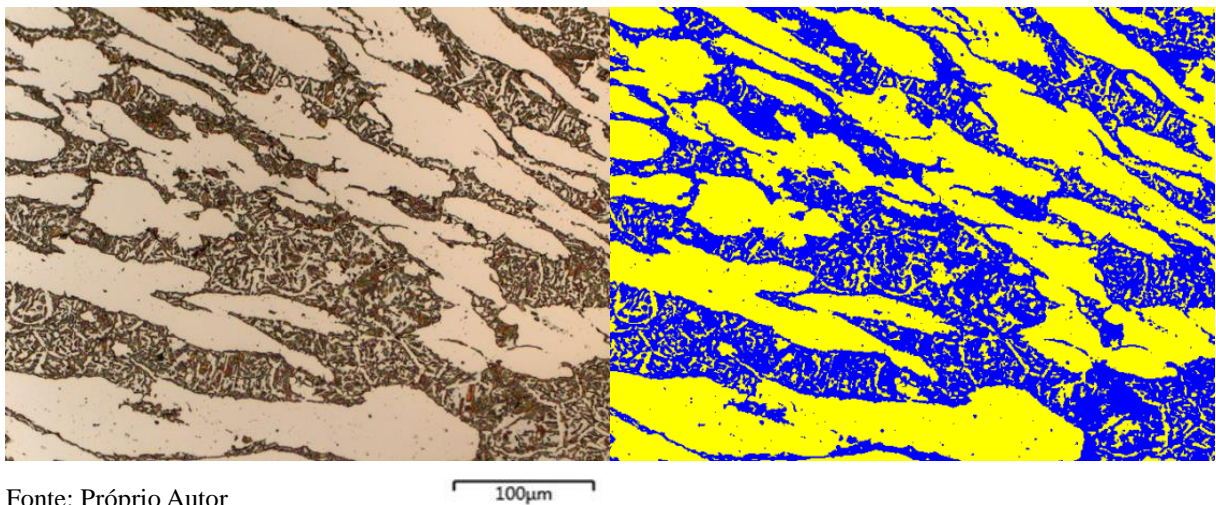
Com base na segmentação gerada pelo programa SVRNA, foi determinado uma fração média de 36,8% com desvio médio de 2,46% de fases deletérias presente na microestrutura.

Figura 21- (a) Micrografia da amostra tratada termicamente por 50 minutos. (b) Respectiva imagem segmentada.



Por fim, tem-se na Figura 22a apresentação da microestrutura da amostra tratada termicamente por 60 minutos e ao lado temos a Figura 22b sua imagem segmentada. A Figura 22 apresenta uma microestrutura com uma expressiva fração de fases deletérias, e cuja presença da fase ferrita é quase que imperceptível nesta imagem. Com base na análise de imagens foi determinada uma fração média de 40,9% e com desvio médio de 1,82% de fases deletérias presente na microestrutura.

Figura 22- (a) Micrografia da amostra tratada termicamente por 60 minutos. (b) Respectiva imagem segmentada.



Por meio dos resultados obtidos pela técnica de microscopia ótica pode ser observado o constante crescimento da fração volumétrica das fases deletérias e

consequentemente a diminuição da fase ferrita com o tempo, sendo consumida quase que por completa após os 60 minutos de tratamento. É importante ressaltar a dificuldade em diferenciar as diversas fases deletérias por meio da técnica de microscopia ótica, devido apresentar pouca diferenciação de tonalidades por conta do contraste topográfico causado pelo ataque químico utilizado.

4.2 ANÁLISES UTILIZANDO MEV (BSE)

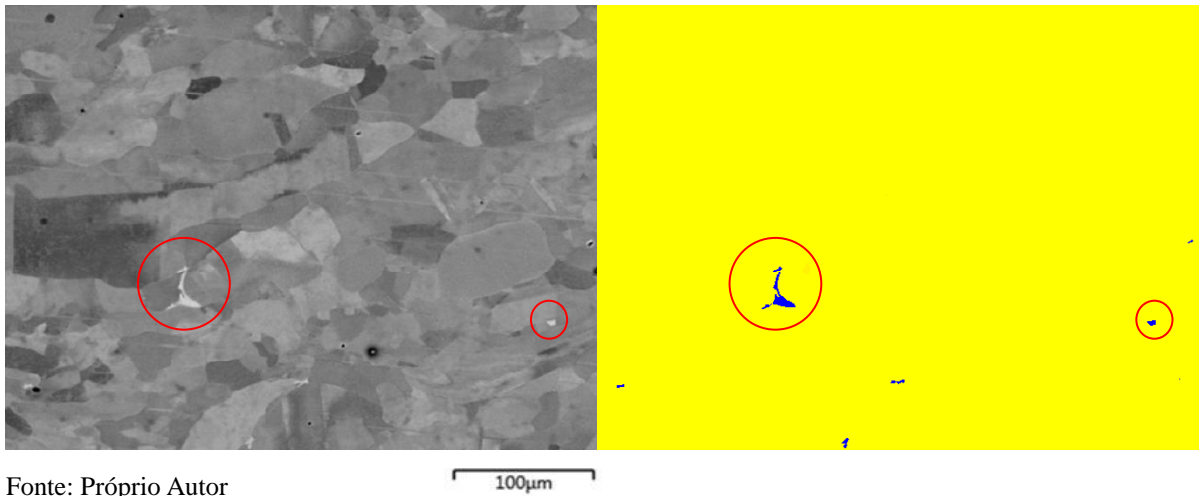
Neste tópico serão apresentadas as microestruturas obtidas no MEV utilizando o modo BSE e suas respectivas imagens de segmentação obtidas por meio do programa de quantificação de fases SVRNA, o qual fornece em porcentagem a presença de cada fase na microestrutura. Será possível observar nas próximas Figuras que as fases ferrita e austenita possuem características de intensidade de brilho baixa e pouco contraste entre si, sendo assim quantificadas pelo programa como uma única fase. Assim como foi realizado nas análises de MO, estas novas análises de quantificação utilizando MEV-BSE, as fases austenita e ferrita foram segmentadas na cor amarela e as fases deletérias na cor azul.

