



REDEMAT

REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

UFOP - UEMG



Dissertação de Mestrado

"Comportamento em fadiga de um aço inoxidável duplex UNS S31803 envelhecido termicamente"



Autor: Junia Maria Gândara Costa

Orientador: Prof. Dr. Luiz Cláudio Cândido

Co-orientador: Dr. José Carlos de Lacerda

Dr. Leonardo Barbosa Godefroid

Abril, 2019



REDEMAT
REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

UFOP - UEMG

Junia Maria Gândara Costa

"Comportamento em fadiga de um aço inoxidável duplex UNS
S31803 envelhecido termicamente"

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

Análise e Seleção Área de concentração de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Luiz Cláudio Cândido

Co-Orientador: Prof. Dr. José Carlos de Lacerda

Prof. Dr. Leonardo Barbosa Godefroid

Ouro Preto, Abril de 2019

C823c

Costa, Junia Maria Gândara.

Comportamento em fadiga de um aço inoxidável duplex UNS S31803 envelhecido termicamente [manuscrito] / Junia Maria Gândara Costa. - 2019. 81f.: il.: color; graf.; tabs; Godefroid, Leonardo Barbosa.

Orientador: Prof. Dr. Luiz Cláudio Cândido.

Coorientador: Prof. Dr. José Carlos Lacerda.

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

Área de Concentração: Análise e Seleção de Materiais.

1. Fadiga. 2. Aço inoxidáveis - Duplex. 3. Fase sigma. 4. Fase alfa linha. I. Cândido, Luiz Cláudio. II. Lacerda, José Carlos. III. Universidade Federal de Ouro Preto. IV. Título.

CDU: 620

Catálogo: www.sisbin.ufop.br



REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS
UFOP - UEMG

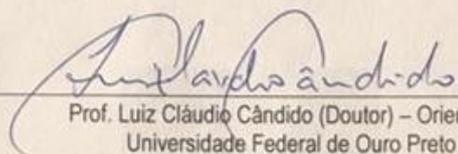
Pós-Graduação em Engenharia de Materiais

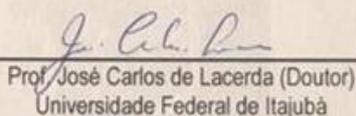


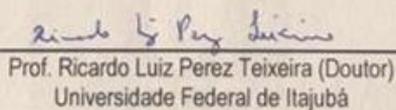
**"Comportamento em fadiga de um aço inoxidável duplex UNS
S31803 envelhecido termicamente"**

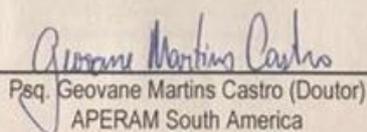
Autora: Junia Maria Gândara Costa

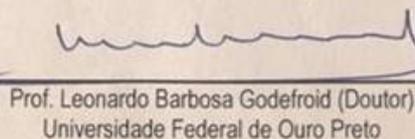
Dissertação defendida e aprovada, em 26 de abril de 2019, pela banca
examinadora constituída pelos professores:


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


Prof. José Carlos de Lacerda (Doutor)
Universidade Federal de Itajubá


Prof. Ricardo Luiz Perez Teixeira (Doutor)
Universidade Federal de Itajubá


Psq. Geovane Martins Castro (Doutor)
APERAM South America


Prof. Leonardo Barbosa Godefroid (Doutor)
Universidade Federal de Ouro Preto

*Aos meus pais, Bruno, Thaís e Aurélio
pelo incentivo, e a todos aqueles
que torceram e rezaram por mim!*

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Deus por intersecção de Nossa Senhora por terem me dado forças nos momentos de dificuldade e por me permitir finalizar este trabalho. Agradeço também ao Prof. Luiz Cláudio Cândido pela confiança em me orientar e por me auxiliar nos momentos de dificuldade. Agradeço ao Prof. José Carlos de Lacerda grande incentivador neste projeto, por me acompanhar em todos os desafios. Agradeço também ao Prof. Leonardo Barbosa Godefroid por me ensinar e me guiar nos conhecimentos necessários para a concretização deste trabalho.

Agradeço à UFOP pelo aprendizado e pela oportunidade de concretizar este sonho. O meu muito obrigada à todos os professores que contribuíram para esta formação e aos técnicos sempre dispostos a ajudar, em especial Sidney, Graciliano, Paulo e Gilberto.

Agradeço a toda equipe da UNIFEI – Campus Itabira por me permitir utilizar as instalações, em especial o Prof. André Riqueira pela confiança e aos técnicos Jordânio, Thiago, Remerson Ana e Jason.

Agradeço a Empresa Aperam *South America* (Timóteo - MG) pela doação das amostras do aço inoxidável duplex UNS S31803. Agradeço à Empresa Usiminas, ao engenheiro Dr. Túlio de Melo Fuzessi e sua equipe por ter dado acesso e informações sobre operação da máquina de fadiga.

Agradeço a UFMG, ao Prof Marcelo Câmara e ao Anderson Junior pela oportunidade de realizar os ensaios de ultra microdureza.

Agradeço à Capes pela bolsa de estudo e por incentivar a pesquisa.

À todos aqueles que me ajudaram diretamente e indiretamente o meu muito obrigada!

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS.....	v
LISTA DE FIGURAS.....	viii
LISTA DE TABELAS.....	xii
LISTA DE NOTAÇÕES E SIGLAS.....	xiii
RESUMO.....	xv
ABSTRACT.....	xvi
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. OBJETIVOS.....	3
2.1. Objetivos Gerais.....	3
2.2. Objetivos Específicos.....	3
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
3.1. Aços Inoxidáveis.....	4
3.2. Aços Inoxidáveis Duplex.....	4
3.2.1 Importância dos Aços Inoxidáveis Duplex.....	6
3.3. Precipitação de Fases nos Aços Inoxidáveis Duplex.....	8
3.3.1. Fase sigma (σ).....	10
3.3.2. Fase α'	13
3.3.3. Fase Chi (χ).....	16
3.3.4. Precipitação de Nitretos de Cromo.....	17
3.4 O Fenômeno de Fadiga.....	18
3.4.1 Mecanismos de falha por fadiga.....	21
3.4.2 Curva S-N.....	23
3.4.3 Fatores que influenciam a vida em fadiga.....	24
3.4.4 Comportamento em fadiga dos aços inoxidáveis duplex.....	27
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	29
4.1 Materiais.....	29
4.2 Equipamentos.....	29
4.3 Procedimentos Experimentais.....	31
4.3.1 Tratamento térmico de envelhecimento.....	32
4.3.2 Caracterização Microestrutural.....	33

4.3.3	Ensaio de tração	34
4.3.4	Ensaio de microdureza e ultra microdureza.....	35
4.3.5	Ensaio de fadiga	37
4.3.6	Caracterização de fraturas	38
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	40
5.1	Caracterização Microestrutural.....	40
5.1.1	Análise microestrutural quantitativa	43
5.2	Ensaio de Tração	46
5.3	Ensaio de microdureza e indentação instrumentada.....	50
5.3.1	Envelhecimento a 500°C - fase α'	52
5.3.2	Fase σ	55
5.4	Ensaio de Fadiga.....	58
5.5	Análises Fractográficas.....	64
5.5.1	Fratura por tração	65
5.5.2	Fratura por fadiga	66
6.	CONCLUSÕES.....	70
7.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	71
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	72
	PUBLICAÇÕES RELACIONADAS COM O TRABALHO.....	81

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1- Seção do diagrama ternário com 68% massa de Fe (Adaptado de IMO, 2014)... 5	5
Figura 3.2 - Diagrama isotérmico de precipitação para aços inoxidáveis duplex AISI 2205 recozidos a 1050°C (A fase sigma e a curva de precipitação de nitretos para aços AISI 2507 e AISI 2304, respectivamente é ilustrado para comparação) (Adaptado de IMO, 2014). 8	8
Figura 3.3 - Representação esquemática de nucleação e crescimento da fase sigma na ferrita durante o envelhecimento térmico de aços inoxidáveis duplex “2205” (Adaptado de WARREN <i>et al.</i> , 2016)..... 11	11
Figura 3.4 – Gráficos: a) dureza Brinell em função do tempo de envelhecimento a 800°C e 900°C; b) porcentagem da fase sigma em função do tempo de envelhecimento a 800°C e 900°C (Adaptado de NORMANDO <i>et al.</i> , 2010). 12	12
Figura 3.5 – Representação esquemática do “gap” no sistema Fe-Cr (mostrado esquematicamente) (Adaptado de HÄTTESTRAND <i>et al.</i> , 2009)..... 13	13
Figura 3.6 – Microdureza da ferrita de acordo com a temperatura de tratamento térmico (Adaptado de HÄTTESTRAND <i>et al.</i> , 2009)..... 14	14
Figura 3.7 - Efeito dos tratamentos de envelhecimento na dureza Rockwell (HRC) de um aço inoxidável duplex “2205” envelhecido a 400-500°C (dureza do material recebido HRC 22) (Adaptação de WENG <i>et al.</i> , 2004). 15	15
Figura 3.8 - Variação de tensão com o tempo que leva à falhas por fadiga: a) Ciclo de tensão reversa; b) ciclo de tensão assimétrico; c) ciclo de tensão aleatório. (Adaptação de CALLISTER, 2001). 18	18
Figura 3.9 – Termos básicos em fadiga com controle de carga para amplitude contante (Adaptação de ASTM 1823-13). 19	19
Figura 3.10 – Esquema das bandas de deslizamento surgindo na superfície de um material solicitado em fadiga. (Adaptação de MILELLA, 2013). 20	20
Figura 3.11 – Representação esquemática de diferentes estágios de propagação de trinca por fadiga (Adaptação de KÜNKLER <i>et al.</i> , 2008). 22	22
Figura 3.12- Representação esquemática de aspectos da fratura por fadiga (Adaptação de SCHIJVE, 2009)..... 22	22
Figura 3.13 - Resultados gerais de resistência à fadiga ao ar de um aço UNS S31803 recozido nas temperaturas de 1060°C, 1200°C e 1300°C. Ensaio: temperatura ambiente; 30Hz; R = 0,1 (LACERDA <i>et al.</i> , 2015 b). 23	23

Figura 4.1 – Equipamento para ensaio de tração marca Instron EMIC 20000.	30
Figura 4.2 – Máquina servohidráulica para ensaio de fadiga marca INSTRON 8802.....	30
Figura 4.3 - a) Equipamento utilizado para indentação instrumentada marca Shimadzu DUH-W2015; b) aparelho para controle da temperatura de ensaio.	31
Figura 4.4 – Procedimentos experimentais empregados.....	32
Figura 4.5 - Envelhecimento térmico a) Forno usado nos tratamentos térmicos de envelhecimento; b) posicionamento das amostras para tratamento a 500°C c) posicionamento das amostras para tratamento a 850°C.....	33
Figura 4.6 - Corpo de prova de ensaio de tração fabricado de acordo com a Norma ASTM E8/E8M – 16a: <i>Plate-Type Specimens - Subsize Specimen</i>	35
Figura 4.7 - Representação esquemática da carga <i>versus</i> deslocamento do indentador para o ensaio de ultra microdureza (Adaptação de OLIVER e PHARR, 1992).	36
Figura 4.8 - Corpo de prova para ensaio de fadiga fabricado de acordo com a Norma ASTM E466 – 15.	38
Figura 4.9 – MEV NanoLab da REDEMAT/Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFOP.....	38
Figura 5.1 - Microestruturas das amostras de um aço UNS S31803 nas condições: a) sem tratamento; b) envelhecida a 500°C; c) envelhecida a 850°C. Ataque Behara. Microscópio Ótico 1000X.....	40
Figura 5.2 - Microestruturas de um aço inoxidável duplex UNS S31803 a) sem tratamento (como recebido); b) envelhecimento a 500°C. Ataque Behara. MEV, 2000X.	41
Figura 5.3 – Microestruturas de um aço inoxidável duplex UNS S31803 envelhecido a 850°C a) 4000X b) EDS 10000X. Ataque Behara. MEV. (Destacam-se fase σ precipitada.)	42
Figura 5.4 - Fração volumétrica de fases de um aço inoxidável UNS S31803.....	44
Figura 5.5 - Variação volumétrica da ferrita e austenita com os tratamentos de envelhecimento; aço inoxidável duplex UNS S31803.	45
Figura 5.6 - Tensão <i>versus</i> deformação para cada tipo de tratamento isotérmico; aço inoxidável duplex UNS S31803.....	46
Figura 5.7 - Gráfico de barras representando os valores médios do módulo de tenacidade para as condições: sem tratamento; envelhecido a 500°C e 850°C; aço inoxidável duplex UNS S31803.....	49
Figura 5.8 – Carga aplicada <i>versus</i> profundidade de penetração; indentação instrumentada para amostra sem tratamento e envelhecida a 500°C realizada na austenita; aço inoxidável duplex UNS S31803.....	51

Figura 5.9 - Carga aplicada <i>versus</i> profundidade de penetração; indentação instrumentada para amostra sem tratamento e envelhecida a 500°C e 850°C realizada na ferrita; aço inoxidável duplex UNS S31803.....	51
Figura 5.10 - Microdureza Vickers de um aço UNS S31803 nas condições sem tratamento e envelhecido a 500°C.....	52
Figura 5.11 - Ultra microdureza (Hit) de ferrita e austenita para amostra sem tratamento e tratada à 500°C; aço inoxidável duplex UNS S31803.....	53
Figura 5.12 – Indentações de ultra microdureza realizadas nas fases: a) amostra sem tratamento (α); b) amostra sem tratamento (γ); c) amostra tratada a 500°C (γ); aço inoxidável duplex UNS S31803.....	55
Figura 5.13 - Microdureza Vickers de um aço UNS S31803 nas condições sem tratamento e envelhecido a 850°C.....	55
Figura 5.14 - Ultra microdureza (Hit) de ferrita para amostra sem tratamento e tratada à 850°C; aço inoxidável duplex UNS S31803.	57
Figura 5.15 – Indentações de ultra microdureza realizadas na ferrita da amostra tratada à 850°C; aço inoxidável duplex UNS S31803; destaca-se na elipse a indentação e identifica-se as respectivas fases.	58
Figura 5.16 - Curva de fadiga de um aço inoxidável duplex UNS S31803 nas condições sem tratamento e envelhecido a 500°C e 850°C.	58
Figura 5.17 - Curvas de isoprobabilidade de Wöhler, com controle de tensão, de um aço UNS S31803 sem tratamento. Temperatura ambiente; 30Hz; R = 0,1.	62
Figura 5.18 - Curvas de isoprobabilidade de Wöhler, com controle de tensão, de um aço UNS S31803 envelhecido a 500°C. Temperatura ambiente; 30Hz; R = 0,1.....	63
Figura 5.19 - Curvas de isoprobabilidade de Wöhler, com controle de tensão, de um aço UNS S31803 envelhecido a 850°C. Temperatura ambiente; 30Hz; R = 0,1.....	64
Figura 5.20 - Corpo de prova ensaiado em tração; aço inoxidável duplex UNS S31803; amostra sem tratamento a) 50X; b) 500X; c) 2000X. MEV.	65
Figura 5.21 - Fratura por tração em corpo de prova envelhecido a 500°C por 144 horas e 30 minutos a) 50X; b) 500X; c) 2000X. MEV.....	65
Figura 5.22 - Corpo de prova ensaiado em tração; aço inoxidável duplex UNS S31803; amostra envelhecida à 850°C por 80 minutos a) 50X; b) 500X; c) 2000X. MEV.....	66
Figura 5.23 – Fratura por fadiga de um CP sem tratamento. a) 30X; b) 1000X; c) 1000X; d) 1000X. MEV; aço inoxidável duplex UNS S31803.	67

Figura 5.24 – Fratura por fadiga de um CP envelhecido a 500°C. a) 35X; b) 1000X; c) 5000X; d) 350X. MEV; aço inoxidável duplex UNS S31803.	68
Figura 5.25 - Fratura por fadiga de um CP envelhecido a 850°C. a) 29X; b) 5000X; c) 5000X; d) 5000X. MEV; aço inoxidável duplex UNS S31803.Fratura por fadiga amostra envelhecida a 850°C. MEV.	69

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Fases secundárias formadas em aços inoxidáveis duplex em temperaturas acima de 500°C (Adaptado de HE <i>et al.</i> , 2010).....	10
Tabela 4.1 - Composição química do aço inoxidável UNS S31803.	29
Tabela 4.2 - Tensões utilizadas para ensaio de fadiga para amostras com tratamentos isotérmicos de 500°C e 850°C de um aço inoxidável duplex UNS S31803.....	37
Tabela 5.1 - Resultado de tração para amostras sem tratamento isotérmico (estado de entrega) e envelhecidos a 500°C e 850°C; aço inoxidável duplex UNS S31803.	46

LISTA DE NOTAÇÕES E SIGLAS

A – área projetada na impressão de ultramicrodureza
ASTM - *American Society for Testing and Materials*
B – espessura
BDP – banda de deslizamento persistente
CCC – cúbica de corpo centrado
CFC – cubica de fase centrada
EDS - espectroscopia por energia dispersiva
F – força
gf – grama força
GPa – giga Pascal
h – deslocamento de descarga
H – dureza
HFC - *high cycle fatigue* (fadiga de alto ciclo)
Hit – ultra microdureza
 $h_{\text{máx}}$ – deslocamento máxima
HRc – dureza Rockwell C
 i – campo de contagem
K – taxa de reação
kN – kilo Newtons
L – líquido
LFC – *low cycle fatigue* (fadiga de baixo ciclo)
MET - microscópio eletrônico de transmissão
MEV – microscópio eletrônico de varredura
mN – micro Newton
MO – microscópio ótico
MPa – mega Pascal
N – número de ciclos
 n – número exponencial de Avrami
 N_f – número de ciclos até a falha
 P_i – números de pontos no campo i
 $P_{\text{máx}}$ – carga máxima
 P_p – porcentagem

P_T – números de pontos no *grid*
 Q – energia de ativação
 R – razão de tensão
REDEMAT – Rede Temática em Engenharia de Materiais
 S_d – rigidez de descarga
 S – tensão convencional
 T – temperatura
 t - tempo
UFOP - Universidade Federal de Ouro Preto
UNIFEI – Universidade Federal de Itajubá
 U_T – módulo de tenacidade
 W – largura
 y_0 – fração de fase inicial
 α' – fase “alpha” linha
 α – ferrita
 γ – austenita
 γ_2 – austenita secundária
 ε – deformação
 σ – fase sigma
 σ – tensão real
 σ_a – amplitude de tensão
 σ_{fad} – tensão limite de fadiga
 σ_m – tensão média
 $\sigma_{m\acute{a}x}$ – tensão máxima
 $\sigma_{m\acute{i}n}$ – tensão mínima
 σ_{uts} – tensão limite de resistência
 σ_{ys} – tensão limite de escoamento
 χ – fase chi

RESUMO

Os aços inoxidáveis duplex UNS S31803 apresentam resistência mecânica elevada com alta resistência à corrosão, isto se deve a sua microestrutura composta pelas fases ferrita e austenita em igual proporção, que contribui para resistência à corrosão intergranular. Quando submetido a tratamentos isotérmicos em certas faixas de temperatura, pode ocorrer precipitação de nitretos, carbonetos e fases terciárias, tais como: fase sigma e fase alfa linha. Essas fases alteram as propriedades mecânicas e são deletérias a resistência à corrosão. Os efeitos das fases nas propriedades mecânicas foram analisados. Para a precipitação das fases foram realizados tratamentos isotérmicos a 500°C por 144 horas (fase alfa linha) e a 850°C por 80 minutos (fase sigma). Os resultados dos efeitos das fases relatadas foram obtidos a partir de análise microestrutural e os seguintes ensaios mecânicos: tração, dureza e fadiga ($\sigma_a \times N_f$). Constatou-se a presença de fase sigma nos contornos de grão, o aumento da resistência mecânica com perda de tenacidade, o aumento na dureza e na resistência à fadiga. Quanto à fase alfa linha, também houve aumento da resistência mecânica com menor perda de ductilidade comparado com a fase sigma. No que diz respeito ao comportamento em fadiga do material tratado a 500°C, pôde-se inferir que na região de alto ciclo o material apresentou melhor desempenho, porém na vida infinita não houve alteração significativa comparado ao material sem tratamento.

