

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo  
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

# ***Efeito das Fases Sigma ( $\sigma$ ) e Alfa Linha ( $\alpha'$ ) na Fratura de um Aço Inoxidável Superferrítico***

Aluna: Priscilla Toschi Gemperle  
Orientador: Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha  
Co-orientador: Eng<sup>o</sup> Fernando Cerqueira Pimenta, Jr.

São Paulo, Novembro de 2000

## **AGRADECIMENTOS**

Aos meus Pais pelo suporte e incentivo.

Ao Téc. Nildemar A. Ferreira do IPEN, pelas micrografias do MEV.

Ao Eng<sup>o</sup> Fernando Cerqueira Pimenta Jr. pelas amostras e conselhos.

Ao Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha pela orientação paciente.

## ÍNDICE

Agradecimentos	I
Índice	II
Resumo	IV
1. INTRODUÇÃO	1
1.1 Aços Inoxidáveis Ferríticos	1
1.2 Transformações de Fases nos Aços Inoxidáveis Superferríticos	4
1.3 Efeitos de $\sigma$ e $\alpha'$ na fratura	5
2. OBJETIVOS DO TRABALHO	6
3. MATERIAIS E MÉTODOS	6
3.1 Materiais	6
3.2 Metalografia	8
3.2.1 Polimento	8
3.2.2 Ataque metalográfico	8
3.3 Microscopia ótica	8
3.4 Microscopia eletrônica de varredura	9
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	9
4.1 Resultados do corpo de prova A	9
4.1.1 Microscopia ótica	10
4.1.2 Microscopia eletrônica de varredura	15
4.2 Resultados do corpo de prova B	19
4.2.1 Microscopia ótica	19

4.2.2	Microscopia eletrônica de varredura	22
4.3	Resultado do corpo de prova C	27
4.3.1	Microscopia ótica	27
4.3.2	Microscopia eletrônica de varredura	32
4.4	Dureza	37
4.5	Discussão	38
5.	CONCLUSÕES	41
6.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	43

## RESUMO

Este trabalho tem por objetivo a observação e análise dos tipos de fratura encontrados em um aço superferrítico contendo 28% de cromo, 4% de níquel e 2% de molibdênio (DIN W. Nr. 1.4575), após a precipitação/formação das fases fragilizantes sigma ( $\sigma$ ) ou alfa linha ( $\alpha'$ ). Corpos de prova entalhados foram fraturados por flexão na temperatura ambiente, em ensaios não normalizados. As fraturas foram analisadas com auxílio de microscopia eletrônica de varredura. As linhas de deformação, próximas da região da fratura, também foram analisadas e forneceram informações relevantes. A fase sigma precipitou-se predominantemente nos contornos de grão. Após a saturação destes locais, ocorreu precipitação no interior dos grãos. A fratura (fratura da fase sigma) nas amostras contendo fase sigma como fase contínua nos contornos de grão foi frágil e intergranular. Não foram observadas linhas de deformação nas vizinhanças da fratura. As amostras contendo fase sigma em menor quantidade e que não formava uma rede contínua apresentou fratura mista, isto é, fratura frágil da fase sigma e fratura dúctil alveolar ("dimples") da ferrita. Neste caso, foram observadas linhas de deformação curvilíneas na ferrita. As amostras contendo fase alfa linha ( $\alpha'$ ) apresentaram fratura frágil transgranular (fratura da ferrita). Neste caso as linhas de deformação nas vizinhanças da fratura eram sempre retilíneas. A presença tanto da fase sigma como da fase linha comprometeu a tenacidade do aço.

## **1. Introdução**

A seguir apresenta-se uma breve descrição dos aços inoxidáveis, especialmente dos superferríticos, a qual servirá de fundamentação para os objetivos deste trabalho.

### **1.1 Aços inoxidáveis ferríticos**

Os aços inoxidáveis podem ser classificados quanto às suas microestruturas em quatro tipos principais: austeníticos, ferríticos, martensíticos e ferríticos-austeníticos com microestrutura dúplex. Além destes quatro tipos, existe pelo menos um quinto tipo denominado endurecíveis por precipitação, ou "PH", do inglês "precipitation hardening" [1].

Aços inoxidáveis ferríticos são ligas à base de ferro contendo entre 11 e 30% de cromo. O limite superior do teor de cromo é arbitrário e 30% representa os teores mais elevados encontrados em ligas comerciais.

A estrutura cristalina dos inoxidáveis ferríticos é cúbica de corpo centrado. Os aços ferríticos são ferromagnéticos e em geral não podem ser endurecidos por tratamento térmico. Geralmente, eles não possuem alto limite de escoamento. Seu limite de escoamento no estado solubilizado está entre 275 e 350 MPa. Sua baixa tenacidade limita sua fabricabilidade e o tamanho máximo de sua seção utilizável. Suas principais vantagens estão nas resistências à fratura por corrosão sob tensão em cloretos, à corrosão atmosférica e à oxidação. Além disto, eles possuem um custo relativamente baixo [2,3].

As diferentes aplicações dos inoxidáveis ferríticos são determinadas essencialmente pelo teor de cromo do aço. As ligas de baixo teor cromo (11 a 16%) são muito utilizadas em escapamentos de automóveis. As de cromo intermediário (16 a 18%) são utilizadas em peças de acabamento automotivo e em utensílios de cozinha. Já as ligas de alto cromo (19 a 30%), chamadas de superferríticas, são utilizadas em aplicações que requerem altos níveis de resistência à corrosão e à oxidação. Suas características serão discutidas mais adiante.

Apesar de serem conhecidos há mais de 40 anos, os aços inoxidáveis ferríticos tiveram uso mais restrito que os aços inoxidáveis austeníticos. Isto ocorreu devido à menor ductilidade em relação aos austeníticos, maior susceptibilidade à fragilização, maior sensibilidade ao entalhe e baixa soldabilidade. Todos estes fatores contribuem para a baixa fabricabilidade.

As ligas superferríticas foram obtidas na década de 60 após pesquisas intensivas. Essas pesquisas tornaram as ligas superferríticas vantajosas em relação às austeníticas devido ao aumento do custo do níquel e às novas características obtidas. As ligas superferríticas possuem alta resistência à fratura por corrosão sob tensão, excelentes resistências à corrosão e à oxidação, boa soldabilidade e boa fabricabilidade.

As pesquisas da década de 60 levaram à conclusão de que a formação de martensita e a necessidade de pré-aquecimento e tratamento térmico pós-soldagem dos aços inoxidáveis ferríticos poderiam ser suprimidos. O controle dos elementos intersticiais como carbono, nitrogênio e oxigênio, levaria à diminuição destes problemas [3]. Isto seria possível pela "ultra-alta" pureza quanto ao teor de intersticiais ou pela estabilização com titânio ou nióbio. As peças soldadas seriam

assim resistentes à corrosão, tenazes e dúcteis. Para se obter a “ultra-alta” pureza foram utilizados os processos de refinamento em forno de fusão por feixe de elétrons em vácuo (EBM), descarburização em vácuo (VOD) e em argônio-oxigênio (AOD) e a fusão em forno de indução sob vácuo (VIM).

Com estas tecnologias foram obtidas dois tipos de ligas ferríticas:

- “ultra-alta” pureza; a quantidade de intersticiais (C e N) é menor que 150ppm;
- pureza intermediária: quantidade de intersticiais maior que 150ppm.

Os aços inoxidáveis superferríticos [4 a 7] geralmente possuem teores entre 25 e 28% Cr e mais que 3% de Mo. Adições de níquel são utilizadas em teores de até 4%. O oxigênio e o hidrogênio também são prejudiciais. Seus níveis devem ser cuidadosamente controlados apesar de não serem mencionados nas especificações químicas da liga

A obtenção de boas propriedades nos aços inoxidáveis superferríticos soldados só foram possíveis graças à obtenção de teores muito baixos de intersticiais. Estas propriedades também foram possíveis pela obtenção de um balanço cuidadoso de nióbio e titânio adequados aos casos das ligas com quantidades intermediárias de intersticiais. Por isso, os procedimentos de soldagem que possuem a melhor proteção por gás e limpeza devem ser selecionados para se evitarem contaminações com carbono, nitrogênio, hidrogênio e oxigênio.

## 1.2 Transformações de fases nos aços superferríticos

Os aços inoxidáveis superferríticos estão sujeitos à precipitação de fases intermetálicas indesejáveis quando expostos a determinadas temperaturas [4 a 7]. As ligas contendo cromo mais alto, digamos acima de 18%, podem ser fragilizadas pela precipitação da fase tetragonal  $\sigma$  de composição FeCr ou FeCrMo. A temperatura mínima para sua formação é aproximadamente 450°C. Sua precipitação ocorre muito vagorosamente a esta temperatura. A velocidade e a propensão à precipitação de  $\sigma$  aumenta com o aumento nos teores de Cr e Mo. A presença de teores altos de cromo e molibdênio nos aços inoxidáveis superferríticos eleva a temperatura "solvus" da fase  $\sigma$  para aproximadamente 1000°C. A nucleação da fase  $\sigma$  se dá preferencialmente nos contornos de grão.

A presença de molibdênio promove a formação da fase cúbica complexa  $\chi$ , cuja composição é  $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$ . As fases  $\sigma$  e  $\chi$  são estabilizadas pelo titânio. Estas fases intermetálicas se formam mais rapidamente a 850°C. Por isso os aços superferríticos devem ser resfriados rapidamente após os tratamentos térmicos. Peças soldadas de aços inoxidáveis superferríticos não devem ser utilizadas a temperaturas próximas de 850°C.

Os aços inoxidáveis superferríticos também estão sujeitos à fragilização quando expostos a temperaturas entre 350°C e 550°C. Este efeito ocorre mais rapidamente quando os aços são expostos por volta de 475°C (887 °F). O grau de fragilização dos 475°C aumenta com o aumento dos teores de cromo e de molibdênio do aço. Esta fragilização se dá devido à decomposição espinodal da fase ferrita em uma mistura de fase  $\alpha$  rica em ferro e fase  $\alpha'$  rica em cromo. Reações adicionais como as precipitações de carboneto de cromo e nitreto de

cromo também causam a fragilização dos 475°C. Tratamentos térmicos realizados a temperaturas na faixa de 620°C a 650°C podem aliviar os efeitos da fragilização dos 475°C. Esta fragilização também pode ser totalmente removida realizando-se um tratamento térmico de solubilização a altas temperaturas seguido de um resfriamento rápido.

### **1.3 Efeitos de $\sigma$ e $\alpha'$ na tenacidade à fratura**

A tenacidade dos aços inoxidáveis superferríticos em altas tensões está mais relacionada com sua resistência a iniciações de trincas rápidas do que com propagação de trincas. Uma vez iniciada, uma trinca se propaga para uma fratura frágil [8,9]. Locais propícios para a formação de trincas por clivagem são fornecidos principalmente por precipitados intergranulares. Como mencionado anteriormente, a fase  $\sigma$  precipita-se principalmente nos contornos de grão. Assim a fase  $\sigma$  facilita muito a iniciação e também a propagação de trincas, já ela também é uma fase dura e frágil.

A fase alfa linha que produz a fragilização dos 475°C é finamente distribuída nos grãos de ferrita. A fragilização dos 475°C leva a fraturas transgranulares do tipo clivagem nos aços inoxidáveis superferríticos à temperatura ambiente. Os aços inoxidáveis superferríticos no estado solubilizado só apresentam fratura do tipo clivagem em temperaturas muito baixas.

## **2. Objetivos do trabalho**

Os principais objetivos deste trabalho são:

- i) induzir diferentes transformações de fase em um aço superferrítico do tipo DIN W. Nr. 1.4575;
- ii) estudar as fraturas com auxílio de microscopia eletrônica de varredura;
- iii) identificar mecanismos de fragilização;
- iv) estudar as linhas de deformação nas vizinhanças da fratura.

## **3. Materiais e métodos**

Os materiais utilizados na realização deste trabalho estão descritos a seguir. Segue também uma descrição dos métodos de preparação das amostras e ensaios realizados.

### **3.1 Materiais**

O aço DIN W. Nr. 1.4575 foi utilizado em todas as experiências. O aço estudado é o DIN W. Nr. 1.4575, cuja composição em porcentagem em peso é C=0,01%; Si=0,35%; Mn=0,22%; Cr=28,12%; Mo=2,44%; Ni=3,91%; Nb=0,31%; N=0,01%.

Os corpos de prova foram cortados com dimensão de 5x10x20mm e foram inicialmente solubilizados a 1050°C por 30 minutos, seguidos de resfriamento em

água. Posteriormente, as amostras sofreram tratamentos térmicos de envelhecimento com o objetivo de causar transformações de fases. Os tratamentos térmicos realizados em cada corpo de prova estão listados na tabela a seguir:

Tabela 1: Tratamentos térmicos realizados nos corpos de prova

Corpo de prova	Temperatura	Tempo
A	850°C	94h
B	850°C	4h
C	475°C	811h

A seguir foi feito um chanfro em cada corpo de prova utilizando-se uma lima triangular diamantada, como indica a figura a seguir:

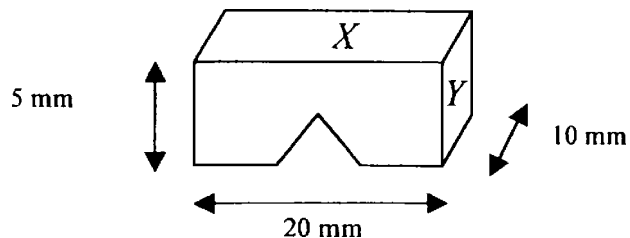


Figura 1: Esquema do corpo de prova.