Utilizando o modo detecção BSE ocorrerá um contraste pela diferença de concentração de elementos químicos de número atômico elevado entre as fases. Por isso, é possível uma distinção indiscutível entre as fases da matriz (α e γ), as fases deletérias por possuírem uma maior concentração de Mo, o que aumenta a emissão de elétrons BSE, tornando estas precipitadas mais brilhantes que a matriz.

As micrografias possuem uma magnificação de 2000x e para uma maior confiabilidade na obtenção das quantificações, foram retiradas dez micrografias de regiões distintas e aleatórias de cada amostra e, posteriormente, feita a quantificação das fases de cada microestrutura.

A Figura 23a apresenta a microestrutura obtida para amostra tratada termicamente por 10 minutos e a sua imagem de segmentada obtida no programa de quantificação SVRNA é apresentada na Figura 23b. É possível observar na microestrutura a presença de pequenas regiões mais brilhantes que as demais, tais áreas representam as fases deletérias. Podemos observar na Figura 23b uma boa correspondência na segmentação da microestrutura com a imagem de MEV. Realizadas as quantificações e o cálculo da média e do desvio padrão obteve-se para esse tempo de tratamento apenas uma fração de área média de 0,13% com desvio médio de 0,04% de fases deletérias, possivelmente fase sigma.

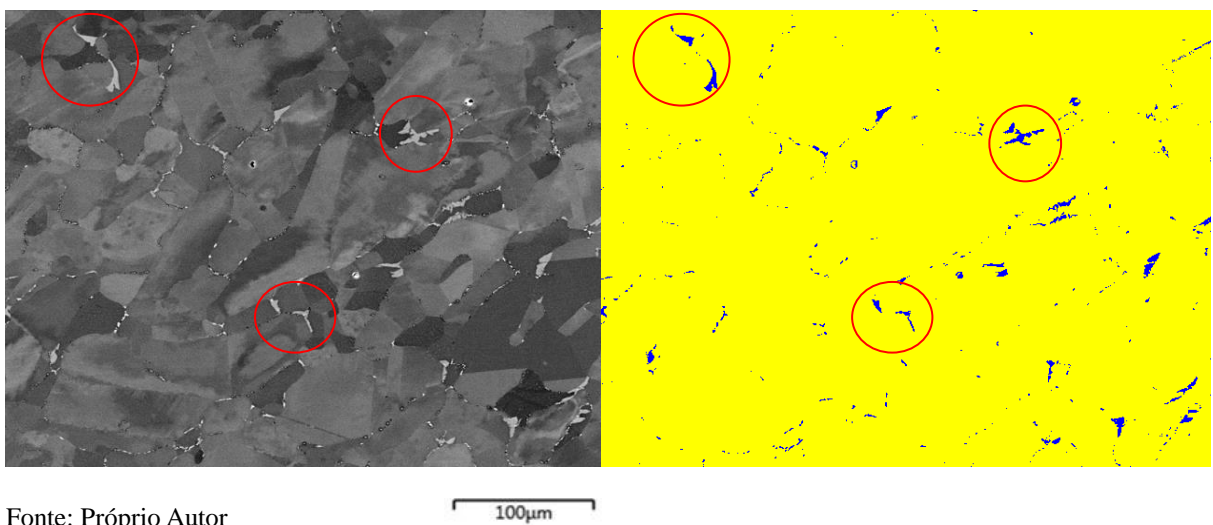
Figura 23- (a) Microestrutura obtida no MEV modo BSE do aço UNS S32750 tratado termicamente por 10 minutos (b) Imagem de segmentação obtida no SVRNA.



Fonte: Próprio Autor

A Figura 24 apresenta a microestrutura e a segmentação para amostra tratada termicamente por 20 minutos. A microestrutura dessa amostra apresenta a presença de mais regiões brilhantes, preferencialmente entre os contornos de grãos, de acordo com a literatura regiões preferenciais para surgimento de fases deletérias. Para este intervalo de tratamento obtivemos através da quantificação uma quantidade média de fases deletérias de 4,41% com desvio médio de 1,67% presente na microestrutura.

Figura 24- (a) Microestrutura obtida no MEV modo BSE do aço SAF 2507 tratado termicamente por 20 minutos. (b) Imagem de segmentação obtida no SVRNA.