Palavras chave: fadiga; aço inoxidável duplex; precipitação de fases

ABSTRACT

Duplex stainless steels UNS S31803 exhibit high mechanical strength with high corrosion properties, due to its microstructure composed by the phases ferrite and austenite, in equal proportion, which contributes to intergranular corrosion resistance. When the material is submitted to isotherms in certain temperature ranges, some precipitations are able to occur, as nitrides, carbides and third phases may occur, such as: sigma phase and alpha line. These phases modify the mechanical properties and are deleterious to corrosion resistance. The effects of the phases on the mechanical properties were analyzed. To precipitate these third phases, isothermal treatments were done, at 500°C for 144 hours (alpha prime) and at 850°C for 80 minutes (sigma phase). The results of the effects were obtained from the microstructural analysis and the following mechanical tests: traction, hardness and fatigue ($\sigma_a \times N_f$). It was verified the presence of a sigma phase in the grain boundary, an increase on the mechanical resistance with loss of tenacity, increase in the hardness and increase in the fatigue resistance. There were an increase in mechanical resistance with the precipitation of alpha prime, although less loss of ductility than sigma phase. Regarding the fatigue behavior of the material heat treated at 500°C, it can be concluded that in the region of high cycle, the material presented better performance, however, the infinity life was not affected by the material without treatment.

Key words: fatigue; duplex stainless steel; phases precipitation

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis apresentam como principal objetivo resistir à meios corrosivos. Essa resistência é principalmente devido ao conteúdo de Cr, que forma uma camada passiva de cromita e que o protege o material contra reações de corrosão com o meio ambiente. Estes materiais ainda podem apresentar altas propriedades mecânicas. Sendo assim amplamente são utilizados desde utensílios domésticos até equipamentos em escala industrial.

Ao associar os aços inoxidáveis além de Cr à outros elementos de liga, pode-se obter diferentes microestruturas que garantem aos materiais características particulares, sendo elas: ferrítica, austenítica, martensítica, endurecido por precipitação e duplex (austenita + ferrita). A adição de elementos de liga, pode ainda favorecer a precipitação de fases intermetálicas, quando esses aços são submetidos a certas faixas de temperatura. Essas fases são deletérias às propriedades corrosivas e têm grande influência nas propriedades mecânicas. A fragilização do material pode ser causada pela precipitação de nitreto dicrômico (Cr_2N) num intervalo de 700-900°C, a precipitação da fase α' na faixa de temperatura 250-550°C e a precipitação da fase sigma (σ) na faixa de temperatura de 800-900°C.

A precipitação de fases pode ocorrer tanto no processamento do aço quanto em serviço, quando o material está exposto a faixa de temperaturas favoráveis às precipitações. Em algumas situações (850°C) esta precipitação ocorre em pouco tempo de exposição e pode levar a fragilização do aço e comprometer a sua aplicação. Quando exposto em temperaturas mais baixas (500°C) apesar de necessitar de longo período de exposição, a precipitação da fase α' pode alterar as propriedades do aço, podendo também afetar sua utilização.

Diversos equipamentos são submetidos, em operações de serviço, à carregamento cíclico, que pode levar à perda funcional das propriedades mecânicas, ou à falha completa do equipamento. Estima-se que cerca de 50-90% de todas as falhas mecânicas de estruturas metálicas podem ser atribuídas à fadiga. Dessa forma, é importante avaliar o comportamento em fadiga dos materiais em diferentes condições, como temperatura, tratamento térmico, ambiente corrosivo, processamento do material dentre outros.

Por ser uma das mais frequentes falhas mecânicas, a fadiga é amplamente estudada, a fim de se conhecer melhor os mecanismos de nucleação e de propagação de trinca, bem como as tensões máximas suportadas por um material submetido ao carregamento cíclico. A precipitação de fases intermetálicas pode ocorrer em diversas operações e processamento. Devido a ampla utilização dos aços inoxidáveis duplex UNS S31803 se faz necessário o estudo para maior compreensão dos efeitos das fases precipitadas nas propriedades mecânicas, principalmente no que diz respeito à vida em fadiga.

Este trabalho visou estudar o efeito da precipitação de fases intermetálicas nas propriedades mecânicas e na vida em fadiga em um aço inoxidável duplex UNS S31803. Para isso os materiais foram, primeiramente, submetidos ao envelhecimento nas seguintes faixas de temperatura: 500°C, faixa de temperatura no qual a fase α' precipita por nucleação e crescimento, e assim para compreender este mecanismos de precipitação, e os seus efeitos nas propriedades mecânicas; 850°C temperatura no qual ocorre maior precipitação de fase σ . Estes resultados obtidos contribuiram para uma melhor compreensão dos efeitos da precipitação de fases nas propriedades microestrutural e mecânicas de aços inoxidáveis duplex UNS S31803. Dessa forma o maior entendimento nos mecanismos de nucleação da fases (α' e σ) e seus efeitos nas propriedades mecânicas pode aumentar a aplicabilidade de aços inoxidáveis duplex UNS S31803 industrialmente.

2. OBJETIVOS

Os objetivos gerais e específicos desse trabalho serão descritos a seguir.

2.1. Objetivos Gerais

O objetivo deste trabalho é identificar mecanismos de precipitação das fases intermetálicas, nas propriedades mecânicas de um aço inoxidável duplex UNS S31803 com especial ênfase no seu comportamento em fadiga.

2.2. Objetivos Específicos

- Estudar a precipitação de fase α' e fase σ por meio de tratamentos isotérmicos de envelhecimento em um aço UNS S31803.
- Estudar a microestrutura de um aço inoxidável duplex UNS S31803 submetido à tratamentos de envelhecimento térmico.
- Estudar os efeitos das fases precipitadas na dureza e na resistência à tração de um aço UNS S31803 com e sem tratamentos de envelhecimento.
- Estudar comportamento em fadiga de um aço UNS S31803 antes e após ter sido submetido aos tratamentos térmicos de envelhecimento.
- Estudar as fraturas de corpos de prova ensaiados por tração e por fadiga.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A seguir será apresentada uma sucinta revisão bibliográfica sobre os aços inoxidáveis, a precipitação de fases terciárias nesses aços e o fenômeno fadiga.

3.1. Aços Inoxidáveis

Aços inoxidáveis são um grupo de ligas especiais desenvolvidas com o principal objetivo de resistir à corrosão. O Cr é o elemento principal responsável pela resistência à corrosão. Outros elementos de liga são adicionados a fim de proporcionar maior resistência à corrosão ou melhorar as propriedades mecânicas (KRAUSS, 2005). Nos últimos anos tem-se um rápido crescimento da produção dos aços inoxidáveis, com variedades crescentes, com melhoria contínua de processamento, propiciaram uma gama de aplicabilidade, inclusive na construção civil (FAN *et al.*, 2017).

As ligas de aços inoxidáveis contém no mínimo 10,5% em massa de Cr, no qual geralmente são adicionados outros elementos de liga, formando assim aços inoxidáveis: austenítico, ferríticos, martensíticos, endurecidos por precipitação e duplex (austeníticos e ferríticos) (TOTTEN, 2006).

3.2. Aços Inoxidáveis Duplex

Os aços inoxidáveis duplex são ligas de alta resistência à corrosão e de alta resistência mecânica, amplamente aplicados na indústria química e petroquímica. As melhores propriedades mecânicas e corrosivas são obtidas com uma microestrutura composta por partes iguais de ferrita e austenita e isentas de fases terciárias (TAVARES *et al.*, 2010).

Os aços inoxidáveis duplex apresentam uma microestrutura formada por duas fases, que consiste em ferrita (CCC) e austenita (CFC). A fase austenítica se forma via transformação de estado sólido a partir da fase ferrítica. A repartição das fases, a morfologia e a textura de ambas são fatores importantes que influenciam nas propriedades mecânicas e na resistência a corrosão destes materiais (EGHLIMI *et al.*, 2015).

O aço inoxidável duplex se solidifica primeiramente como liga ferrítica. Em temperaturas mais baixas por uma reação no estado sólido se transforma parcialmente em austenita, seguindo a transformação monotética seguida de peritética ($L \rightarrow L + \alpha \rightarrow \alpha + \gamma$). Dessa forma, a proporção de ferrita e de austenita é ajustada em uma temperatura ascendente a 1000°C (POHL *et al.*, 2007). A Figura 3.1 apresenta o diagrama de fase Cr-Ni para visualização do processo de transformação parcial da ferrita em austenita para composição do aço inoxidável duplex.

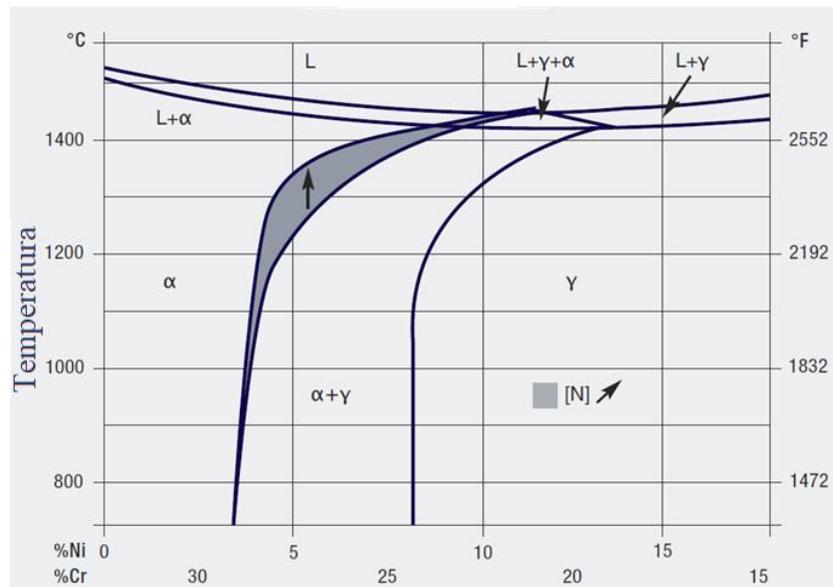


Figura 3.1- Seção do diagrama ternário com 68% massa de Fe (Adaptado de IMO, 2014).

Pela Figura 3.1 é possível observar que pequenas alterações na porcentagem de Cr e Ni tem grande influência na composição da austenita e ferrita nos aços inoxidáveis duplex.

Em trabalhos realizados por LACERDA *et al.* (2015 a, b) foram estudadas as propriedades mecânicas e comportamento em corrosão, de acordo com a proporção das fases ferrita e austenita. Concluiu-se que a temperatura de recozimento no processamento do material tem grande influência na morfologia e na partição de fases nos aços inoxidáveis duplex. As melhores relações de resistência mecânica e resistência à corrosão foram obtidas quando se teve frações iguais das fases austenita e ferrita, no recozimento a 1060°C devido a solubilidade dos precipitados.

As duas fases, ferrita e austenita, possuem uma afinidade diferente para os elementos de liga adicionados aos aços. Em geral eles são chamados gamagêneos, estabilizadores da austenita,

como C, Ni e N que se concentram na fase γ . E os alfacêneos que estabilizam a ferrita, como Cr e Mo, e se encontram concentrados na fase α . Este fenômeno é conhecido como partição, e pode ser calculado usando princípios termodinâmicos (CORTIE e POTGIETER, 1991).

O Mo juntamente com o Cr aumenta a resistência à corrosão e também aumenta a dureza e resistência mecânica, particularmente em temperaturas de serviço mais altas. No entanto, altas concentrações de Mo geralmente tendem a formação de fases intermetálicas. Além disso, assim como Cr, aumentar a porcentagem de Mo reduz significativamente a fase austenita e promove a estrutura ferrítica. O nitrogênio é um estabilizador da austenita e seu efeito na formação desta fase é maior que o do Ni. Além disso este elemento aumenta a resistência à corrosão e as propriedades de tração e reduz a resistência ao impacto (JEBARAJ *et al.*, 2017).

O N é um elementos intersticial, estabilizador da austenita que aumenta a resistência mecânica e retarda a formação de fases intermetálicas, porém diminui a resistência a corrosão e a resistência ao impacto. Ni estabiliza a fase austenítica, aumenta a estampabilidade e diminui a velocidade de precipitação da fase α' , além de retardar a formação de fases intermetálicas deletérias, apesar de ser menos efetivo que o N. No aço inoxidável duplex o Ni aumenta significativamente a tenacidade (XIANG-MI *et al.*, 2007).

3.2.1 Importância dos Aços Inoxidáveis Duplex

A descoberta da camada do pré-sal impulsionou a aplicação de aços inoxidáveis duplex em tubos flexíveis. Para esta aplicação resistência mecânica e à corrosão são fundamentais devidos respectivamente às altas pressões da coluna d'água e a presença dos contaminantes H₂O, Cl⁻, H₂S, CO₂ dentre outros. Os principais aços duplex são os UNS31803 com maior quantidade de Mo, Ni e N e o S32304.

O AID atua como a primeira de várias camadas de um tubo flexível, ou seja, é a camada de contato direto com o petróleo extraído. Há dois principais requisitos para a seleção destes aços. O primeiro é resistir à agressividade do meio corrosivo, composto pelo petróleo e seus contaminantes. Os principais contaminantes são à água, os halogenetos em geral, principalmente os cloretos, sulfeto de hidrogênio (H₂S), dióxido de carbono (CO₂), ácidos orgânicos, dentre outros. A corrosão sob tensão em sulfetos foi identificada como um dos 2 pontos críticos a integridade dos AID nas indústrias do petróleo e petroquímicas. O segundo

requisito é ser capaz de suportar a pressão referente à coluna d'água, que pode alcançar até 3.000m de profundidade, além das tensões cíclicas oriundas da movimentação das marés. Falhas neste setor são absolutamente inaceitáveis, pois representam ameaça à segurança operacional e a todo o ambiente podendo, inclusive, ocasionar catástrofes irreversíveis, além dos altíssimos custos para a substituição de equipamentos.

Os AID estão em crescente produção porque muitas de suas propriedades são superiores às dos aços mais usuais. Suas propriedades mecânicas são superiores devido tanto a sua proporção de fases α e γ assim como sua quantidade alta de nitrogênio intersticial (normalmente entre 1000 2000 ppm) em solução sólida. Sua alta resistência às corrosões generalizada e localizada é atribuída principalmente aos elementos de liga Cr, Mo e N. Além disso, sua alta resistência à corrosão por pite e por fresta em meios contendo cloretos aumenta ainda mais suas possibilidades e aplicações. Seu limite de escoamento (LE) é em torno de duas vezes maior que dos aços inoxidáveis austeníticos. Isto permite que os AID sejam mais aplicados em espessuras reduzidas, possibilitando a redução de peso e tornando-os mais competitivo em custos dos que os aços AISI 316L e AISI317L. Ressalta-se ainda, a boa tenacidade devido a proporção de γ presente. O aço inox duplex 2304 como produto laminado a quente é utilizado na fabricação de equipamentos na indústria de papel e celulose tais como digestores e evaporadores, entre outros, devido a maior resistência mecânica em relação aos materiais sucedâneos, além de melhor trabalhabilidade em comparação ao duplex 2205 em destaque para as operações de calandragem e dobramento.

O PREN para os aços inoxidáveis duplex é uma relação empírica entre a composição química dos elementos Cr, Mo, e Ni e a resistência à corrosão por pites. Esta relação tornou-se o parâmetro utilizado para diferenciar os aços inoxidáveis duplex entre si, de tal forma que existem as seguintes subclasses:

- Lean duplex: Com baixos teores de elementos de liga, principalmente Mo. PREN próximo de 30.
- Padrão: Correspondem aos mais fabricados, como o S31803, com teor de Cr na faixa de 20 a 23% e PREN entre 30 e 40.
- 25% Cr: Apresentam um teor mais elevado de Cr, entre 24 e 27% mas com um PREN abaixo de 40.

- Super duplex: Possuem teor de Mo e N superior aos das ligas de 25% Cr, apresentando um PREN entre 40 e 45.
- Hiper duplex: Aços com um PREN superior a 45. São aços com elevados teores de elemento de liga, em especial Cr, Mo, Ni e N.

3.3. Precipitação de Fases nos Aços Inoxidáveis Duplex

Os aços inoxidáveis duplex apresentam relativamente altos níveis de elementos de liga, como o Cr, Ni, Mo e N, que devem ser adequadamente equilibrados afim de obter frações volumétricas similares de ambas as fases (α e γ). Além de dar tanto à ferrita quanto à austenita uma resistência mecânica adequada. (YANG *et al.*, 2015).

Além das fases ferrita e austenita encontradas nos aços inoxidáveis duplex, fases indesejadas podem precipitar no material. Durante uma faixa de aquecimento, 350-550°C, pode ocorrer a decomposição “spinodal” da fase ferrita em pequenos precipitados de α' (rico em Cr) e α (rico em Fe). As fases sigma (σ) e chi (χ) podem precipitar durante conformação à quente ou operação de soldagem. (TAVARES *et al.*, 2010). A Figura 3.2 apresenta a formação de fases terciárias de acordo com as faixas de temperatura, e o tempo necessário para a precipitação de cada fase.

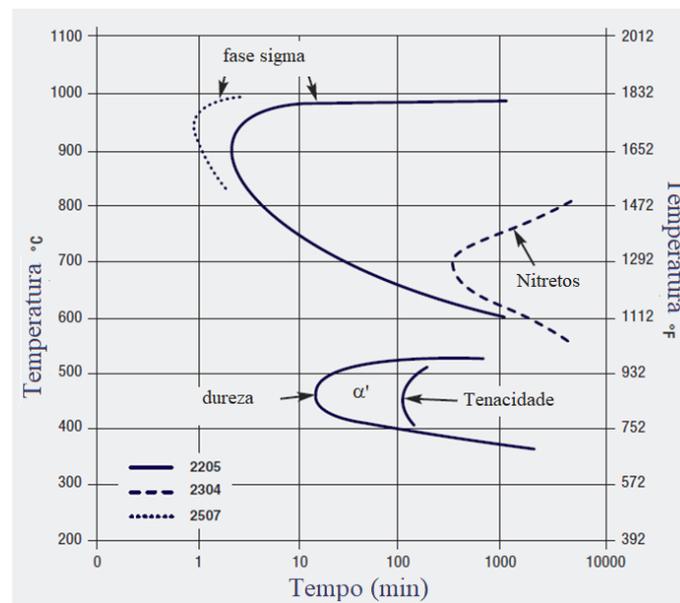


Figura 3.2 - Diagrama isotérmico de precipitação para aços inoxidáveis duplex AISI 2205 recozidos a 1050°C (A fase sigma e a curva de precipitação de nitretos para aços AISI 2507 e AISI 2304, respectivamente é ilustrado para comparação) (Adaptado de IMO, 2014).

Fases terciárias podem ser formadas a partir de 350°C. Dependendo da faixa de temperatura diferentes precipitados podem surgir como pode ser observado na Figura 3.2.

De acordo com Badji *et al.* (2008) a cinética de decomposição da ferrita em aços inoxidáveis duplex tem sido amplamente estudada por muitos pesquisadores, para esclarecer as características de transformação, utilizando abordagens experimentais ou analíticas. Nenhum modelo universal pode ser deduzido desses trabalhos, uma vez que diversos parâmetros físicos podem afetar a cinética e o modo de transformação da fase ferrítica. Os parâmetros incluem: variações na composição química; tamanho de grão ferrítico; fração de fases; pré-tratamento térmico e/ou mecânico utilizado; tempo e temperatura de envelhecimento. Portanto, não é possível prever com precisão a cinética de transformação da ferrita usando um modelo universal. Contudo, diversos pesquisadores criaram modelos cinéticos para caracterizar determinados sistemas em algumas condições definidas. Dentre esses modelos, a relação Johnson-Mehl-Avrami é uma das teorias mais utilizadas para descrever a transformação de fase na Equação 3.1.

$$y(t) = 1 - \exp(-Kt)^n \quad \text{Equação 3.1}$$

em que:

- $y = f/f_{\text{máx}}$ é a fração da fase inicial transformada no tempo $t_{(f)}$ normalizado pela quantidade máxima de fase formada no final de transformação ($f_{\text{máx}}$);
- $K = K_0 \exp(-Q/R_{\text{gases}}T)$ é a taxa de reação que depende da temperatura T e da energia de ativação Q ;
- n é o número exponencial de Avrami.

