

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS
ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

**TRABALHO DE FORMATURA 1994
PMT 593 E PMT 594**

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO
INOXIDÁVEL DUPLEX DIN Nr 1.4462**

DEDALUS - Acervo - EPMT



31800004103

aluno : Alexandre Farkas Parra Primeiro
número USP : 1815721
orientador : Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO
INOXIDÁVEL DUPLEX DIN Nr 1.4462**

ÍNDICE

1 - JUSTIFICATIVA E OBJETIVO.....	01
2 - INTRODUÇÃO.....	02
3 - MATERIAIS E MÉTODOS.....	16
4 - RESULTADOS.....	22
5 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	45
6 - CONCLUSÃO.....	50
7 - BIBLIOGRAFIA.....	51

1 - JUSTIFICATIVA E OBJETIVO

Os aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex tem sido crescentemente especificados para componentes e instalações que exigem do material excelente resistência à corrosão (generalizada, intergranular, por pites, em frestas e sob tensão), boa resistência mecânica e excelente soldabilidade. Essa combinação favorável de propriedades dos aços inoxidáveis duplex está intimamente ligada com a sua microestrutura. Além disto, durante o processamento ou serviço dessa classe de aços pode ocorrer o aparecimento de fases que deterioram as propriedades acima mencionadas. O aço DIN Werkstoff Nr. 1.4462 é, de longe, o inoxidável duplex mais utilizado no mundo todo.

Este trabalho tem por objetivo a caracterização microestrutural do aço 1.4462 após diferentes tratamentos térmicos. Esta caracterização inclui determinações de quantidade, tamanho, distribuição, estrutura e composição das fases presentes. Para tanto foram utilizadas várias técnicas de análise microestrutural, sendo elas : microscopia óptica, metalografia quantitativa, difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura, análise por dispersão de energia, medidas magnéticas e de dureza.

O trabalho também visa a correlação do comportamento de propriedades mecânicas com a presença de precipitados, com o auxílio de análise comparativa de fraturas de amostras solubilizadas e de amostras contendo precipitados.

2 - INTRODUÇÃO

Os três tipos mais comuns de aços inoxidáveis (austeníticos, ferríticos e martensíticos) foram descobertos no início deste século, por volta de 1912. Mais tarde, ainda na primeira metade deste século, foram descobertos outros dois tipos de aços inoxidáveis, os endurecíveis por precipitação e os ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex (1,2).

Em seguida, discutiremos brevemente as características dos cinco tipos principais de aços inoxidáveis (3).

- Ferríticos

Têm estrutura CCC e apresentam o magnetismo típico da ferrita. Possuem teor de cromo entre 11 e 29% , são isentos de níquel e nitrogênio e apresentam baixo teor de carbono. Freqüentemente, contêm adição de alumínio ou molibdênio. Este grupo de aço apresenta propriedades mecânicas modestas e excelente resistência à corrosão e à oxidação, com excessão de fragilização por hidrogênio.

- Austeníticos

Têm estrutura CFC e propriedades típicas da austenita. Freqüentemente apresentam teor de cromo por volta de 18% e presença de elementos que estabilizam a austenita na temperatura ambiente. O níquel é tradicionalmente o elemento mais utilizado com esta finalidade. Mais recentemente, o nitrogênio também tem sido utilizado como estabilizador (e endurecedor) da austenita. Os inoxidáveis austeníticos apresentam resistência mecânica modesta e excelente resistência à corrosão e à oxidação, com excessão da corrosão sob tensão. Além disto, eles apresentam excelente

tenacidade e grande capacidade de endurecimento por deformação (encruamento).

- Martensíticos

Apresentam transformação martensítica, devido ao teor de carbono (elevado). Freqüentemente o teor de cromo situa-se entre 11 e 14%. Têm resistência mecânica e resistência ao desgaste superiores aos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos. Por outro lado, sua ductilidade, tenacidade e trabalhabilidade são piores. Sua resistência à corrosão é satisfatória para muitas aplicações.

- Endurecíveis por precipitação

Este grupo de aços oferece alta resistência mecânica e ao desgaste, mas também apresenta tenacidade e ductilidade mais pobres. Na maioria dos casos, o endurecimento ocorre pela precipitação de compostos intermetálicos em matrizes martensíticas. Freqüentemente, têm teor de cromo por volta de 17%, além de níquel, molibidênio e cobre. Finalmente, deve-se mencionar que também existem aços inoxidáveis austeníticos endurecíveis pela precipitação de compostos intermetálicos.

- Duplex

Este grupo de aços apresenta microestrutura duplex composta de austenita e ferrita. Freqüentemente, têm cromo por volta de 22% e níquel por volta de 5%. Além disso, são freqüentemente ligados ao molibidênio, nitrogênio e cobre. Sua resistência mecânica é cerca de 2 a 3 vezes a resistência mecânica dos austeníticos e dos ferríticos tradicionais. Suas tenacidade e ductilidade são superiores às dos aços inoxidáveis martensíticos e endurecíveis por precipitação. Sua resistência à corrosão é excepcional.

2.1 - MICROESTURA

Os aços inoxidáveis duplex têm uma composição variável, como mostra a tabela 1:

LIGA		COMPOSIÇÃO, % peso										
Nome	Padrão	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	C	N	P	S	Outros	Ferrita %
329	AST 329	26,0	5,0	1,5	—	—	0,08	—	—	—	—	60 - 70
ferralium	ASME Code 1883	24/27	4,5/5,5	2/4	≤2,0	≤2,0	≤0,08	≥0,1	≤0,04	≤0,04	Cu:1,3/4	≈ 50
255(a)	UNS S32550											
7 Mo(b)	ASME Code 1520 ASTM A268-72	23/28	2,5/5	1/2	≤1,0	≤0,75	≤0,08	—	≤0,04	≤0,03	—	≈ 85
U50(c)	—	20/22	5,5/8,5	2/3	≤2,0	≤1,0	≤0,03	≤0,2	≤0,04	≤0,03	Cu:0,5	30-50
AF22(d)	—	21/23	4,5/6,5	2,5/3,5	≤2,0	≤1,0	≤0,03	—	—	—	—	55-65
25Cr-5Ni- 2Mo-N(e)	—	25,0	5,0	2,0	0,5	0,5	0,025	0,15	—	—	Cu:1,0	—
3RE60(f)	ASTM A669 ASME Code 1475	18,5	4,7	2,7	1,5	1,7	≤0,03	—	≤0,03	≤0,03	—	≈ 50
SAF	ASTM A669	22,0	5,5	3,0	≤2,0	≤0,8	0,03	0,14	≤0,03	≤0,02	—	≈ 45
2205(f)	UNS S31803											

Tabela 1 - Alguns aços inoxidáveis duplex comerciais (3)

Porém todos eles pertencem a uma faixa relativamente extreita do diagrama de fases, entre a região formada só por ferrita e a região formada só por austenita. Como exemplo, pode-se analisar um corte do diagrama Fe-Cr-Ni, para 70% de Fe, na figura 1 :

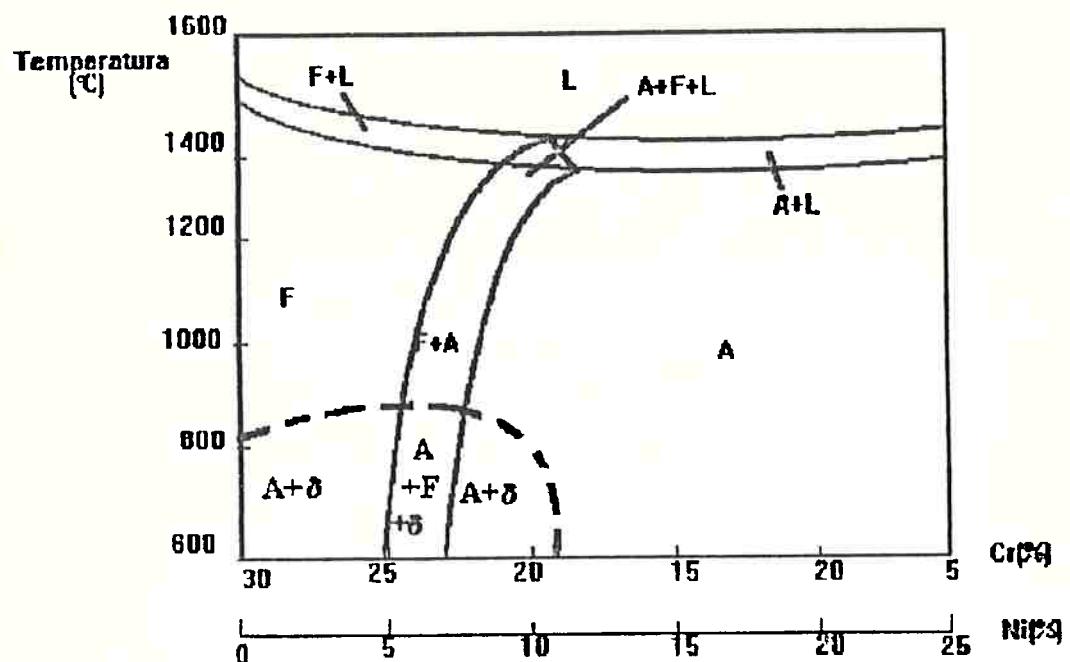


Figura 1 - Corte do diagrama de fases Fe-Cr-Ni para 70% Fe

(2)

Nas ligas contidas na faixa $\alpha+\gamma$ do diagrama, ocorrerá a formação das duas fases, surgindo da solidificação primeiro a ferrita e posteriormente, no estado sólido, a austenita. A variação no teor de elementos como Cr, Mo, Si, W, Nb e Ti, ferritizantes e C, Ni, Mn, Co, Cu e Al, austenitizantes, altera a proporção entre as duas fases, de tal forma que quanto maior o teor de elementos ferritizantes, maior a quantidade de ferrita, e vice-versa. Assim deve-se balancear o teor desses elementos a fim de obter-se quantidades aproximadamente iguais das fases, pois isso causa uma granulação mais fina, o que melhora as propriedades físicas, ocorrendo também uma melhora da resistência à corrosão.

O tratamento térmico de solubilização dos aços inoxidáveis duplex é feito por volta de 1050°C. Desta forma a microestrutura básica dos aços inoxidáveis duplex solubilizados é formada de duas fases em quantidades aproximadamente iguais e com grãos finos, distribuídos homogeneousmente. O fato de a energia de interface α/γ ser menor que a dos contornos de grãos α/α e γ/γ dá origem a grande quantidade de contornos α/γ melhorando a homogeneidade da distribuição. A granulação fina dá-se pelo surgimento rápido da austenita. Se a peça sofrer deformação haverá orientação da microestrutura com a formação de lamelas, no sentido da deformação, favorecendo a quantidade de interfaces α/γ .

Abaixo de 1000°C pode ocorrer a precipitação de numerosas fases, as quais são geralmente prejudiciais tanto às propriedades mecânicas como ao comportamento anti-corrosivo. Em seguida discute-se os três tipos principais de precipitação: carbonetos $M_{23}C_6$, fase sigma (σ) e fase alfa linha (α' , fragilização a 475°C). A ocorrência de tais fases podem ser visualizadas na figura 2.