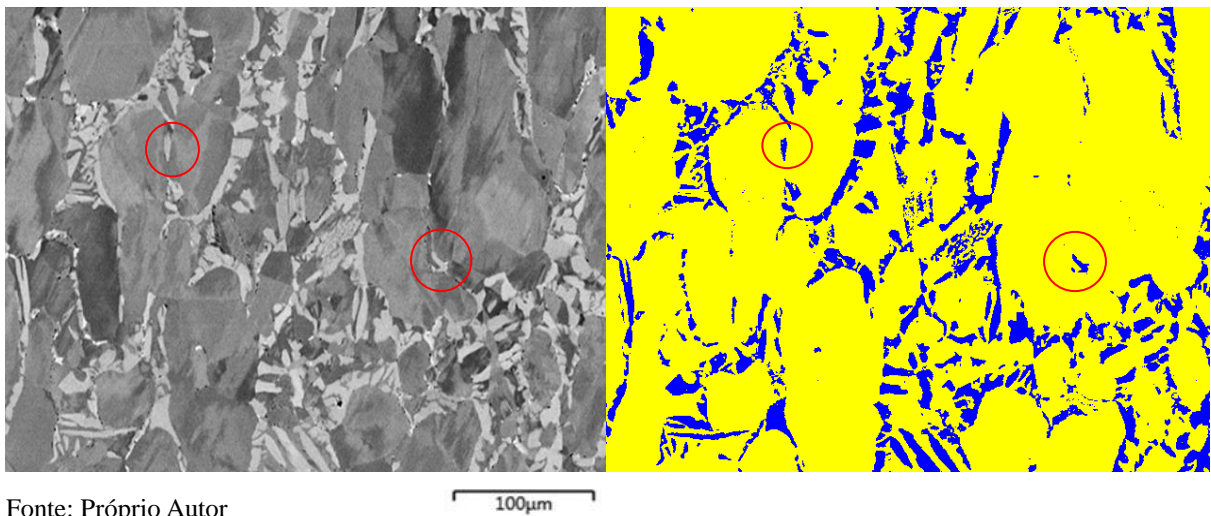


Fonte: Próprio Autor

A Figura 25a demonstra a microestrutura e Figura 25b sua imagem segmentada obtida para amostra tratada termicamente por 40 minutos. Conforme o intervalo de tempo de

tratamento de envelhecimento aumenta é perceptível nas micrografias o aumento da presença das fases deletérias, de acordo com a literatura para estas condições de tratamento ocorre à dissolução da fase ferrita em fases deletérias, preferencialmente fase sigma e austenita secundária. Para este intervalo de tratamento obtivemos uma quantidade média de 16,2% com desvio médio de 1,24% de fases deletérias.

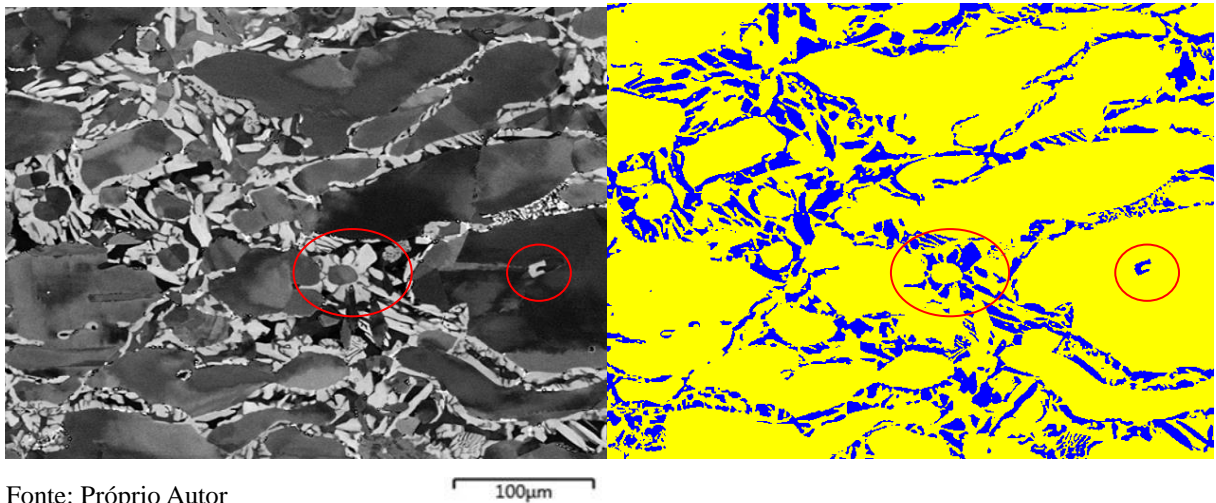
Figura 25- (a) Microestrutura obtida no MEV modo BSE do aço SAF 2507 tratado termicamente por 40 minutos. (b) Imagem de segmentação obtida no SVRNA.



Fonte: Próprio Autor

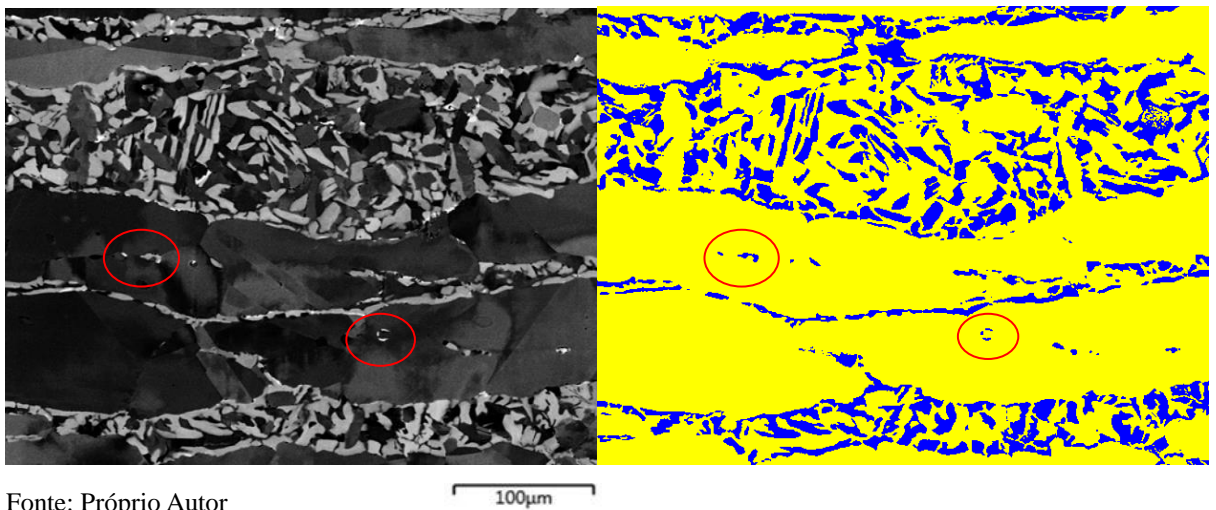
A Figura 26 apresenta a microestrutura e respectivamente sua imagem segmentada obtida para amostra tratada termicamente por 50 minutos. Para esta condição obtida por meio da segmentação uma média de 18,2% com desvio médio de 1,85% de fases deletérias. O contínuo aumento da presença de fase deletéria na microestrutura constata a ocorrência da dissolução da ferrita para formação dessas fases.