Os corpos de prova foram lixados, polidos e atacados para depois serem fraturados com o auxílio de uma morsa.

## **3.2 Metalografia**

### **3.2.1 Polimento**

Foi empregado o polimento mecânico manual convencional utilizando-se lixas d'água (400, 600 e 1000) e pasta de diamante (6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ ).

Todos os corpos de prova foram observados.

### **3.2.2 Ataque metalográfico**

Para análise das microestruturas foi escolhido o reagente V2A (100  $\text{cm}^3$  de HCl, 10  $\text{cm}^3$  de  $\text{HNO}_3$ , 100  $\text{cm}^3$  de  $\text{H}_2\text{O}$  e 0,3  $\text{cm}^3$  de estabilizador Sparbeize) que revelou de forma satisfatória a morfologia da matriz superferrítica e a fase  $\sigma$  precipitada nos contornos de grão.

## **3.3 Microscopia ótica**

Os corpos de prova foram observados no microscópio ótico antes e após sua fratura. As imagens observadas foram registradas em fotografias eletrônicas.

### **3.4 Microscopia eletrônica de varredura**

Os corpos de prova foram observados no microscópio eletrônico da varredura após sua fratura. A fratura foi observada em dois planos diferentes: o de plano de topo e o plano frontal. As imagens observadas foram registradas em fotografias eletrônicas.

## **4. Resultados e discussão**

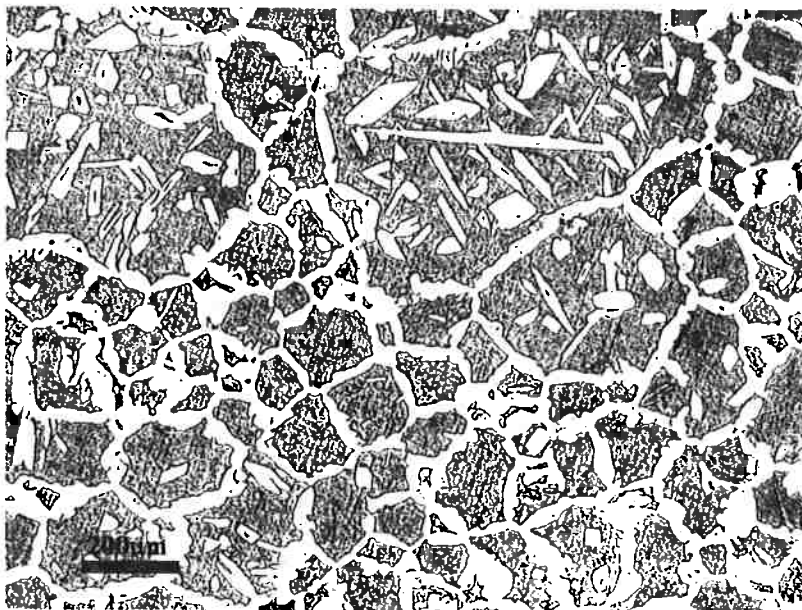
Em seguida são apresentados os resultados de análise microestrutural e de análise de fratura de amostras contendo fase sigma ( $\sigma$ ) e fase alfa linha ( $\alpha'$ ) obtidos com auxílio de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e medidas de microdureza.

### **4.1 Resultados do corpo de prova A**

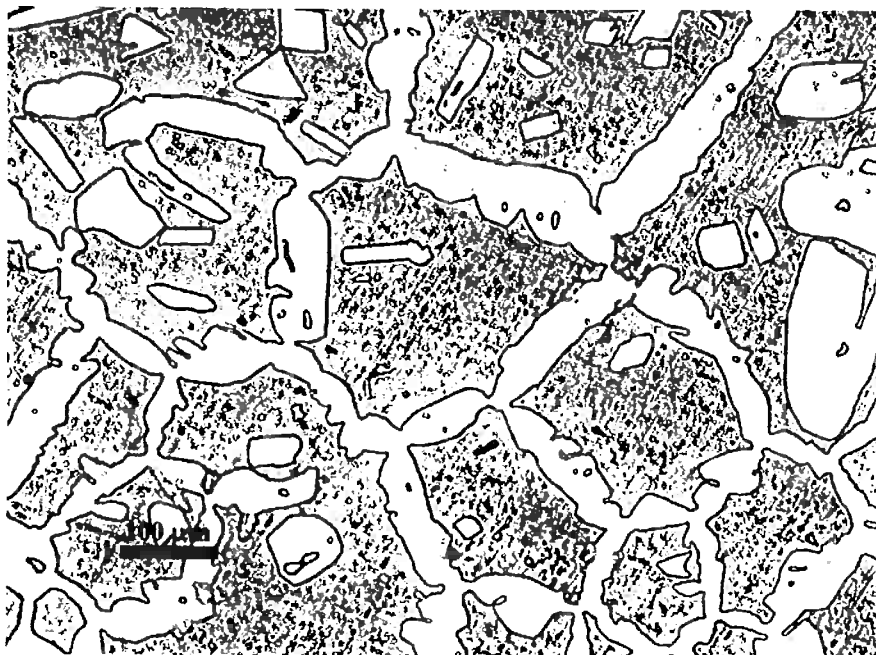
O corpo de prova A foi submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 850 °C por 94 horas. Após este tratamento térmico a reação de precipitação de fase sigma tinha se completado.

### 4.1.1 Microscopia óptica

As micrografias das figuras 2 e 3 apresentam a microestrutura do aço inoxidável superferrítico contendo fase sigma após 100% de transformação (precipitação). Os contornos de grãos de ferrita estão recobertos de fase sigma, formando uma fase contínua. Por outro lado, também ocorreu precipitação de fase sigma no interior dos grãos.

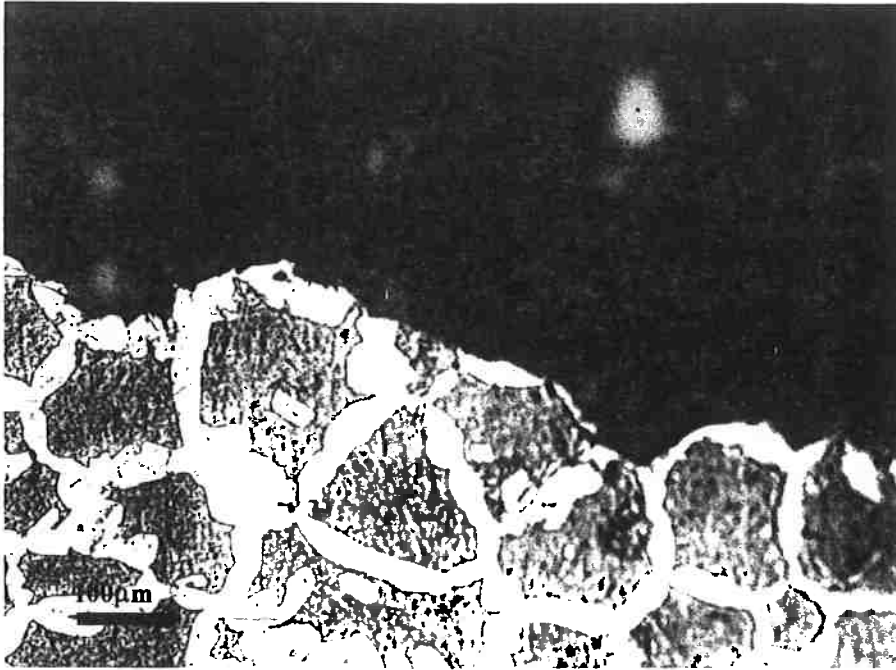


*Figura 2: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A, aumento de 100x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*

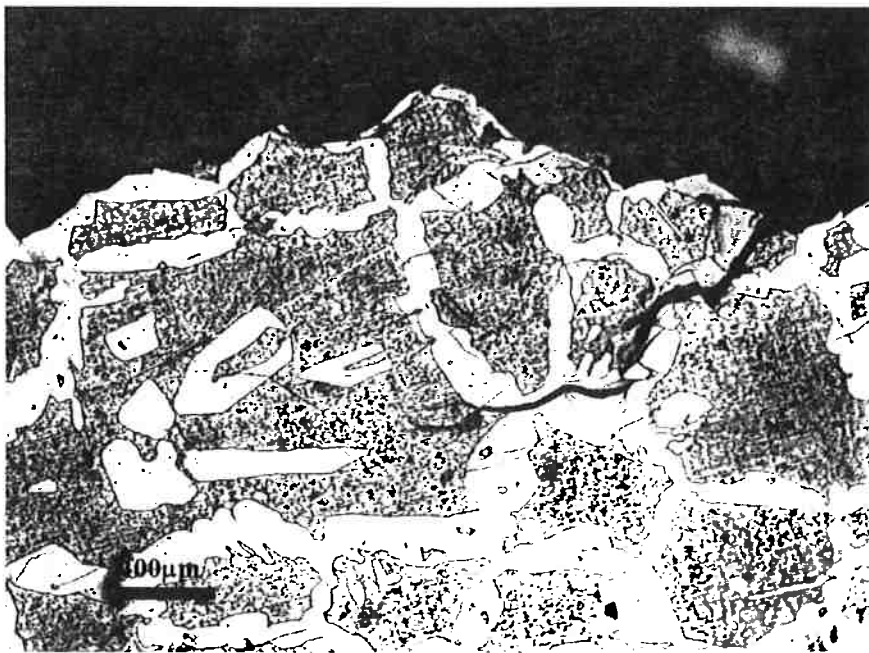


*Figura 3: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A, aumento de 200x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*

As figuras 4 e 5 apresentam a amostra A após a fratura. Observa-se que a fratura ocorreu ao longo da fase sigma. Os contornos grãos de ferrita estão recobertos de fase sigma. A fase sigma precipitou-se também no interior dos grãos.

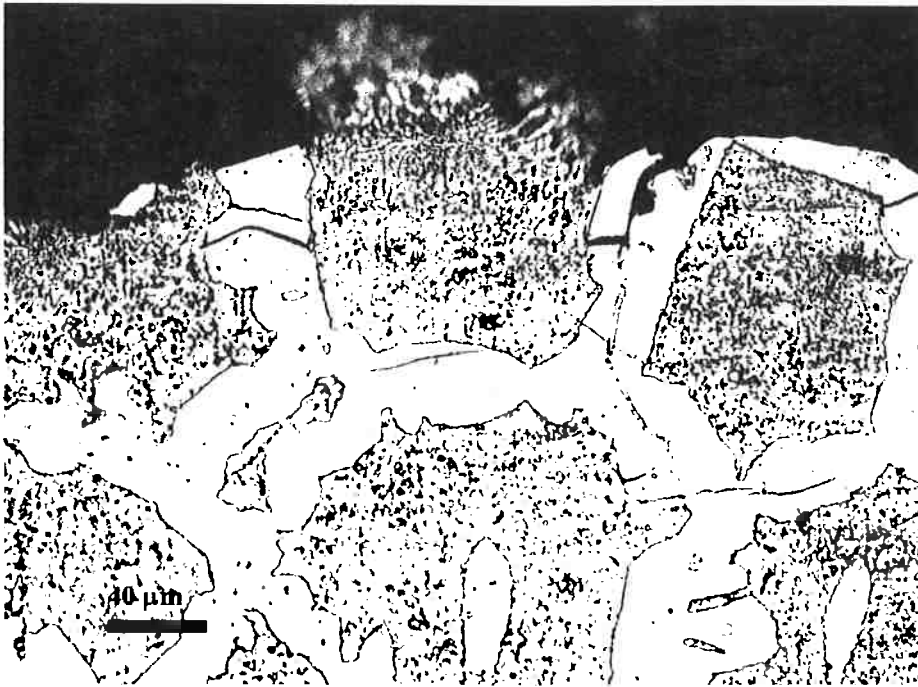


*Figura 4: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A, aumento de 200x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*



*Figura 5: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A, aumento de 200x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*

A figura 6 mostra trincas no interior da fase sigma devido à fragilidade da mesma. Observam-se os grãos de ferrita recobertos de fase sigma e também fase sigma precipitada no interior dos grãos.



*Figura 6: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A, aumento de 500x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*

A figura 7 apresenta mais uma ilustração, obtida em outro local, mostrando que a fratura frágil percorreu a fase sigma. Observam-se ainda contornos de grãos de ferrita recobertos de fase sigma.

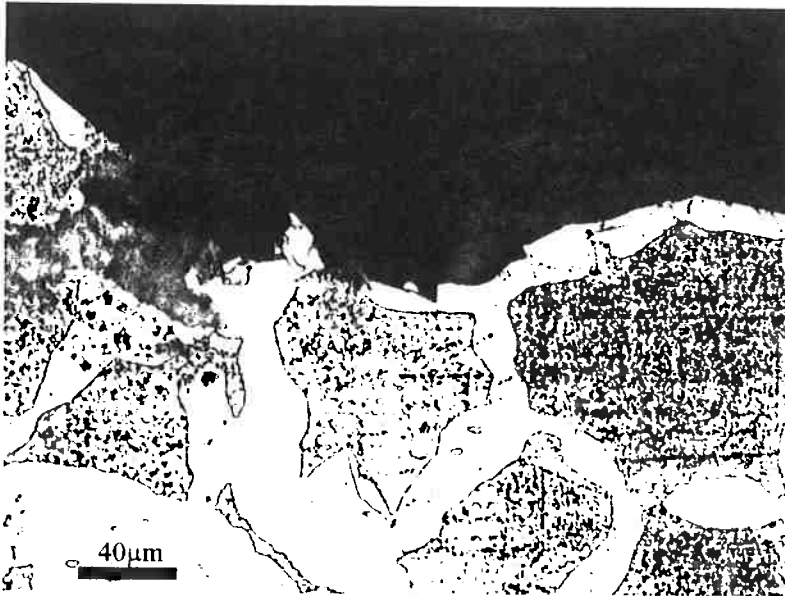


Figura 7: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A, aumento de 500x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).