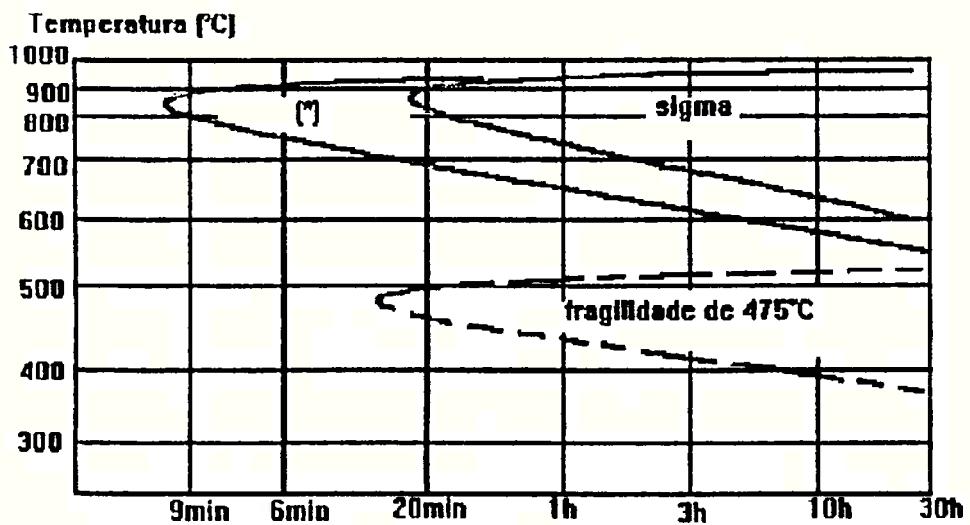


Fig 2 - Diagrama TTT típico de um aço inoxidável duplex DIN W.Nr 1.4462 (4). (*) fases: Cr_2N , CrN , M_{23}C_6

Com o resfriamento lento, pode ocorrer a formação de carbonetos, se a liga possuir teor de carbono suficientemente alto. Essa formação de carbonetos, mesmo em pequenas quantidades, retira da matriz quantidade considerável de Cr o que prejudica localmente a resistência à corrosão (corrosão intergranular).

A fase sigma forma-se na ferrita preferencialmente, em grande quantidade e em curto período de tempo. Por exemplo, um aço DIN W.Nr 1.4462 quando exposto por algumas horas a 850°C pode ter praticamente toda sua ferrita transformada em uma mistura de fase sigma e austenita. Essa fase retira grande quantidade dos elementos de liga e surge por nucleação e crescimento, é facilmente visível por microscopia ótica, sendo parecida com os carbonetos, e constituída principalmente de Cr, Fe e Mo. A

fase sigma é bastante fragilizante, afetando demasiadamente as propriedades mecânicas, e também a resistência à corrosão. Por exemplo, a precipitação de apenas 1% (fração volumétrica porcentual) de fase sigma reduz à metade a resistência ao impacto do material (7,8).

A formação da fase alfa linha (α') é bastante discutida pois esta é de difícil visualização mesmo em microscópio eletrônico de transmissão. A fase origina-se por nucleação e crescimento em ferritas pobres em cromo, e por decomposição espinodal se o teor de cromo for maior. Em ambos os casos ela é bastante fina, coerente com a ferrita, tem estrutura CCC e é rica em cromo. Se o tratamento térmico ocorrer por volta de 475°C ela aparece em grande quantidade, o que torna a ferrita mais frágil, e diminui muito sua resistência à corrosão.

2.2 - PROPRIEDADES MECÂNICAS

De forma geral os aços inoxidáveis se destacam pela resistência à corrosão e não pelas propriedades mecânicas, as quais deixam a desejar em comparação com aços não inoxidáveis de alta resistência.

Os aços inoxidáveis duplex, em comparação aos outros tipos de aços inoxidáveis, são os que apresentam melhor combinação de propriedades mecânicas (limite de escoamento, limite de resistência e tenacidade), sendo L.E. e L.R. duas a três vezes maior que os dos aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos, e a tenacidade muito superior aos martensíticos e endurecíveis por precipitação. A tabela 2 mostra os valores de L.E. e L.R. e alongamento para os diversos tipos de aços inoxidáveis, e a tabela 3 apresenta os valores das mesmas propriedades para outras composições de aços inoxidáveis duplex.

Tipo	C max %	Mn max %	Si max %	Cr %	Ni %	P max %	S max %	outros %	Lim. esc. (N/mm ²)	Lim. Rest. (N/mm ²)	Along. Total(%)
304 (A)	0,08	2,0	1,0	18,0 a 20,0	8,0 a 10,5	0,043	0,030	—	205	515	40
316 (A)	0,08	2,0	1,0	16,0 a 18,0	10,0 a 14,0	0,045	0,030	Mo=2,0-3,0	205	515	40
405 (F)	0,08	1,0	1,0	11,5 a 14,5	—	0,040	0,030	Al=0,10-0,300	275	480	20
430 (F)	0,12	1,0	1,0	16,0 a 18,0	—	0,0040	0,030	—	275	480	20
410 (M)	0,15	1,0	0,50	11,8- 13,0	—	0,040	0,030	"tempera plena"	820	825	12
431 (M)	0,20	1,0	1,0	15,0 a 17,0	1,25 a 2,50	0,040	0,030	temperado a 250oC	1080	1370	10
PH 13-8Mo (EP)	0,05	0,10	0,10	12,25- 13,25	7,5 a 8,5	0,01	0,08	Mo=2,0-2,5 Al=0,90-1,35	1410	1520	6
17-7PH (EP)	0,09	1,0	1,0	16,0 a 18,0	6,5 a 7,75	0,04	0,06	Al=0,75-1,5	1275	1830	6
DIN 1.4462 (F/A)	0,030	1,0	2,0	21,0 a 23,0	4,50 a 6,50	0,030	0,020	Mo=2,5-3,5 N=0,08-0,20	480	680	25

Tabela 2 - Comparação entre o limite de escoamento, limite de resistência e alongamento entre aços inoxidáveis austeníticos (A), ferro-ticos (F), Martensíticos (M), endurecíveis por precipitação (EP), e duplex (F/A). (5)

Número UNS	Nome da Liga	Limite de escoamento		Limite de resistência		Alongamento %
		Mpa	ksi	Mpa	ksi	
S32900	Tipo 329	485	70	620	90	15
S31200	44LN	450	65	690	100	25
S31260	DP-3	450	65	690	100	25
S31500	3RE600	440	64	630	92	30
S31803	2205	450	65	620	90	25
S32550	Ferralium 255	550	80	760	110	15
S32950	7-Mo plus	485	70	690	100	15
S30403	Tipo 304L	170	25	485	70	40
S31603	Tipo 316L	170	25	485	70	40
S31703	Tipo 317L	205	30	550	75	40
N08020	20Cb-3	240	35	550	80	30

Tabela 3 - Valores do limite de escoamento, limite de resistência e alongamento para algumas composições de aços inoxidáveis duplex. (3)

Também o refino de grão, aumenta os valore de L.E. e L.R. e tenacidade. A proporção das fases é importante; de forma a aumentar a influência de uma das fases com o aumento de sua quantidade. Assim um aço inoxidável duplex com maior teor de austenita apresenta menores L.E. e L.R., mas maior alongamento. Enquanto com maior teor de ferrita apresenta menores alongamento e resistência ao impacto. O figura 3 exemplifica como a resistência ao impacto varia com o aumento de ferrita.

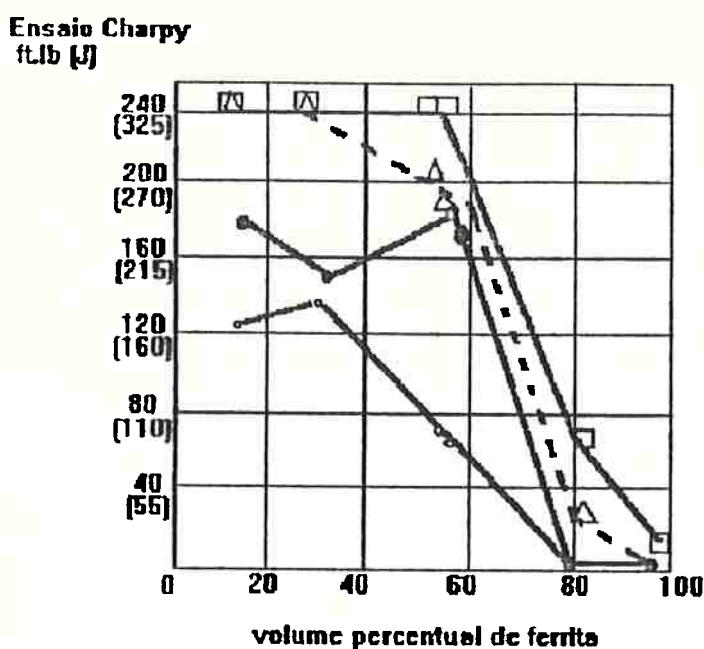


Figura 3 - Variação na energia absorvida no ensaio Charpy, com o aumento da porcentagem de ferrita, para um aço inoxidável duplex.
(3)

Para a obtenção dos teores de ferrita e das propriedades acima citadas a peça deve ser aquecida a temperaturas entre 1.000 e 1.400°C, dependendo da composição, para que a austenita desapareça, permanecendo apenas ferrita. Em seguida a peça deve ser resfriada rapidamente, de tal forma a evitar a formação de fases como alfa linha e sigma, as quais são fragilizantes e agem de forma intensa, levando propriedades como alongamento e resistência ao impacto a valores muito baixos, uma vez que sob solicitação mecânica a fase alfa linha causa fratura tipo clivagem na ferrita e a fase sigma causa fratura frágil. Na presença destes precipitados, a austenita é responsável por alguma ductilidade residual, sofrendo fratura dúctil alveolar.

As propriedades mecânicas podem ser melhoradas pela adição de elementos de liga em pequenas quantidades, melhorando os valores de L.E. e L.R. sem perda da tenacidade. A tabela 4 mostra a influência qualitativa dos elementos de liga mais usados.

0,01 a 0,35% de C	propicia resistência mecânica e ao desgaste
0,1 a 0,35% de N	propicia resistência mecânica e à corrosão por pites
0,05 A 5% de Si	propicia resistência à corrosão, ao calor e ao destaque
0,5 a 5% de Mn	propicia resistência à corrosão e ao desgaste abrasivo
0,2 a 5% de Mo	propicia resistência à corrosão por pites, generalizada e em frestas
até 12% Co	propicia soldabilidade e resistência ao desgaste
até 1,5%Nb	propicia resistência à corrosão e ao desgaste
até 4% Cu	propicia resistência à corrosão e endurecimento por precipitação
até 1,2% W	propicia resistência à corrosão
até 0,5% Ti	propicia endurecimento por precipitação
até 00,1% Al	propicia endurecimento por precipitação

Tabela 4 - Influência qualitativa da adição de elementos de liga nas propriedades dos aços inoxidáveis duplex.(2)

2.3 - RESISTÊNCIA À CORROSÃO

Os aços inoxidáveis duplex apresentam resistência à corrosão exceptional, sendo superior aos demais tipos de aços inoxidáveis. Isso se deve principalmente à sua composição química rica em elementos como cromo, molibdênio, níquel e nitrogênio, e à presença de duas fases, que dificultam a formação de gradientes de concentração. Isso faz com que este tipo de aço seja usado em meios altamente corrosivos como aços orgânicos e inorgânicos. Nesses meios (corrosivos) os tipos mais preocupantes de corrosão são a corrosão intergranular e a corrosão por pites. A primeira é causada pela precipitação de fases como $M_{23}C_6$ nos contornos de grãos e interfaces, preferencialmente nas interfaces ferrita/austenita, empobrecendo a região adjacente em elementos responsáveis pela resistência à corrosão. Devido à presença de ferrita estes precipitados não causam acentuada corrosão intergranular, devido à estrutura CCC de alta difusividade, que não permite a formação de gradientes de concentração. Esse tipo de corrosão é comum nos aços inoxidáveis austeníticos que apresentam baixa difusividade (estrutura CFC).