A aplicação desta teoria à cinética de transformação de fase requer a consideração de alguns pressupostos, tais como: a transformação ocorre em condições isotérmicas; a frequência de nucleação é constante ou é máxima no início da transformação e diminui para o final da transformação; a nucleação é aleatória. Porém esse modelo pode prever a cinética de transformações de fases no material (BADJI *et al.*, 2008).

A otimização desses aços é, no entanto, desafiadora devido ao seu comportamento complexo de precipitação e transformação. A resistência mecânica e resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex é afetada negativamente pela formação de carbonetos, nitretos e fases intermetálicas (HAGHDADI *et al.*, 2017). A Tabela 3.1 apresenta as possíveis fases

precipitadas nos aços inoxidáveis duplex, as características e a faixa de temperatura de cada fase precipitada.

Tabela 3.1 - Fases secundárias formadas em aços inoxidáveis duplex em temperaturas acima de 500°C (Adaptado de HE *et al.*, 2010).

Tipo de precipitado	Fórmula química	Faixa de Temperatura (°C)	Parâmetro de rede (nm)
Ferrita	-	-	a = 0,286 - 0,288
Austenita	-	-	a = 0,358 - 0,362
σ	Fe-Cr-Mo	600-100	a = 0,879, c = 0,454
Nitreto dicrômico	Cr ₂ N	700-900	a = 0,480, c = 0,447
Nitreto de Cromo III	CrN	aproxim. 1100	a = 0,413 - 0,447
χ	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀	700-900	a = 0,892
π	Fe ₃₆ Mo ₁₀ N ₄	550-600	a = 0,674
τ	-	550-650	a = 0,405, b = 0,484, c = 0,286
M ₇ C ₃	-	950-1050	a = 0,452, b = 0,699, c = 1,211
M ₂₃ C ₆	-	aproxim. 950	a = 1,056 - 1,065

Algumas das principais fases terciárias que podem precipitar, em temperaturas acima de 500°C estão descritas na Tabela 3.1. A tabela fornece a fórmula química, bem como, o parâmetro de rede para identificação do precipitado.

3.3.1. Fase sigma (σ)

A precipitação da fase σ , que é muitas vezes observada em várias séries de aços inoxidáveis, é uma das principais razões para a perda das propriedades destas ligas como, propriedades mecânicas, resistência à corrosão e soldabilidade. A fase σ pode ser precipitada durante operações que requerem temperatura elevada, por exemplo, fundição, soldagem, forjamento, laminação e outras. É difícil prevenir a precipitação da fase σ quando o conteúdo de Cr está acima de 20% em massa, em aços inoxidáveis (HSIEH e WU, 2012).

A fase σ é uma fase intermetálica de Fe-Cr-Mo, formada a altas temperaturas (600-900°C). Tem um grupo de simetria tetragonal com trinta átomos por célula unitária. Como os elementos de liga de Cr e Mo se concentram na ferrita, onde eles têm uma maior taxa de difusão, a precipitação da fase σ é notada na ferrita CCC, em comparação com a austenita CFC. (DEGTYAREVA *et al.*, 2009).

Nos aços inoxidáveis duplex do tipo UNS S31803 a precipitação da fase σ ocorre dentro da fase ferrita e nos contornos de grãos de ferrita-austenita. Esta transformação resulta da difusão do Cr e Mo, que desestabiliza a ferrita, levando assim, a formação da austenita secundária, pobre em Cr e Mo e enriquecida com Ni. Essa formação se dá pelo reação $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$. A evolução do precipitado ocorre tanto por nucleação quanto por crescimento difusional ao longo do tempo de envelhecimento. Como retratado anteriormente, devido à difusão mais rápida de Cr e Mo na ferrita, a fase σ cresce preferencialmente na ferrita, em vez de crescer na austenita (WARREN *et al.*, 2016). A Figura 3.3 ilustra o processo de precipitação da fase σ . A fase σ surge em contorno de grão ferrita/austenita, e a ferrita adjacente à fase σ , se transforma em γ_2 .

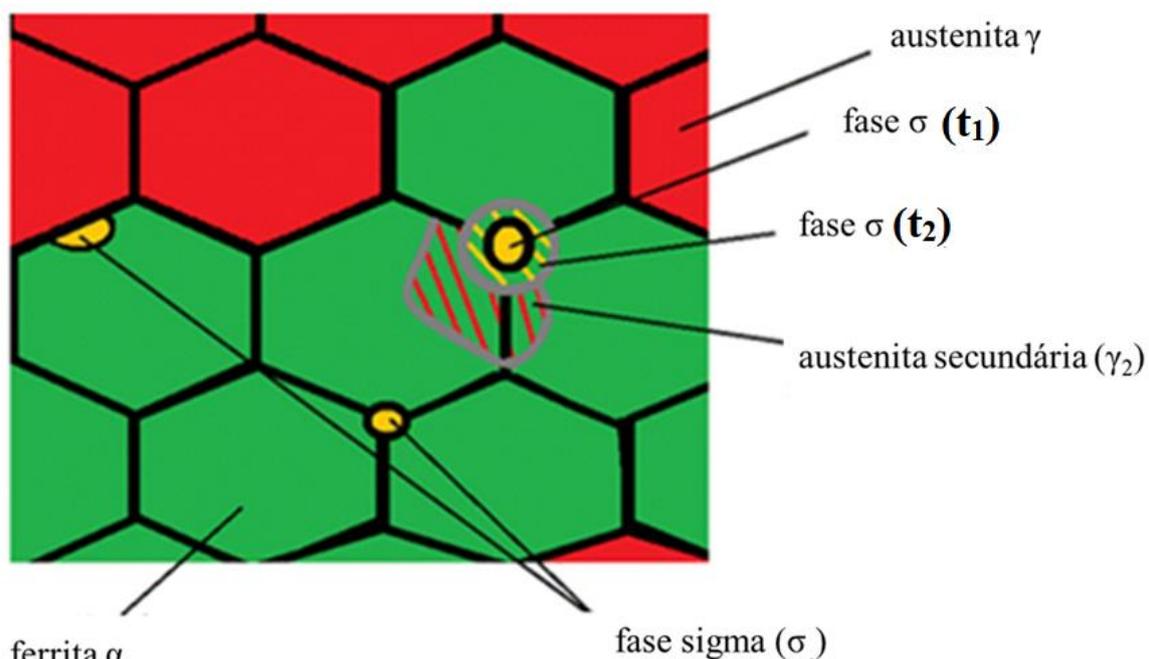


Figura 3.3 - Representação esquemática de nucleação e crescimento da fase sigma na ferrita durante o envelhecimento térmico de aços inoxidáveis duplex “2205” (Adaptado de WARREN *et al.*, 2016).

Na Figura 3.3 a fase σ nucleia no ponto tríplice no tempo t_1 . Após um certo tempo de envelhecimento t_2 , um precipitado nodular começa ser gerado (região hachurada de amarelo). Essa transformação resulta em Cr e Mo se difundindo da região da ferrita adjacente. Com a perda de Mo e Cr a ferrita desestabilizada se transforma em austenita secundária, representada pela região hachurada de vermelho.

Em um trabalho realizado por WARREN *et al.* (2016) durante uma hora de envelhecimento à 850°C o volume de fase σ em um aço inoxidável duplex UNS S31803 foi de aproximadamente 9,1%, já podendo ser identificada no MEV. A fração de fase σ é crescente com o tempo de

envelhecimento. Em aproximadamente quarenta horas a fração de fase formada se estabilizou em 19%.

O processo de deformação a quente influencia na precipitação intermetálica, de modo que, o volume de precipitados aumenta com a deformação a quente. Pesquisas realizadas por MOMENI e DEGHANI (2010) inferiram que o envelhecimento pós deformação, aumenta a formação da fase σ . Quanto menor a taxa de deformação, maior a fração de fase σ formada. A deformação a quente com baixa taxa de deformação leva a uma quantidade maior de fase σ , por meio da decomposição eutetóide acelerada. Como o processo ocorre por difusão, taxas de deformação mais baixas fornecerá mais tempo para que a difusão ocorra. A Figura 3.4 apresenta as relações de tempo de envelhecimento e dureza, e tempo de envelhecimento e fração de fase σ precipitada.

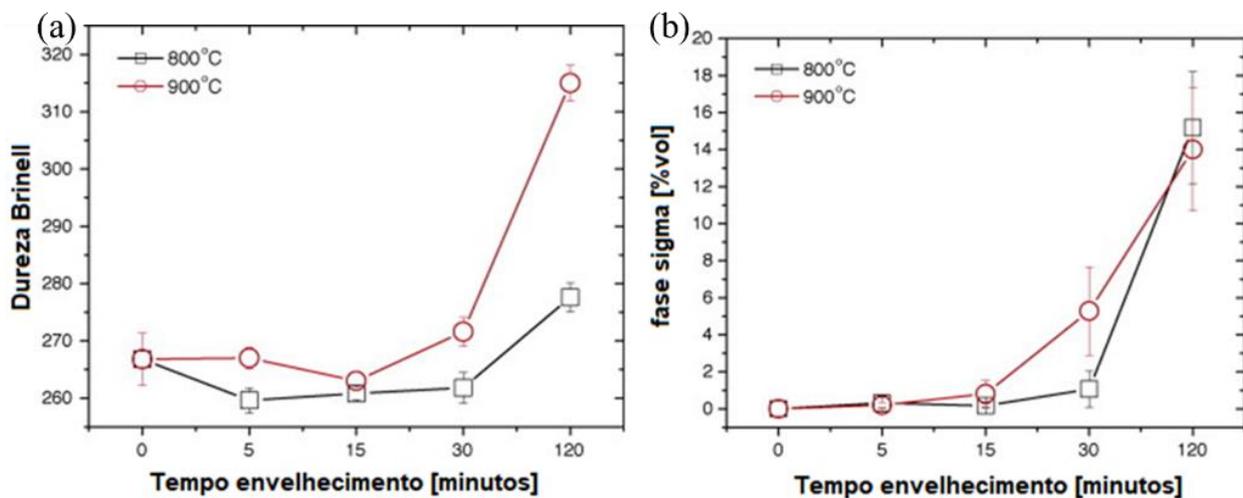


Figura 3.4 – Gráficos: a) dureza Brinell em função do tempo de envelhecimento a 800°C e 900°C; b) porcentagem da fase sigma em função do tempo de envelhecimento a 800°C e 900°C (Adaptado de NORMANDO *et al.*, 2010).

A importância em detectar a precipitação da fase σ é confirmada pela alta perda na capacidade de absorver energia. A alta resistência ao impacto deste material se deteriora rapidamente dependendo da temperatura e do tempo de envelhecimento. Após 30 minutos de envelhecimento à 700°C, o material pode perder cerca de 50% de sua capacidade de absorção de impacto, e esse número pode ser maior com variações no tempo e temperatura de exposição. Dessa forma se faz necessário a detecção precoce da precipitação da fase σ (RUIZ *et al.*, 2013).

3.3.2. Fase α'

Os aços inoxidáveis duplex possuem uma boa combinação de resistência à corrosão, e altas propriedades mecânicas na faixa de temperatura de -50 a 250°C. Uma desvantagem, no entanto, é a tendência de fragilização a temperaturas acima de 250°C o que pode estabelecer um limite de temperatura de serviço do material. Essa fragilização é consequência de um “gap” no sistema Fe-Cr, no qual a ferrita metaestável pode se decompor em fase α (rica em Fe) e fase α' (rica em Cr) (HÄTTESTRAND *et al.*, 2009).

De acordo com CHANDRA *et al.* (2010), alguns autores discutem a base termodinâmica para a transformação da ferrita, que pode ocorrer tanto pela decomposição “spinodal” quanto pela nucleação e crescimento devido ao envelhecimento térmico. No sistema Fe-Cr existe um “gap” de miscibilidade na região de temperatura mais baixa. Dentro deste “gap”, existem dois domínios, ou seja, dois caminhos possíveis para alcançar o estado de equilíbrio. Esses domínios são nomeados: nucleação e crescimento, e decomposição “spinodal”. Decomposição “spinodal” é quando duas fases do mesmo tipo de rede cristalina, mas diferentes composições e propriedades se formam, devido a existência do “gap”, pelo processo de difusão. A Figura 3.5 apresenta um diagrama esquemático da decomposição “spinodal” mostrando os dois domínios possíveis para alcance do estado de equilíbrio.

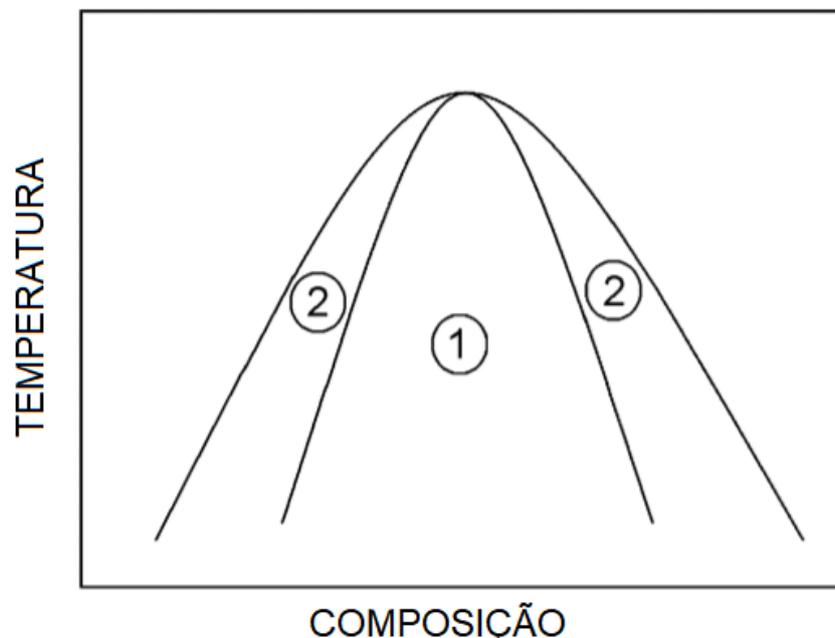


Figura 3.5 – Representação esquemática do “gap” no sistema Fe-Cr (mostrado esquematicamente) (Adaptado de HÄTTESTRAND *et al.*, 2009).

A Figura 3.5 apresenta esquematicamente o “gap” de miscibilidade. Dentro da decomposição “spinodal” (área 1) a formação da fase α (rica em Fe) + fase α' (rica em Cr) ocorre por meio de difusão. Fora da decomposição “spinodal” (área 2) a formação da fase pode ocorrer por nucleação e crescimento.

Hättestrand *et al.*, 2009, estudaram a decomposição da ferrita nos aços inoxidáveis duplex UNS S31803 durante os tratamentos a 450°C e a 500°C. A variação na dureza da ferrita reflete a natureza da transformação de fase do material. A 450°C houve um aumento considerável de dureza devido a decomposição “spinodal”. A 500°C foi observado um aumento menor na dureza. Complementado com as observações em MET, concluíram que à 500°C a formação $\alpha \rightarrow \alpha + \alpha'$ ocorre via nucleação e crescimento. Dentro da decomposição “spinodal” uma estrutura muito mais fina é formada, sendo essa responsável pelo aumento considerável na dureza do material comparado à formação da fase α' via nucleação e crescimento. Pela Figura 3.6 observa-se que o aumento da dureza à 450°C (decomposição “spinodal”) é maior se comparado à 500°C (nucleação e crescimento).

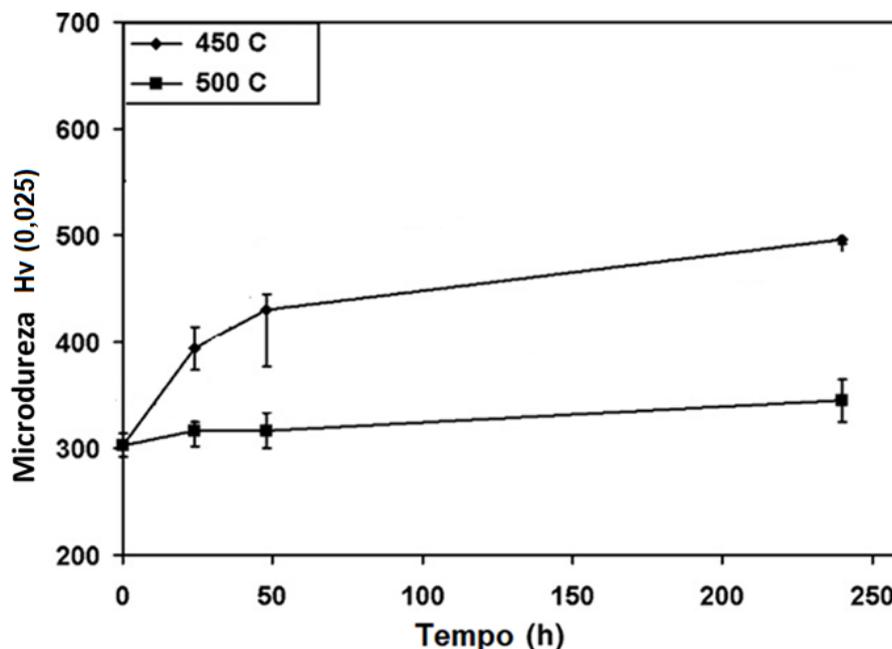


Figura 3.6 – Microdureza da ferrita de acordo com a temperatura de tratamento térmico (Adaptado de HÄTTESTRAND *et al.*, 2009).

Weng *et al.* (2004) estudaram o efeito do tratamento isotérmico em baixa temperatura, faixa de 400-500°C, em um aço inoxidável duplex UNS S31803. Por meio do ensaio de impacto eles estudaram a fragilização causada pelos tratamentos no qual o material foi submetido. O ensaio

de impacto é usualmente considerado como um critério de avaliação da fragilização do material. Com a realização dos ensaios concluíram que à 475°C obtêm-se o maior grau de fragilização do material, e maior aumento na dureza, principalmente da ferrita. A fase- α' é composta essencialmente por Fe e Cr, tem uma estrutura CCC e é coerente com a ferrita. Os precipitados α' são pequenos, na faixa de 20 a 200Å, e têm uma alta resistência a crescimento, mesmo para longos tempos de exposição. Os dois átomos (Fe e Cr) apresentam tamanhos atômicos muito semelhantes e apresentam também amplitudes semelhantes de raios-X e de dispersão de elétrons, que juntamente com o pequeno tamanho dos precipitados, dificultam sua observação direta mesmo usando microscopia eletrônica de transmissão (ALVAREZ-ARMAS e DEGALLAIX-MOREUIL, 2009). A Figura 3.7 apresenta um dos principais efeitos causados pela precipitação da fase α' .

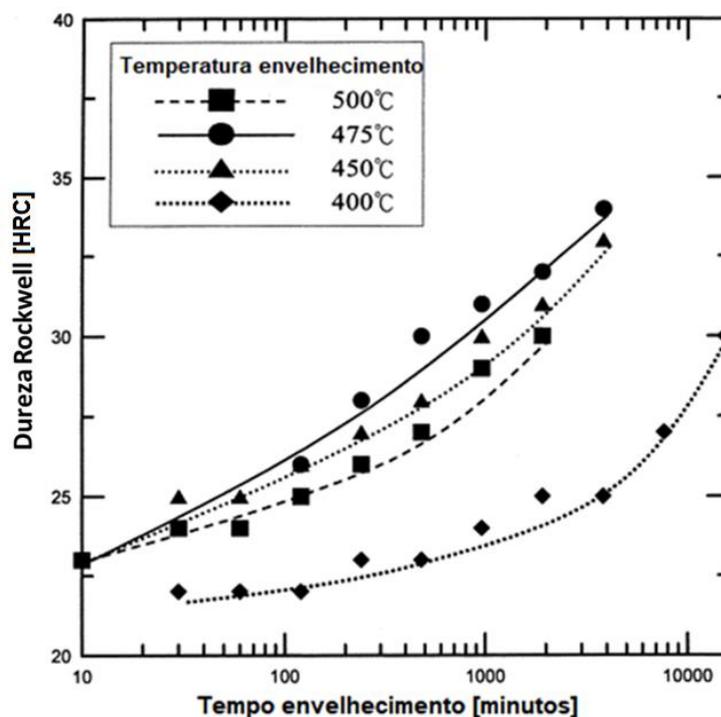


Figura 3.7 - Efeito dos tratamentos de envelhecimento na dureza Rockwell (HRC) de um aço inoxidável duplex “2205” envelhecido a 400-500°C (dureza do material recebido HRC 22) (Adaptação de WENG *et al.*, 2004).