A figura 8 mostra mais uma ilustração de trincas na fase sigma.

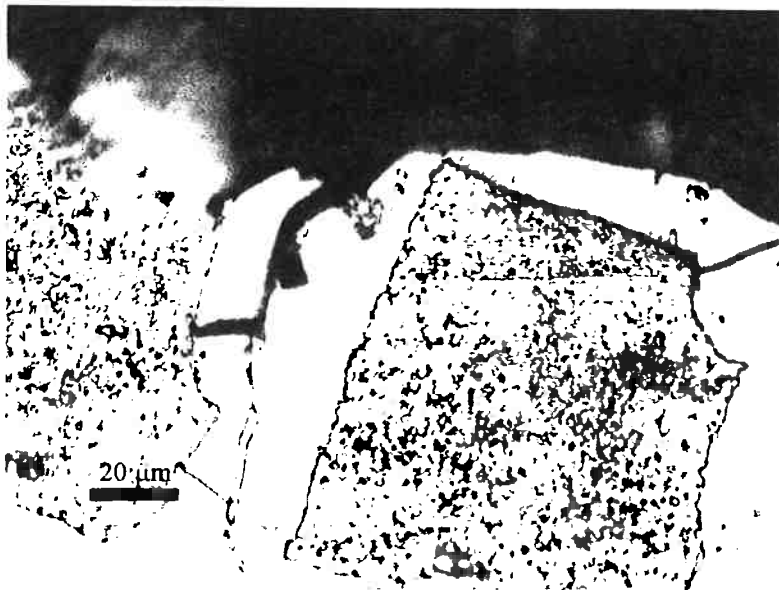
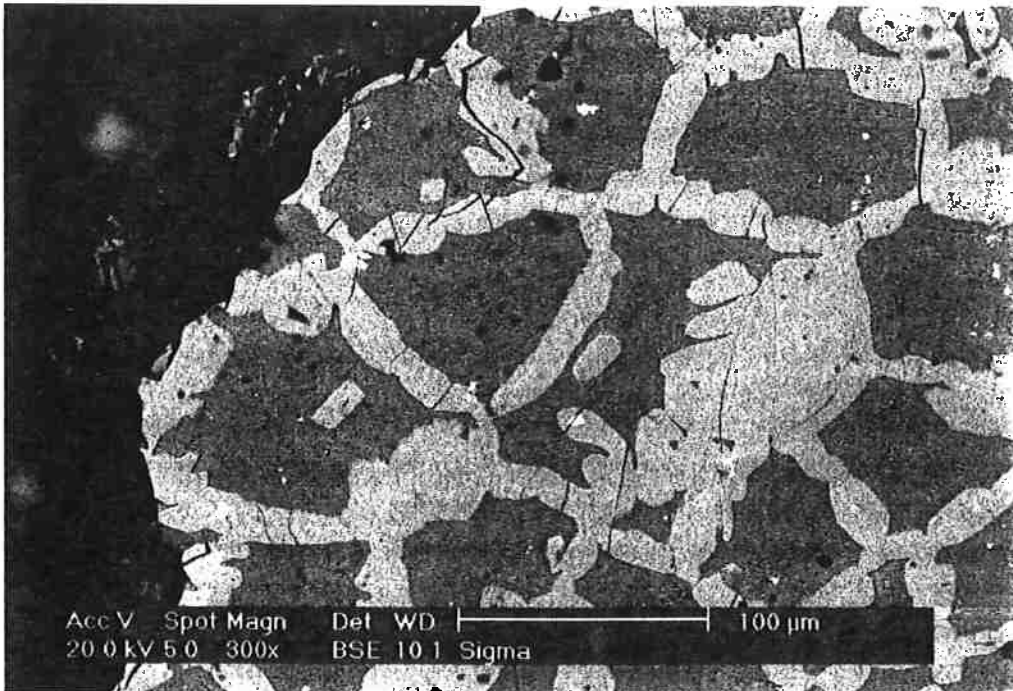


Figura 8: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A, aumento de 1000x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).

#### 4.1.2 Microscopia eletrônica de varredura

A figura 9 mostra, como as figuras anteriores, o plano perpendicular ao plano de percurso da fratura. É possível observar-se os grãos de ferrita e a fase sigma recobrindo seus contornos de grão. Observa-se o caminho da fratura ao longo da fase sigma e as trincas na fase sigma.



*Figura 9: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A, aumento de 300x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*

A figura 10 mostra a superfície de fratura da amostra A. Como a fratura ocorreu predominantemente ao longo da fase sigma, esta imagem é essencialmente da fratura da fase sigma. É possível também reconhecer as formas dos antigos grãos de ferrita.

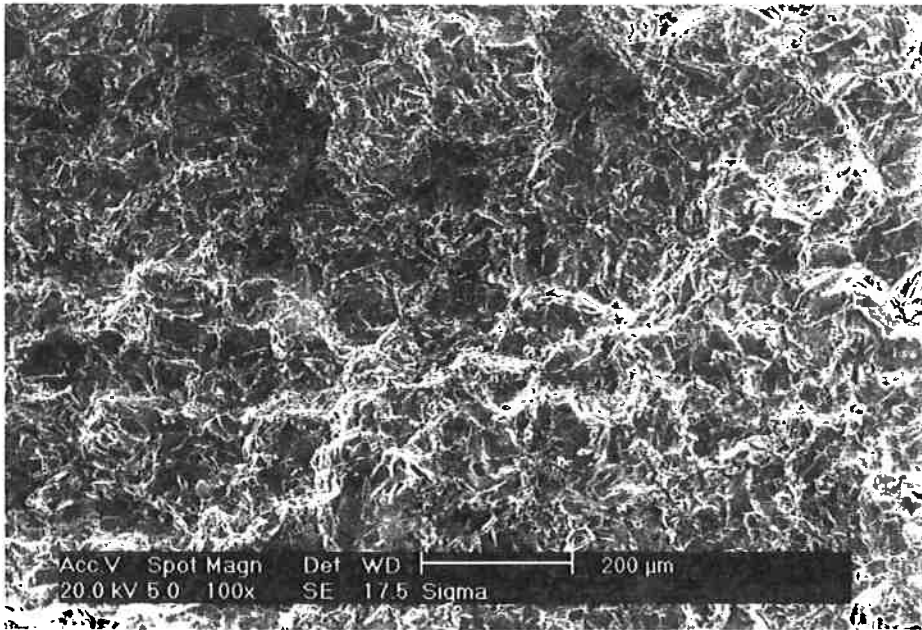


Figura 10: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A. aumento de 200x. microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).

As figuras de 11 a 15 mostram as características e detalhes da fratura frágil da fase sigma na amostra A.

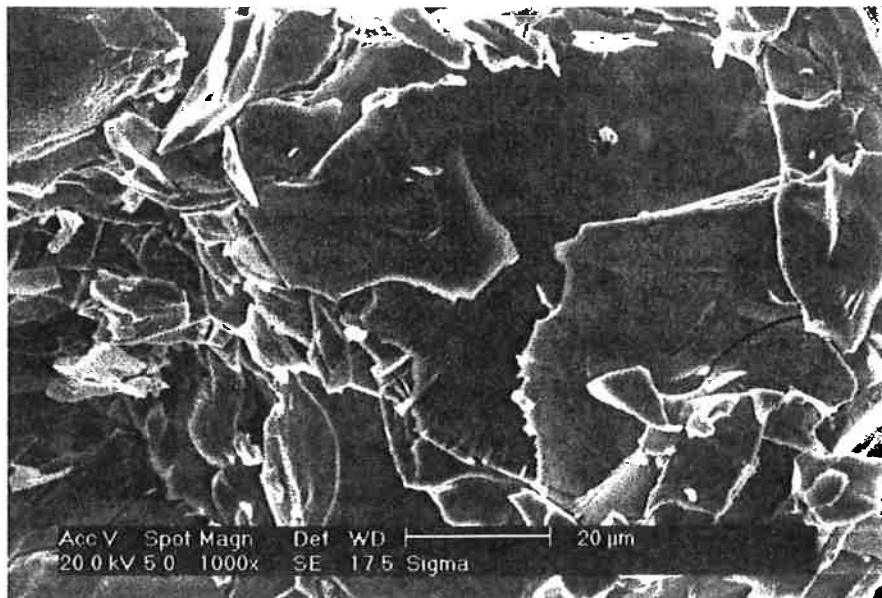


Figura 11: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A. aumento de 1000x. microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).

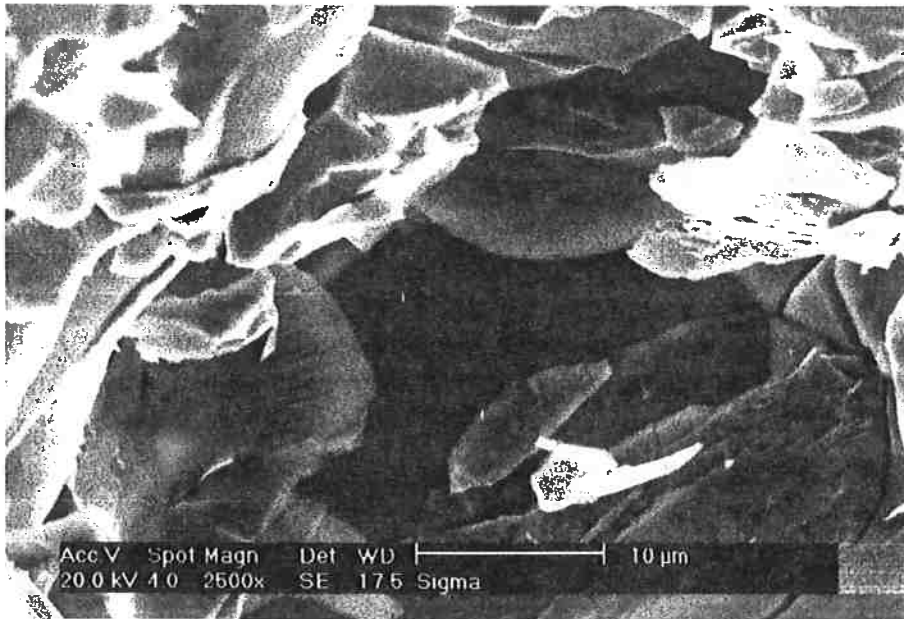


Figura 12: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A. aumento de 2500x. microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).

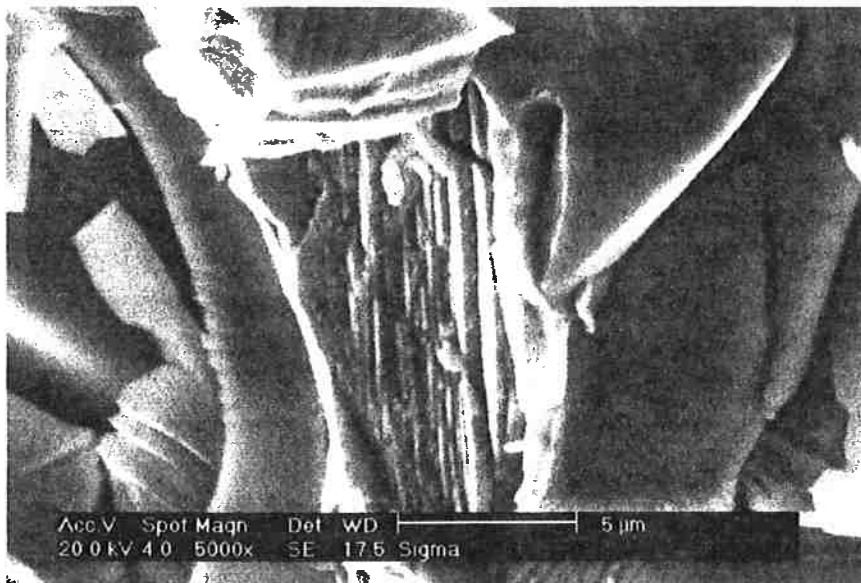


Figura 13: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A. aumento de 5000x. microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).

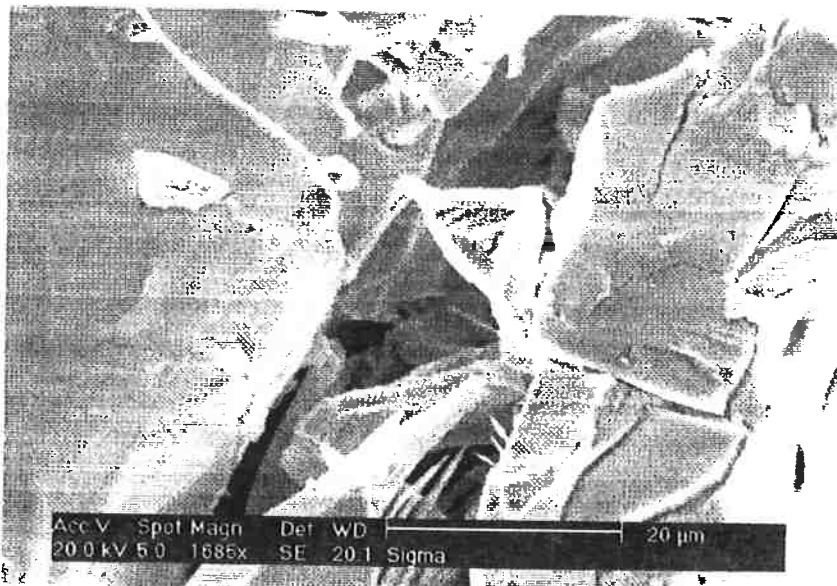


Figura 14: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A, aumento de 1685x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).