A corrosão por pites, nos aços inoxidáveis, pode ser dificultada pela presença dos elementos cromo, molibdênio e nitrogênio. Tal fato pode ser descrito pela equação :

$$PRE = \%Cr + 3,3\%Mo + (16 \text{ a } 30)\%N$$

(PRE = Pitting Resistance Equivalent)

O coeficiente 30 do nitrogênio é válido para os aços inoxidáveis austeníticos e o 16 para os inoxidáveis duplex. O cromo e o molibdênio

concentram-se na ferrita, fornecendo a esta fase grande resistência a esse tipo de corrosão, enquanto que dentre os elementos da fórmula apenas o nitrogênio concentra-se na austenita, sendo assim o principal responsável pela sua resistência à corrosão por pites. O aço duplex deve apresentar teor de nitrogênio entre 0,10 e 0,32%, não devendo superar este teor pois o nitrogênio é austenitzante e altera a proporção entre as fases, prejudicando as demais propriedades. Cabe ressaltar também que os aços inoxidáveis duplex são praticamente imunes à corrosão sob tensão quando comparados aos aços inoxidáveis austeníticos.

Abaixo temos uma comparação entre um aço inoxidável duplex e alguns aços inoxidáveis mais comuns.

AÇO	Velocidade de corrosão mm/ano
304L	0,24
347	0,27
430	0,91
7-Mo	0,18

Tabela 5 - Velocidade de corrosão em ácido nítrico 63% de um aço inoxidável duplex (7-Mo,ASTM A268-72) e aço inoxidáveis comerciais.(3)

2.4 - APLICAÇÕES

Os aços inoxidáveis duplex possuem uma ampla faixa de aplicações (9,10). Devido principalmente à resistência à corrosão excepcional e propriedades mecânicas superiores aos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos tradicionais. A substituição também apresenta vantagens econômicas (10). Os inoxidáveis duplex vêm substituindo estes outros em aplicações que os austeníticos e ferríticos tradicionais deixavam a desejar, e ao mesmo tempo conseguindo novas aplicações. Como substituição podemos citar o uso em tanques que sofriam problemas de corrosão sob tensão, ou corrosão de íons cloreto que os inoxidáveis austeníticos 304 e 316, mais usados, não suportavam; uso em navios e submarinos em substituição aos inoxidáveis ferríticos 255; e muitos componentes da indústria química onde os aços inoxidáveis austeníticos são usados, mas com desempenho insatisfatório. Como novas aplicações podemos citar tubulações de óleo ou gás, onde é necessário combinar propriedades mecânicas com resistência à corrosão, componentes em contato constante com água do mar e produtos químicos contendo íons cloreto.

De modo geral este tipo de aço está sendo selecionado para diversos fins como componentes de trocadores de calor, bombas, hastes, fusos, eixos, centrifugadores, e tubos para equipamentos da indústria química, petroquímica e de alimentos, assim como equipamentos para dessulfuração (controle de poluição) de gases, indústria fotográfica, papel, tintas, e como já citado componentes em contato com água do mar.

3 - MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são descritos o material utilizado, os tratamentos térmicos realizados e as técnicas de caracterização microestrutural das amostras.

A caracterização microestrutural exigiu a utilização de várias técnicas complementares de análise microestrutural para a sua obtenção. A seguir serão descritas cada uma delas de forma detalhada.

3.1 - MATERIAIS

O estudo foi feito a partir de amostras do aço inoxidável ferrítico-austenítico, com microestrutura duplex, número 1.4462, retiradas de barras laminadas, em forma de disco com aproximadamente 20 mm de diâmetro e 5 mm de espessura.

A tabela 5 apresenta a composição deste material.

lign W.-Nr	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	N
1.4462	0,020	1,74	0,55	0,022	0,002	22,05	5,95	2,97	0,136

Tabela 5 - Composição (em % em peso) do aço 1.4462

3.2 - TRATAMENTOS TÉRMICOS

Inicialmente, as amostras foram solubilizadas a 1050°C por 30 minutos e resfriadas em água. Em seguida foram feitos dois tratamentos térmicos adicionais em amostras diferentes, mantendo-se também uma no estado solubilizado. Estes tratamentos tiveram como objetivo a precipitação de fases para posterior estudo da microestrutura e do grau de fragilização causado. Foi realizado um tratamento para precipitação de fase alfa linha, também conhecido como fragilização de 475°C, ficando a amostra exposta a essa temperatura por 100 horas, quando esta foi então retirada e resfriada em água. O outro tratamento térmico visava a precipitação de fase sigma, ficando a amostra exposta a temperatura de 850°C por 5 horas, quando foi retirada do forno e resfriada em água.

3.3 - MICROSCOPIA ÓPTICA

Como preparação inicial das amostra foi utilizado o polimento mecânico com lixas 180, 240, 360, 400 e 600. Posteriormente, usou-se politrizes com pasta de diamante de 6 μm e 1 μm . Em seguida fez-se polimento eletrolítico com eletrólito A2 (7000 ml de etanol, 120 ml de água destilada, 100 ml de butil glicol e 80 ml de ácido perclórico), a 35 volts, flow rate 3, temperatura máxima de 30°C, em uma área de 0,5 cm^2 por 15 segundos.

A partir desta etapa separou-se as amostras, sofrendo uma delas ataque químico eletrolítico de ácido oxálico 10% , 6 volts por 90 segundos.

A outra amostra sofreu ataque térmico em uma chama de gás metano (gás de cozinha).

Uma terceira amostra permaneceu apenas polida.

As amostras foram observadas em microscópio óptico metalográfico tradicional com até 1.000 vezes de aumento.

3.3.1 - METALOGRAFIA QUANTITATIVA

Com o uso de um aparelho Quantmet determinou-se as frações volumétricas de austenita e ferrita, colorindo-se uma delas, pela diferença de tonalidade originada no ataque (químico ou térmico), e determinando a fração colorida, correspondendo à uma das fases, e consequentemente a fração da outra fase será o complemento de 100%. Essa determinação foi feita pela média de 10 medições. Por ter as amostras homogeneidade na composição bem como na distribuição das fases, pode-se considerar a fração superficial como fração volumétrica, sendo válida a relação: $P_p = L_L = A_A = V_V$.

Determinou-se o tamanho de grão das duas fases através do número de pontos de contorno de grão ou interfaces ferrita/austenita , ferrita/ferrita e austenita/austenita que interceptam uma linha circular de tamanho conhecido, observada por superposição da imagem da microscopia óptica, devido ao uso de uma lente com esta linha inscrita na mesma. Conta-se, na observação pelo microscópio, as intersecções referidas acima. Após estas contagens utiliza-se as fórmulas abaixo:

$$P_L = P/L \quad \text{onde} \quad P = \text{número de pontos de intersecção}$$
$$L = \text{comprimento da linha teste circular}$$

$$N_{L(\text{ferrita})} = (2P_L \text{ ferrita} / \text{ferrita} + P_L \text{ ferrita} / \text{austenita}) / 2$$

$$N_{L(\text{austenita})} = (2P_L \text{ austenita} / \text{austenita} + P_L \text{ ferrita} / \text{ferrita}) / 2$$

$$L_{\text{ferrita}} = V_{v \text{ ferrita}} / N_{L(\text{ferrita})}$$

$$L_{\text{austenita}} = V_{v \text{ austenita}} / N_{L(\text{austenita})}$$

onde L_{ferrita} é o tamanho dos grãos de ferrita

$L_{\text{austenita}}$ é o tamanho de grão da austenita

V_v é a fração volumétrica da fase.

3.4 - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Utilizou-se esta técnica a fim de observar-se a microestrutura com maior detalhe, uma vez que o microscópio eletrônico de varredura fornece maiores aumento e resolução que o microscópio óptico. Também para a análise das superfícies das fraturas provenientes do ensaio de dobramento (ítem 3.8), que exige profundidade de foco, resolução e aumentos não conseguidos em microscopia óptica.

O microscópio eletrônico de varredura utiliza um feixe de elétrons emitidos por um filamento, os quais são acelerados ao longo de uma coluna sob vácuo e através de lentes magnéticas, e que incidem na amostra. A partir daí tem-se elétrons retroespalhados, elétrons secundários, elétrons Auger, raios X e luz que são refletidos pela amostra. Há ainda elétrons absorvidos e elétrons transmitidos espalhados elasticamente e inelasticamente (se a amostra for suficientemente fina).

Os elétrons transmitidos são usados para fazer imagem no microscópio eletrônico de transmissão. Os raios X são utilizados para a análise de micro-região (ítem 3.4.1), os demais (secundários, retroespelhados e absorvidos) são captados e fornecem imagens no microscópio eletrônico de varredura.

Utilizaram-se para a observação das amostras os elétrons secundários e retroespelhados. Os elétrons secundários apresentam baixa energia, cerca de 50 eV, emergem de uma profundidade de 100 a 200 ângstrons. Sua emissão depende sensivelmente da topografia da superfície da amostra e apresenta imagem com boa profundidade de foco para aumentos entre 10 e 100.000 vezes. Os elétrons retroespelhados apresentam imagem com menor resolução que os elétrons secundários; são refletidos principalmente por colisões elásticas, de uma profundidade entre 300 e 400 ângstrons. Têm energia alta, podendo ser aproximadamente igual à do feixe incidente. São indicados para aumentos de até 2.000 vezes. A imagem com elétrons retroespelhados dá uma boa idéia da distribuição dos elementos (leves e pesados) na microestrutura.

3.4.1- ANÁLISE QUÍMICA DE MICRO - REGIÃO

Acoplado ao microscópio eletrônico de varredura, dispunha-se de um detector por dispersão de energia, que permitiu a análise semi-quantitativa dos elementos metálicos.

3.5 - DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Utilizou-se a difração de raios X com finalidade de identificar as fases presentes, através da determinação dos seus parâmetros e avaliar a orientação cristalina preferencial (textura).

O método utilizado foi o do difratômetro.

Este método baseia-se na emissão e monocromatização de raios X, os quais incidem na amostra com ângulo conhecido e detectando-se os raios difratados pela amostra, dos quais apenas os que sofreram fenômeno de interferência construtiva terão importância. Sabendo-se que tal fenômeno ocorre segundo a Lei de Bragg, $n\lambda = 2d\sin\theta$, consegue-se determinar “d” (os espaçamentos entre planos cristalinos). Por comparação com cartões (JCPDS) já existentes, que apresentam os dados de difração de raios X para numerosos materiais e fases (mais de 30.000), consegue-se identificar por comparação as fases da amostra. Em seguida determina-se os parâmetros de rede utilizando-se a fórmula para a estrutura cúbica :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

onde d = espaçamento interplanar

a = parâmetro de reticulado

(h, k, l) = planos cristalinos

No caso da fase não ser cúbica, utiliza-se outras fórmulas, específicas para a estrutura em questão.

Utilizou-se a radiação de cobre $K\alpha$, com comprimento de onda 1,54060 ângstrons. A amostra não sofreu nenhuma preparação especial para este processo, estando preparada como para microscopia óptica.

3.6 - MEDIDAS MAGNÉTICAS

A quantidade de ferrita das amostras foi determinada com auxílio de um ferritoscópio, com limite de detecção para 0,1% de ferrita.

3.7 - DUREZA BRINELL

Após tratamento térmico de precipitação das fases, procurou-se determinar diferenças de propriedades mecânicas entre o estado solubilizado e os outros dois tratamentos.

Foi realizado ensaio de dureza Brinell com esfera 2,5 mm, e carga 62,5 kgf com 10 segundos de precarga e 1 minuto de ensaio (carga). Foram realizadas 10 medições para cada uma das três amostras.