Figura 26- (a) Microestrutura obtida no MEV modo BSE do aço SAF 2507 tratado termicamente por 50 minutos (b) Imagem de segmentação obtida no SVRNA.



A Figura 27a apresenta a microestrutura obtida para amostra tratada termicamente por 60 minutos e a Figura 27b representa a imagem de segmentação obtida no programa de quantificação SVRNA. Conforme o intervalo de tempo do tratamento aumenta, a presença de fases deletérias também aumenta e assim gerando um maior contraste entre essas fases na microestrutura, facilitando a segmentação através do programa SVRNA devido essa diferença de contraste e assim foi possível obter segmentações e quantificações mais confiáveis e de qualidade. Para esta condição obtivemos através da segmentação uma quantidade média de 22,5% com desvio médio de 2,02% de fases deletérias.

Figura 27- (a) Microestrutura obtida no MEV modo BSE do aço SAF 2507 tratado termicamente por 60 minutos. (b) Imagem de segmentação obtida no SVRNA.



Realizando uma comparação entre os valores e a qualidade de segmentações e quantificações obtidas para os diversos intervalos de tratamento com a utilização das técnicas de Microscopia Ótica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é possível perceber a diferença entre seus valores absolutos. Uma questão que pode justificar a este comportamento é a limitação da capacidade de distinção das fases utilizada em cada técnica, além da diferença de magnificação das micrografias.

Nas análises por MO é complicado diferenciar as fases deletérias da fase ferrita devido à proximidade de tonalidade entre elas, isto é devido a interação da luz com a topografia da superfície, devido também a resolução das imagens geradas pelo MO e assim dificulta a distinção das fases pelo programa SVRNA para realizar a segmentação e diferencia-las, assim o programa analisa como sendo a mesma fase. Nas análises por MEV foi obtido micrografias nas quais a dificuldade é diferenciar as fases austenita e ferrita por possuírem pouco contraste e intensidade de brilho entre elas, provavelmente pela similaridade de composição química. Porém, as fases deletérias ficaram em destaque o que constitui o principal objetivo do trabalho que é a identificação e quantificação dessas fases. O destaque destas fases é devido sua intensidade de brilho, pois esta técnica utiliza a concentração de elementos nas fases para formação da imagem. Para realizar a segmentação das micrografias obtidas pelo MEV o programa de quantificação teve maior facilidade em diferenciar e segmentar as fases deletérias na microestrutura, fornecendo uma quantificação com maior confiança.

4.3 EBSD

Na Tabela 5 são apresentados os valores obtidos para a principal fase deletéria (sigma σ) identificada e quantificada na microestrutura. Na microestrutura da Figura 28e foi possível à identificação da fase Chi χ , porém em porcentagens baixas em relação às demais fases deletérias, apenas 0,02%.

As imagens da Figura 28 contem o mapeamento de fases obtido pela análise de EBSD, através deste mapeamento é possível a identificação das fases por distinção de cores. O objetivo de utilizar essa técnica é obter com uma maior precisão a identificação das fases, com a utilização dessa ferramenta é possível obter a quantidade média de cada fase presente na microestrutura. As análises obtidas tem como finalidade a quantificação das fases deletérias, principalmente a fase sigma e chi, as quais são prejudiciais às propriedades mecânicas e resistência a corrosão do material.

Tabela 5 - Valores obtidos pelas análises de EBSD.