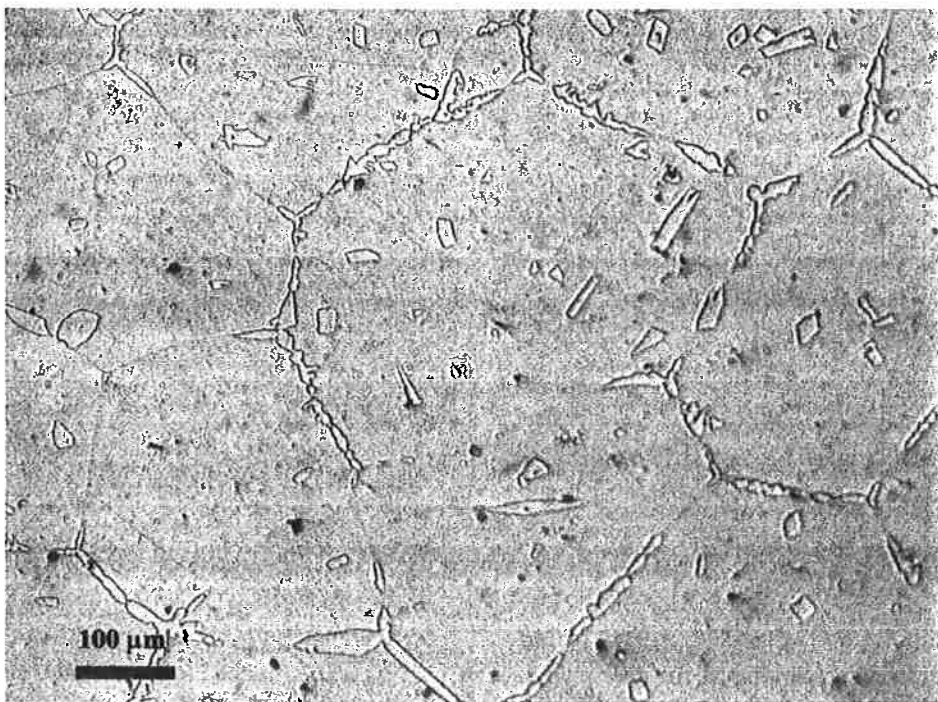
Figura 15: Amostra A (850°C por 94h), ataque V2A, aumento de 2500x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).

## 4.2 Resultados do corpo de prova B

O corpo de prova B foi submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 850 °C por 4 horas. Após este tratamento térmico a reação de precipitação de fase sigma tinha ocorrido, porém não tinha se completado.

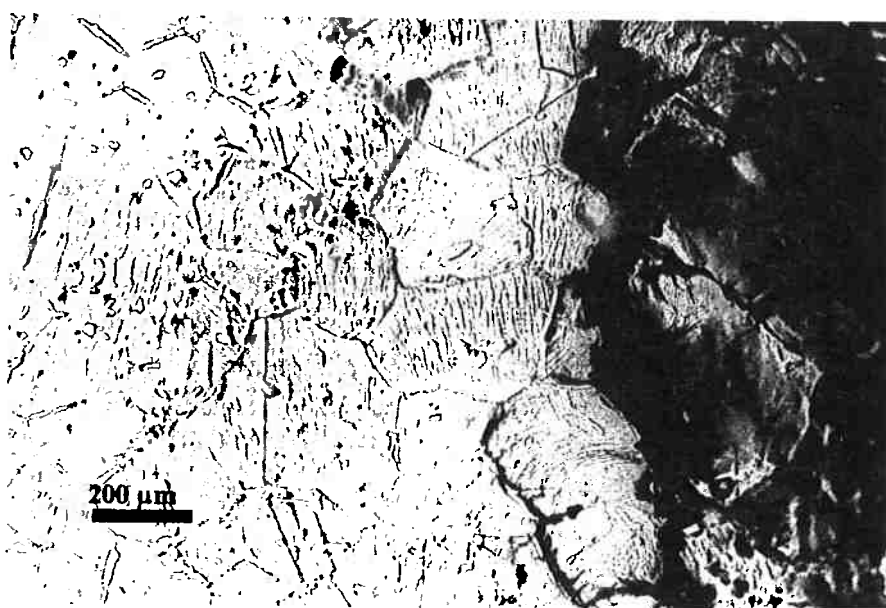
### 4.2.1 Microscopia óptica

A figura 16 mostra os grãos de ferrita com fase sigma precipitada nos contornos de grãos, recobrando-os apenas parcialmente. Em outras palavras, nesta amostra que a fase sigma não forma uma fase contínua. À despeito disto, ocorreu alguma precipitação no interior dos grãos.



*Figura 16: Amostra B (850°C por 4h), ataque V2A, aumento de 200x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*

Nas figuras 17, 18 e 19 são apresentadas micrografias ópticas da amostra B, após a fratura. Observa-se que a fratura ocorreu ao longo dos contornos de grão que estavam parcialmente recobertos de fase sigma. Outros grãos no mesmo percurso sofreram deformação, como evidenciam as linhas de deformação próximas à fratura. Observa-se que as linhas de deformação são curvilíneas (“wavy glide”) e a quantidade de linhas de deformação diminui à medida que aumenta a distância da fratura.



*Figura 17: Amostra B (850°C por 4h), ataque V2A, aumento de 100x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*

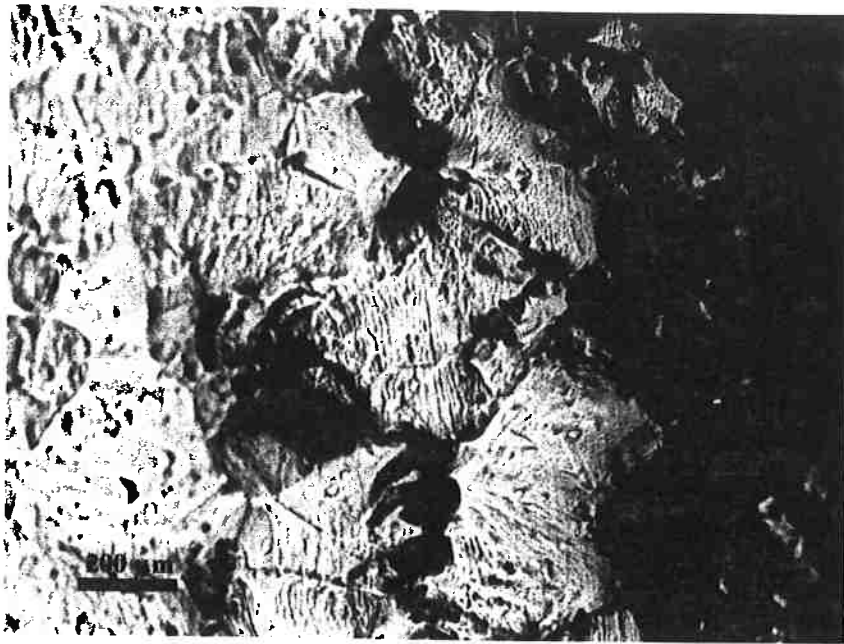


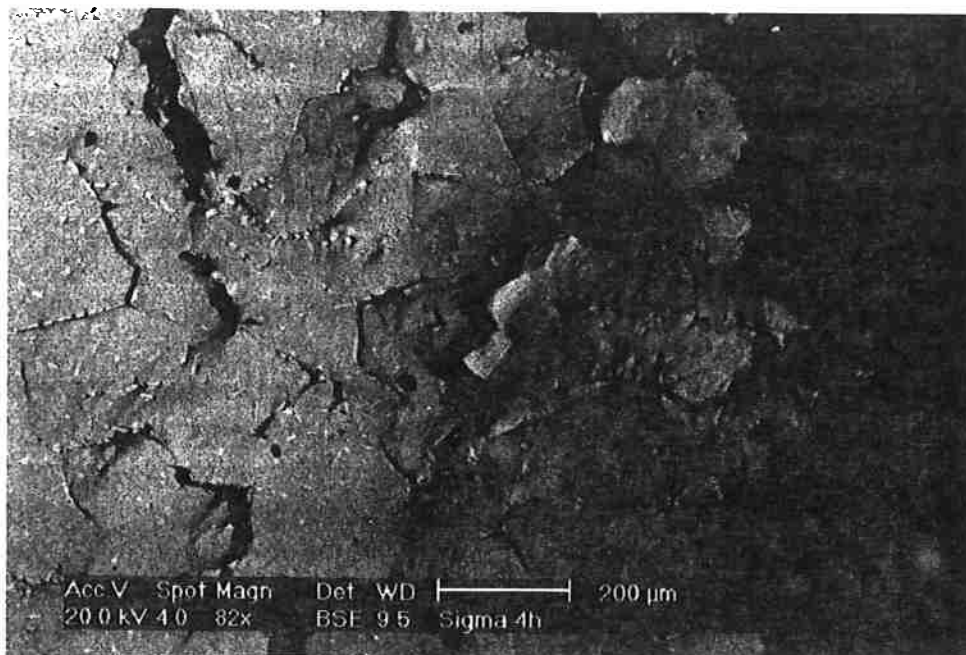
Figura 18: Amostra B (850°C por 4h), ataque V2A, aumento de 100x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).



Figura 19: Amostra B (850°C por 4h), ataque V2A, aumento de 200x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).

#### 4.2.2 Microscopia eletrônica de varredura

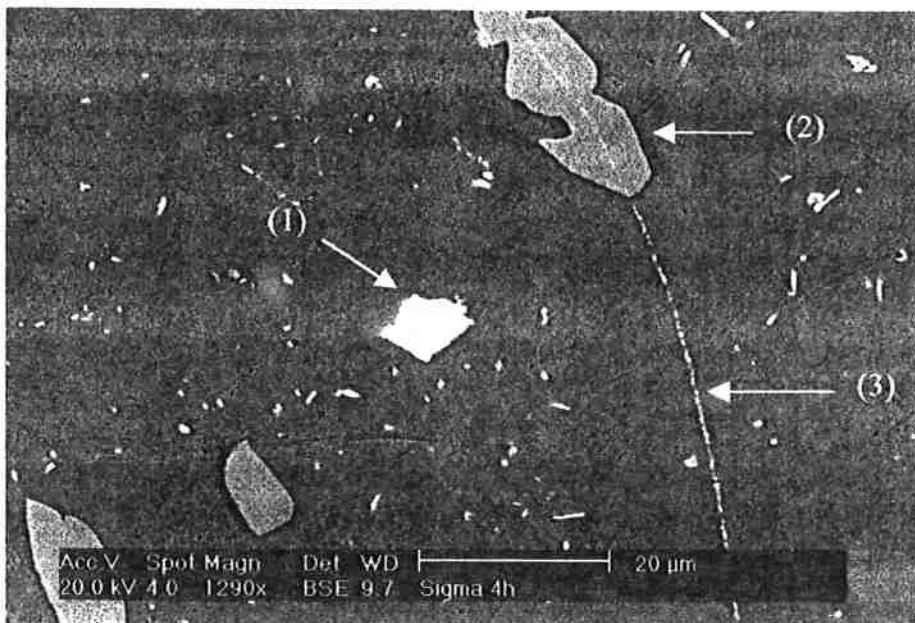
A figura 20 mostra, como as figuras anteriores, uma vista perpendicular ao plano de percurso da fratura e representa os grãos de ferrita deformados.