3.8 - ENSAIO DE DOBRAMENTO

Foi realizado ensaio de dobramento nos três tipos de amostras, uma no estado solubilizado, outra com precipitação de fase sigma, e a terceira com precipitação de fase alfa linha. Foram cortadas plaquetas com 1 mm de espessura, 5 mm de largura e 20 mm de comprimento, aproximadamente. Essas plaquetas foram utilizadas no ensaio.

O ensaio constituiu de uma análise simples e apenas qualitativa do comportamento dos três corpos de prova, sendo as plaquetas presas em uma morsa em uma das extremidades, e seguras por um alicate manual na outra extremidade, com o qual se fez o dobramento propriamente dito, até a ruptura da amostra. Desta maneira pode-se avaliar rapidamente de maneira qualitativa o grau de fragilização causado pelos tratamentos térmicos. As fraturas foram observadas por microscopia eletrônica de varredura.

4 - RESULTADOS OBTIDOS

4.1 - MICROSCOPIA ÓPTICA

Na observação com auxílio do microscópio óptico foi possível observar com nitidez a microestrutura das amostras, tanto da amostra com ataque térmico como da atacada eletroliticamente com ácido oxálico. Pode-se notar claramente os contornos de grãos de cada fase, bem como as interfaces entre elas. As fases estavam homogeneousmente distribuídas, com grãos aparentemente de mesmo tamanho. Foi possível ainda notar a presença de macias de recozimento em uma das fases, indicando que esta seria a austenita. A microestrutura apresentou uma orientação preferencial, dando indícios que a amostra foi retirada de uma peça conformada mecanicamente. Portanto, a microestrutura era homogênea porém orientada.

4.1.1 - METALOGRAFIA QUANTITATIVA

A análise pelo Quantmet forneceu a proporção das fases através de dez medições da ferrita, e admitindo a quantidade de austenita como sendo o complemento de 100%. A determinação da proporção de uma das fases neste aparelho não é muito precisa, pois depende da habilidade do operador em perceber o início da outra fase, e também a leitura de defeitos do ataque (regiões escuras), que influenciam o resultado, daí a necessidade de dez leituras, variando-se a posição da amostra. Os resultados destas medições são apresentados na tabela 6.

MEDIÇÃO	% DE FERRITA	% DE AUSTENITA
1	40,0	60,0
2	38,9	61,1
3	39,3	60,7
4	40,0	60,0
5	40,2	59,8
6	39,8	60,2
7	40,4	59,6
8	39,0	61,0
9	41,1	58,9
10	40,3	59,7
MÉDIA	$39,1 \pm 1,1$	$60,9 \pm 1,1$

Tabela 6 - Resultados das medições de fração volumétrica (%) das fases.

Ainda com auxílio do microscópio óptico determinou-se o tamanho de grão de cada uma das fases. Para isso foram contados o número de intersecções da linha teste com a imagem, isto é com os contornos de grãos e as interfaces α/γ , conforme mostra a tabela 7. Na contagem dos pontos, notou-se uma pequena diferença no número de intersecções conforme a região da amostra analisada. Essa variação exigiu a realização de várias medições.

contagem	α/γ	γ/γ	α/α
1	28	5	6
2	25	6	7
3	26	4	6
4	30	5	4
5	23	3	6
6	28	5	5
7	28	3	7
8	27	4	6
9	26	3	7
10	26	4	6
MÉDIA	$26,7 \pm 3,4$	$4,1 \pm 1,0$	$5,7 \pm 0,9$

Tabela 7 - Número de intersecções α/α , γ/γ , α/γ com uma linha circular.

A linha teste tinha 0,284 mm de comprimento. Usando-se as fórmulas obtiveram-se os tamanhos de grãos. O aumento utilizado foi 1000 X.

$$P_{L\gamma/\alpha} = 94 \quad P_{L\alpha/\alpha} = 20,2 \quad P_{L\gamma/\gamma} = 14,4$$

$$N_{L\alpha} = 67,2 \quad N_{L\gamma} = 61,4$$

$$L_\alpha = 5,8 \times 10^{-3} \text{ mm} \quad (\text{tamanho de grão da ferrita})$$

$$L_\gamma = 9,9 \times 10^{-3} \text{ mm} \quad (\text{tamanho de grão da austenita})$$

4.2 - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Com o auxílio deste microscópio foi possível visualizar as duas fases de maneira clara na amostra solubilizada (figura 4)

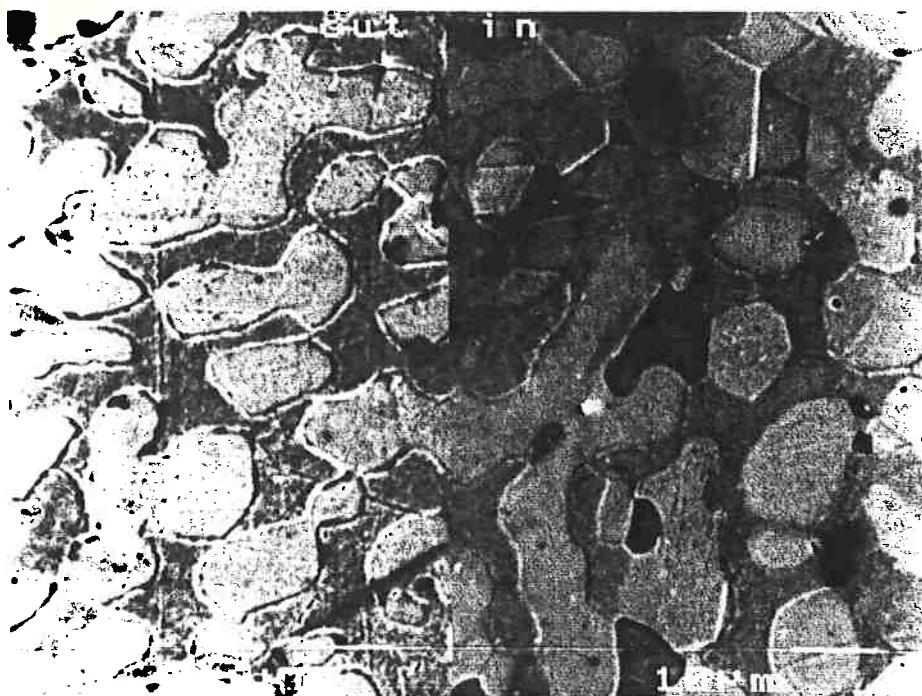


Figura 4 - Microregião da amostra solubilizada vista com 1000 x de aumento, elétrons retroespalhados, “in” região atacada eletroliticamente com ácido oxálico, “out” região apenas polida.

A fase sigma e os carbonetos formados, embora não fosse possível a distinção inequívoca entre eles, também foram facilmente visualizados e em grande quantidade por toda a extensão da amostra (figuras 5, 6 e 7).



Figura 5 - Amostra contendo fase sigma, 1000 x de aumento, elétrons retroespalhados.

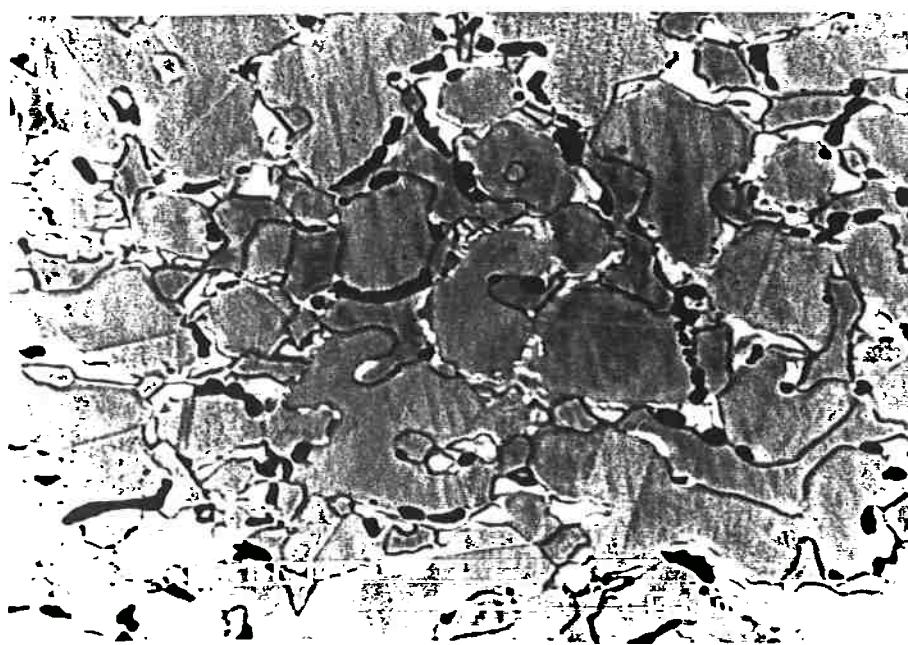


Figura 6 - Amostra contendo fase sigma, 1100 x de aumento, elétrons retroespalhados.

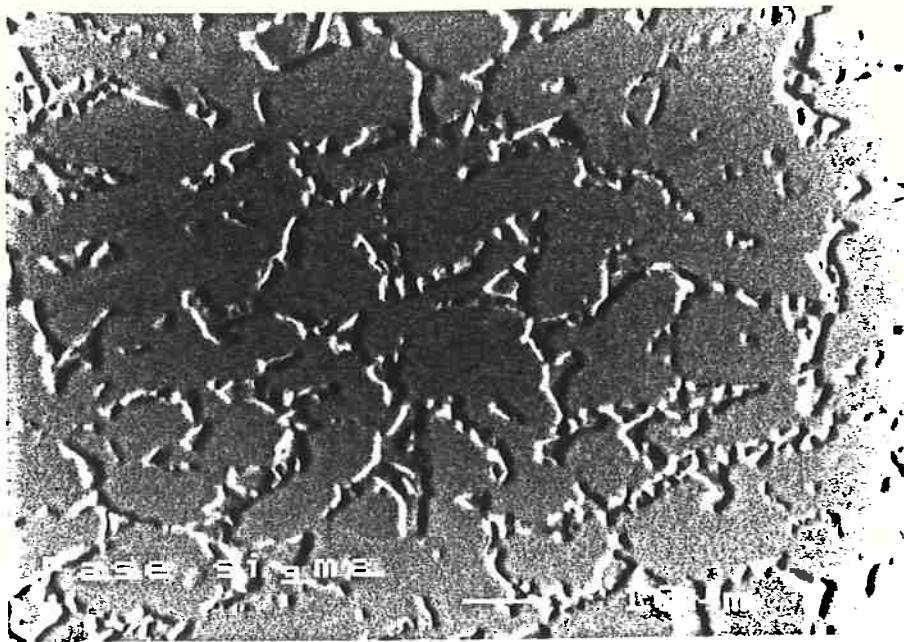


Figura 7 - Amostra contendo fase sigma, 1100 x de aumento, elétrons secundários

A observação das fraturas mostrou de forma clara o tipo de fratura de cada amostra. A amostra solubilizada apresentou fratura dúctil com alvéolos (“dimples”) por toda a extensão da fratura (figura 8).