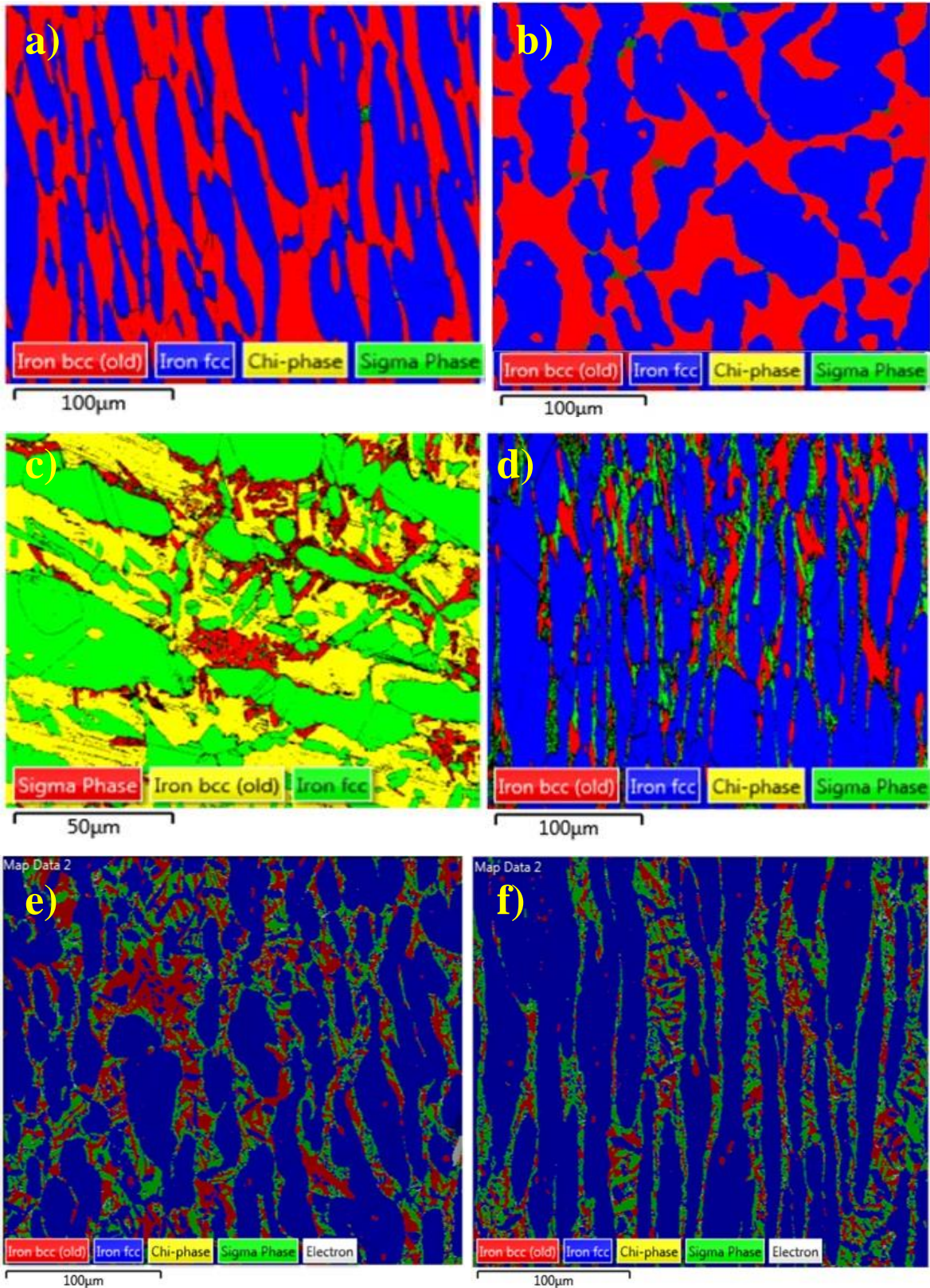
	Tempo de tratamento das amostras					
	10 minutos	20 minutos	30 minutos	40 minutos	50 minutos	60 minutos
Percentual de fase sigma	0,06%	-	8,3%	8,7%	9,4%	10,4%

Fonte: Próprio Autor

Observando as imagens da Figura 28 podemos observar a evolução da precipitação e presença da fase sigma na microestrutura com o aumento do intervalo de tempo de tratamento de envelhecimento, esta precipitação e aumento ocorrem preferencialmente entre os contornos de grãos austenita/ferrita e ocorre a continua evolução com a dissolução preferencial da fase ferrita em fase sigma e austenita secundária.

A utilização desta técnica nos fornece mapas de identificação bem mais precisos, uma boa distinção entre as fases e isso diminui bastante o erro visual de identificação o qual as técnicas utilizadas anteriormente ficaram sujeitas durante a quantificação das fases, porém vale ressaltar as desvantagens dessa técnica, é necessário um tempo bem maior na preparação da superfície da amostra a ser analisada e polimentos mais refinados e demorados até obter um padrão de indexação suficiente para realizar o ensaio.

Figura 28- Mapeamento de fases obtidos pela análise de EBSD. Itens a) amostra envelhecida por 10 minutos b) amostra envelhecida por 20 minutos c) amostra envelhecida por 30 minutos d) amostra envelhecida por 40 minutos e) amostra envelhecida por 50 minutos f) amostra envelhecida por 60 minutos.



Fonte: Próprio Autor

4.4 Análise de Ferritoscópico

Foi utilizado o aparelho ferritoscópico para mensurar a quantidade de ferrita presente em cada amostra após elas terem sido submetidas aos tratamentos térmicos de envelhecimento.

Para cada amostra foram realizadas diversas medidas aleatórias na sua área superficial e feito uma média de seus valores para uma maior precisão nos valores. A média de valores de ferrita para cada amostra esta exposta na Tabela 6.

É possível constatar observando na Tabela 6 uma relevante diminuição na porcentagem de ferrita com o aumento do intervalo de tratamento de envelhecimento. Tais valores condizem com as informações obtidas na literatura e estudadas nesse trabalho, no qual para temperatura e intervalos de tempos ao quais as amostras foram submetidas, ocorre a dissolução da fase ferrita para o surgimento de outras fases que são prejudiciais (fase sigma, chi e austenita secundária) as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão do material.

Ressaltando que à medida que o tempo de tratamento aumenta a fase sigma que surge entre os contornos de grão das fases ferrita e austenita, se difunde para dentro dos grãos ferríticos até praticamente o consumo total deles. Por outro lado, ocorre também um aumento da fase austenita, que precipita juntamente com a fase sigma, devido à reação eutetóide de decomposição da ferrita.

Tabela 6 - Exposição dos valores médios de ferrita obtidos pelo ferritoscópico.