A Figura 3.7 mostra a variação da dureza HRC em função do tempo de envelhecimento em diferentes temperaturas. É possível inferir que a dureza aumenta com o aumento do tempo de envelhecimento em todas as temperaturas. Este resultado indica que o fenômeno de fragilização é acompanhado por um aumento na dureza. É evidente que no envelhecimento a 475°C há uma forte deterioração da resistência do aço investigado, mas o envelhecimento à 500°C também pode provocar uma fragilização no material (WENG *et al.*, 2004).

As propriedades que foram afetadas pelo envelhecimento, podem ser parcialmente recuperadas com a realização de um tratamento térmico adequado. Em um estudo realizado por SHAMANTH e RAVISHANKAR (2015) foram comprovadas que as propriedades mecânicas podem ser recuperadas a valores próximos ao estado inicial, aproximadamente 90%. Para isso devem ser tratadas termicamente a temperatura acima de 550°C por um período de aproximadamente sessenta minutos. Esta temperatura está acima do “gap” de miscibilidade ($\alpha + \alpha'$), a ferrita é novamente homogeneizada. Ou seja, os precipitados α (rico em Fe) e α' (rico em Cr), tornam-se termodinamicamente instáveis e se dissolvem rapidamente quando são tratados a uma temperatura de 550°C.

3.3.3. Fase Chi (χ)

A fase χ pode ocorrer em aços inoxidáveis austeníticos, ferríticos e duplex, e sua precipitação causa diminuição da resistência à corrosão e das propriedades mecânicas. A fase χ ocorre com menor frequência comparada a fase σ , porém sua presença também é considerada prejudicial às propriedades do material (ESCRIBA *et al.*, 2009). A composição desta fase é rica em Mo, enquanto a fase σ é um tipo de composto intermetálico rico em Cr e Mo. O conteúdo de Mo é maior na fase χ que na fase σ (HEPING *et al.*, 2015).

Enquanto a fase sigma está presente no sistema binário Fe-Cr, a fase chi aparece apenas no ternário Fe-Cr-Mo e nos sistemas quaternários Fe-Cr-Ni-Mo e Fe-Cr-Ni-Ti. A ocorrência da fase de chi (χ) em aços inoxidáveis é condicionada a um mínimo no teor de molibdênio (cerca de 2% em massa) (ALVAREZ-ARMAS e DEGALLAIX-MOREUIL, 2009).

A precipitação da fase χ inicia em contornos de grão α/α e α/γ . A precipitação da fase χ , ocorre antes da fase σ , em temperaturas mais baixas e em menor quantidade. A fase χ é metaestável e se consome pela precipitação de σ . A fase χ começam a desaparecer a partir do momento que começam a ser cercadas por $\sigma + \gamma_2$ recém formadas (ESCRIBA *et al.*, 2009).

Assim como a fase σ , a fase χ nucleia logo após o tratamento inicial de envelhecimento e após a precipitação dos nitretos e carbonetos. A fase σ e a fase χ têm um crescimento combinado. No início do processo a quantidade de fase χ é certamente mais alta, sendo a principal razão da incapacidade aparente da fase σ nuclear. Com o tempo de envelhecimento, ocorre precipitações

e crescimento da fase σ e simultaneamente a fase χ se transforma em fase σ . Durante a nucleação destas novas fases intermetálicas, o Cr e o Mo se difundem da ferrita e ocorrem as transformações de $\alpha \rightarrow \gamma_2$ como resultado da perda desses elementos alfa genesos (LLORCA-ISERN *et al.*, 2016).

3.3.4. Precipitação de Nitretos de Cromo

Os nitretos de cromo precipitam antes das fases σ , e atuam como um local favorável para a nucleação das novas fases intermetálicas. Esses nitretos precipitam nos aços inoxidáveis duplex envelhecidos na faixa de temperatura de 600-1000°C. A precipitação de CrN é mais provável que ocorra dentro da fase α e ao longo dos contornos α/γ (LLORCA-ISERN *et al.*, 2016).

Dois tipos de nitretos de cromo podem ser formados na forma de CrN. Sendo o CrN pós resfriamento (dentro da ferrita) e partículas isotérmicas de CrN que precipitam nos contornos de grãos. As partículas de CrN são formadas durante o processo de resfriamento a partir de alta temperatura de recozimento. Na temperatura de recozimento, a ferrita e a austenita são as únicas fases estáveis, de modo que o material deve estar livre de nitretos de cromo. No entanto, durante o processo de resfriamento em água a temperatura cai à uma taxa muito alta. Devido ao processo de resfriamento rápido, a solubilidade de N na ferrita diminui significativamente. Dessa forma o N presente na ferrita não tem tempo suficiente para se difundir em direção à fase austenita, que tem maior solubilidade de N. Portanto, pequenas partículas de CrN são formadas e finamente dispersas na ferrita. Por outro lado, em temperaturas de recozimento mais baixas, os nitretos de cromo tornam-se termodinamicamente estáveis e a difusão de N a partir da ferrita em direção à fase da austenita leva à formação de partículas isotérmicas de CrN. Essas partículas precipitam ao longo dos contornos de grão. Neste caso, o tempo e a temperatura de recozimento tem uma influência crucial sobre a quantidade e o tamanho das partículas de CrN isotérmicas precipitadas (BETTINI *et al.*, 2013).

A precipitação do CrN contribui para o aumento da susceptibilidade à corrosão sob tensão, favorecida pela desestabilização do filme causada pela redução do teor de cromo. Na formação do CrN o precipitado se encontra segregado na região central da ferrita. A desestabilização da camada protetora de óxido, possibilita a exposição ao ataque ambiental. Em temperaturas de recozimento mais baixas, com frações de ferrita mais baixas se torna mais difícil a formação de CrN (LACERDA *et al.*, 2015).

3.4 O Fenômeno de Fadiga

A ASTM (American Society for Testing and Materials) define fadiga como sendo um processo de mudança estrutural progressivo, localizada e permanente, que ocorre em um material sujeito a condições que produz tensões e deformações flutuantes em um ou mais pontos e que pode culminar em trincas ou fratura completa depois de um número suficiente de flutuações ou ciclos (ASTM E1823-13).

Esse entendimento é fundamental para lidar com esse fenômeno durante projetos ou caracterização de materiais. Outra ideia fundamental é a de que as tensões ou deformações são flutuantes. Quando uma falha é analisada e atribuída como sendo fadiga, um ponto primordial é que às tensões eram cíclicas (ASM, 1996). A Figura 3.8 apresenta alguns exemplos de variação de tensão (tensão cíclica) com o tempo.

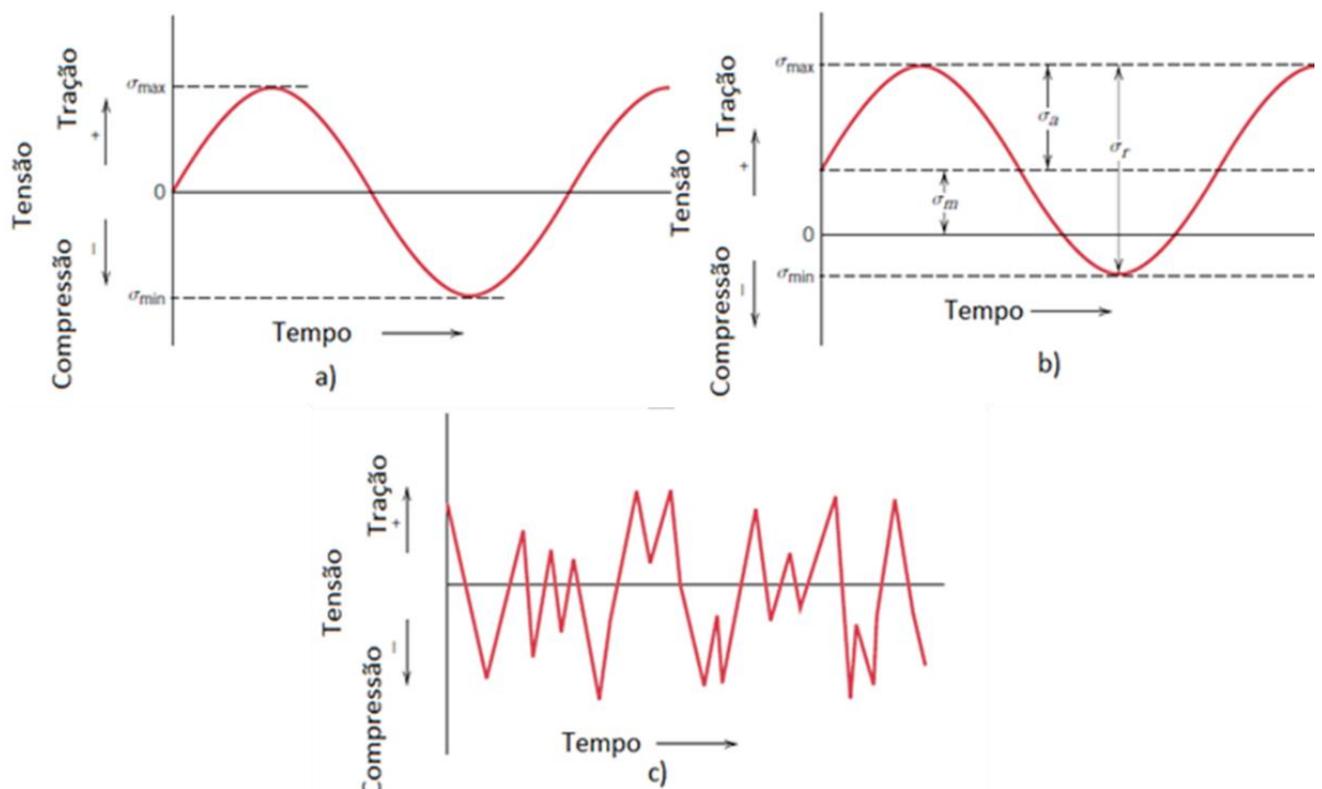


Figura 3.8 - Variação de tensão com o tempo que leva à falhas por fadiga: a) Ciclo de tensão reversa; b) ciclo de tensão assimétrico; c) ciclo de tensão aleatório. (Adaptação de CALLISTER, 2001).

No gráfico da Figura 3.8a, tem-se a tensão variando de um máximo positivo (+) ao mínimo negativo (-). Neste caso as tensões máximas e mínimas são iguais, por isso chamado tensão

reversa. Na gráfico (Figura 3.8b) tem-se apresentado a tensão variando assimetricamente em relação ao eixo 0 (tensões máximas e mínimas diferentes). Neste caso o material está sendo mais tracionado que comprimido. O último gráfico (Figura 3.8c), apresenta um ciclo de tensão variável, ou seja, a amplitude neste caso não é constante, e o mesmo se aproxima mais da realidade (CALLISTER, 2001) (DIETER, 1981) (MILELLA, 2013) (ASTM 1823-13). Na Figura 3.9 tem-se os parâmetros básicos no fenômeno fadiga para amplitude constante.

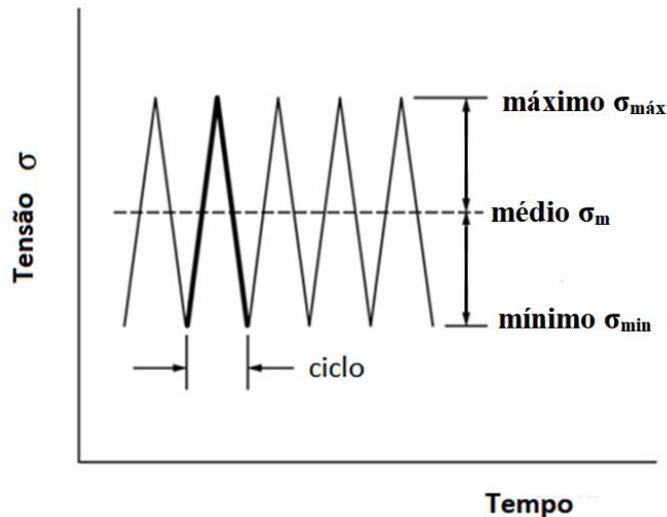


Figura 3.9 – Termos básicos em fadiga com controle de carga para amplitude contante (Adaptação de ASTM 1823-13).

Os parâmetros da Figura 3.9 podem ser descritos, de acordo com a Norma ASTM 1823-13 como sendo: ciclo em fadiga diz respeito a uma sequência completa dos valores de força (tensão) que é repetido sob carga constante; razão entre tensões (Figura 3.9) é a razão algébrica entre a tensão mínima e máxima (Equação 3.2): σ_{min}

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad \text{Equação 3.2}$$

Amplitude é metade da variação de tensão de um ciclo descrita pela Equação 3.3:

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2} \quad \text{Equação 3.3}$$

Tensão média é a média algébrica das tensões máxima e mínima, descrita pela Equação 3.4:

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{max} + \sigma_{min}}{2} \quad \text{Equação 3.4}$$

O dano por fadiga é causado pela ação simultânea de tensão cíclica e deformação plástica. A deformação plástica resultante da tensão cíclica é responsável pela formação BDP's, que são

pontos concentradores de tensão onde surgirão as trincas. Deformações plásticas microscópicas também podem estar presentes em baixos níveis de tensão, onde a tensão pode parecer completamente elástica (ASM, 1996).

Milella (2013) explica o fenômeno de fadiga para as diferentes faixas de tensão. Se a σ_a é menor que o limite de escoamento do material e maior que limite de resistência à fadiga (alto ciclo), inicia-se uma série de processos localizados, chamados de bandas de deslizamentos. Essas bandas de deslizamento são ativadas por tensões de cisalhamento que ocorre preferencialmente em alguns grãos da superfície (MILELLA, 2013). As bandas de deslizamento formadas devido ao deslizamento plástico são representada na Figura 3.10.

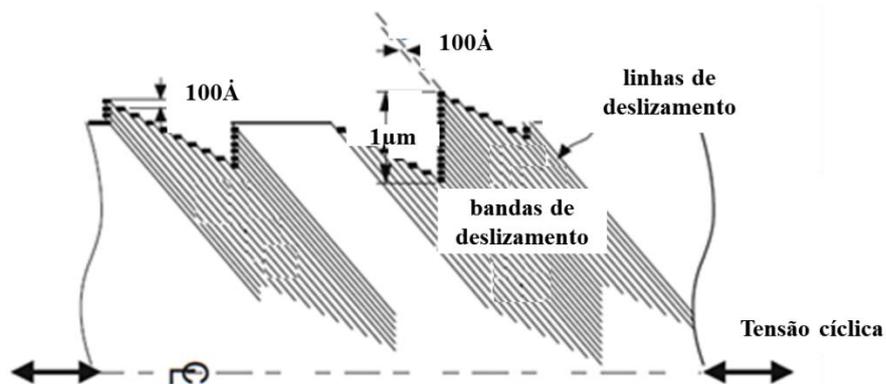


Figura 3.10 – Esquema das bandas de deslizamento surgindo na superfície de um material solicitado em fadiga. (Adaptação de MILELLA, 2013).

As linhas de deslizamento surgem após alguns ciclos de tensão. Com o aumento nos ciclos de tensão, deslizamentos adicionais vão surgindo. Efetivamente esses deslizamentos plásticos se desenvolvem com os ciclos de tensão. A formação das bandas de deslizamento persistente conferem uma característica particular ao fenômeno de fadiga. Vale ressaltar que essas, são formadas na superfície e permanecem mesmo após o lixamento/polimento, após o material ter sido solicitado novamente pelo carregamento cíclico. Por isso são chamadas de bandas de deslizamento persistente (MILELLA, 2013).

Em elevada amplitude de tensão (baixo ciclo de fadiga) é alcançado ou excedido o limite de escoamento do material. Nessas condições, os contornos de grão não conseguem acomodar as deformações dos cristais, e microtrincas começam a nuclear na superfície do material. Uma vez que a trinca atinge um tamanho de cerca de dois ou três grãos, a mesma começa a se propagar em um plano normal à tensão aplicada (MILELLA, 2013). O limite de fadiga é definido como

a menor amplitude de tensão, capaz de promover o surgimento de microtrincas, que embora nucleadas, não se propagam (SCHIJVE, 2009).

3.4.1 Mecanismos de falha por fadiga

O mecanismo de falha por fadiga consiste em três estágios, sendo eles: nucleação de trincas, propagação de trincas e fratura catastrófica final. A nucleação é o estágio I, no qual uma trinca se desenvolve devido à deformações plásticas localizadas, que se tornam pontos concentradores de tensão. Uma vez que a trinca surge, ela tende a se propagar, o que consiste no estágio II. A falha do componente ocorre quando a trinca atinge o tamanho crítico e a propagação é instável, denominado estágio III (ZERBST *et al.*, 2018).

Existem três sítios para iniciação de trincas no fenômeno de fadiga, em termos microestruturais: as bandas de deslizamento persistentes (BDPs), contornos de grão e inclusões. Em dimensões macroscópicas, tem-se como variáveis a geometria e dimensões dos componentes, a presença de entalhes e as condições de acabamento superficial (GODEFROID *et al.*, 2018).

O movimento das discordâncias em planos de deslizamento promove a formação das bandas de deslizamento persistente, com o surgimento de intrusões e extrusões na superfície do material. Esses locais em que surgem as intrusões e extrusões são pontos concentradores de tensão (principalmente as intrusões) e preferenciais para nucleação e subsequente propagação das trincas (GODEFROID *et al.*, 2018) (CHEN *et al.*, 2017) (LACERDA *et al.*, 2017).

A trinca por fadiga após nucleada se propaga em dois estágios: estágio I pelo modo de cisalhamento, geralmente a 45° em relação ao eixo de carregamento; estágio II pelo modo normal. Durante o estágio I, depois de cruzar o primeiro contorno de grão a trinca pode se propagar através de vários grãos em forma de ‘zigue-zague’, devido as deformações plásticas na ponta da trinca. Com o aumento do tamanho da trinca bandas de deslizamento adicionais surgem e a trinca se propaga alternando em duas faixas de deslizamento diferentes. A posição e o comprimento das bandas de deslizamento são inicialmente determinados pela microestrutura. Devido à propagação em diferentes sistemas de deslizamento, a trinca muda sua direção: paralela à tensão de cisalhamento para perpendicular à carga aplicada (estágio II). No estágio II o comportamento da trinca tende a não ser influenciado pela microestrutura (KÜNKLER *et al.*, 2008) (GODEFROID *et al.*, 2018). Salienta-se que além do projeto, raios

de concordância e acabamento superficial adequados, minimiza-se a nucleação de trincas por fadiga empregando-se materiais com grãos finos e aplicação de tensões compressivas superficiais. A Figura 3.11 ilustra os diferentes estágios de propagação de trinca por fadiga.

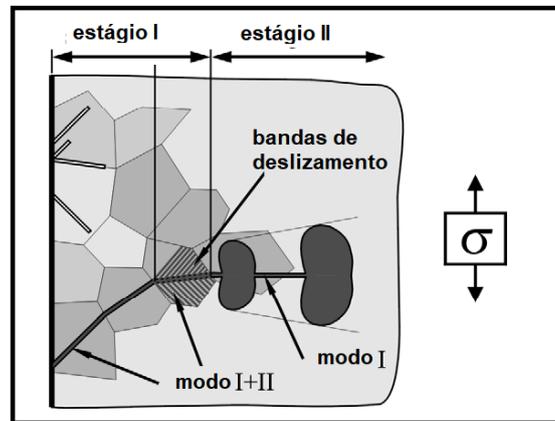


Figura 3.11 – Representação esquemática de diferentes estágios de propagação de trinca por fadiga (Adaptação de KÜNKLER *et al.*, 2008).

Quando estas trincas, que geraram a fratura, alcançaram um tamanho tal que a seção remanescente não suporta o carregamento, o corpo de prova ou o material entra em colapso (REIS, 2013). Os aspectos macroscópicos da fratura por fadiga estão descritos na Figura 3.12.



Figura 3.12- Representação esquemática de aspectos da fratura por fadiga (Adaptação de SCHIJVE, 2009).