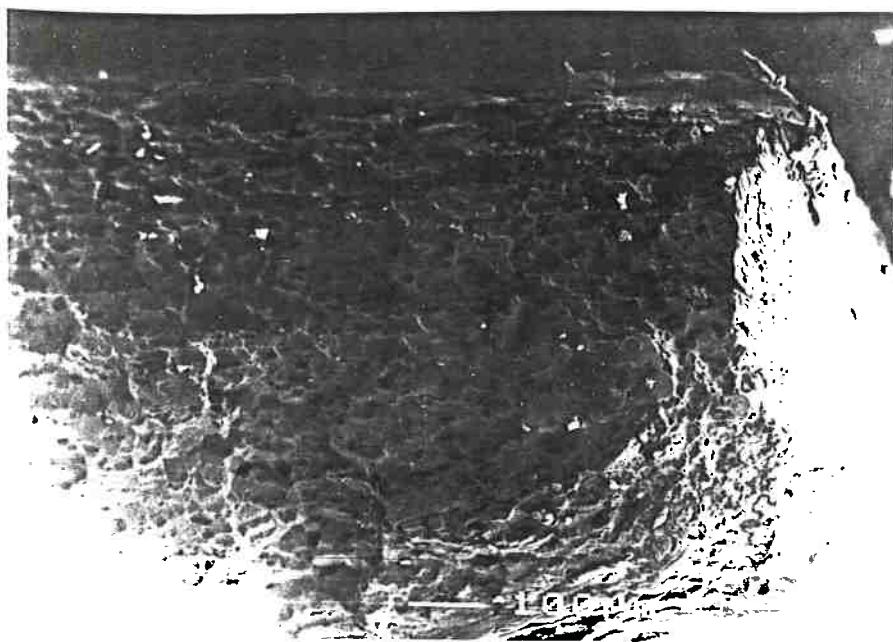


Figura 8 - Fratura da amostra solubilizada, 110 x de aumento, elétrons secundários.

A fratura da amostra contendo fase sigma mostrou-se nitidamente frágil, com regiões apresentando fratura do tipo clivagem (figuras 9, 10, 11 e 12). As regiões austeníticas apresentam fratura do tipo alveolar.

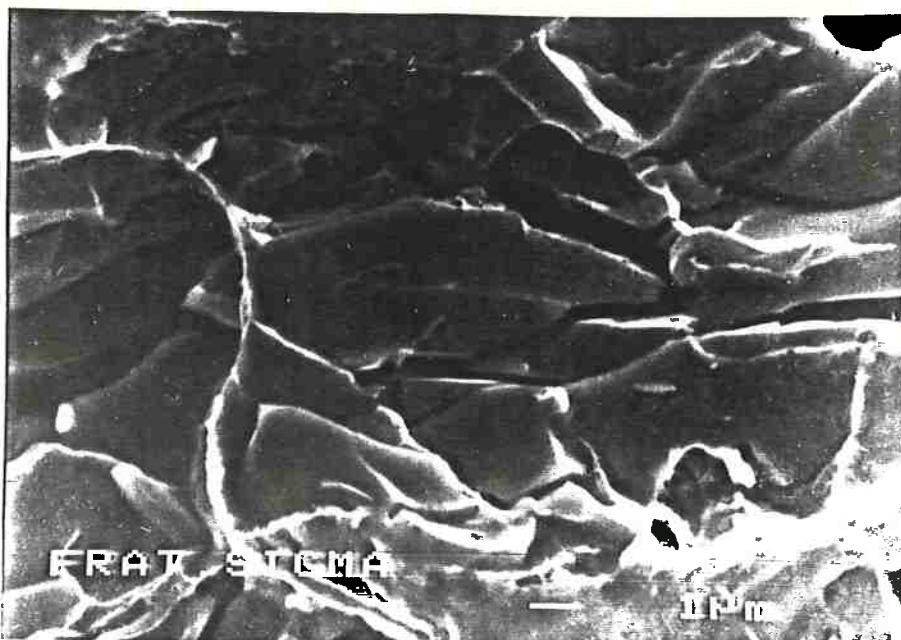


Figura 9 - Fratura da amostra contendo fase sigma, elétrons secundários, 5000 x de aumento.

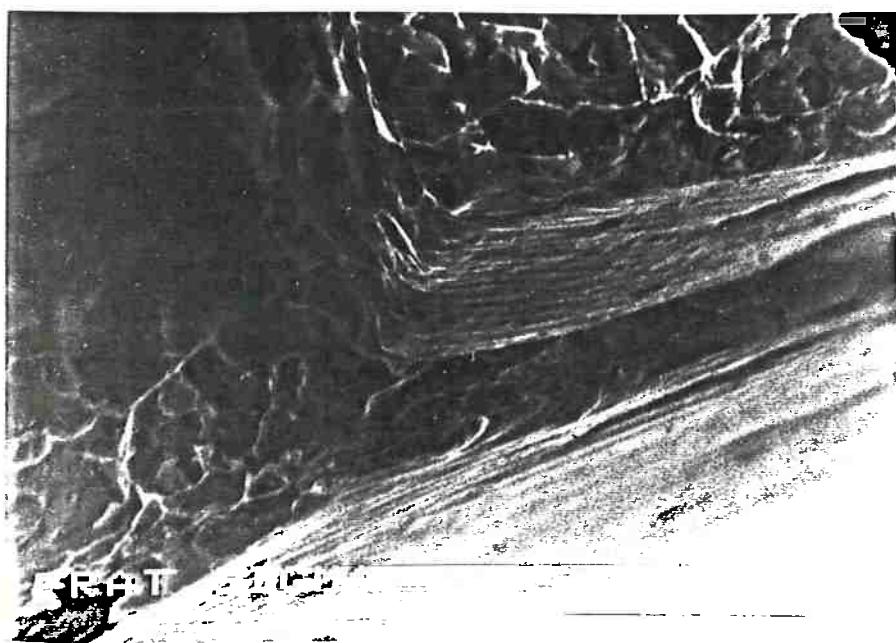


Figura 10 - Fratura da amostra contendo fase sigma, 2500 x de aumento, elétrons secundários.

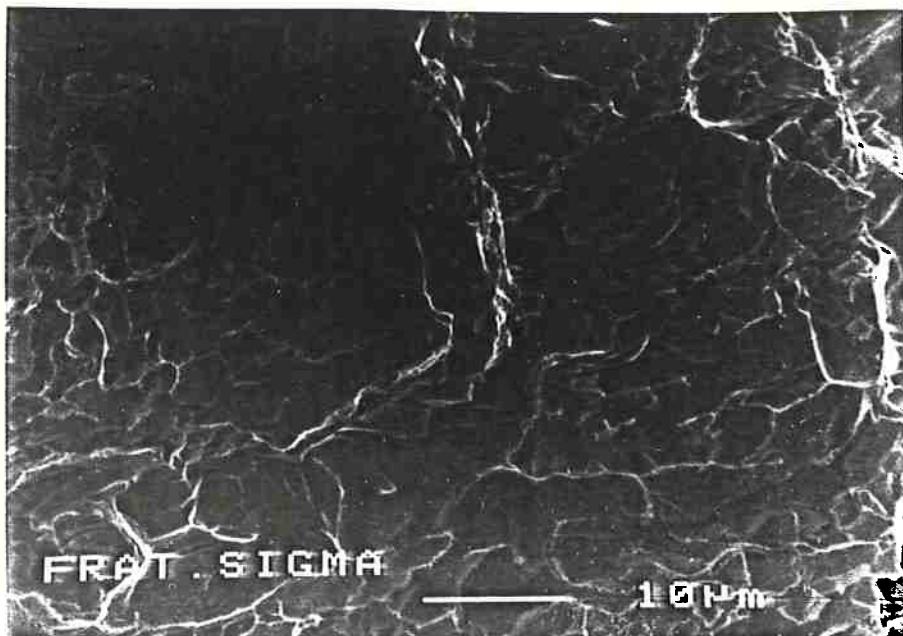


Figura 11 - Fratura da amostra contendo fase sigma, 1800 x de aumento, elétrons secundários.

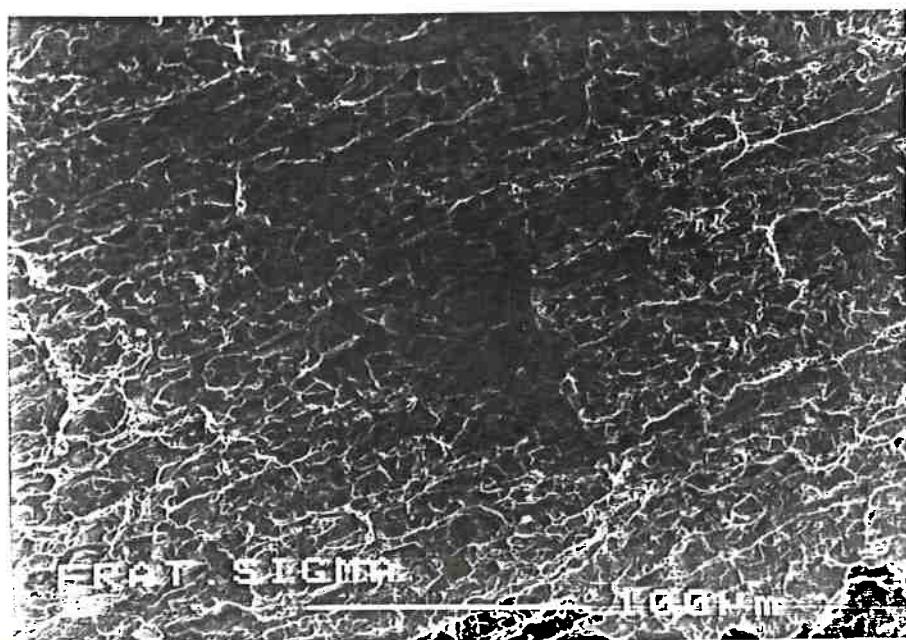


Figura 12 - Fratura da amostra contendo fase sigma, 350 x de aumento.

A amostra com fase alfa-linha mostrou-se frágil, mas menos que a amostra contendo fase sigma, isto é, com menos regiões planas (clivagem) e presença de regiões bastante deformadas plasticamente (figuras 13 e 14).



Figura 13 - Fratura da amostra contendo fase alfa linha, 4000 x de aumento, elétrons retroespalhados.

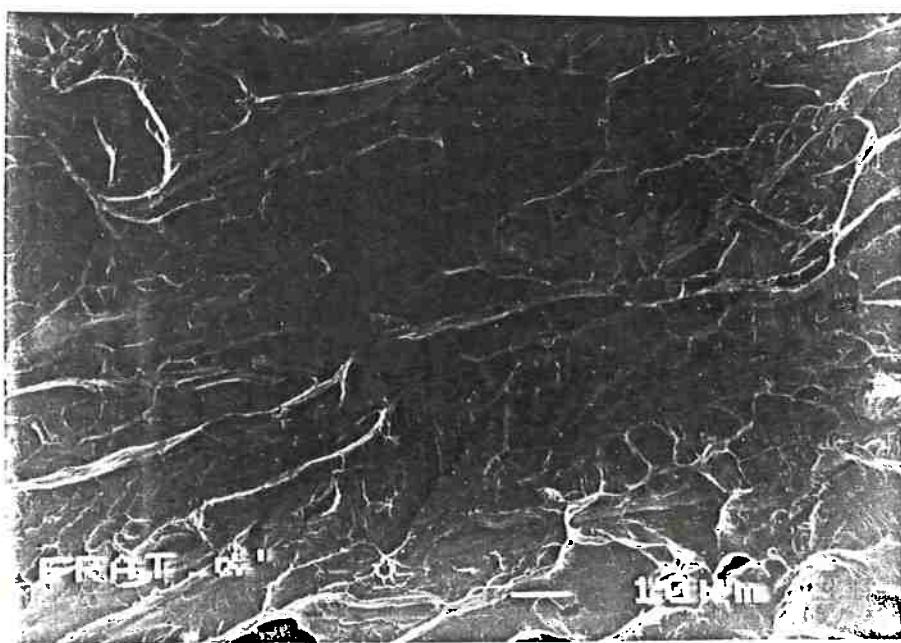


Figura 14 - Fratura da amostra contendo fase alfa linha, 400 x de aumento, elétrons retroespalhados.