Análise pelo Ferritoscópico							
Amostras	Recebida	10 min de tratamento	20 min de tratamento	30 min de tratamento	40 min de tratamento	50 min de tratamento	60 min de tratamento
Média de ferrita presente	42,29%	39,14%	33,69%	24,05%	14,79%	12,43%	9,15%
Desvio médio	1,55%	0,80%	0,69%	1,09%	0,91%	0,81%	0,54%

Fonte: Próprio Autor

4.5 Comparativo de Resultado das Técnicas

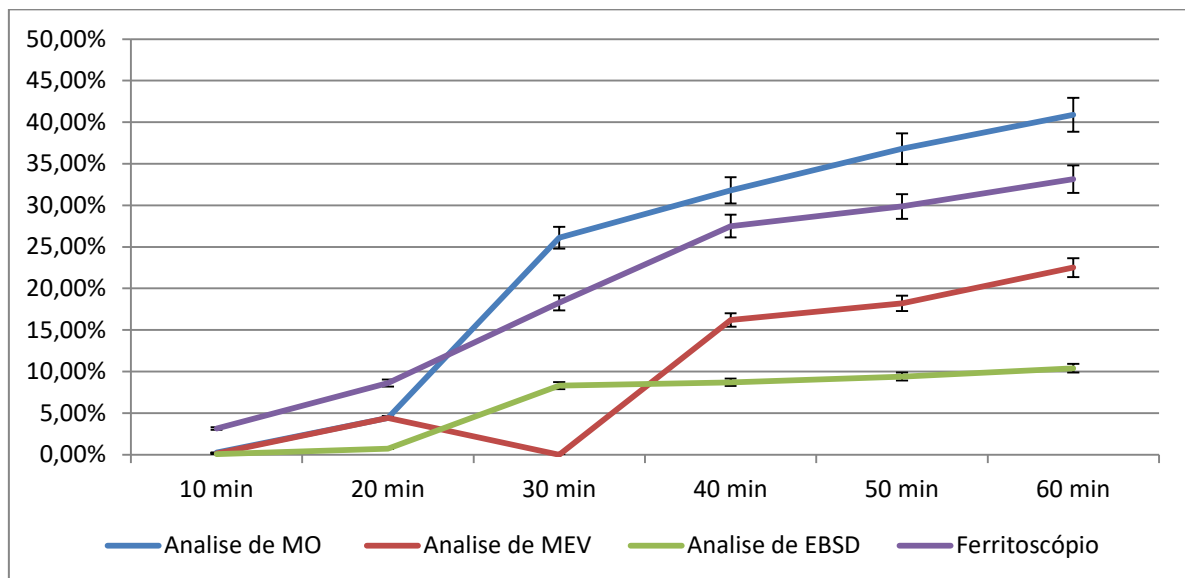
Na Tabela 7 estão apresentados os valores de quantificação das fases deletérias para cada técnica e temperatura de tratamentos realizados neste trabalho. A Figura 29 contém o gráfico desses resultados para assim termos uma melhor interpretação desses valores.

Tabela 7- Exposição dos resultados de quantificação de fases deletérias obtidos no trabalho

Técnicas	10 min	20 min	30 min	40 min	50 min	60 min
Analise de MO	0,24%	4,40%	26,10%	31,80%	36,80%	40,90%
Desvio Médio	1,31%	1,73%	1,79%	2,03%	2,46%	1,82%
Analise de MEV	0,13%	4,41%	-	16,20%	18,20%	22,50%
Desvio Médio	0,04%	1,67%	-	1,24%	1,85%	2,02%
Analise de EBSD	0,06%	0,71%	8,30%	8,70%	9,40%	10,40%
Ferritoscópico	3,15%	8,60%	18,27%	27,5%	29,86%	33,14%
Desvio Médio	0,80%	0,69%	1,09%	0,91%	0,81%	0,54%

Fonte: Próprio Autor

Figura 29- Gráfico referente aos resultados de quantificação das técnicas utilizadas no trabalho



Fonte: Próprio Autor

Analizando e comparando os valores contidos na Tabela 7 e na Figura 29 podemos observar a diferença nos valores das quantificações obtidas pelas técnicas utilizadas e isto pode ser explicado devido ao modo de obtenção de micrografias em cada técnica, demonstrando também as limitações e dificuldades encontradas para obtenção de resultados precisos. Os valores que geram o gráfico dos resultados do ferritoscópico foram obtidos realizando a subtração do valor de ferrita inicial pela ferrita restante para cada amostra que foi tratada, pois o resultado desta subtração possivelmente é a porcentagem de fases deletérias que surgiu na microestrutura.

Para utilização das técnicas realizadas neste trabalho vários fatores são determinantes para obtenção de boas micrografias e conseqüentemente boas análises. Entre os

fatores mencionados estão um bom lixamento e polimento da superfície das amostras, tendo o devido cuidado em evitar lixamentos bruscos e polimentos demorados e assim obtermos uma superfície de análise plana, isenta de arranhões, de manchas e sujeiras.

Para utilizar a técnica de microscopia ótica algumas das limitações dessa técnica devem ser consideradas, é necessário à escolha adequada do reagente químico para o ataque eletrolítico da superfície da amostra, deve ser realizado o ajuste de concentração do reagente, tensão, corrente e tempo de ataque para que possa ser possível observar com um bom contraste e assim distinguir as fases presentes em sua microestrutura. Outras limitações estão relacionadas com a magnificação e resolução da imagem, além da dificuldade em diferenciar as fases devido à tonalidade delas. Porém é uma técnica que gera resultados rápidos e fornecem informações da microestrutura e seus constituintes.

Diferente da microscopia ótica, para realização das técnicas de microscopia eletrônica de varredura no modo BSE e a técnica de EBSD não é necessário o ataque eletrolítico na superfície da amostra para obter imagens da microestrutura do material, isto diminui bastante as variáveis na obtenção de resultados satisfatórios. Utilizando estas técnicas existe a possibilidade de trabalhar com maiores magnificações e poder observar mais detalhadamente as fases presentes na microestrutura, estas técnicas nos forneceram resultados mais precisos, utilizando o modo BSE à distinção de fases ficou melhor do que as realizadas para MO, pois as fases deletérias presentes na microestrutura se destacam por possuírem um brilho maior do que as demais devido a sua composição química, isto facilitou bastante a utilização do programa SVRNA para identificar e quantificar as fases deletérias.