*Figura 20: Amostra B (850°C por 4h), ataque V2A, aumento de 82x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*

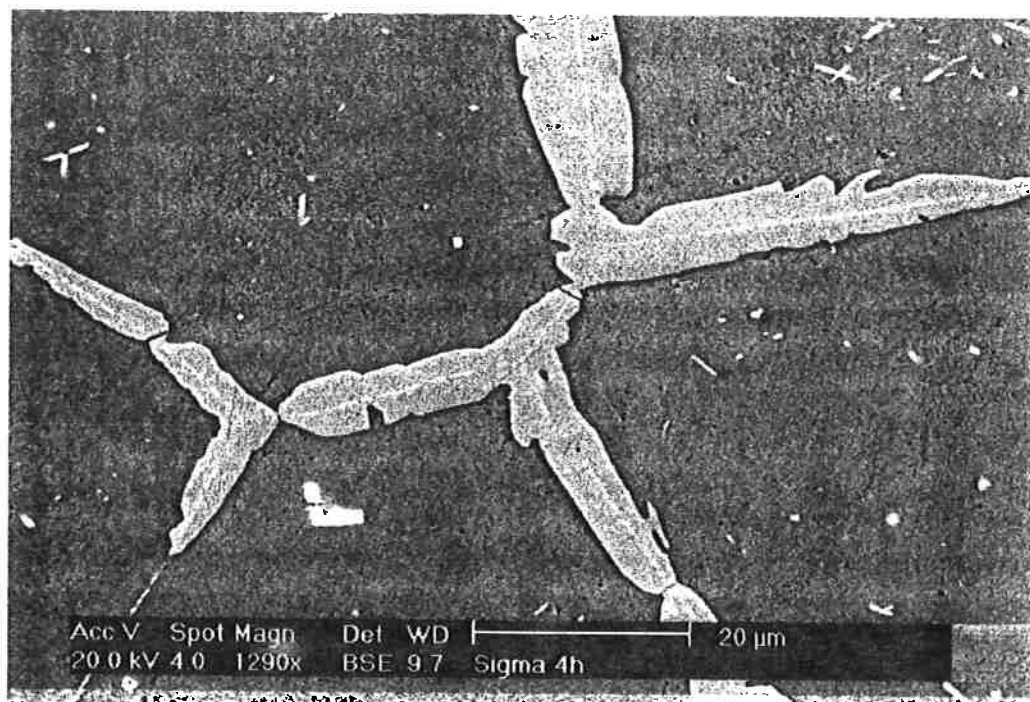
A micrografia da figura 21 foi obtida utilizando-se elétrons retroespalhados. Neste tipo de imagem, as regiões da amostra contendo elementos de maior número atômico aparecem com coloração mais clara na micrografia, pois a emissão de elétrons retroespalhados aumenta com o aumento do número atômico. A figura consiste em uma vista perpendicular ao plano de propagação da fratura, sendo possível visualizar-se ao centro uma inclusão de cor clara. O microscópio eletrônico de varredura utilizado, dispunha de um analisador de raios

x por dispersão de energia, tornando possível a análise química de micro-regiões da amostra. A microanálise da inclusão indicada em (região 1) acusou a presença predominante de zircônio. O detetor utilizado não permite a detecção de elementos leves, com número atômico menor que 11, tais como carbono, nitrogênio e oxigênio. É possível também visualizar na micrografia partículas massivas fase sigma (região 2) e partículas mais finas de uma outra fase precipitada no contorno de grão (região 3). Esta fase é certamente constituída por elementos de número atômico médio superior ao de ferro, cromo e níquel, elementos predominantes na matriz (mais escura). A identificação completa e inequívoca desta fase ainda não foi concluída e está em andamento.



*Figura 21: Amostra B (850°C por 4h), ataque V2A, aumento de 1290x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Vista de topo(plano X, vide figura 1).*

A figura 22 apresenta as mesmas características citadas na figura 21.



*Figura 22: Amostra B (850°C por 4h), ataque V2A, aumento de 1290x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*

A figura 23 apresenta os alvéolos característicos da fratura dúctil. É possível observar-se uma inclusão arredondada que provavelmente deu origem ao alvéolo maior no centro da micrografia.

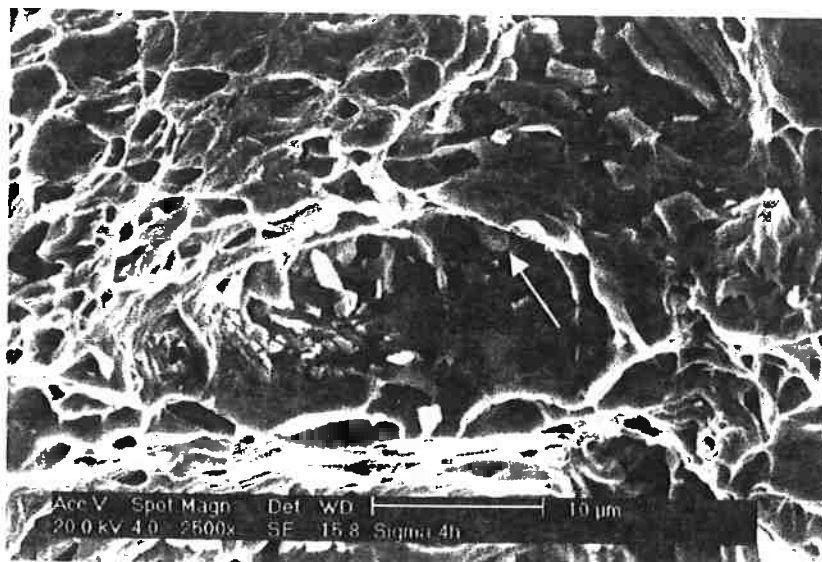


Figura 23: Amostra B (850°C por 4h), ataque V2A, aumento de 2500x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).

Na porção esquerda da figura 24 observa-se uma zona de fratura frágil. Na porção direita da figura é possível observar-se uma zona de fratura dúctil (alveolar).

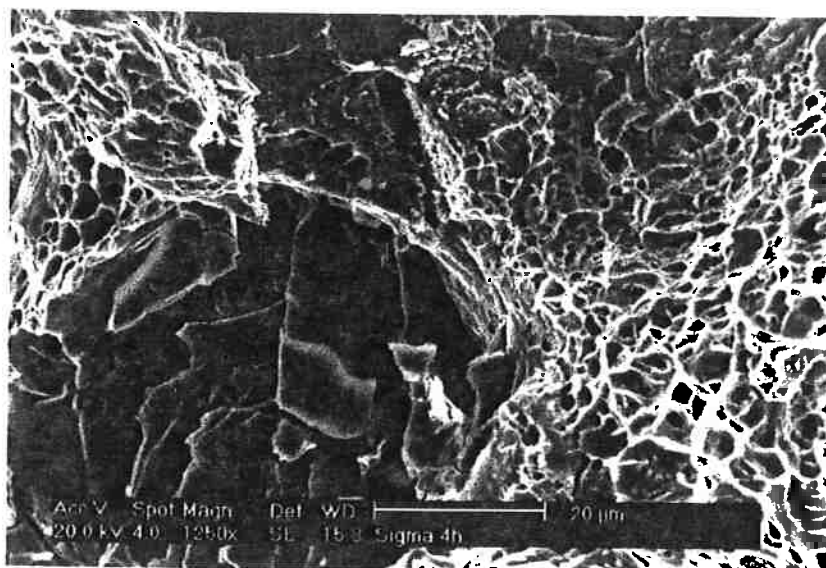


Figura 24: Amostra B (850°C por 4h), ataque V2A, aumento de 1250x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).

A figura 25 mostra um alvéolo, bem como a inclusão arredondada que provavelmente o originou (ao centro).

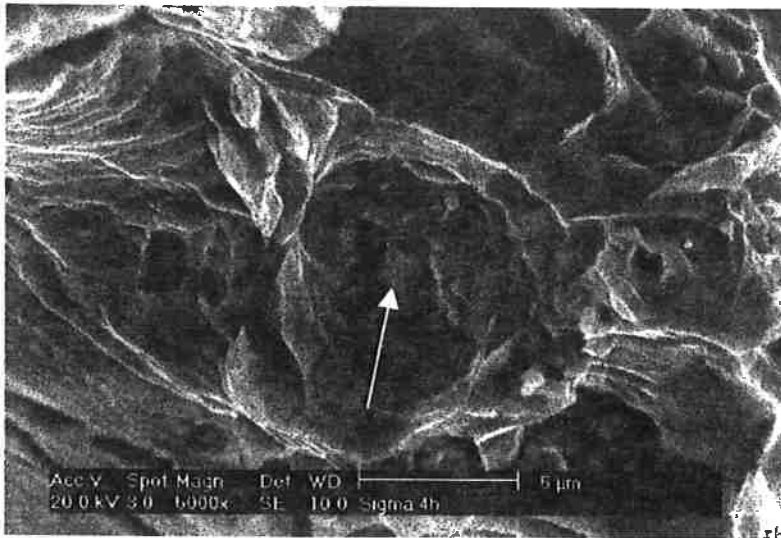


Figura 25: Amostra B (850°C por 4h), ataque V2A, aumento de 5000x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).

A figura 26 mostra um alvéolo, bem como a inclusão de forma facetada que provavelmente o originou.

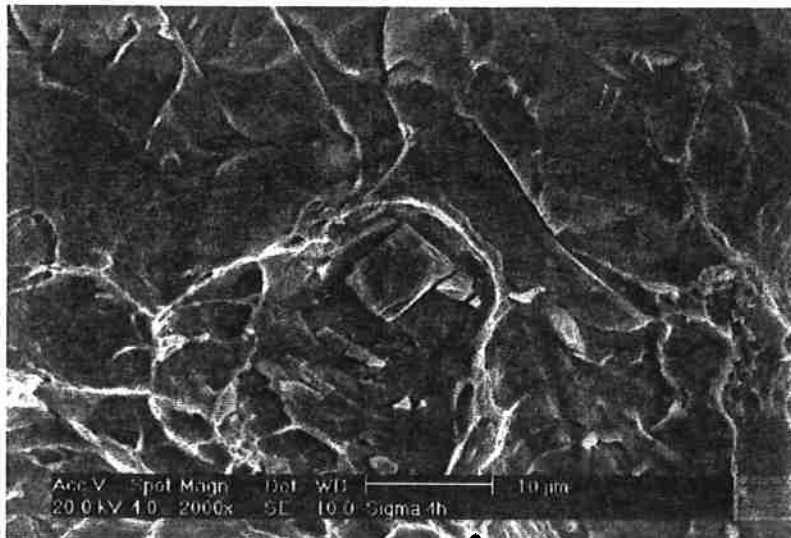


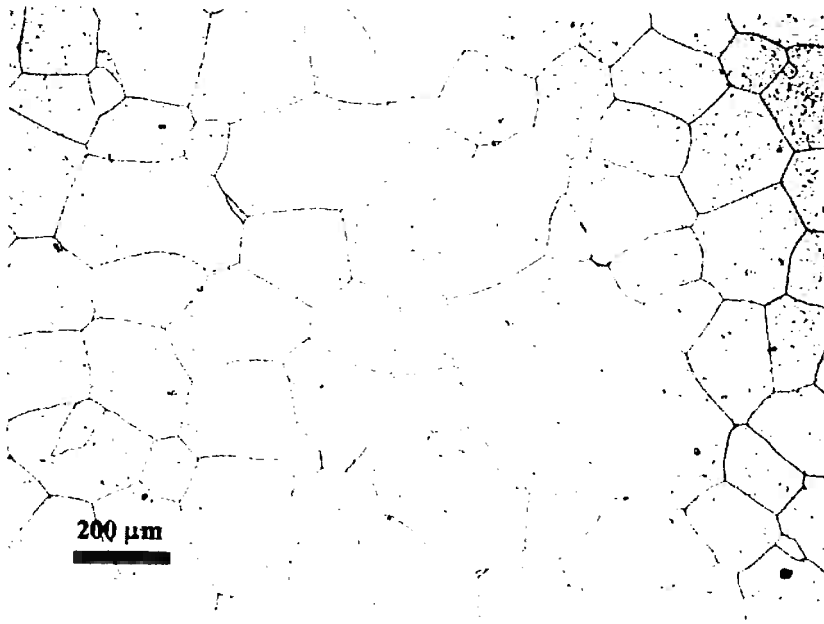
Figura 26: Amostra B (850°C por 4h), ataque V2A, aumento de 2000x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).

### **4.3 Resultados do corpo de prova C**

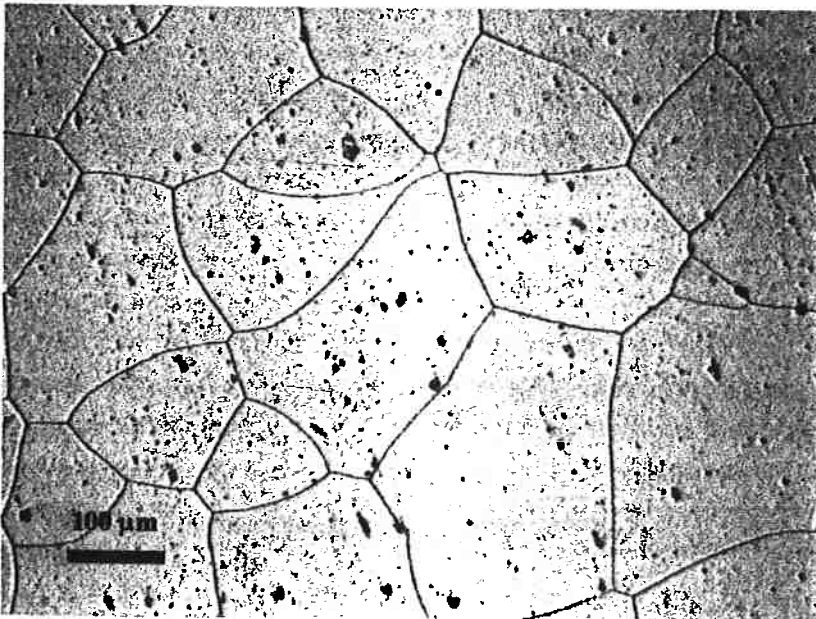
O corpo de prova C foi submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 475 °C por 811 horas. Nesta temperatura ocorre a formação da fase alfa linha ( $\alpha'$ ). Decorridas mais de 800 horas de envelhecimento, a reação de formação de alfa linha muito provavelmente se completou, ocorrendo para tempos mais longos apenas engrossamento das partículas.

#### **4.3.1 Microscopia óptica**

As figuras 27 e 28 apresentam uma ilustração do agregado policristalino do corpo de prova C e dos seus contornos de grão destacados pelo ataque metalográfico. Não é possível visualizar por microscopia óptica a fase alfa linha, pois ela é submicrométrica, na verdade, ela é nanométrica. As marcas escuras distribuídas sobre os grãos são pontos de corrosão localizada (pittings) originários do processo de ataque metalográfico.