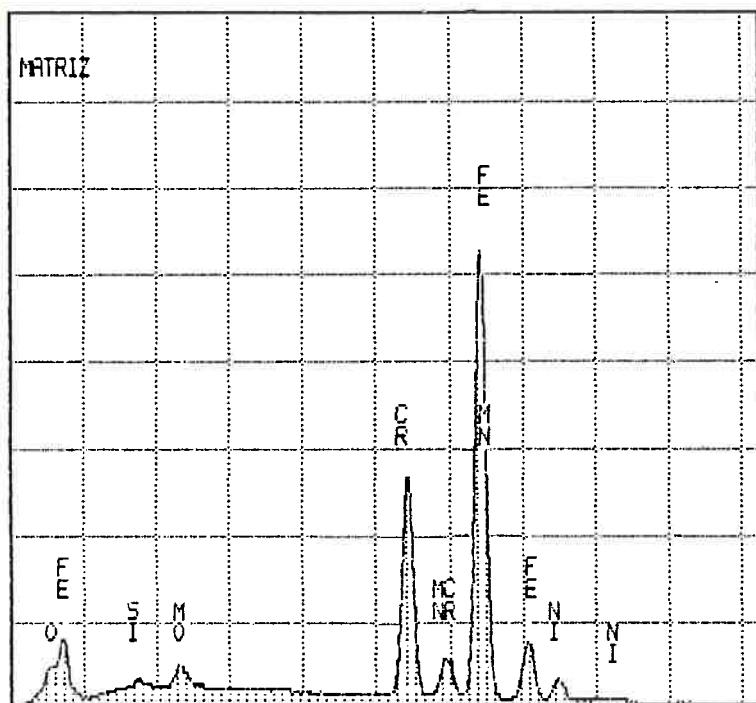
4.2.1 - ANÁLISE QUÍMICA DE MICRO-REGIÃO

Nesta etapa foi possível detectarmos a composição química da amostra, de uma maneira geral, de cada uma das fases mostrando a diferença no teor dos elementos ferritizantes e austenitizantes, e da fase sigma. A tabela 8 apresenta o resultado da análise.

micro-região	Fe	Cr	Ni	Mo	Si
aço	67,28	22,04	5,19	2,98	0,58
ferrita	65,80	25,42	3,75	4,37	0,66
austenita	69,18	21,82	5,98	2,43	0,60
fase sigma	59,66	29,72	2,43	6,98	0,77
carboneto	59,68	30,81	2,15	6,00	0,76

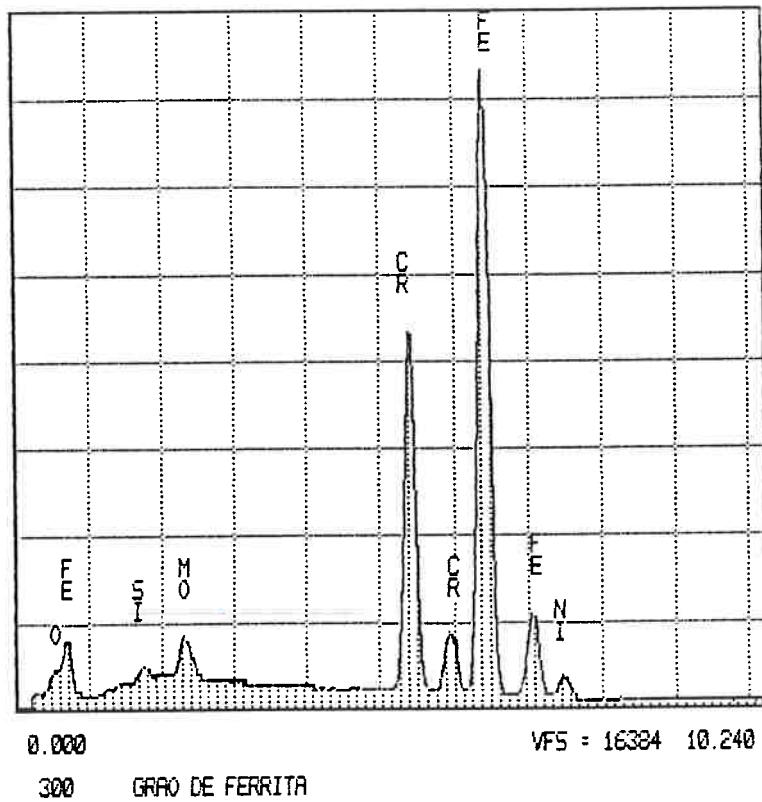
Tabela 8 - Composição das microregiões analisadas em % em peso.

As figuras 15 a 19 apresentam os espectros de energia dispersiva obtidos, sendo a figura 15 com baixo aumento, isto é, análise química do aço, e as demais com grande aumento, para a análise de uma determinada fase.



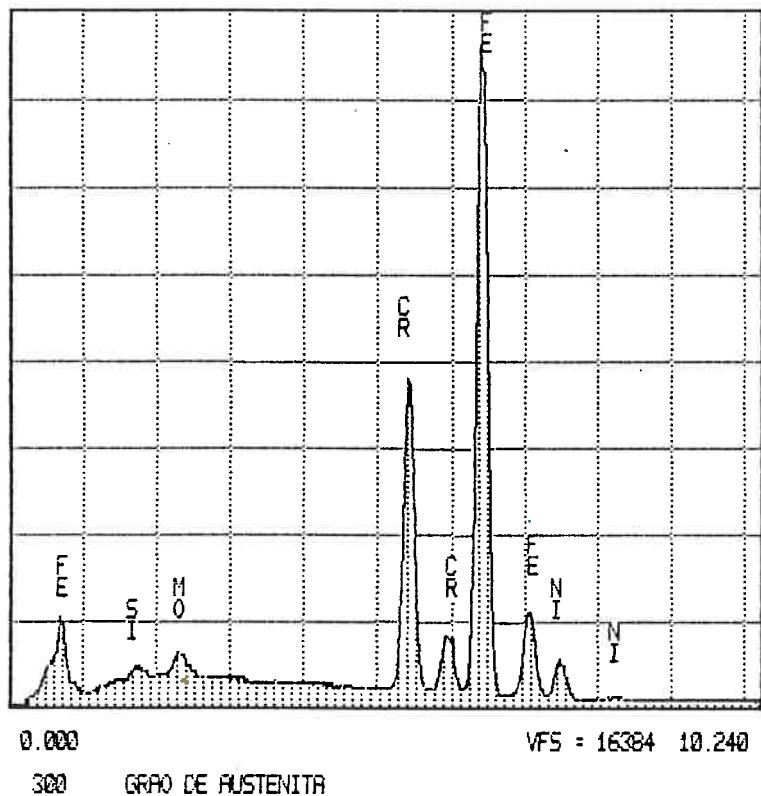
Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Fe-K	0.653	0.998	1.038	0.994	1.031	66.79	67.28
Cr-K	0.247	0.997	1.014	0.881	0.891	23.49	22.04
Ni-K	0.047	0.985	1.109	1.000	1.092	4.36	3.15
Al-K	0.000	0.995	2.789	0.999	2.493	0.00	0.00
Si-K	0.003	0.873	2.086	0.998	1.817	1.15	0.58
Mo-L	0.022	1.111	1.805	0.995	1.333	1.72	2.98
Mn-K	0.019	1.017	1.005	0.996	1.018	1.96	1.94
Total = 100.00%							

Figura 15 - Análise química do aço por dispersão de energia (baixo aumento).



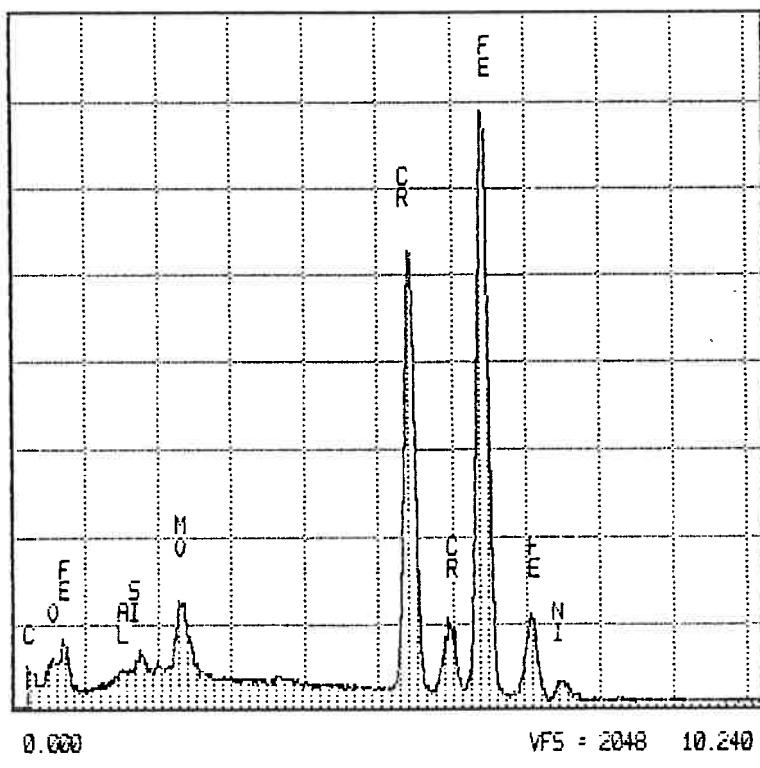
Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Fe-K	0.634	0.997	1.045	0.996	1.038	65.46	65.80
Cr-K	0.282	0.996	1.015	0.891	0.901	27.16	25.42
Ni-K	0.034	0.983	1.110	1.000	1.091	3.55	3.75
Mo-L	0.033	1.110	1.198	0.995	1.324	2.53	4.37
Si-K	0.004	0.872	2.065	0.998	1.796	1.30	0.66
						Total =	100.00%

Figura 16 - Análise química da fase ferrita.



Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Fe-K	0.671	0.999	1.038	0.993	1.030	68.56	69.18
Cr-K	0.246	0.998	1.013	0.877	0.887	23.23	21.82
Ni-K	0.055	0.986	1.109	1.000	1.093	5.63	5.38
Mo-L	0.018	1.112	1.210	0.995	1.339	1.40	2.43
Si-K	0.003	0.873	2.099	0.998	1.830	1.18	0.60
Total = 100.00%							

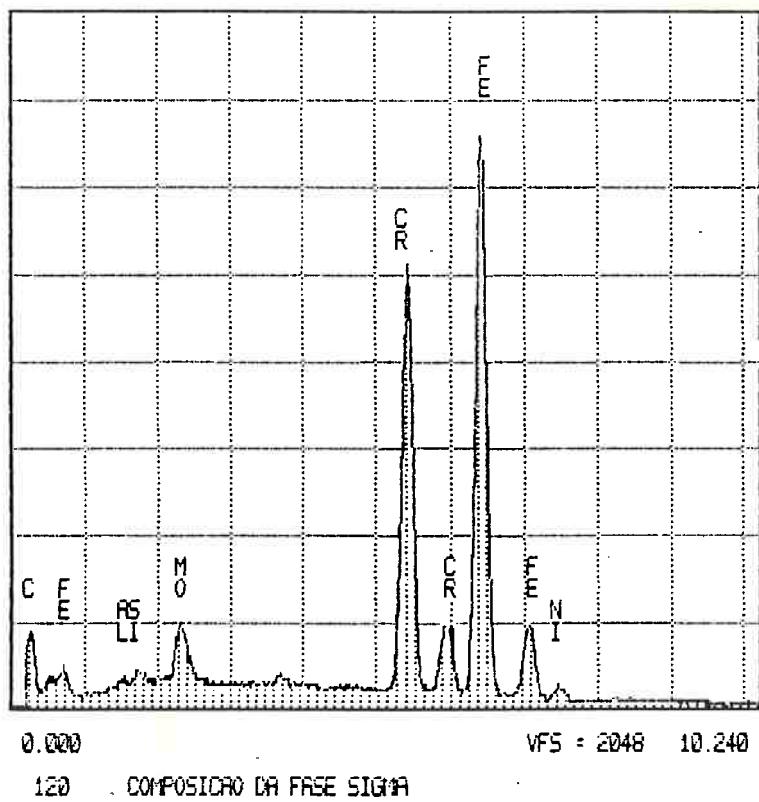
Figura 17 - Análise química da fase austenita.