Uma trinca pode se iniciar em diversos pontos no componente, propagando-se no mesmo ponto ou em planos paralelos que poderão se ligar entre si formando degraus (marcas radiais). As *beach marks* (“marcas de praia”) indicam o crescimento da trinca, quando ocorre alterações na amplitude e frequência de carregamento, e a variação na coloração significa que a evolução da fratura na propagação estável, ocorre em etapas. A fratura final ocorrerá quando a trinca de fadiga atingir valores críticos. Dessa forma a fratura final pode ser dúctil ou frágil, dependendo do material (GODEFROID *et al.*, 2018) (SCHIJVE, 2009).

3.4.2 Curva S-N

O início do estudo do fenômeno fadiga, ocorreu com os trabalhos de A. Wöhler, publicados a partir de 1858. Wöhler era engenheiro chefe de uma linha férrea na região pertencente hoje à Polônia. Em 1860 ele propôs que:

1. Um material pode ser induzido a falhar pela repetição de tensões, que são menores que a da resistência por tração (limite de escoamento e limite de resistência);
2. A amplitude de tensão é determinante para a fratura do material;
3. A tensão máxima influencia apenas no sentido de que quanto maior ela for, menores são as amplitudes de tensão que levam à falha (ou seja, o aumento na tensão média reduz a resistência à fadiga do material para um dada amplitude de tensão) (SCHÜTZ, 1996) (SCHÖN, 2013).

Uma das principais contribuições de Wöhler no âmbito da fadiga foi a introdução da curva conhecida como S-N (curva de Wöhler). Essa curva é: logaritmo no número de ciclos (eixo x) *versus* a amplitude de tensão, ou faixa de tensão (eixo y) (SCHÖN, 2013). Na Figura 3.13 tem-se curvas S-N para um aço inoxidável duplex UNS S31803 para diferentes temperaturas de recozimento.

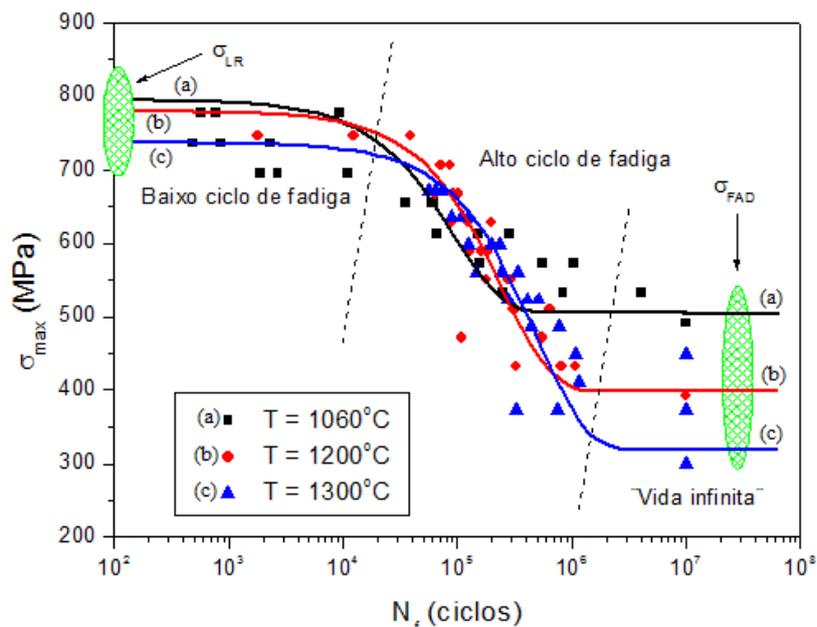


Figura 3.13 - Resultados gerais de resistência à fadiga ao ar de um aço UNS S31803 recozido nas temperaturas de 1060°C, 1200°C e 1300°C. Ensaio: temperatura ambiente; 30Hz; R = 0,1 (LACERDA *et al.*, 2015 b).

Pela Figura 3.13 pode ser visto alguns termos que são estabelecidos para a faixa de ciclos de fadiga. Estes termos são: fadiga de baixo ciclo (LCF, $10^1 < N_f < 10^4$ ciclos); fadiga de alto ciclo (HCF, $10^4 < N_f < 10^6$ ciclos) e vida infinita ($N_f > 10^7$). Os componentes mecânicos devem suportar ciclos superiores a 10^7 , neste caso considerado vida infinita ou limite de fadiga. (PYTTEL et al., 2011).

As curvas de isoprobabilidade cobrem as relações de S-N que podem ser razoavelmente aproximada por uma linha reta (em coordenadas) para um intervalo específico de tensão. Os cientistas e engenheiros de materiais estão aumentando uso de análises estatísticas na interpretação dos dados de fadiga (S-N e ϵ -N). A análise estatística aplica-se quando os dados obtidos podem ser razoavelmente assumidos como uma amostra aleatória de alguma população específica, e é desejado para caracterizar o material ou prever o desempenho de futuras amostras aleatórias do material (sob condições de teste semelhantes) ou ambos. Dessa forma são criadas curvas de probabilidade de 95%, 50% e 5% para análises dos resultados de desempenho do material (ASTM E739-10).

Os ensaios de laboratório são comumente conduzidos com esforços de amplitude constante. Porém esses esforços raramente correspondem a situações reais de carregamento em componentes tecnológicos. Os componentes em que o carregamento se aproxima a um de amplitude constante, são aqueles que trabalham em rotação com velocidade constante, por exemplo, eixos e engrenagens. Entretanto, os esforços de amplitude constante são muito importantes, uma vez que, permitem o estudo da fadiga em uma situação controlada (SCHÖN, 2013).

3.4.3 Fatores que influenciam a vida em fadiga

A curva S-N de um material é geralmente determinada em amostras sem entalhes. As curvas S-N são amplamente utilizadas para diferentes classes de materiais. Porém não é só o material que influencia na relação tensão-número de ciclos. Qualquer processamento que altere as propriedades mecânicas e microestruturais é susceptível a afetar a vida por fadiga. Esses fatores incluem: tensão média, geometria do componente, acabamento superficial, microestrutura e ambiente corrosivo. Na prática esses efeitos são levados em consideração, aplicando-se fatores

de correção sobre os limites de fadiga obtidos experimentalmente (ZERBST *et al.*, 2018) (DOWLING, 2012).

Geometria do componente: A geometria de um componente pode influenciar significativamente na vida por fadiga. Qualquer entalhe ou descontinuidade geométrica pode atuar como um concentrador de tensão e um ponto de nucleação de trincas. Essas características de geometria incluem ranhuras, furos, roscas, dentre outros. Quanto maior a descontinuidade, maior será a concentração de tensão. A probabilidade de ocorrer falha por fadiga pode ser reduzida, evitando essas irregularidades estruturais, ou fazendo modificações no projeto. Alterações geométricas bruscas podem ser eliminadas, por exemplo, arredondando com grandes raios de curvatura o ponto em que há uma mudança de diâmetro (CALLISTER, 2001) (SCHIJVE, 2009).

Acabamento superficial: Os efeitos de superfície podem incluir qualquer situação que contribui para redução do início de uma trinca por fadiga. Vários tipos de efeitos de superfície podem ser de grande importância para a vida em fadiga. A rugosidade superficial ou danos superficiais implicam dizer que nenhuma superfície é perfeitamente plana e como consequência disso, pequenos pontos concentradores de tensão podem ser encontrados na superfície do material. Essa rugosidade superficial pode ser aumentada por meio dos processos de fabricação, tais como, usinagem, laminação, forjamento, dentre outros. Esses efeitos são mais pronunciados em fadiga de alto ciclo (SCHIJVE, 2009).

Uma vez que as falhas por fadiga na maioria dos componentes são originadas na superfície ou na subsuperfície, algumas técnicas de modificação de superfície proporcionam uma melhora substancial na vida em fadiga. A inserção de tensões residuais de compressão na camada superficial pode retardar tanto à iniciação de trincas, quanto à propagação de pequenas trincas (ZHANG *et al.*, 2010).

Microestrutura: Na fratura por fadiga, ocorrem diferentes tipos de nucleação de trincas. A trinca pode iniciar na superfície ou em uma região interna. A trinca inicia internamente quando existe alguma inclusão, porosidade ou empilhamento de discordâncias em contornos de grãos. A presença de inclusões e partículas de segunda fase, em condições de tração tendem a reduzir a deformação plástica permitida. Inclusões agem como barreiras que dificultam a movimentação de discordâncias. A forma das inclusões ou partículas de segunda fase também

afetam a resistência mecânica. Inclusões e partículas de segunda fase, comportam-se como barreiras na rede cristalina. As bandas se acumulam nas inclusões, que podem romper ou desmembrar do material (sofrer decoesão). Uma vez que a inclusão sofre decoesão ou rompe, uma microtrinca é nucleada. Dependendo do tamanho, as inclusões podem ser pontos concentradores de tensão de onde surgem as bandas de deslizamento (MILELLA, 2013). A presença de inclusão leva à formação de um "olho de peixe" na superfície da fratura (HUANG *et al.*, 2010). A superfície de fratura dentro do olho do peixe é formada por propagação de trincas por fadiga, enquanto o resto da superfície da fratura é formado por fratura estática. Quando as inclusões são muito pequenas, as trincas por fadiga geralmente, iniciam na superfície do material (MAYER *et al.*, 2009). Dessa forma pode-se inferir diversos fatores que influenciam a vida por fadiga tais como: tratamentos térmicos, principalmente alterações microestruturais, precipitação de fases indesejadas podem afetar negativamente o desempenho em fadiga dos aços. As mudanças nos tamanhos de grãos, e nas interfaces entre as fases existentes podem atuar como sítios de nucleação de trincas por fadiga prematuras (LACERDA *et al.*, 2015 b).

Ambiente corrosivo: O ambiente corrosivo reduz acentuadamente a vida em fadiga para uma determinada amplitude de tensão, se comparado com a vida em fadiga em meio neutro (óleo) ou ar. A influência prejudicial da corrosão é relativamente pequena para o regime de alta tensão, mas se torna significativa no regime de alto ciclo e baixa tensão. Esse comportamento pode ser explicado por efeitos de tempo. No regime de alto ciclo o meio corrosivo pode atuar por muito mais tempo, o que afeta a nucleação e o crescimento de trincas. A presença de pites, causados por corrosão, pode ser um local para nucleação de trincas por ser ponto concentrador de tensão. Estes pites penetram nas camadas superficiais que contribuem tanto para nucleação quanto para crescimento, o que resulta na queda do desempenho em fadiga. A aplicação de camadas de proteção superficial, pode elevar a vida em fadiga uma vez que aumenta a resistência à corrosão (MHAEDE, 2012).

Temperatura: A deformação plástica dependente do tempo (fluência) também é mais provável, a altas temperaturas e quando combinada com carga cíclica (fadiga). A fluência pode ter um efeito sinérgico que encurta inesperadamente a vida do componente. Em geral, os efeitos químicos ou térmicos são maiores se houver mais tempo disponível para que ocorram (DOWLING, 2012).

A fratura final quando a temperatura é elevada tende a apresentar aspectos de ductilidade se comparada a fratura por fadiga à temperatura ambiente. Em uma pesquisa realizada por Berto *et al.* (2014) observou-se que a liga submetida ao ensaio de fadiga em elevada temperatura apresentou alvéolos maiores, além de sinais de fratura transgranular.

3.4.4 Comportamento em fadiga dos aços inoxidáveis duplex

O estudo da resistência à fadiga em aços inoxidáveis duplex tem interessado vários pesquisadores nas últimas décadas. Estudos comprovam que a nucleação da trinca por fadiga depende das características de ambas as fases, como: a fração volumétrica; morfologia; orientação cristalográfica e precipitação de fases frágeis na ferrita (LACERDA *et al.* 2015 b).

Em um trabalho realizado por Lacerda *et al.* (2015 b) foi estudado a influência da fração de fases (α/γ) no comportamento em fadiga. Dessa forma, concluiu que as diferentes temperaturas de recozimento altera a fração das fases e a morfologia das mesmas (ferrita e austenita). Aumenta o tamanho de grão, e propicia a precipitação de fases intermetálicas como CrN. Quanto maior a temperatura de recozimento, maior fração de fase ferrítica e maior tendência de formação de precipitados nesta fase. As microestruturas com maior fração de fase ferrítica têm menor resistência à fadiga. O melhor desempenho em fadiga foi obtido nas frações idênticas de fase ferrítica e austenítica, no recozimento à 1060°C.

Krupp *et al.* (2016) estudaram o comportamento em fadiga de um aço inoxidável duplex AISI 2205. Compararam o comportamento em fadiga do material envelhecido à 475°C com o material sem tratamento. Para isso foram realizados ensaios em uma máquina de flexão rotativa. Após a realização do envelhecimento por 100 horas o material apresentou sinais de “fragilização”: aumento da resistência mecânica e perda de ductilidade. No regime de alto ciclo (HCF) o aumento da resistência mecânica causado pela decomposição “spinodal” se tornou benéfico na vida em fadiga. O efeito na vida infinita em fadiga não se tornou evidente, de acordo com os pesquisadores. A decomposição “spinodal” devido ao tratamento térmico à 475°C resulta no aumento da dureza da ferrita. Essa é a principal causa do aumento da resistência à fadiga em alto ciclo (HCF).

No que diz respeito a tenacidade à fratura, Lopes (2006) estudou a influência da presença das fases frágeis nas propriedades de propagação de trinca por fadiga de um aço inoxidável duplex

UNS S31803. As características microestruturais impostas ao material devido a presença das fases frágeis, tornaram o material mais frágil, diminuindo assim a tenacidade. A presença das fases frágeis, preferencialmente nos contornos de grãos, tornam essas regiões mais frágeis, permitindo que a trinca se propague por elas.

Balbi *et al.* (2009) estudaram os locais preferenciais para nucleação de microtrincas por fadiga em um aço inoxidável duplex AISI 2205 na condição de carregamento cíclico sob uma faixa de deformação plástica de 0,3%. Foi estudado o material AISI 2205 com envelhecimento térmico à 475°C por 100 horas e sem tratamento. Na condição como recebido, as microtrincas nuclearam preferencialmente nos contornos de grão α/α e α/γ que estão localizados perpendiculares ao carregamento aplicado. A propagação destas microtrincas é geralmente ao longo das bandas de deslizamentos dos grãos ferrítico ou austenítico, e/ou nos contornos de grão α/α e α/γ . Após o tratamento térmico a nucleação e a distribuição das microtrincas, assim como a microestrutura desenvolvida no grãos ferríticos são completamente diferentes. A densidade de microtrincas foi substancialmente maior. As microtrincas tendem a nuclear nas bandas de deslizamento persistentes que surgem na ferrita. Essas bandas de deslizamento persistentes se formam na fase ferrítica bem antes, comparado à fase austenítica. A enorme diferença na nucleação das microtrincas pode ser atribuído a mudança no modo de deformação da ferrita, devido a decomposição “spinodal”. A deformação plástica causada pela movimentação das discordâncias é reduzida, sendo a deformação causada por maclação. Essa mudança na deformação causa fratura por clivagem (BALBI *et al.*, 2009).

Em um estudo realizado por Reis (2013) foi analisado a influência dos tratamentos isotérmicos às temperaturas de 475°C e 850°C nas propriedades mecânicas de um aço inoxidável duplex UNS S32304. A presença de fases duras na microestrutura do aço inoxidável duplex aumenta a resistência à fadiga. Dessa forma no que diz respeito à vida em fadiga a presença da fase α' promoveu aumento na resistência à fadiga tanto em baixo ciclo, quanto em alto ciclo, devido ao aumento na dureza e resistência mecânica promovida pela fase intermetálica. Para o envelhecimento à 850°C, como o material possui baixo teor de Mo, houve pouca precipitação de fase σ e mais precipitados de Cr_2N . A presença de Cr_2N aumentou a ductilidade, conseqüentemente o material apresentou pequena redução na resistência à fadiga.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

A parte experimental deste trabalho contemplou as seguintes etapas: obtenção das chapas de aço inoxidável duplex UNS S31803 objeto da pesquisa, cedido pela Empresa *Aperam South America*; realização dos tratamentos térmicos de envelhecimento em diferentes temperaturas e tempos; caracterização das propriedades mecânicas (tração, microdureza, ultra microdureza e fadiga); análise microestrutural (microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura).

Os tratamentos térmicos de envelhecimento, bem como as caracterizações das propriedades mecânicas foram realizados na UFOP em parceria com a UNIFEI - Campus Itabira e UFMG. Os demais métodos e materiais utilizados na realização deste trabalho serão descritos a seguir.

4.1 Materiais

Um aço inoxidável duplex do tipo UNS S31803 foi recebido na forma de chapa, na condição laminado e recozido à 1060°C, com dimensões de 1,5mm x 150mm x 300mm. Na Tabela 4.1 encontra-se a composição química do material recebido cuja análise foi realizada no Centro de Pesquisa da *Aperam South America*, Timóteo - MG.

Tabela 4.1 - Composição química do aço inoxidável UNS S31803.

Elemento	C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S	Mo	N	Fe	Outros
% massa	0,02	1,75	0,48	22,12	5,40	0,03	0,0002	2,62	0,14	balanço	0,58

Fonte: Companhia Aperam South America

Destaca-se na Tabela 4.1 o baixo teor de C (promove resistência a corrosão intergranular), a presença de Mo (resistência à pites) e alto teor de N, que além de estabilizar a austenita aumenta a resistência mecânica.

4.2 Equipamentos

Para o tratamento térmico de envelhecimento foi utilizado um forno da marca FlyeEver (FE50RP), sendo o mesmo realizado no Laboratório de Processos de Fabricação da UNIFEI-Itabira. Os ensaios de tração foram realizados em um equipamento de tração INSTRON Emic

20000, no Laboratório de Materiais de Construção Civil da UNIFEI-Itabira. A Figura 4.1 apresenta o equipamento utilizado para realização dos ensaios de tração.



Figura 4.1 – Equipamento para ensaio de tração marca Instron EMIC 20000.

Os ensaios de fadiga foram realizados em uma máquina servohidráulica da marca INSTRON 8802 do Laboratório de Estruturas da UNIFEI-Itabira (Figura 4.2). Para obtenção dos resultados foi utilizado o *software* “WaveMatrix”.

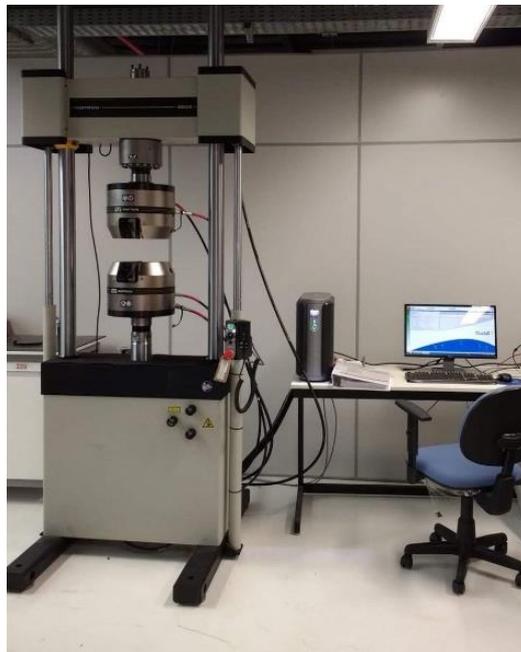


Figura 4.2 – Máquina servohidráulica para ensaio de fadiga marca INSTRON 8802.

A análise de microdureza foi realizado em um equipamento Wilson 402MVD, no Laboratório de Metalografia da UNIFEI – Itabira. Para os ensaios de indentação instrumentada (ultra microdureza) foi utilizado um equipamento da marca Shimadzu DUH-W2015. O tipo de indentador utilizado no ensaio foi o Berkovich. Os ensaio foram realizados na UFMG (Universidade Federal de Minas Gerais) no Laboratório Nanotech. O ensaio é sensível à temperatura; assim foi utilizado um medidor de temperatura para controle. Na Figura 4.3 encontra-se o marcador com a temperatura de ensaio e o equipamento utilizado na realização do ensaio de indentação instrumentada.