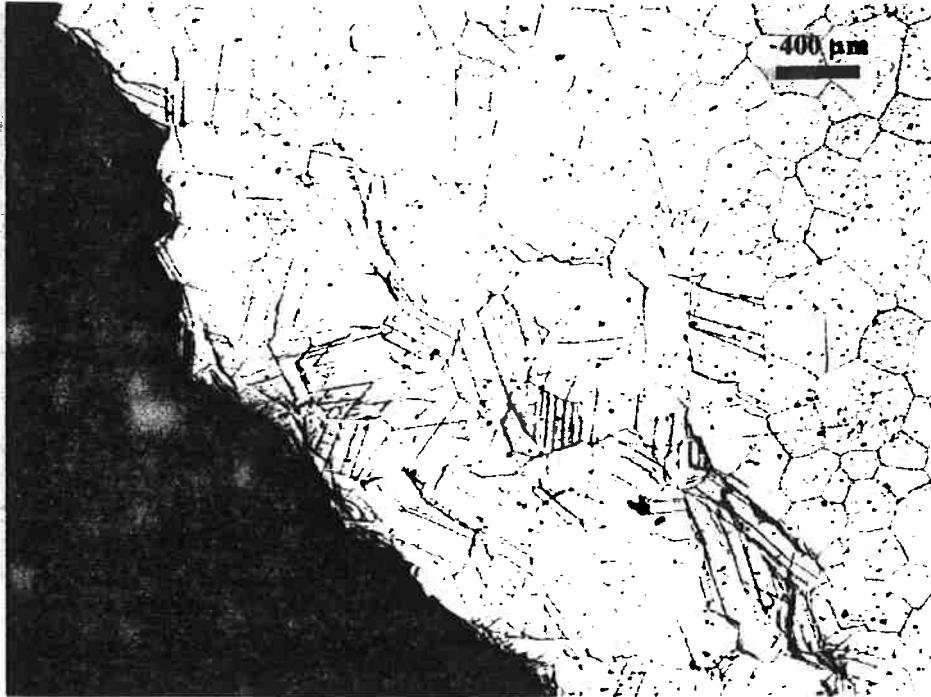


*Figura 27: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 100x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*



*Figura 28: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 200x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*

As figuras 29, 30, 31 e 32 mostram, em vistas perpendiculares ao plano de fratura, linhas de deformação retilíneas. Observa-se que estas linhas de deformação diferem das linhas curvilíneas observadas nas figuras 17, 18 e 19 relativas à amostra B. A quantidade de linhas de deformação diminui com o aumento da distância da região da fratura.



*Figura 29: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 50x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*

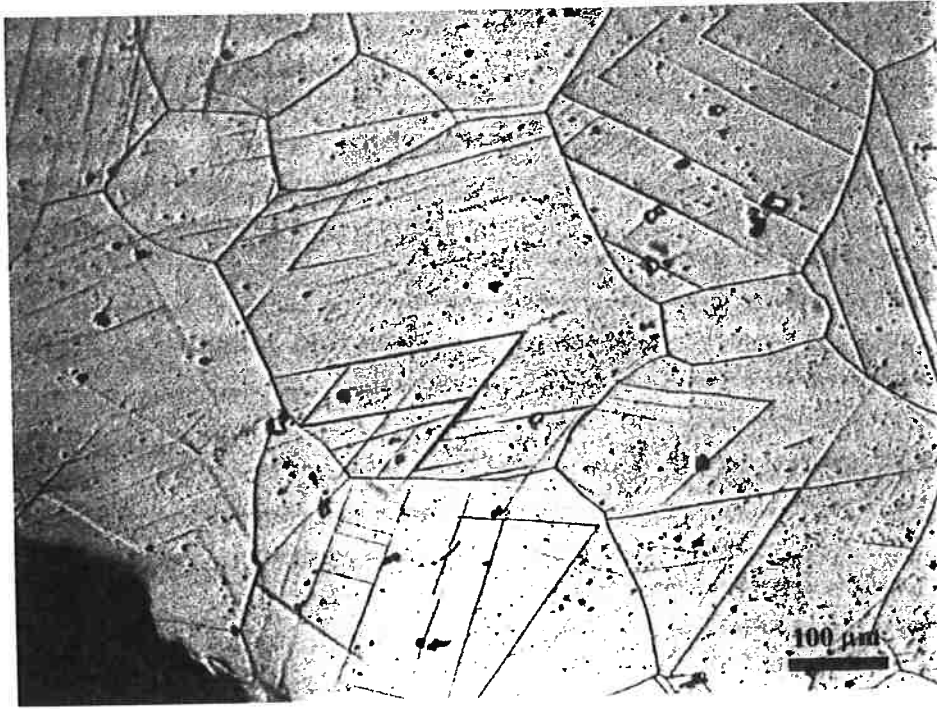


Figura 30: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 200x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).

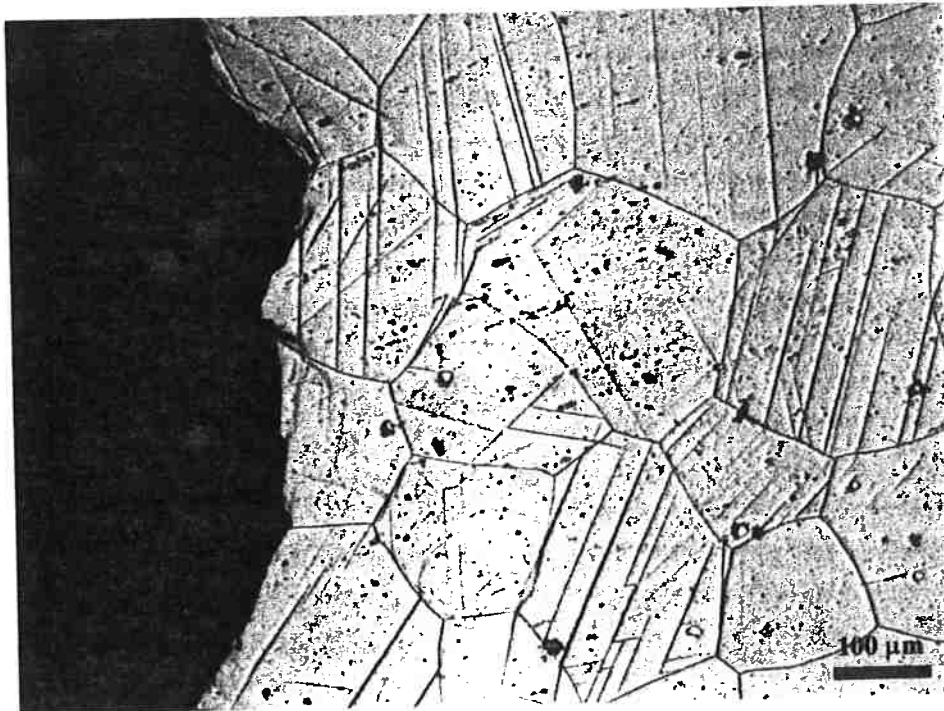


Figura 31: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 200x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).

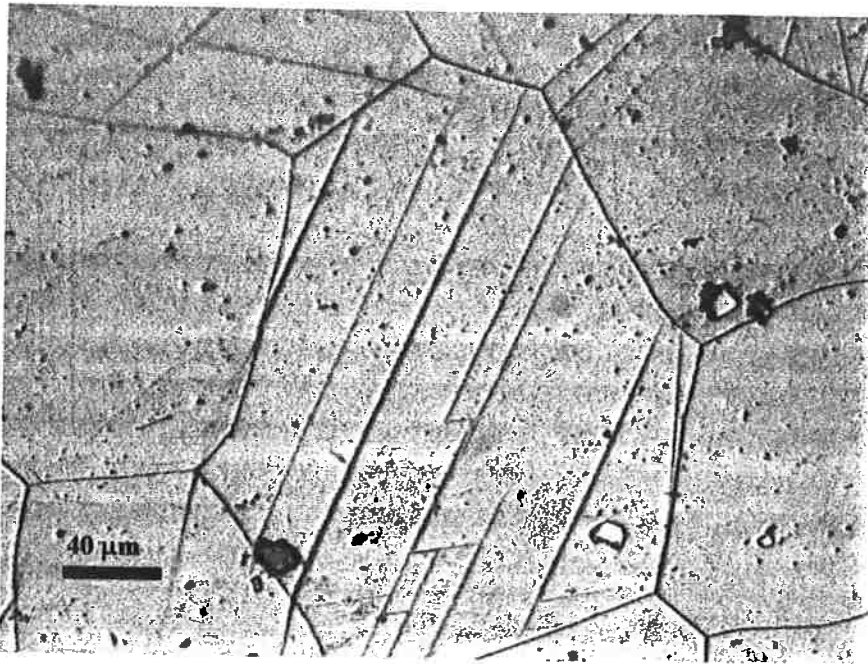


Figura 32: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 500x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).

A figura 33 mostra uma trinca transgranular que atravessou um grão de ferrita. Também pode-se observar linhas de deformação retílineas próximas à trinca.

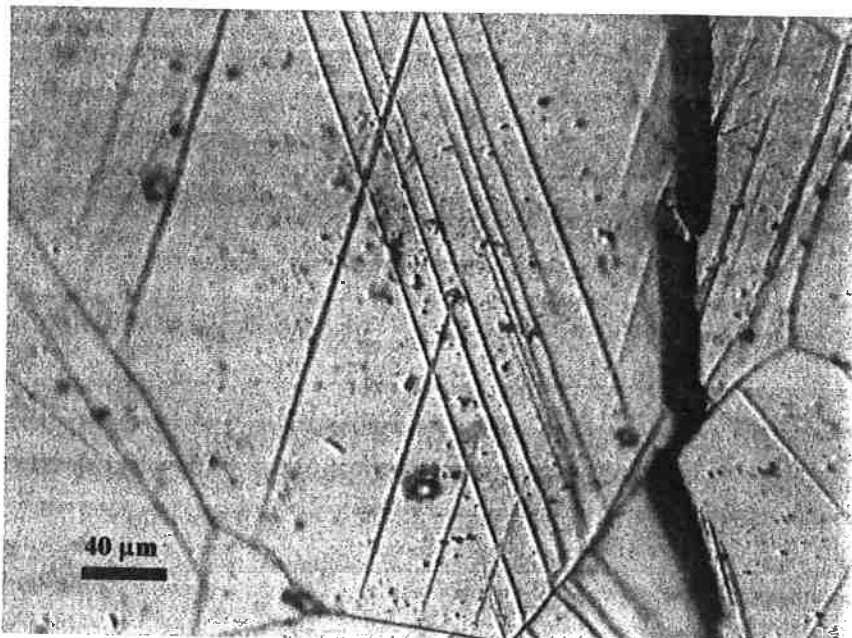
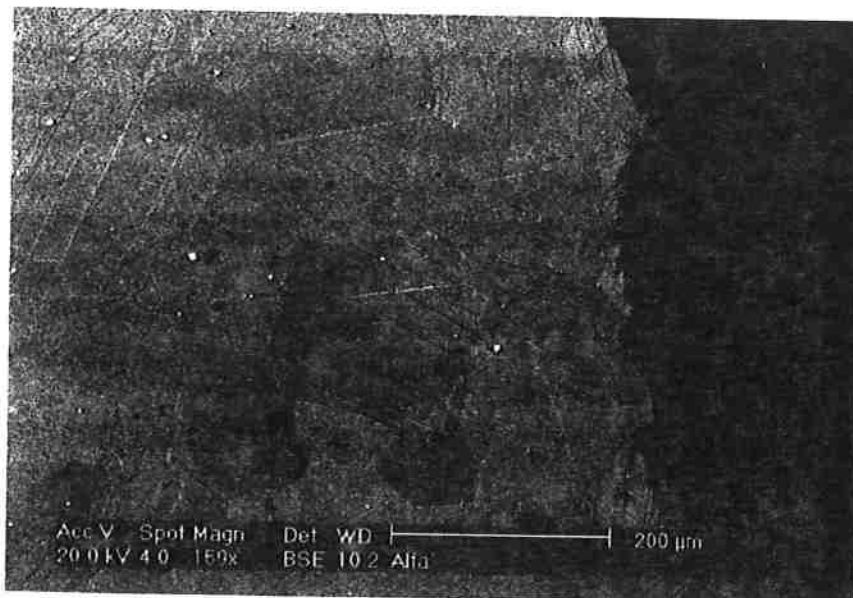


Figura 33: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 500x, microscopia óptica. Vista de topo (plano X, vide figura 1).

### 4.3.2 Microscopia eletrônica de varredura

A figura 34, a exemplo das figuras anteriores, permite visualizar as inclusões, bem como os contornos dos grãos de ferrita e as linhas de deformação.



*Figura 34: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 159x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Vista de topo (plano X, vide figura 1).*

A figura 35 permite visualizar uma inclusão e linhas de deformação mais acentuadas nos grãos próximos à região da fratura transgranular.

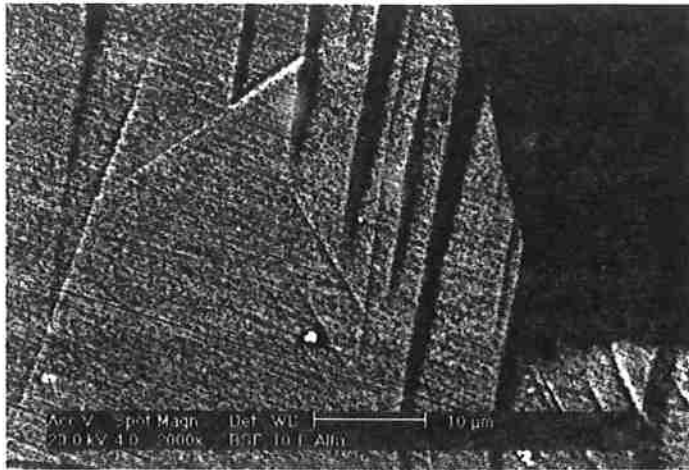


Figura 35: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 2000x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Vista de topo (plano X, vide figura 1).