120 COMPOSICAO DA FASE SIGMA

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Fe-K	0.570	0.995	1.055	0.997	1.046	59.43	59.66
Cr-K	0.323	0.994	1.019	0.908	0.919	31.80	29.72
Ni-K	0.022	0.981	1.108	1.000	1.086	2.30	2.43
Al-K	0.002	0.892	2.680	0.998	2.386	0.89	0.43
Si-K	0.004	0.870	2.027	0.997	1.759	1.53	0.77
Mo-L	0.053	1.108	1.186	0.995	1.308	4.05	6.38
Total = 100.00%							

Figura 18 - Análise química da fase sigma.



Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Fe-K	0.569	0.996	1.056	0.998	1.049	59.05	59.68
Cr-K	0.335	0.995	1.017	0.908	0.319	32.74	30.81
Ni-K	0.020	0.982	1.108	1.000	1.088	2.02	2.15
Al-K	0.002	0.892	2.682	0.999	2.390	1.22	0.60
Si-K	0.004	0.871	2.031	0.998	1.764	1.50	0.76
Mo-L	0.046	1.109	1.187	0.995	1.310	3.46	6.00
						Total =	100.00%

Figura 19 - Análise química de um carboneto.

4.3 - DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Com o auxílio da difração de raios X foi possível determinar a estrutura e identificar as fases através dos cartões JCPDS, comprovando a presença da fase austenita (CFC) e ferrita (CCC). Com os resultados obtidos nas leituras do difratômetro (figura 20) foram feitos os cálculos apresentados na tabela 10.

2θ	θ	d	$\text{sen}^2\theta$	$h^2+k^2+l^2$	Plano	fase
43.530	21.765	2.0790	0.1375	3	111	austenita
44.550	22.275	2.0337	0.1437	2	110	ferrita
50.785	25.396	1.7975	0.1839	4	200	austenita
64.855	32.427	1.4376	0.2875	4	200	ferrita
74.455	37.227	1.2743	0.3660	8	220	austenita
81.990	40.995	1.1752	0.4303	6	211	ferrita
90.565	45.282	1.0849	0.5049	11	311	austenita
95.725	47.862	1.0396	0.5499	12	222	austenita
98.590	49.295	1.0169	0.5747	8	220	ferrita
115.995	57.997	0.9091	0.7191	10	310	ferrita
118.005	59.002	0.8993	0.7348	16	400	austenita
136.110	68.055	0.8311	0.8603	12	222	ferrita
137.535	68.767	0.8270	0.8688	19	331	austenita
138.330	69.165	0.8248	0.8735	dubleto		
146.240	73.120	0.8056	0.9157	20	420	austenita

Tabela 10 - Identificação dos picos de difração da amostra solubilizada.

Na figura 20 são apresentados os difratogramas e a identificação dos picos.

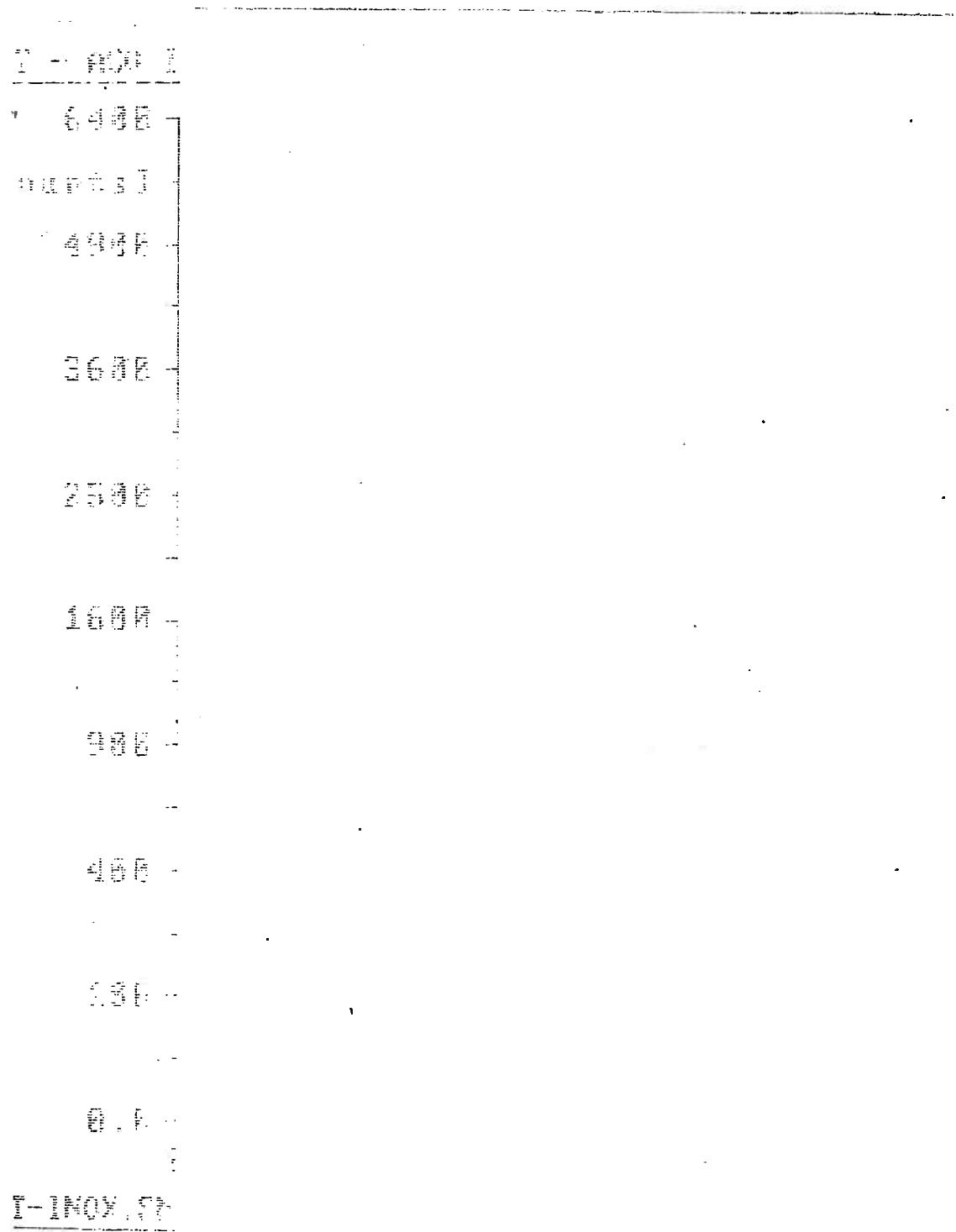


Figura 20 (a)- Resultados da difração de raios X

$\alpha(110)$

$\gamma(111)$

$\gamma(200)$

$\gamma(220)$

$\alpha(200)$

$\alpha(211)$

20

20

20

20

20

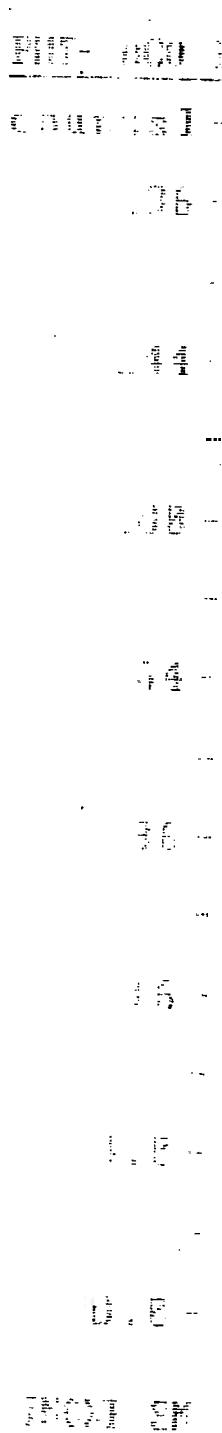


Figura 20 (b) - Resultados da difração de raios X (continuação)

126

103

double

1(331)

ac(222)

1(400)

ac(310)

1(420)

1(220)

1(311)

1(222)

96

144

145

146

147

148

149

150

151

152

153

154

155

156

157

158

159

160

161

162

163

164

165

166

167

168

Comparando-se os resultados obtidos com os cartões JCPDS (figura 21), conseguimos identificar as fases como ferrita e austenita.

d	2.03	1.17	1.43	2.0260	3-FE						
I/I_0	100	20	19	100		ALPHA IRON					
Rad. Cu	λ 1.3405	Filter				$d \text{ \AA}$	I/I_0	hkl	$d \text{ \AA}$	I/I_0	hkl
Dim.	Cut off	Coll.				2.0268	100	110			
I/I_0		decont. abaf.				1.4332	19	200			
Ref. SEANSON ET AL., NBS CIRCULAR 539 VOL IV p.3 (1955)						1.1702	30	211			
Sys. Cubic		S.G. O_h - $Iu3m$				1.0134	9	220			
a 2.8664 b	c	a	A	C		0.9064	12	310			
a	b	c	Z	D		0.8275	6	222			
Ref. Ibid.											
θ	$\theta = \beta$	β	γ	γ	Sign						
2 θ	D θ 874 mp		Color								
Ref.											
TOTAL IMPURITIES OF SAMPLE 40.0013 %/O EACH METALS AND NON-METALS.											
X-RAY PATTERN AT 25°C. W STRUCTURE TYPE.											
REPLACES 1-1252, 1-1262, 1-1257, 3-1050											

d	2.03	1.39	1.27	2.03	Iron Nickel						
I/I_0	100	50	50	100		Iron Nickel					
Rad. Cu	λ 1.7902	Filter		Dim.		$d \text{ \AA}$	I/I_0	hkl	$d \text{ \AA}$	I/I_0	hkl
Cut off	U.L. Visual					2.08	100	111			
Ref. Goldschmidt, Metallurgia 10 103-104 (1919)						1.98	50	200			
Sys. Cubic		S.G. $Fm\bar{3}m$ (225)				1.778	50	220			
a	b	c	A	C		1.653	50	311			
a	b	c	Z	D		1.053	50	222			
Ref. Ibid.						0.900	50	400			
^a a for a given composition is as follows:											
3.5235 (100.00 % Ni), 3.5343 (99.56 % Ni),											
3.5489 (79.43 % Ni), 3.5620 (69.05 % Ni), 3.5753 (59.77 %											
Ni), 3.5859 (49.72 % Ni), 3.5956 (30.18 % Ni),											
3.5957 (24.81 % Ni).											
Ref.: Jette and Foote, AIMM Tech. Publ. 670 (1935), and											
Bradley and Taylor, Phil. Mag. 23 545 (1937).											
Composition of the gamma phase is 30 at. % Ni and above.											

Figura 21 - Cartões JCPDS das fases ferrita (número 6-0696) e austenita (número 23-297), respectivamente.