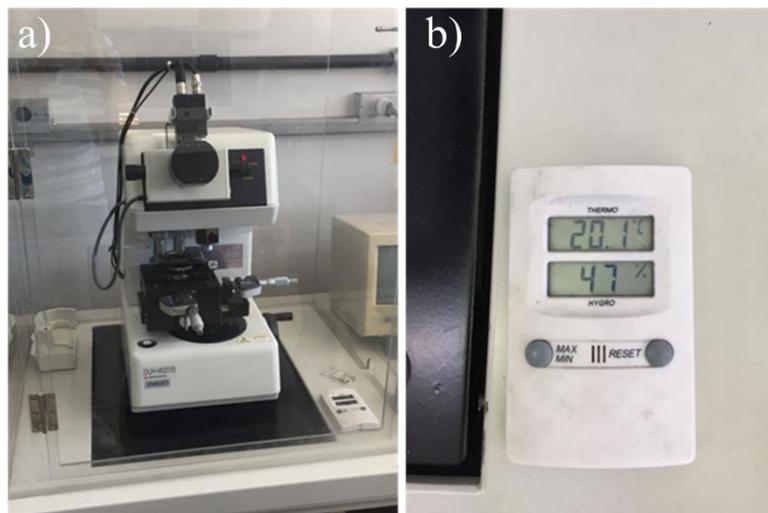


Figura 4.3 - a) Equipamento utilizado para indentação instrumentada marca Shimadzu DUH-W2015; b) aparelho para controle da temperatura de ensaio.

Primeiramente as amostra foram cortadas na máquina de corte. Em seguida as amostras foram preparadas por meio de embutimento à quente. Seguida do lixamento (P220; P400; P600; P1200 e P2500) com uma lixadeira automática. A preparação finalizou-se com o polimento realizado com pasta de diamante de 3 μ m.

As amostras após limpeza, foram submetidas ao ataque eletroquímico, para revelação da microestrutura, e dessa forma possibilitar sua caracterização realizada por meio de um microscópio ótico e microscópio eletrônico de varredura VEGA3 Tescan. As análises de microscopia ótica e preparação de amostra foram realizadas no Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica Escola de Minas/Dep. de Eng. Metalúrgica e de Materiais/UFOP.

4.3 Procedimentos Experimentais

Na Figura 4.4 constam os procedimentos experimentais utilizados neste trabalho.

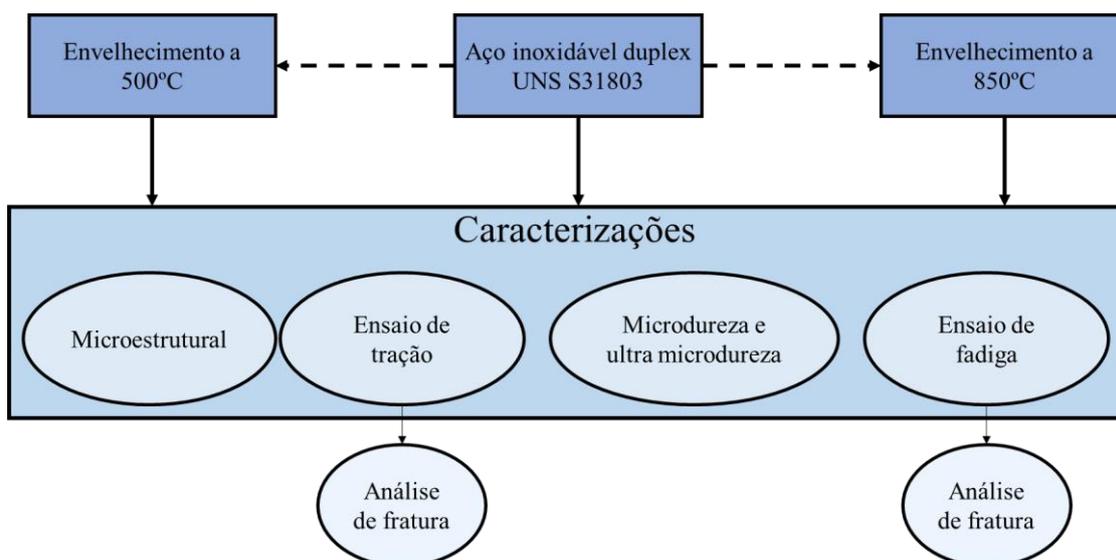


Figura 4.4 – Procedimentos experimentais empregados.

Os procedimentos experimentais serão abordados detalhadamente a seguir.

4.3.1 Tratamento térmico de envelhecimento

Os tratamentos de envelhecimento foram realizados nas temperaturas de 500°C e 850°C. A faixa de temperatura a 500°C foi estabelecida uma vez que muitos estudos são referentes a precipitação da fase α' por decomposição spinodal, e os seus efeitos nas propriedades mecânicas. Porém a 500°C essa fase se precipita por nucleação e crescimento, e os efeitos dessa precipitação nas propriedades mecânicas são pouco explorados. A faixa de temperatura a 850°C foi estabelecida uma vez que é a temperatura de maior precipitação da fase σ .

Para o tratamento realizado à 500°C as amostras foram submetidas ao envelhecimento por 144 horas e 30 minutos (8.670 minutos). Devido ao longo período de tratamento, as amostras foram posicionadas em um suporte metálico para evitar o contato entre as mesmas, como se apresenta na Figura 4.5b. O forno foi inicialmente pré-aquecido à 500°C. O tratamento isotérmico de 850°C foi realizado por 1 hora e 20 minutos (80 minutos). O forno se encontrava pré-aquecido na temperatura determinada para o ensaio, 850°C. Em ambos os casos as amostras foram resfriadas em água na temperatura ambiente. Na Figura 4.5 tem-se o forno utilizado para realização dos ensaios (a), as amostras posicionadas no forno com suporte metálico para tratamento à 500°C (b) e as amostras para tratamento de 850°C (c). Como o tratamento de 850°C foi realizado em tempo menor, não se usou o suporte metálico.

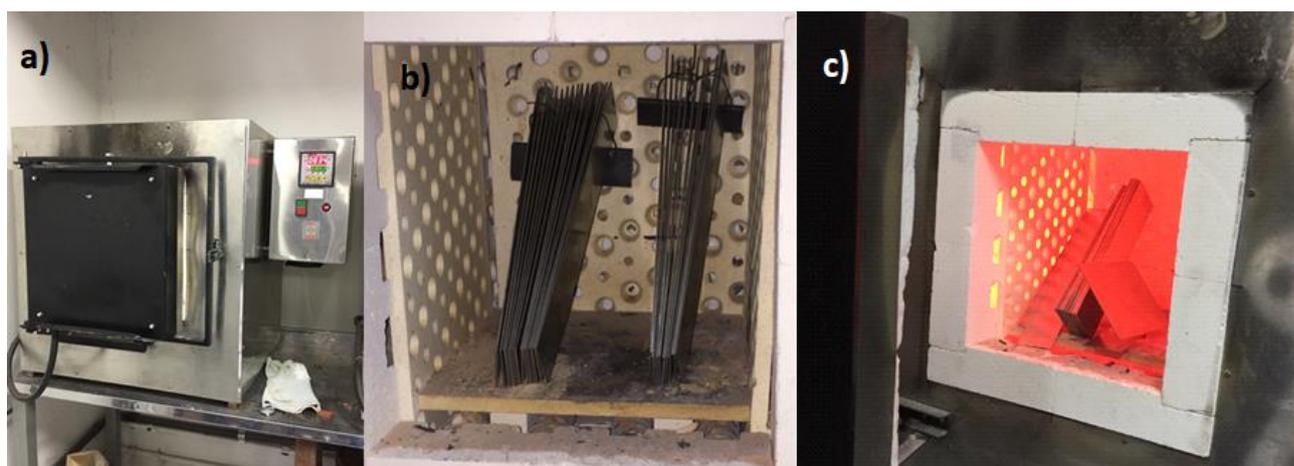


Figura 4.5 - Envelhecimento térmico a) Forno usado nos tratamentos térmicos de envelhecimento; b) posicionamento das amostras para tratamento a 500°C c) posicionamento das amostras para tratamento a 850°C.

Os tempos dos tratamentos foram estabelecidos com base em pesquisas anteriores.

4.3.2 Caracterização Microestrutural

Para caracterizar as alterações metalúrgicas em consequência dos tratamentos de envelhecimento, foram utilizadas técnicas de preparação de amostras e de análises microestruturais.

De acordo com a Norma ASTM E3-11 (2017), para realizar o corte da amostra, deve-se ter cuidado para minimizar as alterações estruturais. O corte foi realizado em um equipamento que fornece lubrificação durante o mesmo, afim de evitar danos microestruturais. As amostras analisadas foram retiradas na direção de laminação e na direção perpendicular à superfície laminada. Para facilitar o manuseio e a preparação da superfície das amostras, foi realizado o embutimento à quente com baquelite.

O lixamento foi realizado manualmente com auxílio de uma lixadeira automática. Entre as lixas de diferentes granulometrias as amostras foram giradas 90° para permitir um desgaste uniforme. Para realização do polimento a Norma ASTM E3-11 (2017) indica a utilização de pasta de diamante de 3µm para aços em geral. Para polimento das amostras foram utilizados alumina e pasta de diamante.

Foi realizado ataque químico, de acordo com a Norma ASTM E407-07 (2015), que abrange soluções e procedimentos químicos utilizados no condicionamento de metais e ligas para análise microscópica. Este ataque químico tem por objetivo, revelar a microestrutura. Assim foi estabelecido a utilização do ataque Behara, no qual a norma indica: 10-50% em volume de HCl em H₂O e 0,5-1,0g de metabissulfito de potássio (K₂S₂O₅) para cada 100mL de solução. Pesquisas realizadas por Lacerda *et al.* (2015 b) e Nomani *et al.* (2016), no qual analisaram o comportamento das fases austenita e ferrita de um aço inoxidável duplex UNS S31803, foram utilizados o reagente Behara com a seguinte composição: 1g K₂S₂O₅ em 15mL de HCl diluído em 85mL de água destilada, com um tempo de exposição de 20s. Dessa forma foi estabelecido a mesma composição do reagente, que se encontra dentro da norma, para revelar a microestrutura α e γ .

Após a caracterização microestrutural, foi realizado análise das frações de fases por meio das imagens de MEV. As frações de fases foram realizadas de acordo com a Norma ASTM E562-11. Essa norma descreve um procedimento manual de contagem de pontos para estimativa estatística da fração volumétrica de um determinado constituinte ou fase presente na microestrutura. Para a contagem das fases foi utilizado um *grid* com 100 pontos. Após a contagem dos pontos a fração volumétrica das fases foi determinada pela Equação 4.1 proposta pela norma:

$$P_p(i) = \frac{P_i}{P_T} \times 100 \quad \text{Equação 4.1}$$

Em que P_T é o número total de pontos no *grid*; P_i é o número de pontos contados no campo i ; P_p é porcentagem de pontos do *grid*, baseado no constituinte contado no campo i . Durante a contagem das fases, o ponto dentro do grão é contado como 1, e o ponto na extremidade do grão como 0,5 (ASTM E562-11). Para cada amostra foram realizadas 5 medidas.

4.3.3 Ensaio de tração

Os corpos de prova para o ensaio de tração foram confeccionados de acordo Norma ASTM E8/E8M – 16a. Para isso, foi estabelecido o corpo de prova do tipo chapa *subsize*. Para cada condição, sem tratamento (recozido a 1060°C) e envelhecido a 500°C e a 850°C, foram realizados 3 ensaios para confiabilidade estatística. O ensaio foi realizado com controle de deformação. A taxa de deslocamento empregada foi de 2 mm/min com célula de carga de 20kN.

Os corpos de prova foram fabricados por meio de fresamento, no sentido de laminação das chapas. A Figura 4.6 contém o modelo do corpo de prova utilizado para ensaio de tração, e as dimensões do mesmo.

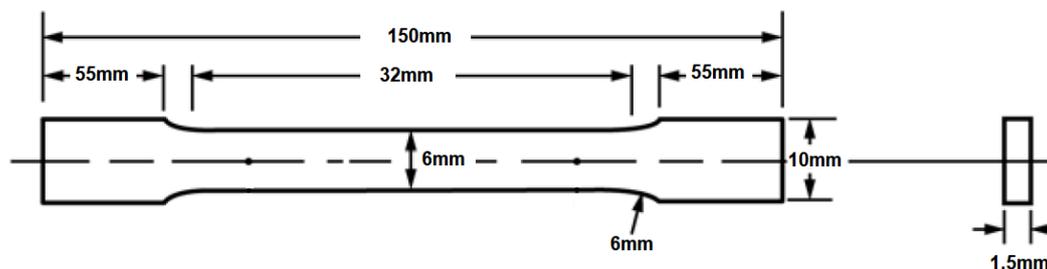


Figura 4.6 - Corpo de prova de ensaio de tração fabricado de acordo com a Norma ASTM E8/E8M – 16a: *Plate-Type Specimens - Subsize Specimen*.

4.3.4 Ensaios de microdureza e ultra microdureza

Os ensaios de dureza foram realizados de acordo com a Norma ASTM E92-17, utilizando um microindentador (carga abaixo de 1000gf). A escolha do microindentador foi devido a espessura das chapas (1,5mm). As medições foram realizadas na superfície longitudinal à laminação em todas as amostras, na face da espessura.

O método de medição foi de microdureza Vickers. Os ensaios de microdureza obtiveram as medidas de microdureza dos grãos $\gamma + \alpha$. A carga de indentação foi de 100gf por 10s, sendo realizados 10 medidas aleatórias (com espaçamento) para cada condição, sem tratamento (recozido a 1060°C) e envelhecido a 500°C e 850°C.

E ainda a dureza de cada fase (γ e α) foi medida por meio da indentação instrumentada (ultra microdureza). A indentação instrumentada é usada quantitativamente quando outros métodos tradicionais para determinar as propriedades mecânicas não podem ser aplicados devido às condições das amostras, ou seja, pequena ou tamanho de grão muito pequeno. Os resultados foram de grande importância uma vez que, o tamanho dos grãos impossibilitou a realização de microdureza com cargas maiores. O método utilizado para compilação dos resultados das respectivas medidas foi Oliver e Pharr (1992), de acordo com a Norma ASTM E2546-15.

Durante o ensaio de ultramicrodureza, gera-se um gráfico, com os resultados de carga por deslocamento do indentador. Com este gráfico são realizados os cálculos referente à ultra microdureza do material. Na Figura 4.7 tem-se um modelo esquemático do gráfico gerado após a indentação.

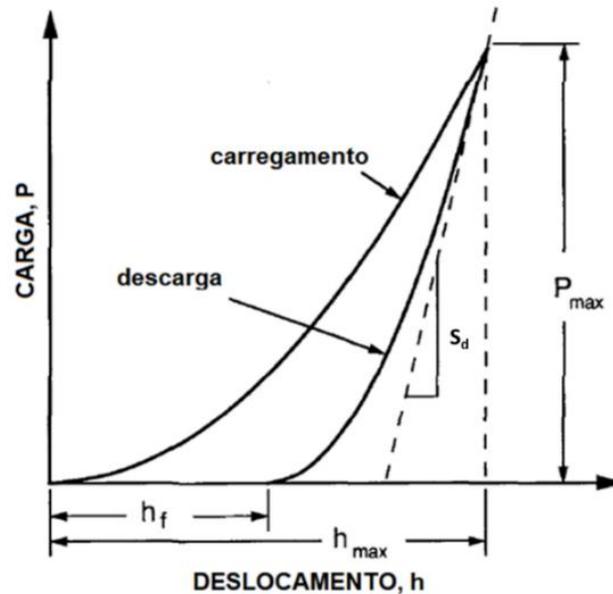


Figura 4.7 - Representação esquemática da carga *versus* deslocamento do indentador para o ensaio de ultra microdureza (Adaptação de OLIVER e PHARR, 1992).

Pela Figura 4.7, P_{max} é a carga máxima aplicada; este parâmetro é inicialmente determinado. O parâmetro h_{max} diz respeito ao deslocamento máximo realizado pelo indentador e h_f é a profundidade da impressão após o descarregamento do indentador. S_d é a rigidez da descarga inicial. O cálculo da ultra microdureza (H) é realizado de acordo com a Equação 4.2.

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad \text{Equação 4.2}$$

No qual A é a área projetada pela impressão de ultra microdureza e é descrita pela Equação 4.3.

$$A = F(h_c) \quad \text{Equação 4.3}$$

$$h_c = h_{max} - h_s \quad \text{Equação 4.4}$$

O valor de h_s leva em consideração a geometria do indentador utilizado. Com base nas Equações 4.2, 4.3 e 4.4 o *software* DUH apresenta o valor da micro indentação.

O equipamento é sensível a temperatura, dessa forma a mesma foi mantida à 20°C durante todo ensaio. Os parâmetros inseridas no *software* DUH para amostra sem tratamento foram de 50mN de carga, com velocidade constante de 16mN/s. Os parâmetro utilizados para amostras tratadas termicamente (500°C e 850°C) foram diferentes das amostras como recebidas, uma vez que os grãos estavam menores. Sendo assim os parâmetros foram: de 25 mN de carga e velocidade constante de 32 mN/s. Foram realizadas 4 medidas na ferrita e 4 na austenita no aço inoxidável

duplex UNS S31803 nas condições sem tratamento (recozido a 1060°C), e amostras envelhecidas a 500°C. Nas amostras envelhecidas a 850°C foram realizadas 4 medidas na ferrita e não foram realizadas medidas nos grãos de austenita (grãos estavam muito pequenos).

4.3.5 Ensaio de fadiga

Os corpos de prova para o ensaio de fadiga foram fabricados de acordo com a Norma ASTM E466 - 15. Os ensaios de fadiga foram conduzidos com controle de tensão com o objetivo de avaliar o efeito da precipitação das fases (α' e σ) indesejáveis. Para isso foram construídas as curvas de Wöhler (S-N).

As tensões utilizadas para realização dos ensaios de fadiga, foram baseadas nos resultados obtidos nos ensaios de tração. Portanto iniciou-se com 95%, da tensão limite de resistência obtida para cada tratamento, e reduziu-se em 5-10% para cada conjunto de ensaios até que se atingisse o limite de fadiga para 10^7 ciclos. Na Tabela 4.2 são indicadas as porcentagens estabelecidas para realização dos ensaios de fadiga.

Tabela 4.2 - Tensões utilizadas para ensaio de fadiga para amostras com tratamentos isotérmicos de 500°C e 850°C de um aço inoxidável duplex UNS S31803.

Porcentagem do limite de resistência do material	95%	90%	85%	75%	70%	65%	60%	50%	45%
--	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

As condições de ensaios estabelecidas foram, razão de tensão $R = 0,1$ e frequência de 30Hz. Foram utilizados três corpos de prova para cada tensão aplicada. As curvas foram geradas com 50% em relação aos resultados obtidos. As curvas de isoprobabilidade foram geradas com 5% 95% e 50% de confiança.

Para preparação dos corpos de provas (CPs), foi utilizado o corte por eletroerosão com fio de molibdênio. Este corte confere bom acabamento, sem aquecimento excessivo da região usinada. Após o corte, os CPs foram lixados, na seção de ensaio, com a seguinte sequência de lixa: #80; #100; #220; #400 e #600. Este procedimento foi realizado afim de reduzir a rugosidade, e evitar pontos concentradores de tensão indesejáveis. Na Figura 4.8 apresenta-se o desenho do corpo de prova para os ensaios de fadiga com suas dimensões de acordo com a Norma ASTM E466 - 15.

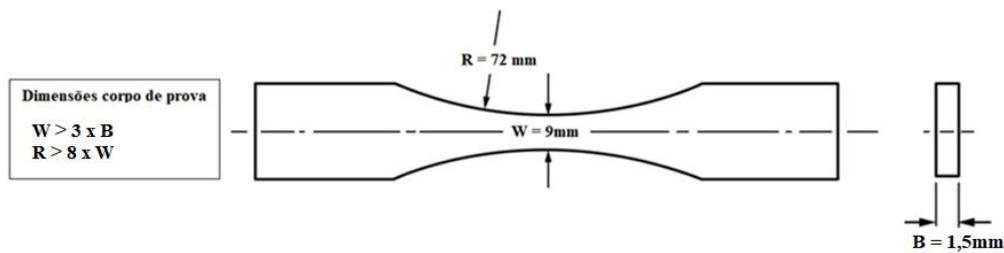


Figura 4.8 - Corpo de prova para ensaio de fadiga fabricado de acordo com a Norma ASTM E466 – 15.