A figura 36 mostra outro local da mesma região da figura 35 contendo uma inclusão, a qual também sofreu fraturas. Utilizando-se o recurso de microanálise, foi possível identificar a presença do elemento zircônio nesta inclusão. Também pode-se observar que a progressão dos degraus de deformação do grão da porção direita da figura foi delimitada pelos grãos adjacentes.

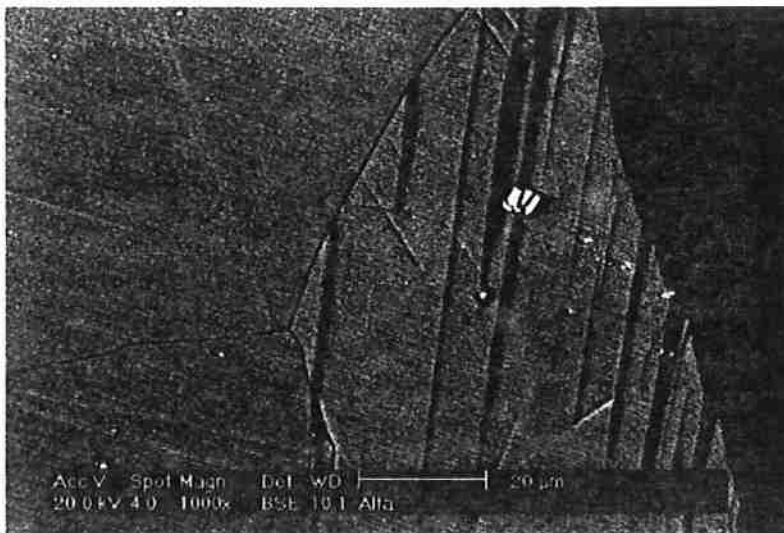
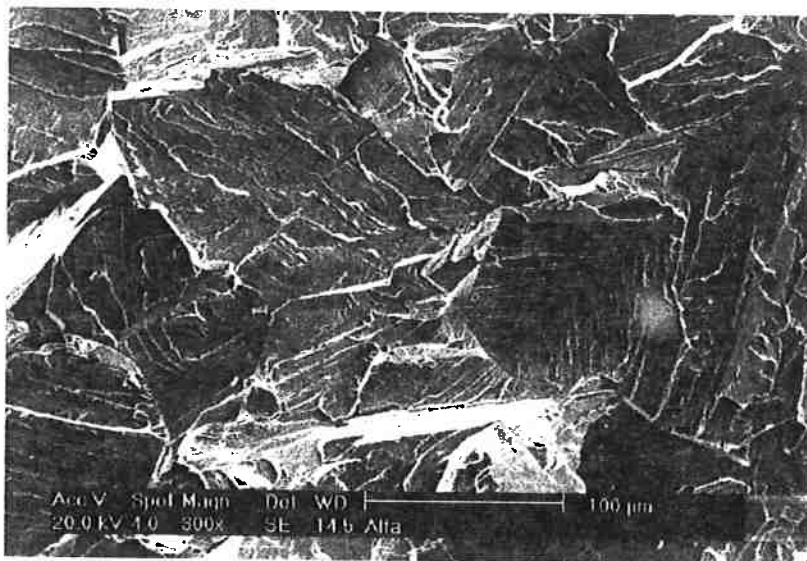


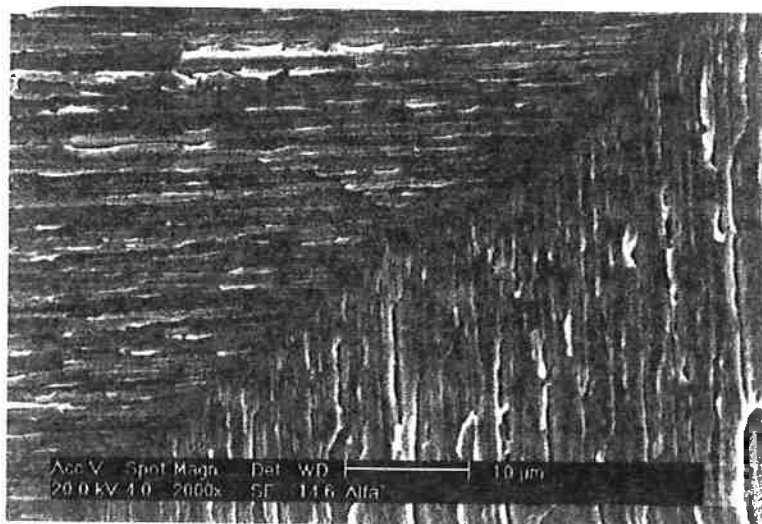
Figura 36: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 1000x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Vista de topo (plano X, vide figura 1).

A figura 37 mostra os aspectos típicos de uma fratura por clivagem como os degraus e línguas nas facetas de clivagem.



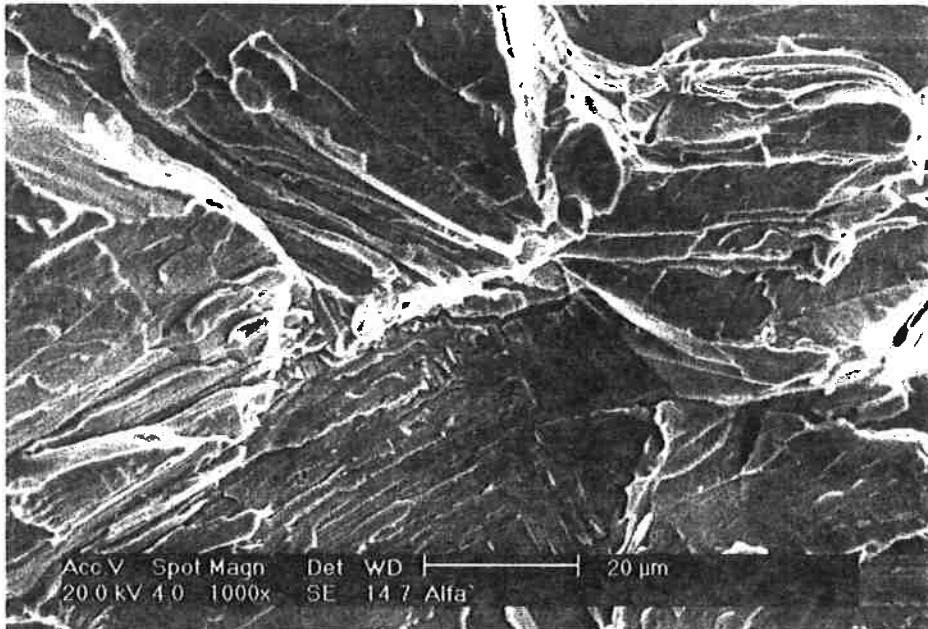
*Figura 37: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 300x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).*

A figura 38 corresponde a um detalhe da figura 37, na qual pode-se visualizar um grão no qual ocorreu uma mudança na direção da fratura.



*Figura 38: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 2000x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).*

A figura 39 apresenta os mesmos aspectos que a figura 37, como a configuração de degraus e línguas nas facetas de clivagem da fratura transgranular.



*Figura 39: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 1000x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).*

A figura 40, detalhe da figura 39, mostra uma trinca em bifurcação que é típica da fratura frágil.

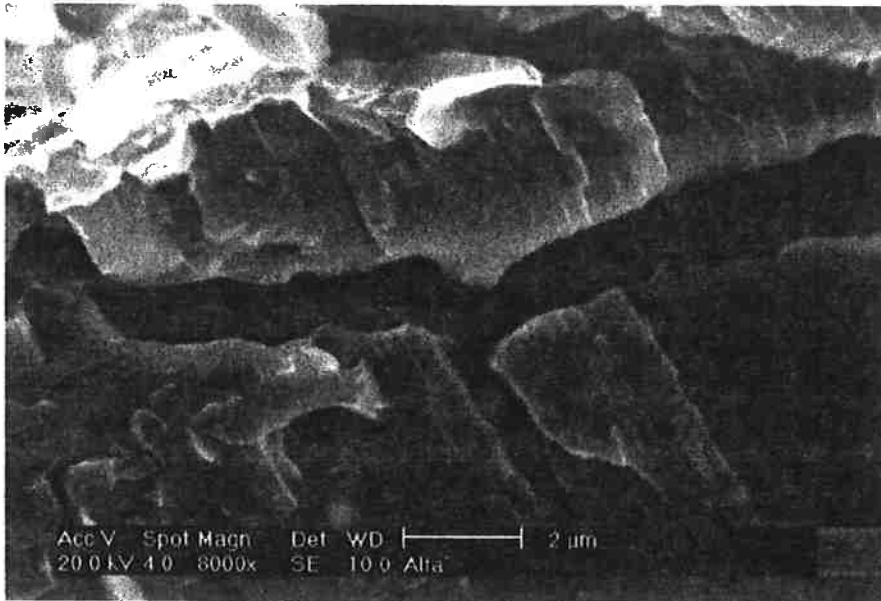


Figura 40: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 8000x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).

A figura 41 mostra com detalhes os degraus em uma faceta de clivagem.

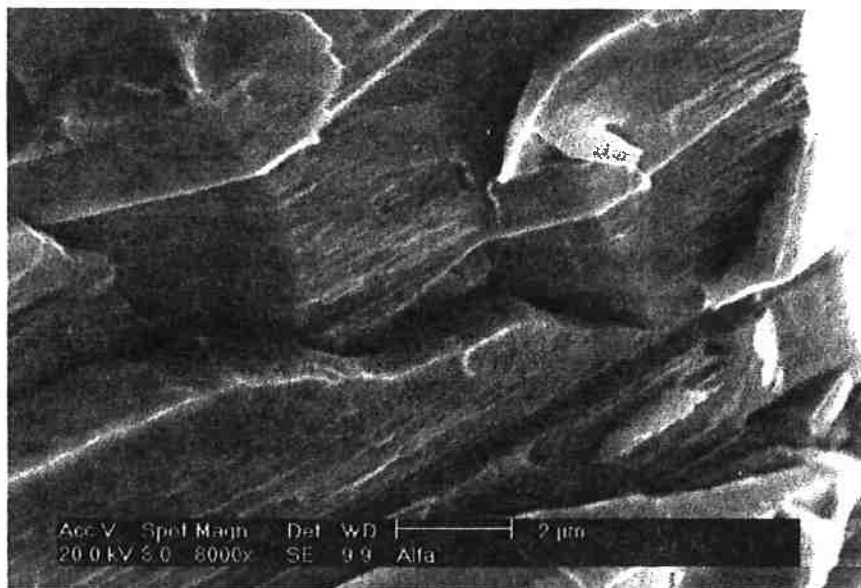


Figura 41: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 8000x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).

A figura 42 inclui línguas com os degraus da faceta de clivagem.

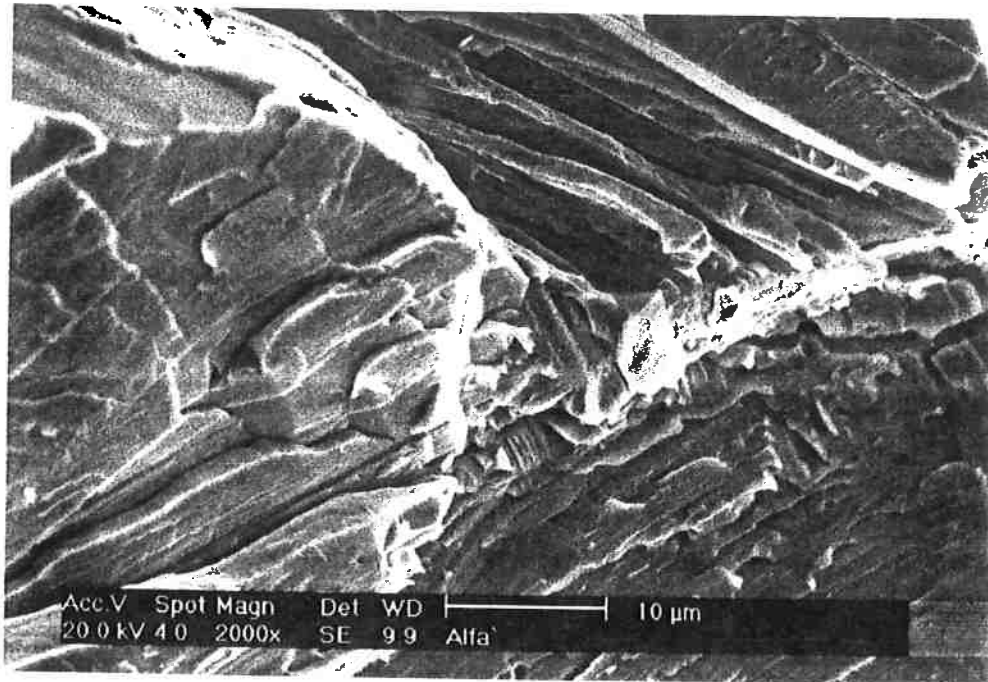


Figura 42: Amostra C (475°C por 811h), ataque V2A, aumento de 2000x, microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Vista frontal (plano Y, vide figura 1).