4.4 - FERRITOSCÓPIO

A análise feita no ferritoscópio, acusou os seguintes resultados:

Amostra	medição	transversal 1	transversal 2	longitudinal
		% de ferrita	% de ferrita	% de ferrita
solubilizada	1	47	45	43
	2	47	45	42
	3	44	46	45
	4	45	49	42
	5	44	46	41
	média	$45,4 \pm 0,9$	$46,2 \pm 1,1$	$42,6 \pm 0,9$
sigma	1	19	19	14
	2	18	17	13
	3	19	19	14
	4	19	18	13
	5	19	19	14
	média	$18,8 \pm 0,1$	$18,4 \pm 0,3$	$13,6 \pm 0,1$
alfa linha	1	43	43	40
	2	42	41	40
	3	44	43	40
	4	43	42	39
	5	43	45	40
	média	$43,0 \pm 0,2$	$42,8 \pm 0,9$	$39,8 \pm 0,1$

Tabela 9 - Medições da quantidade de ferrita com ferritoscópio.

Nota-se uma discrepância de aproximadamente 4% na porcentagem de ferrita (e consequentemente na austenita) em comparação com a média determinada pelo uso do Quantimet (vide ítem 4.1.1).

4.5 - DUREZA BRINNELL

O ensaio de dureza foi feito tentando determinar-se diferença entre a amostra solubilizada e as contendo precipitados. As três amostras tiveram resultados bastante próximos quando comparados com a diferença de propriedades como a ductilidade. Os resultados são apresentados na tabela 10.

amostra	dureza Brinell
solubilizada	210
fase sigma	250
fase alfa linha	215

Tabela 10 - Média dos resultados do ensaio de dureza

Considerando as variações causadas por estas fases em outros ensaios, essas diferenças foram menos significativas.

4.6 - ENSAIO DE DOBRAMENTO

Feito de forma apenas qualitativa, o ensaio mostrou diferenças muito significativas na ductilidade das três amostras. A amostra solubilizada mostrou-se bastante dúctil a ponto de dobrar 180° e só romper no desdobramento. A amostra com fase sigma mostrou-se extremamente frágil, a ponto de quebrar instantaneamente com pequeno angulo de dobramento ($\approx 20^\circ$). A amostra com fase alfa-linha mostrou-se dútil, parecida com a amostra solubilizada, rompendo apenas próximo aos 180°. Como o ocorrido no ensaio de dureza, a influência da fase alfa linha foi pequena também neste ensaio.

5 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

5.1-MICROSCOPIA ÓPTICA

Na microscopia óptica os resultados obtidos foram coerentes com os esperados, pois a visualização das fases ferrita e austenita foi nítida. Tanto com o ataque eletrolítico como com o ataque térmico, as duas fases ficaram bastante distintas, e a presença de macias de recozimento facilitou a identificação da austenita, e consequentemente da ferrita. Para a composição e tratamento térmico de solubilização utilizado do aço em estudo, era esperado que as duas fases apresentassem frações volumétricas aproximadamente iguais. O mesmo vale em relação ao tamanho de grão de cada fase, pois as duas fases têm a mesma história mecanotérmica. A fração volumétrica próxima de 50% é uma das condições para o bom desempenho deste aço, tanto para propriedades mecânicas como para resistência à corrosão. Visualmente as fases estavam homogeneousmente distribuídas, em frações volumétricas comparáveis, e os grãos das duas fases não apresentaram diferenças significativas de tamanho. A orientação observada na microestrutura também é explicável pois as amostras são provenientes de uma barra obtida por conformação mecânica (laminação a quente).

5.2- METALOGRAFIA QUANTITATIVA

A determinação da fração volumétrica, a partir da determinação da fração em área de uma das fases, foi feita apenas na secção transversal e em poucas amostras. Como as amostras apresentaram microestrutura orientada, a determinação da fração em área deveria ter sido feita também na secção longitudinal. Embora as amostras tivessem distribuição homogênea, a análise deveria ter sido feita em um número maior de superfícies. Mesmo

com a realização de várias medições, é esperada uma margem de variação na determinação da fração volumétrica. Entretanto, supõem-se que a discrepância, se houver, não seja muito significante. Nas medições realizadas, notamos a diferença de até 2,2% (tabela 6), sendo esta portanto bastante baixa.

O efeito da orientação observada, também pode distorcer os resultados obtidos, como tamanho de grão das fases ferrita e austenita, uma vez que a determinação foi feita apenas nas secções transversais. Outra possível fonte de erro é a utilização da fração volumétrica, determinada através do Quatimet, nas fórmulas que calculam o tamanho de grão de cada fase, pois estas frações volumétricas estão sujeitas à alguma discrepância, como já explicado. As diferenças nas contagens das intersecções entre as interfaces e contornos (α/γ , α/α , γ/γ) e a linha teste (tabela 7), são diferenças comuns a determinações quantitativas, e são compensadas pelo grande número de medições e sua média.

Portanto, as determinações quantitativas obtidas, tais como fração volumétrica e tamanho de grão das fases ferrita e austenita, estão sujeitas a discrepâncias com os valores reais da amostra, porém esta discrepância não é muito significativa.

5.3 -MICROSCOPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA

A visualização da fases ferrita e austenita neste microscópio foi fácil e precisa, mas pouco acrescentou em relação a observação pelo microscópio óptico. Já a observação da fase sigma teve como principal obstáculo a distinção entre esta fase e carbonetos que coprecipitaram no tratamento térmico realizado. Na imagem com elétrons retroespalhados, a fase sigma deve ser a fase mais clara na observação por conter elementos mais pesados, e os carbonetos devem ser mais claros que as fases ferrita e austenita,

porém mais escuros que a fase sigma. Mesmo assim só se distingüia inequivocamente a fase sigma dos carbonetos com a análise química de micro-região. Analisando-se a amostra notou-se uma precipitação intensa e por toda a extensão da amostra. Isso mostra que a fase sigma precipita de forma rápida e em grande quantidade.

A análise das fraturas com auxílio do microscópio eletrônico de varredura revelou claramente a fragilização causada pelas fases precipitadas. A fratura da amostra solubilizada caracterizou-se como do tipo dúctil, sendo toda sua superfície bastante deformada e com presença de alvéolos ("dimples"). Isto está de acordo com o comportamento analisado no ensaio de dobramento, onde esta amostra se mostrou bastante dúctil.

A fratura da amostra com precipitação de fase sigma mostrou-se bastante frágil, com muitas regiões planas, caracterizando fratura do tipo clivagem e algumas regiões deformadas, caracterizando fratura dúctil. Isso significa que a austenita contida na amostra ainda confere alguma ductilidade à mesma, porém as demais fases sofrem fratura do tipo frágil. Como estas são em grande quantidade, a amostra contém mais planos de clivagem do que regiões dúcteis. Esse resultado foi condicente com o comportamento da amostra no ensaio de dobramento, onde essa amostra mostrou-se muito frágil.

A amostra contendo fase alfa-linha não se mostrou frágil no ensaio de dobramento, porém na análise no microscópio eletrônico de varredura, a fratura desta amostra continha regiões planares, caracterizando fratura do tipo clivagem, e regiões deformadas com alvéolos ("dimples").

Comparando-se as fraturas das três amostras, nota-se que a amostra solubilizada continha apenas regiões deformadas ("dimples"). Já amostra contendo precipitação da fase alfa-linha apresentou além de alvéolos ("dimples") regiões planares que sofreram fratura do tipo clivagem. A superfície da fratura da amostra contendo precipitação de fase sigma mos-

trou grande quantidade de regiões planares e poucas regiões alveolares. Assim, a amostra com fase sigma mostrou-se bastante frágil. A amostra solubilizada mostrou-se bastante dúctil. E a amostra com fase alfa-linha mostrou comportamento intermediário entre as duas anteriores.

5.4 -ANÁLISE QUÍMICA DE MICRO-REGIÃO

Nesta etapa foi possível determinar a composição química das fases ferrita, austenita, sigma, dos carbonetos, e da amostra de uma maneira geral, a qual revela a composição do aço. Comparando-se a tabela 5 com a tabela 8, nota-se a precisão deste método de análise pois os elementos detectados na mostra têm porcentagem em peso semelhantes as da especificação deste material. Isso valida também as composições encontradas para as demais fases. Em comparação com a composição da fase ferrita e da fase austenita (tabela 8), percebe-se o efeito dos elementos ferritizantes (Cr, Mo, Si) e do elemento austenitizante (Ni), que se concentram em maior teor na sua fase de preferência. As diferenças de composição entre a ferrita e a austenita são menores em comparação com a fase sigma, onde houve grande concentração de cromo e molibdênio.

5.5 - FERRITOSCÓPIO

Neste ensaio foi obtida a fração volumétrica de ferrita nas três amostras e nota-se uma diferença entre a fração volumétrica determinada no Quantimet e neste aparelho. A causa dessa diferença já foi discutida no item 5.2, cabendo ressaltar o efeito da orientação (textura), percebido na tabela 9, onde o teor de ferrita varia conforme a secção em que foi feita a leitura. Comparando-se os valores da tabela 9, percebe-se que as fases sigma e alfa-linha alteram a fração volumétrica de ferrita. Como nos outros

ensaios, a fase sigma se mostrou mais efetiva que a fase alfa-linha. Isto é razoável, pois a ferrita decompõem-se em sigma e austenita.

6 - CONCLUSÃO

A precipitação da fase sigma no aço 1.4462 é bastante intensa e extremamente prejudicial às propriedades mecânicas deste aço. Esta fase precipita em temperaturas próximas de 850°C, e permanecendo nesta temperatura por um período de 5 horas a precipitação é bastante significativa. Para esta intensidade de precipitação de sigma, a fração volumétrica de ferrita diminuiu em mais de 50% e empobrece a matriz em elementos de liga tais como com cromo e molibdênio, os quais também são responsáveis pela resistência à corrosão.

A precipitação da fase alfa-linha não parece afetar de modo significativo as propriedades mecânicas testadas, mas a presença desta foi confirmada através das alterações na fração volumétrica da fase ferrita obtidas pelo ferritoscópio e da análise da fratura da amostra contendo esta fase. A precipitação desta fase, embora menos atuante que a fase sigma, merece bastante destaque pois esta se dá a uma faixa de temperatura relativamente baixa, em torno de 475°C, que pode ser a faixa de temperatura de utilização de muitos equipamentos.

7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

(1) - A. F. Padilha, Algumas observações sobre o descobrimento e o desenvolvimento dos aços inoxidáveis. In: I Seminário Brasileiro sobre Aços Inoxidáveis, ABM, São Paulo, 10 e 11 de Outubro de 1989, pg. 3 - 15.

(2) - W. Reick, M. Pohl e A. F. Padilha, O desenvolvimento dos aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex, Metallurgia e Materiais - ABM, vol. 48, Setembro 1992, pg. 561 - 563.

(3) - R. A. Lula, Stainless Steel, ASM, 1986, pg. 1 - 4.

(4) - W. Reick, M. Pohl, A. F. Padilha, Os três tipos de fragilidade dos aços inox ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex, I Seminário Brasileiro sobre Aços Inoxidáveis, ABM, São Paulo, 10 e 11 de Outubro de 1989, pg. 123 - 140.

(5) - S. D. Brandi, Estudo da soldabilidade do aço inoxidável duplex DIN W.Nr. 1.4462 (UNS 531803), Tese de Doutoramento, EPUSP, 1992.

(6) - S. D. Brandi e A. F. Padilha, Precipitação de fase sigma em aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex. Anais do II Seminário Brasileiro sobre aços inoxidáveis, ABM, pg. 135-152, 1990.

(7) - M. Pohl, A. F. Padilha, Aços Inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex, Nickel, Setembro 1988.

(8) - R. M. Davison and J. D. Redmond, Practical guide to using duplex stainless steels, Materials Performance, vol. 29, pg. 57-62, 1990.

(9) - J. M. Nicholls, Duplex stainless steels for demanding applications, Paper present at the 21th International Corrosion Congress, Houston, Texas, March 1, 1993, 10 páginas.

(10) - A. F. Padilha, F. Ambrósio Filho, Técnicas de Análise Microestrutural, Hemus, Agosto de 1985.