Nas micrografias obtidas pelo modo BSE no MEV apesar de destacar bastante as fases deletérias existentes na microestrutura que são o principal interesse do trabalho, mas não fornece ao mesmo tempo uma boa distinção entre fases matrizes do material. Porém a técnica de EBSD nos fornece mapas de fases com ótima distinção de todas as fases presentes na microestrutura e quantificações precisas em fração de área.

Já o ferritoscópio fornece informações somente da existência e quantidade de fase ferrita na microestrutura do material, uma vez que é a fase magnética capaz de sensibilizar o transdutor. Isto limita a análise apenas a esta fase, não fornecendo informação da existência e quantidade de outras fases no material, uma vez que é a fase magnética capaz de sensibilizar o transdutor. Sendo assim é uma técnica utilizada apenas para correlacionar a diminuição de ferrita com o tempo de tratamento das amostras.

5 CONCLUSÃO

Ao termino do trabalho é evidente algumas conclusões sobre a utilização de cada técnica para identificação e quantificação das fases presentes na microestrutura do aço inoxidável UNS S32750.

- A técnica de microscopia ótica é possível evidenciar a existência da fase sigma na microestrutura, porém em algumas situações existe dificuldade em diferenciar as fases com precisão devido à magnificação e resolução disponível pela técnica, além da proximidade de tonalidades entre as fases sigma e ferrita, sendo assim certa quantidade de ferrita, inclusões e outros defeitos podem ter sido contabilizados como fase deletéria.
- A utilização do MEV no modo BSE obteve-se imagens em que é possível distinguir com maior precisão as fases deletérias na microestrutura, mas não temos uma distinção satisfatória entre as fases matrizes do material e seus contornos de grãos.
- A técnica mais confiável utilizada neste trabalho demonstrou ser a de EBSD, pois forneceu mapas de fases com vários detalhes, exibindo os contornos de grãos, a presença das fases matrizes e deletérias e suas quantificações em fração de área. A dificuldade desta técnica está na preparação ideal da superfície para ser analisada além do tempo que é necessário para ser realizada.
- O ferritoscópio fornece informações rápidas a respeito da presença de fase ferrita e sua quantidade, foi possível constatar a diminuição de tal fase com o aumento do tempo de tratamento térmico, porém esta técnica se limita apenas a esta informação.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Realizar novos experimentos com intervalos de tempos maiores de tratamento e observar se continuará ocorrendo aumento da precipitação de fases deletérias.
- b) Submeter às amostras a diferentes ataques químicos para revelação da microestrutura e realizar comparativos.
- c) Realizar experimentos submetendo as amostras a ensaios mecânicos e constatar o quanto prejudicial é a precipitação de fases deletérias as propriedades mecânicas do material.
- d) Realizar técnicas de EDS nas fases precipitadas para constatar a composição química dos mesmos.

REFERÊNCIAS

- BATISTA, H. J. **Avaliação da microestrutura e da resistência à corrosão na soldagem multipasse do aço inoxidável superduplex UNS S32750 pelo processo MIG/MAG.** Fortaleza (2012). Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Ceará.
- BRANDI, S. D.; SILVEIRA, L. M. Y.; VASCONCELLOS, D. L. B. **Aplicação da norma ASTM A923-Prática A para identificação de fases intermetálicas em junta soldada de aço inoxidável super duplex UNS 32750.** *Revista Escola de Minas*, Ouro Preto, v. 63, n. 1, p.153–158, 2010.
- BRAMFITT, B. L.; LAWRENCE, S. J. **Metallography and Microstructures of Carbon and Low-Alloy Steels.** In: **ASM Handbook. Metallography and Microstructures.** Metals Park, Ohio: ASM, 2004. V.9, p.608-627.
- CHEN. T.H.; WENG. K.L.; YANG J.R. **"The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel"** / *Materials Science and Engineering A338* (2002) 259_/270.
- COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns.** Editora Blucher. 2008.
- DEDAVID, B. A. **Microscopia eletrônica de varredura : aplicações e preparação de amostras : materiais poliméricos, metálicos e semicondutores** [recurso eletrônico] / Berenice Anina Dedavid, Carmem Isse Gomes, Giovanna Machado. – Porto Alegre : EDIPUCRS, 2007.
- ESCRIBA, D. M.; MATERNA-MORRISB, E.; PLAUTA, R.L.; PADILHA, A.F. **Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel.** *Materials chacterization*, 2009.
- EVERHART, T. E.; THOMLEY, R. F. M. **"Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents"**. (1960) *Journal of Scientific Instruments*
- GIRÃO, D. C. **Influência da fase sigma na resistência à corrosão do aço inoxidável superduplex ASTM A890 grau 1C após tratamento isotérmico.** Fortaleza (2015). Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Ceará
- KARLSSON, L.; BENGTSSON, L.; ROIANDER, U.; PAK, S; **The kinetics of intermetallic phase formation in duplex stainless weld metals and their influence on mechanical properties.** *Proc. Conf. Stainless Steels'92.* v.1, p.335-344. 1992.
- LI, J.; XU, Y.; XIAO, X.; ZHAO, J.; JIANG, L.; HU, J.; **A new resource saving, high manganese and nitrogen super duplex stainless steel 25Cr-2Ni-3Mo-xMn-N.** *Materials Science and Engineering A.* v.527, p.245-251, 2009.
- LIPPOLD, J.C.; KOTECKI, D. J.; **Welding metallurgy of stainless steels.** 1. ed. Hoboken: John Wiley & Sons. Hoboken, 2005.