No ensaio de fadiga, uma medida da tensão na seção transversal foi calculada sem levar em consideração gradientes de tensão produzidos por descontinuidades geométricas (furos, sulcos, filetes e outros). A tensão média (σ_{med} [MPa]) é usada de acordo com a Equação 4.5.

$$\sigma_{med} = P/A_N \quad \text{Equação 4.5}$$

No qual a área é calculada de acordo com a Equação 4.6.

$$A_N = B \times W \quad \text{Equação 4.6}$$

B = espessura da amostra [m]; W = largura da amostra [m]; P = força [N] (ASTM E1823-13).

4.3.6 Caracterização de fraturas

Para caracterização das fraturas por tração e por fadiga em todas as condições de tratamentos isotérmicos foi utilizado o MEV, no NanoLab da REDEMAT/Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFOP e da UNIFEI - Itabira. A Figura 4.9 apresenta o MEV utilizado na caracterização de fraturas.



Figura 4.9 – MEV NanoLab da REDEMAT/Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFOP.

Antes da caracterização no MEV as amostras passaram por um processo de limpeza para remover impurezas que poderiam dificultar o processo de caracterização das fraturas. Para isso as amostras foram limpas no ultrassom com álcool e água.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão discutidos os resultados referentes à caracterização microestrutural e propriedades mecânicas (ensaios de tração, fadiga, microdureza e ultra microdureza) de um aço inoxidável duplex UNS S31803. Foram realizadas ainda correlações com os resultados realizados por outros pesquisadores, a fim de verificar o efeito do envelhecimento térmico a 500°C e a 850°C no referido aço.

5.1 Caracterização Microestrutural

A microscopia ótica foi empregada a fim de avaliar as alterações microestruturais do aço após a realização dos tratamentos térmicos de envelhecimento. A Figura 5.1 apresenta a microestrutura do aço UNS S31803 nas condições sem tratamento (recozido a 1060°C) e tratado com envelhecimento a 500°C e 850°C.

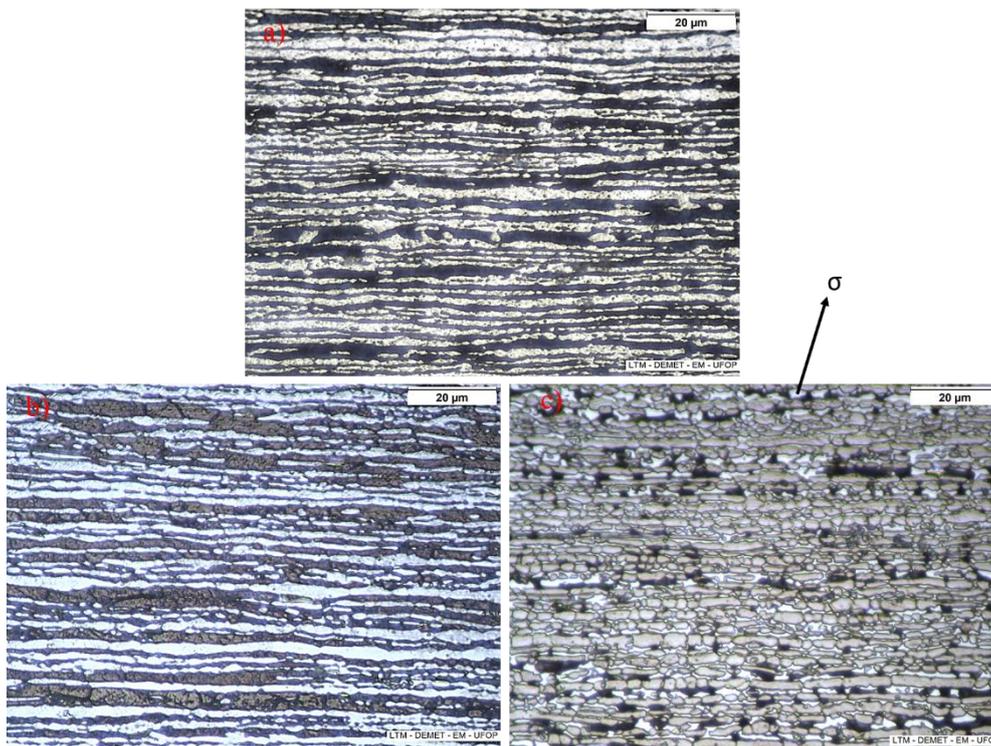


Figura 5.1 - Microestruturas das amostras de um aço UNS S31803 nas condições: a) sem tratamento; b) envelhecida a 500°C; c) envelhecida a 850°C. Ataque Behara. Microscópio Ótico 1000X.

Ao analisar a microestrutura da Figura 5.1a, os grãos alongados de ferrita (tonalidade escura) e austenita (tonalidade clara) mostram a microestrutura típica de um material laminado com

aproximadamente 50% de cada fase. Não é possível observar alterações ao comparar o material sem tratamento (Figura 5.1a) com o material após envelhecimento à 500°C (Figura 5.1b). Como os precipitados da fase α' são na ordem de 20-200Å não são visíveis no MO.

Na Figura 5.1c, observa-se a presença de três fases. Pode-se inferir que a ferrita é a de tonalidade mais escura, a austenita cinza mais claro, e a fase σ a mais clara (Fargas *et al.*, 2009). A precipitação de uma terceira fase (Figura 5.1c) dão indícios de ser fase σ . Reis (2013) mostrou em seu trabalho, que ao submeter o aço inoxidável duplex UNS S32304 ao envelhecimento a 850°C, é possível identificar, na tonalidade branca, a presença de fase σ . Porém como o aço inoxidável duplex estudado por Reis (2013) possui baixa concentração de Mo (0,26% massa), a fase σ quase não se forma. Ao se comparar com um aço inoxidável duplex UNS S31803 com (2,62% massa de Mo), observa-se uma fração de fase σ substancialmente maior (Figura 5.1c).

Foi empregado o MEV a fim de complementar a caracterização das microestruturas e observar as variações sofridas devido aos envelhecimentos térmicos. Na Figura 5.2 tem-se as imagens para as condições, sem tratamento e envelhecida a 500°C.

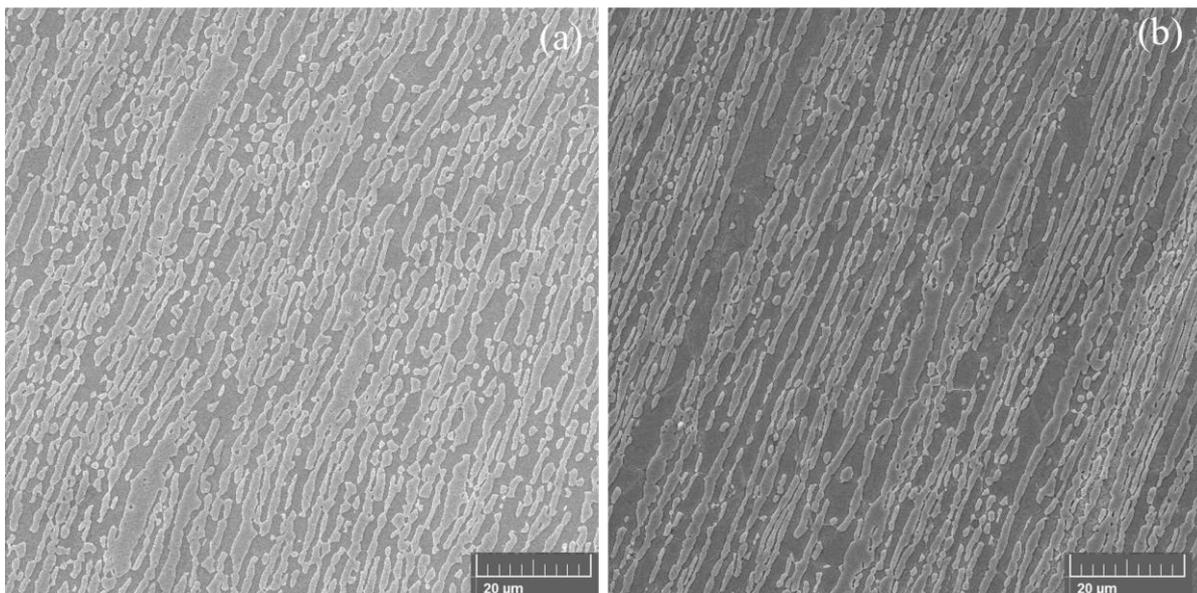


Figura 5.2 - Microestruturas de um aço inoxidável duplex UNS S31803 a) sem tratamento (como recebido); b) envelhecimento a 500°C. Ataque Behara. MEV, 2000X.

De acordo com a Figura 5.2 (a,b), os aços não apresentaram variação microestrutural, no que diz respeito a distribuição e morfologia de fases após o tratamento de envelhecimento a 500°C. Como retratado anteriormente, provavelmente houve precipitação de α' . No entanto, devido ao seu pequeno tamanho (20 a 200Å), sua identificação, também, não pode ser revelada por MEV.

Reis (2013) que investigou os efeitos dos tratamentos isotérmicos a 475°C e a 850°C em um aço inoxidável duplex do tipo UNS S32304, também não observou nenhuma alteração microestrutural significativa quanto à distribuição e morfologia das fases α e γ , e não visualizou a presença da fase α' no MEV. Foi relatado que essa visualização ficou impossibilitada devido ao tamanho dos precipitados. Porém o pesquisador utilizou da técnica de MFA (Microscopia de força atômica) para comprovar a presença da fase α' . Neste método foram observados variações nos domínios magnéticos da fase α após o envelhecimento a 475°C. Esta observação indica a ocorrência da precipitação de fase α' na fase α do aço inoxidável duplex do tipo UNS S32304. Outra observação foi quanto à oscilação nos tons que indicam irregularidade topográfica, que pode estar relacionada a precipitação de fase α' . O pesquisador salienta que a visualização da fase α' só é possível, até então, por microscopia eletrônica de transmissão. Na Figura 5.3 são apresentadas imagens da microestrutura do aço envelhecido a 850°C.

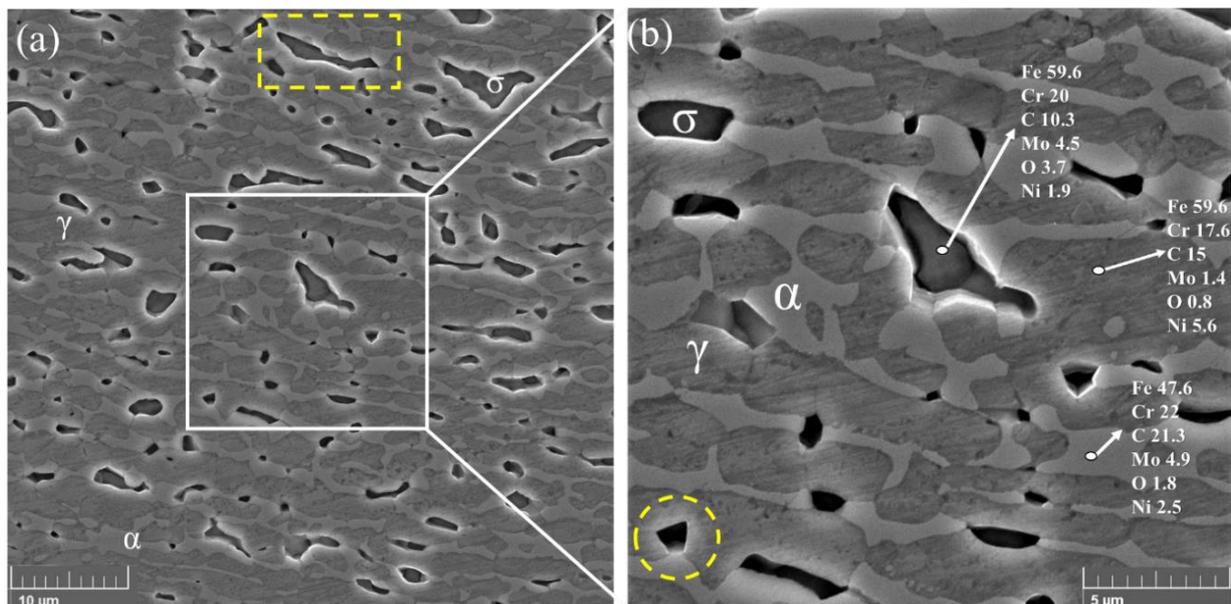


Figura 5.3 – Microestruturas de um aço inoxidável duplex UNS S31803 envelhecido a 850°C a) 4000X b) EDS 10000X. Ataque Behara. MEV. (Destacam-se fase σ precipitada.)

No que diz respeito à microestrutura de um aço inoxidável duplex UNS S31803 envelhecido a 850°C, foram detectados alguns precipitados. Assim se fez necessário a utilização da técnica de EDS (Espectroscopia por energia dispersiva) para caracterização das fases. Na Figura 5.3 encontra-se a microestrutura de um aço inoxidável duplex do tipo UNS S31803 envelhecido a 850°C. Pelos resultados de EDS (Figura 5.3b) pode-se inferir que a ferrita por possuir maior

concentração de elementos como Cr e Mo foi identificada como sendo a fase clara. A austenita possui maior concentração de elementos como Ni, sendo a fase escura. Os precipitados são da fase σ , por possuir em concentrações de Cr e Mo maiores.

À medida que a fase σ se forma, os elementos Cr e Mo se difundem para o enriquecimento da nova fase intermetálica. Isto está relacionado com a cinética de precipitação da fase σ . Esse processo de difusão é explicado por Chen e Yang (2001) em relação à estrutura cristalina da matriz ferrítica que propicia a difusão dos átomos de soluto da ferrita para a formação dos precipitados de fase σ . Como a ferrita perde os elementos alfacenos (Mo e Cr) a mesma se transforma em austenita secundária (γ_2). Sendo assim a microestrutura será composta por maior fração da austenita, presença de fase sigma e ferrita (POHL *et al.*, 2007) (DEL ABRA-ARZOLA *et al.*, 2018).

Os resultados encontrados por Romana (2009), em seu estudo sobre a cinética de formação da fase σ em um aço inoxidável duplex, corroboram com a Figura 5.3. A formação da fase σ ocorreu nas interfaces ferrita/austenita (círculo amarelo Figura 5.3b), mas também houve indicativos de formação de estruturas lamelares de fase σ (quadrado amarelo Figura 5.3a). Com o tempo de exposição à elevada temperatura, tem-se o aumento de fração de fase σ e redução significativa da ferrita. Este resultado comprova que a nucleação e crescimento de fase σ se forma a partir da ferrita. Nota-se a redução da ferrita na Figura 5.3 (a, b)

Reis (2013) estudou a precipitação de fases em um aço inoxidável duplex UNS S32304 (isento de Mo) no qual submeteu a liga ao envelhecimento a 850°C. Em seus estudos concluiu que a presença de Ni e ausência de Mo inibem a formação de fase σ , de tal maneira que quase não se forma o precipitado. Porém ao expor as ligas que contenham Mo a temperaturas na faixa de 800-900°C, mesmo que por tempo relativamente curto, provoca formação de um volume expressivo de fase σ . Destaca-se que Mo é o principal elemento responsável pela formação da fase σ .

5.1.1 Análise microestrutural quantitativa

A análise microestrutural quantitativa foi empregada a fim de complementar os resultados obtidos com a microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura e assim quantificar as

frações de fases presentes no material. Dessa forma foi empregada a contagem de fases por meio das imagens de MEV e com auxílio do *grid* de 100 pontos.

Os resultados médios do volume das frações de fases com o respectivo desvio padrão estão dispostos na Figura 5.4.

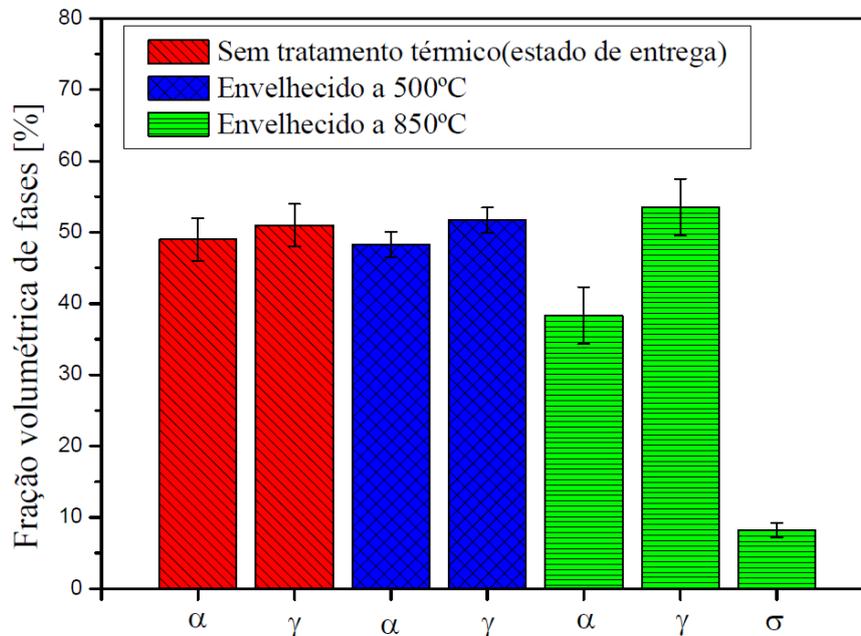


Figura 5.4 - Fração volumétrica de fases de um aço inoxidável UNS S31803.

Analisando a Figura 5.4, pode-se observar que a amostra sem tratamento (recozida a 1060°C) apresentou aproximadamente 49% de ferrita e 51% de austenita. Após o tratamento de 500°C as frações de fases α/γ permaneceram praticamente inalteradas. Porém com o tratamento à 850°C houve uma redução no volume de ferrita com o surgimento da fase σ , permanecendo a austenita praticamente inalterada. Estudo realizados por Lacerda *et al.*, (2015) comprovaram que o aumento na temperatura de recozimento, altera significativamente as frações volumétricas das fases de um aço inoxidável duplex UNS S31803. Com o recozimento a 1300°C a fração volumétrica de ferrita pode chegar a 70%. Sendo que as mais altas propriedades mecânicas e características corrosivas são obtidas no recozimento a 1060°C, no qual as frações volumétricas das fases ferrita e austenita são de aproximadamente 50%.

No envelhecimento a 850°C, o volume de fase σ nucleada foi praticamente proporcional ao volume de ferrita que reduziu. Resultados semelhantes foram obtidos por Warren *et al.* (2016) em seus trabalhos no qual tinham por objetivo quantificar a evolução da fase σ durante o

envelhecimento térmico. O aço inoxidável duplex UNS S31803, material de pesquisa, apresentava inicialmente 49% de ferrita. Após uma hora de tratamento, o material apresentou aproximadamente 9% de fase σ com redução significativa na fração volumétrica de ferrita. Os resultados foram explicados com base na evolução da fase σ que ocorre pela decomposição eutetóide no qual: $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$. Pesquisa realizada por Magnabosco (2009) levou a conclusão que a maior cinética de formação da fase σ ocorre a 850°C. Essa formação é marcada pelo “nariz” da curva do diagrama temperatura-tempo-precipitação, que corresponde a maior formação da fase σ . Outro fato é que a formação da fase σ está fortemente relacionada ao consumo da ferrita. Portanto o surgimento da fase σ leva a uma redução significativa da ferrita. A Figura 5.5 apresenta um gráfico com a variação da ferrita e da austenita para cada tratamento de envelhecimento.

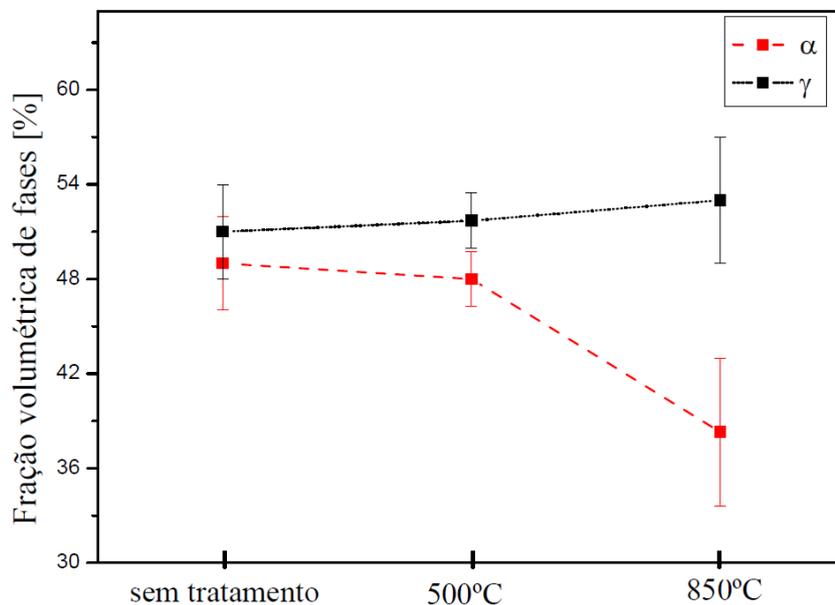


Figura 5.5 - Variação volumétrica da ferrita e austenita com os tratamentos de envelhecimento; aço inoxidável duplex UNS S31803.