#### 4.4 Medidas de Microdureza

Na tabela a seguir encontram-se os resultados das durezas Vickers obtidos para as amostras A, B e C:

Tabela 2: Dureza Vickers dos copos de prova (carga de 0,5 kg)

Corpo de prova	Dureza HV (kg/mm <sup>2</sup> )	Desvio
A	407,2	39,3
B	234,0	14,8
C	532,6	8,5
Amostra solubilizada	248,1	7,3

## 4.5 Discussão

No corpo de prova A a precipitação de fase sigma havia se completado. A precipitação de fase sigma ocorreu tanto nos contornos de grãos formando uma fase contínua, como também no interior dos grãos. A fratura apresentou-se frágil ao longo da fase sigma, configurando fratura intergranular, salvo raros casos de grãos com fratura dúctil transgranular. Linhas de deformação não foram observadas.

O tratamento térmico de envelhecimento realizado a 850°C por 94 horas causou a precipitação completa de fase sigma. Isto era esperado, de acordo com o diagrama TTT apresentado na figura 43.

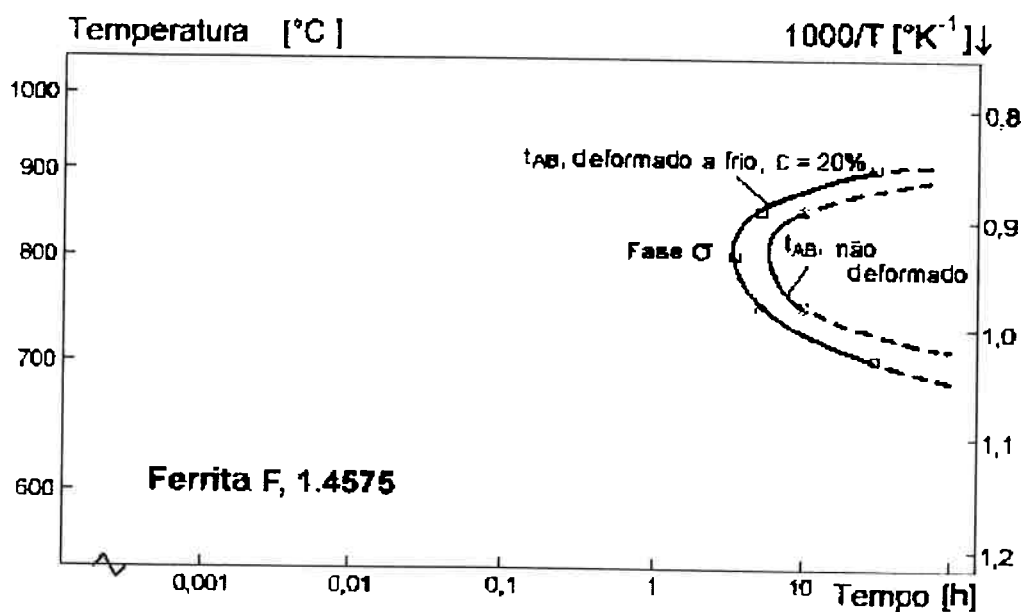


Figura 43: Diagrama Temperatura-Tempo-Transformação do aço DIN W. Nr. 1,4575 para a fase sigma (Refs. 10 e 11).

Nas vizinhanças da fratura da amostra A não foram observadas linhas de deformação. Isto pode ser justificado pela extrema fragilidade da fase sigma, o

que leva a uma fratura sem deformação plástica. As micrografias 4 a 15 mostram o caráter de clivagem intergranular da fratura da fase sigma. Não foi observado nenhum alvéolo nestas figuras, típico das fraturas dúcteis.

O corpo de prova B apresentou fase sigma precipitada apenas parcialmente. A fratura observada foi mista (frágil e dúctil). Linhas de deformação onduladas foram observadas nas vizinhanças da fratura. Alvéolos foram observados pelo microscópio eletrônico de varredura.

O tratamento térmico de envelhecimento realizado a 850°C por 4 horas causou a precipitação parcial de fase sigma, o que era esperado, de acordo com o diagrama TTT da figura 43. A precipitação ocorreu nos contornos de grão sem que houvesse a formação de uma fase contínua, e ocorreu também no interior dos grãos. Aparentemente, a precipitação de fase sigma inicia-se nos pontos triplos, ou seja, arestas, onde três grãos se tocam. Comparando-se as micrografias 2 e 16, pode-se concluir que não é necessário que a precipitação nos contornos se complete para que haja precipitação no interior dos grãos.

A fratura da amostra B foi mista. A fratura foi do tipo frágil na fase sigma e do tipo dúctil na matriz ferrítica. As fraturas frágeis e dúcteis podem ser observadas ocorrendo simultaneamente nas figuras 17, 19, 24, 25 e 26.

Nas vizinhanças da fratura da amostra B foram observadas linhas de deformação curvilíneas ("wavy glide"). Esta amostra apresentou linhas de deformação pois houve fratura mista, e desta forma, houve deformação plástica dos grãos de ferrita. As linhas de deformação curvilíneas são típicas de metais cúbicos de corpo centrado, pois esta estrutura cristalina possui numerosos sistemas de deslizamento (48) e alta energia de defeito de empilhamento, facilitando a ocorrência de escorregamento com desvio.

Não foi possível observar a fase alfa linha ( $\alpha'$ ) no corpo de prova C devido ao reduzido tamanho desta fase. Sua observação seria possível com microscopia eletrônica de transmissão com aumentos da ordem de 50.000 vezes. A fratura apresentou-se frágil e transgranular. As linhas de deformação observadas apresentaram-se retas. No corpo de prova C também foram observadas inclusões ricas em zircônio.

O tratamento térmico de envelhecimento realizado a 475°C por 811 horas causou considerável endurecimento da ferrita devido à formação da fase alfa linha na matriz ferrítica. A formação de alfa linha ocorre neste aço, provavelmente como resultado de uma decomposição espinodal [2 e 4]. A fase alfa linha é encontrada no interior dos grãos. A cinética de transformação da fase alfa linha pode ser visualizada no diagrama TTT a seguir:

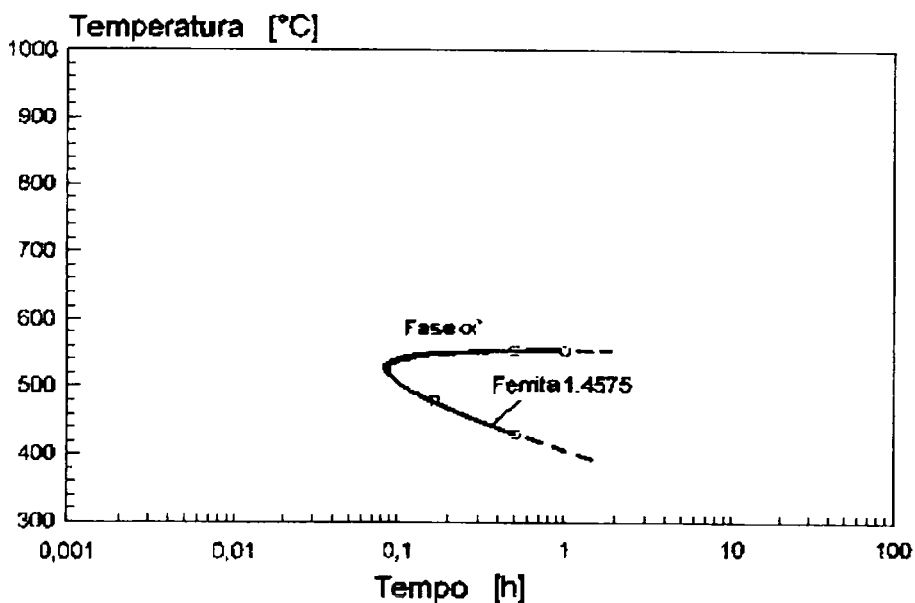


Figura 44: Diagrama Temperatura-Tempo-Transformação do aço DIN W. Nr. 1,4575 para a fase alfa linha [Refs. 10 e 11].

Na amostra contendo a fase alfa linha observou-se linhas de deformação retilíneas próximas ao local da fratura. Linhas de deformação retilíneas não são típicas nos metais com estrutura cristalina do tipo CCC, sendo comum nos metais com estrutura cristalina CFC. A ocorrência de linhas de deformação retilíneas pode ser explicada pela presença da fase alfa linha, que resulta em ancoramento de discordâncias. Assim, o número de sistemas de escorregamento ficaria diminuído. O ancoramento de discordâncias tem também um efeito eficiente de endurecimento da amostra.

A clivagem da ferrita é associada primariamente à transição dúctil-frágil comum nos metais com estrutura cristalina CCC. A temperatura de transição dúctil-frágil está associada diretamente aos teores de intersticiais (carbono e nitrogênio). No aço inoxidável superferrítico estudado, os teores de intersticiais estão abaixo de 200 ppm, que é o teor crítico para efeito na temperatura de transição dúctil-frágil [6]. Desta forma podemos descartar a hipótese de que a clivagem que ocorreu com a amostra C seja decorrente de fragilidade devido a ensaio em temperatura abaixo da transição dúctil-frágil.

A fratura da amostra C foi frágil e transgranular. As características da fratura frágil (facetas de clivagem com línguas e degraus) podem ser observadas nas figuras 37 a 42.

Finalmente, deve-se destacar que a precipitação tanto de fase sigma como de fase alfa linha pode comprometer severamente a tenacidade deste tipo de aço.

## 5. Conclusões

As experiências realizadas neste trabalho, os resultados obtidos e sua discussão permitiram as seguintes conclusões:

1. O tratamento térmico de envelhecimento realizado a 850°C por 94 horas causou a precipitação completa de fase sigma. A precipitação ocorreu inicialmente nos contornos de grão formando uma fase contínua e posteriormente também no interior dos grãos.
2. O tratamento térmico de envelhecimento realizado a 850°C por 4 horas causou a precipitação parcial de fase sigma. A precipitação ocorreu nos contornos de grão sem que houvesse a formação de uma fase contínua.
3. O tratamento térmico de envelhecimento realizado a 475°C por 811 horas causou considerável endurecimento da ferrita devido à decomposição espinodal da ferrita cujo produto é a fase alfa linha. A fase alfa linha é encontrada no interior dos grãos.
4. Nas vizinhanças da fratura das amostras contendo fase sigma completamente precipitada não foram observadas linhas de deformação.
5. Nas vizinhanças da fratura das amostras cuja precipitação de fase sigma foi incompleta, não formando uma fase contínua, foram observadas linhas de deformação curvilíneas ("wavy glide").

6. Nas amostras contendo fase alfa linha observou-se linhas de deformação retilíneas próximas ao local da fratura.
7. A fratura da amostra que continha fase sigma precipitada formando uma fase contínua foi frágil.
8. A fratura da amostra que continha fase sigma parcialmente precipitada foi mista. A fratura foi do tipo frágil na fase sigma e do tipo dúctil na matriz ferrítica.
9. A fratura da amostra que continha fase alfa linha foi frágil e transgranular.

## 6. Referências Bibliográficas

1. DAVIS, J. R. (Ed): Metallurgy and properties of wrought stainless steels. In: **ASM Specialty Handbook: Stainless Steels**. pp. 13-65, ASM International, Ohio, USA, 1994.
2. DEMO, J. J. Structure and Constitution of Wrought Ferritic Stainless Steels. In: **Handbook of Stainless Steels**. pp. 5-1 - 5-40, McGraw-Hill, 1977.
3. BAVAY, J. C. The high chromium and molybdenum ferritic stainless steels. In: **Stainless Steels**. Lacombe, P.; Baroux, B. and Beranger, G. (Eds.), pp. 535-548, Les Éditions de Physique, France, 1993.

4. CAMPBELL, R. D. Ferritic Stainless steel welding metallurgy. **Key Engineering Materials**. vols. 69 & 70, pp. 167-216, 1992.
5. RÖSSEL, C. M. Development of a cast, cathodically modified superferritic stainless steel for sulphuric acid applications. In: **Stainless Steel World 1999 Conference**, Book 2, pp. 655-665, KCI Publishing BV, The Hague, The Netherlands, 1999.
6. WOLFF, I. M.; BALL, A. Ductility in High-Chromium Super-Ferritic Alloys – I. Microstructural Influences on the Ductile-Brittle Transition. **Acta metal. mater.**, vol. 39, pp. 2759 - 2770, 1992.
7. STREICHER, M. A. Microstructures and Some Properties of Fe-28%Cr-4%Mo Alloys. **Corrosion – NACE**, vol. 30, pp. 115-124, 1974.
8. DA SILVA, P. S. C. P. **Análise de Falhas de Componentes Mecânicos em Serviço**. Apostila, EPUSP, São Paulo, 1999.
9. MARCINKOWSKI, M. J.; FISHER, R. M.; SZIRMAE, A. Effect of 500°C Aging on the Deformation Behavior of an Iron-Chromium Alloy. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, vol. 230, pp. 676-684, 1964.
10. REICK, W. **Kaltumformung und Rekristallisation eines rostbeständigen ferritisch-austenitischen Duplex-Stahles**. Doktorarbeit, Institut für Werkstoffe, Ruhr-Universität Bochum, Bochum, BRD 1993.

11. REICK, W.; POHL, M. & PADILHA, A.F. Recrystallization of duplex stainless steels. In: **CONGRESSO Internacional de Tecnologia Metalúrgica e de Materiais**. São Paulo, SP, 9-14 out. 1994. Anais. São Paulo, ABM, vol. 8, pp. 327-336, 1995.

12. BRANDIS, H.; KIESHEYER, H. und LENNARTZ, G. Mechanisch-technologische Eigenschaften und Auscheidungsverhalten hochreiner ferritischer Stähle mit 20 bis 28% Cr und bis zu 5% Mo. **Archiv für das Eisenhüttenwesen**, vol. 46, pp. 799-804, 1975.