MAGNABOSCO, R.; ALONSO-FALLEIRO, N. **Sigma Phase Formation and Polarization Response of UNS S31803 in Sulfuric Acid, Corrosion**, v.61, n.8, p. 807-814 Aug 2005.

MANNHEIMER, W. A. **Microscopia dos Materiais – Uma Introdução**. Rio de Janeiro. Editora e-papers, 2002.

MALISKA, A.M, **Apostila Microscopia Eletrônica de Varredura** – Universidade Federal de Santa Catarina – Departamento de Engenharia Mecânica – LABMAT.

MENEZES, J. W. A. **Análise quantitativa da fase ferrítica do aço inoxidável duplex UNS S31803 na condição soldada**. Fortaleza (2005). Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Ceará.

MUTHUPANDI, V.; BALA SRINIVASAN, P.; SHANKAR, V.; SESHADRI, S. K.; SUNDARESAN, S.; **Effect of weld metal chemistry and heat input on the structure and properties of duplex stainless steel welds**. *Materials Letters*. v.59, p.2305 – 2309, 2005.

NILSON, J.O.et al. **Structural stability of super duplex stainless weld metals and its dependence on tungsten and copper**. *Metallurgical and Materials Transactions A*. v. 27^a, n.8, p. 2196-2208, 1996.

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

NILSSON, J.-O.; CHAI, G.; KIVISÄKK, U.; **Recent development of duplex stainless steels**. *R&D Centre, Sandvik Materials Technology*. Sweden, 2007.

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

OLIVEIRA, C.G. **Avaliação da susceptibilidade à corrosão dos aços inoxidáveis super duplex UNS S32750 (SAF 2507) e UNS S32760 (ZERON100) utilizando uma célula de EPR portátil**. Fortaleza (2014). Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Ceará.

PARDAL, J.M. **Efeito dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas, magnéticas e na resistência à corrosão de aços inoxidáveis super duplex**. 2009. 411 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal Fluminense, Rio de Janeiro, p.45, 2009.

PÉREZ, G. J. A. **Caracterização das fases presentes em depósito de níquel ER-niCrMo-3 em tubos de aço de 9Cr 1Mo usados em fornos de refinaria de petróleo**. Fortaleza (2005). **Dissertação (Mestrado)**. Universidade Federal do Ceará.

PINTO, P.S.G.; **Avaliação da resistência ao impacto de juntas de aço inoxidável superduplex soldadas por GMAW pulsado com diferentes misturas gasosas**. 2009. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2009.

POHL M.; STORZ O.; GLOGOWSKI, T. **Effect of intermetallic precipitation on the properties of duplex stainless steel.** *Materials Characterization*, v.58, p. 65-71, 2007.

POHL, M. et al. **Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel** *Materials Characterization*, v. 58, p. 65–71, 2007.

PINTO, A. L.; Lopes, A. M., **In Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização e crescimento de grão.** São Paulo: André P. Tschiptschin Ed., IPEN, 2a ed.,pp. 441-459, 2003.

RAMIREZ, A. J. **Precipitação de Fases intermetálicas e austenita secundária na ZAC de soldagens multipasse de aços inoxidáveis duplex.** São Paulo (2001). Tese (Doutorado). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

RAMÍREZ, A. J.; BRANDI, S. D.; LIPPOLD, J. C. **Secondary Austenite and Chromium Nitride Precipitation in Simulated Heat Affected Zones of Duplex Stainless Steels.** *Science and Technology of Welding & Joining*, v. 9, n. 4, 2004, p. 301-313 (13).

REED, R.C.; JACKSON, M.P.; NA, Y.S. **Characterization and Modeling of the Precipitation of the Sigma Phase in UDIMET 720 and UDIMET 729LI,** *Metallurgical and Materials Transactions*, v.30A, n.3, p. 521-533, Mar 1999.

SANTOS, H., Leal, J., **Revista APF 235** (2004) 28-33

SANTOS, J. R. D. **Influência da energia de soldagem multipasse na resistência a corrosão de juntas de aço inoxidável superduplex UNS S32760 soldadas pelo processo MIG/MAG.** Fortaleza (2013). Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Ceará.

SATHIRACHINDA, N.; PETTERSON, R.; WESSMAN, S.; KIVISAKK, U.; PAN, J. **Scanning Kelvin probe force microscopy study of chromium nitrides in 2507 super duplex stainless steel-Implications and limitations.** *Electrochimica Acta*, v. 56, p. 1792-1798, 2011.

TABAN, E. **Toughness and microstructural analysis of superduplex stainless steel joined by plasma arc welding.** *Journal of Materials Science*. v. 43, p.4309–4315, 2008.

TAVARES, S. S. M., CASTRO, J. L. G., CÔRTE, R. R. A., SOUZA, V. M., PARDAL J. M. **Deteção de pequenos teores de fase sigma e avaliação dos seus efeitos na resistência à corrosão do aço inoxidável duplex uns S31803.** *ENGEVISTA*, v. 8, n. 2, p. 77-82, dezembro 2006

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

VOORT, Vander. **Microstructure.** In: __. **Metallography Principles and Practice.** New York: McGraw-Hill.1984. p.165-266

KARLSSON, L. Intermetallic phase precipitation in duplex stainless steels and weld metals: metallurgy, influence on properties, welding and testing aspects. WRC Bulletin. #438, 1999.

KRINSLEY, David H., 1998, Backscattered scanning electron microscopy and image analysis of sediments and sedimentary rocks. Cambridge University Press