Pela gráfico da Figura 5.5 é possível observar que com o tratamento de 500°C as frações de fases (α e γ) variaram pouco. A fração volumétrica de austenita variou pouco, tanto pro envelhecimento a 500°C como no envelhecimento a 850°C. Porém observa-se uma redução acentuada na fração volumétrica de ferrita no envelhecimento a 850°C. Resultados semelhantes foram obtidos Del Abra-Arzola *et al.* (2018), no qual ao submeteram um aço inoxidável duplex UNS S31803 ao envelhecimento térmico à 850°C por uma hora, observaram que a fração volumétrica da austenita permaneceu praticamente constante, enquanto a ferrita reduziu-se proporcionalmente ao surgimento da fase σ . Resultados semelhantes foram obtidos também por Warren *et al.* (2016).

5.2 Ensaio de Tração

A Figura 5.6 apresenta as curvas de valores médios de $\sigma \times \epsilon$ para as três condições, sem tratamento (estado de entrega) e envelhecidos a 500°C e a 850°C. As curvas foram construídas por meio do *software* Origin 8.0.

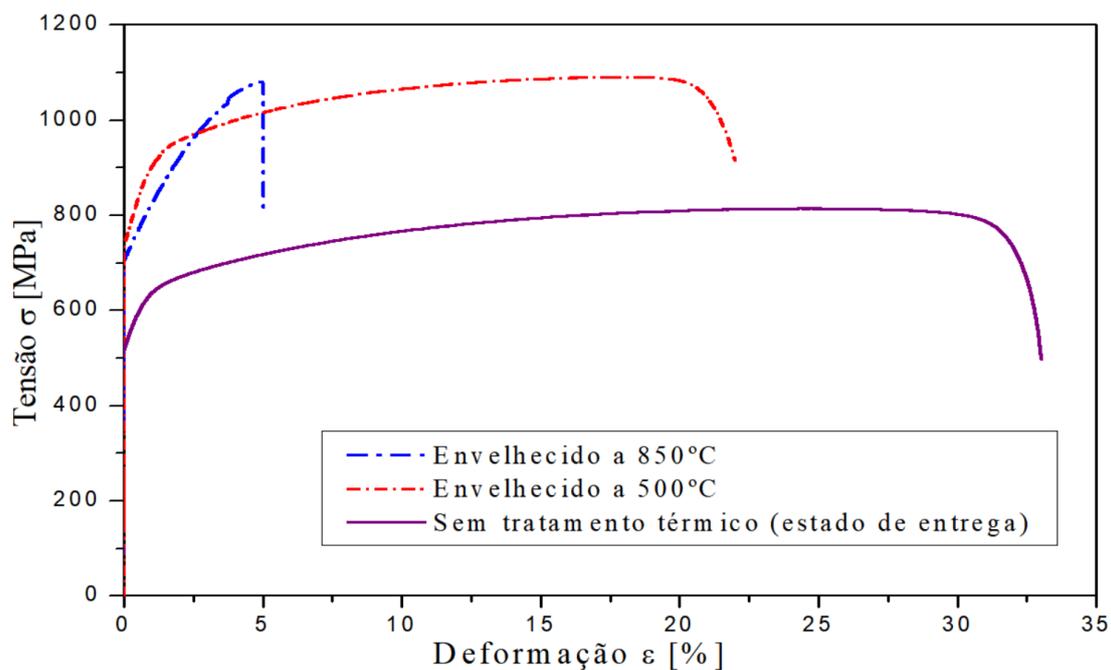


Figura 5.6 - Tensão *versus* deformação para cada tipo de tratamento isotérmico; aço inoxidável duplex UNS S31803.

Os resultados obtidos para os ensaios de tração para os corpos de prova sem tratamento e envelhecidos a 500°C e 850°C são apresentados na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 - Resultado de tração para amostras sem tratamento isotérmico (estado de entrega) e envelhecidos a 500°C e 850°C; aço inoxidável duplex UNS S31803.

Amostra	σ_{ys} [MPa]	σ_{uts} [MPa]	ϵ [%]
Sem tratamento	565 ± 30	814 ± 29	33 ± 1
Envelhecida a 500°C	836 ± 1	1091 ± 6	22 ± 1
Envelhecida a 850°C	772 ± 32	1076 ± 13	5 ± 1

Os resultados obtidos para os ensaio de tração da Tabela 5.1 mostram um aumento significativo na resistência à tração para um aço inoxidável duplex UNS S31803 após envelhecimento térmico a 500°C e 850°C. Os resultados mostram ainda uma redução na deformação que para o aço inoxidável duplex UNS S31803 no estado de entrega foi uma média de 33% e que reduziu para 22% após envelhecimento a 500°C e para 5% para envelhecimento a 850°C.

Para amostra sem tratamento os resultados apresentada na Figura 5.6 está de acordo com o resultado obtido por Lacerda *et al.* (2015 b). Os resultados encontrados por estes pesquisadores, para amostra recozida a 1060°C (estado de entrega) foram de 650MPa para limite de escoamento e 818MPa para limite de resistência, com deformação de 23%. Os resultados obtidos experimentalmente, levando em consideração o desvio padrão apresentado, estão aproximados aos resultados obtidos pelos pesquisadores. Visto que a tensão de escoamento foi de 565MPa e a tensão limite de resistência 814MPa.

É possível observar redução na deformação (alongamento). Essa redução foi ainda mais significativa para o tratamento à 850°C, que foi na faixa de 5%. Portanto pode-se inferir que houve redução na região de deformação plástica, diminuindo assim a tenacidade do material, especialmente a 850°C. Salienta-se que nas condições de envelhecimento os limites de resistência foram muito próximos, embora as ductilidades tenham diminuído.

Resultados similares foram obtidos por pesquisadores Shamanth e Ravishankar (2015), em um trabalho no qual foi estudado a reversão da precipitação da fase α' . Após 100 horas de envelhecimento, o material apresentou aumento no limite de resistência e perda significativa na ductilidade. Esse aumento na tensão é consequência da precipitação da fase α' que interfere no movimento das discordâncias, causando a perda na ductilidade. A redução na deformação ocorre, principalmente, nas primeiras 100 horas de envelhecimento. A partir dos resultados experimentais de ensaios de tração obtidos, concluiu-se que a tensão aumentou, de 814MPa para 1091MPa e a deformação, diminuiu com o tempo de envelhecimento de 33% a 22%.

Em um trabalho realizado por Fargas *et al.* (2009) no qual estudaram os efeitos de tratamentos térmicos em elevadas temperaturas nas propriedades mecânicas de um aço inoxidável duplex UNS S31803. Os pesquisadores concluíram que com a precipitação da fase σ , houve aumento de aproximadamente 30% no limite de resistência do material, e redução expressiva na deformação. Baseado nos resultados de análise atribuíram esse aumento à alta porcentagem de

precipitação de fase σ . Os resultados obtidos experimentalmente para amostras tratadas a 850°C apresentaram praticamente o mesmo comportamento que os pesquisadores encontraram.

Gosh e Mondal (2008) analisaram o comportamento em tração após envelhecimento térmico com precipitação da fase σ . O envelhecimento revelou aumento na resistência à tração com redução concomitante no alongamento. As variações das propriedades de resistência à tração foram observadas, principalmente após 60 minutos de envelhecimento, no qual uma porcentagem considerável de alongamento foi perdida. O envelhecimento entre 700-900°C resultou na precipitação de fases intermetálicas, principalmente σ e γ_2 , dentro da ferrita. Tal evolução oferece modificação nas propriedades mecânicas quando comparada à amostra sem envelhecimento.

Analisando um aço inoxidável duplex com composição química diferente do UNS S31803, pode-se observar que ainda assim existe a precipitação de fases deletérias quando expostos a certas faixas de temperatura. Neste caso, Reis (2013) estudou a precipitação das fases σ e α' em um aço inoxidável duplex do tipo UNS S32304 submetido ao tratamento de envelhecimento. Foi constatado que o tratamento térmico realizado a 475°C (precipitação de fase α') conferiu ao material um acentuado aumento de limite de resistência à tração e apresentou uma redução na capacidade do material se deformar (ϵ) antes do colapso. Resultado, apesar de não ser de aço inoxidável duplex de mesma composição química, uma vez que o SAF 2304 possui baixa concentração de Mo, mostra que a família de aços inoxidáveis duplex são sensíveis à precipitação de fase α' . No que diz respeito aos resultados de tração para o aço do tipo SAF 2304 tratado a 850°C, não houve variação no limite de resistência à tração, mesmo após 50h de envelhecimento a 850°C. O pesquisador concluiu que durante o ensaio de tração a fase γ sofreu uma transformação por deformação, que levou a curva tensão x deformação do aço SAF 2304 envelhecido a 850°C à outro tipo de comportamento. Salientado que a presença de Mo contribui para a formação de fase σ , e para a consequente “fragilização” da liga.

Pelos resultados de ensaio de tração obtidos experimentalmente para as três condições, foi possível calcular o módulo de tenacidade do material. A tenacidade é a quantidade de energia absorvida por unidade de volume no ensaio de tração até a fratura, ou seja, a quantidade de energia que o material pode resistir, sem causar sua ruptura (é a área abaixo da curva $\sigma \times \epsilon$). Uma maneira de avaliar a tenacidade consiste em considerar a área total abaixo da curva tensão-deformação (GARCIA *et al.*, 2012). A área abaixo da curva foi calculada por meio da integral

pelo *software* Origin. A Figura 5.7 apresenta o gráfico de barras com os valores dos módulos de tenacidade calculada pelo *software*.

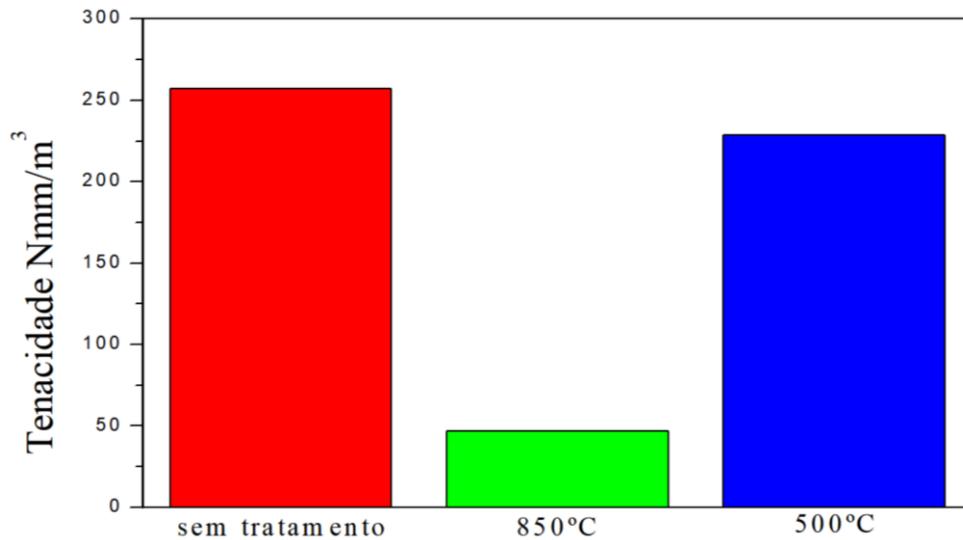


Figura 5.7 - Gráfico de barras representando os valores médios do módulo de tenacidade para as condições: sem tratamento; envelhecido a 500°C e 850°C; aço inoxidável duplex UNS S31803.

Com os resultados obtidos, pela Figura 5.7, pode-se observar a perda na tenacidade do material com os tratamentos isotérmicos de envelhecimento principalmente no que diz respeito ao envelhecimento a 850°C. O trabalho realizado por Tavares *et al.* (2010), comprova essa redução na tenacidade de um aço inoxidável UNS S31803 após tratamento de envelhecimento no qual precipitou fases indesejáveis. Foi concluído que o aumento no tempo de tratamento, promove aumento na porcentagem da precipitação da fase σ . Este tratamento de envelhecimento promove aumento da resistência mecânica. Os precipitados interagem com as discordâncias, dificultando sua movimentação. Apesar do aumento na resistência, a tenacidade diminui drasticamente, devido à queda na deformação, o que torna uma grande desvantagem (MAJ *et al.*, 2018).

O aço inoxidável duplex envelhecido a 500°C não apresentou variação significativa referente a tenacidade, apenas 8% aproximadamente (Figura 5.7) em relação à condição do estado de entrega. O aço envelhecido a 500°C apresentou limite de resistência com aumento de aproximadamente 34%, e o limite de escoamento um aumento de aproximadamente 32% (Tabela 5.1) comparado ao aço sem tratamento. Portanto, esse aumento nas tensões compensou a redução no alongamento (aproximadamente 34%) no cálculo da área do gráfico de tração (Figura 5.6). A deformação é considerada medida de ductilidade e formabilidade dos materiais.

O envelhecimento causa redução na deformação e aumento na tensão limite de resistência. A precipitação de fases, principalmente na fase ferrita, parece ser a principal responsável por esses resultados (Örnek *et al.*, 2017).

Reis (2013) observou que o aço inoxidável duplex UNS S32304, com baixa concentração de Mo, após envelhecimento a 850°C, apresentou maior capacidade de absorver energia mesmo para pouco tempo de exposição. Com 5 horas de tratamento a energia absorvida ao impacto foi consideravelmente maior. Este comportamento foi relacionado ao aumento da ductilidade da liga sem perda da resistência mecânica após a realização dos tratamentos térmicos. O pesquisador concluiu que, como o aço inoxidável duplex UNS S32304 não apresenta concentração significativa de Mo, não houve precipitação significativa da fase σ que leva a fragilização do aço. No envelhecimento a 475°C o aço inoxidável duplex UNS S32304, material de estudo de Reis (2013) apresentou redução significativa na capacidade de absorver energia. Os resultados encontrados pelo pesquisador indicam que o aço inoxidável duplex UNS S32304 analisado, é tão sensível à precipitação da fase α' quanto às ligas UNS S31803.

5.3 Ensaio de microdureza e indentação instrumentada

Os resultados obtidos com a microdureza Vickers e na indentação instrumentada serão analisados e discutidos a seguir de acordo com cada tratamento realizado. A Figura 5.8 apresenta os gráficos gerados pelo *software* de acordo com as cargas aplicadas, para as indentações realizadas na austenita. Como retratado anteriormente a carga estabelecida para a amostra sem tratamento foi de 50mN e para as amostras envelhecidas a 500°C e a 850°C foi de 25mN. Essa carga é estabelecida de acordo com o tamanho da indentação no grão. Como o grão do aço sem tratamento estava maior foi estabelecido uma carga de indentação maior, caso contrário poderia ter gerado vibrações excessivas no gráfico. Já os aços envelhecidos a 500°C e 850°C apresentavam grãos menores, sendo necessário reduzir a carga para garantir a estabilidade e confiabilidade do ensaio. A Figura 5.8 apresenta o gráfico gerado pelo software de acordo com as cargas aplicadas, para as indentações realizadas na austenita.

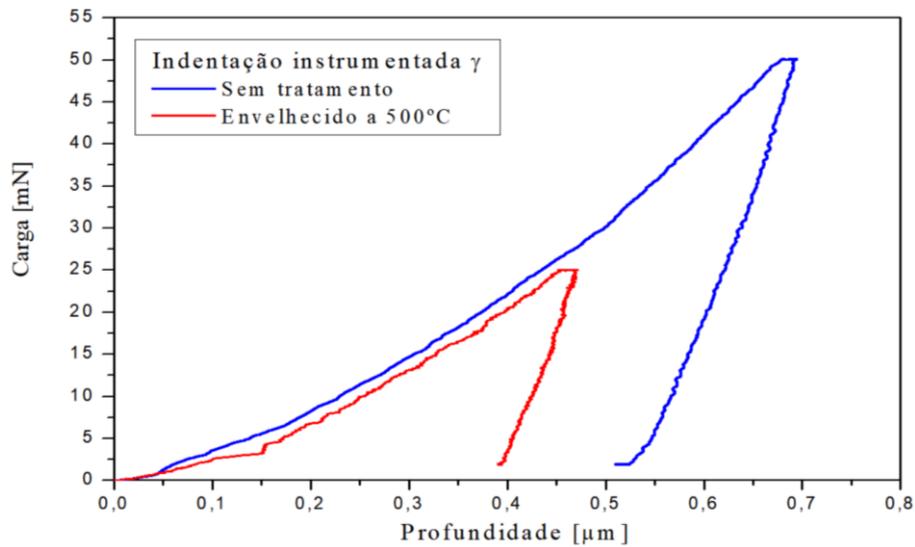


Figura 5.8 – Carga aplicada *versus* profundidade de penetração; indentação instrumentada para amostra sem tratamento e envelhecida a 500°C realizada na austenita; aço inoxidável duplex UNS S31803.

A ultra microdureza da austenita do aço envelhecido a 500°C apresenta o mesmo comportamento até a profundidade de 0,4μm. Como as cargas de ensaio foram diferentes, não é possível discutir os resultados de ultra microdureza para austenita com base apenas no gráfico da Figura 5.8, porém o gráfico ilustra as medidas realizadas. A Figura 5.9 apresenta o gráfico gerado pelo software de acordo com as cargas aplicadas, para as indentações realizadas na ferrita.

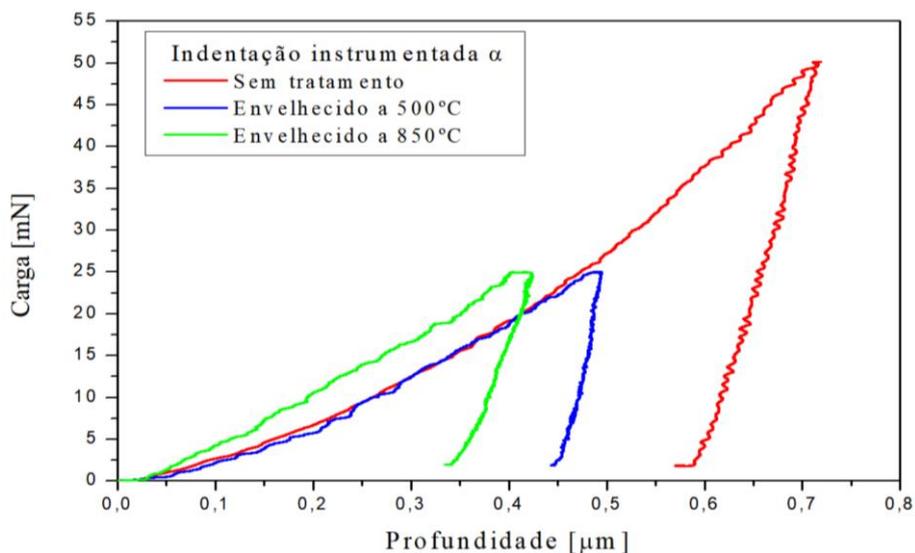


Figura 5.9 - Carga aplicada *versus* profundidade de penetração; indentação instrumentada para amostra sem tratamento e envelhecida a 500°C e 850°C realizada na ferrita; aço inoxidável duplex UNS S31803.

Como as cargas de ensaio foram diferentes, não é possível discutir os resultados de ultra microdureza com base apenas nos gráficos. Apesar de que o comportamento da indentação da ferrita para o aço envelhecido a 500°C está semelhante (até a profundidade de 0,4µm) comparado ao aço sem tratamento. No que diz respeito às amostras envelhecidas a 500°C e 850°C, pode-se observar que para uma mesma carga, a profundidade de indentação foram diferentes (Figura 5.9). A amostra envelhecida a 850°C apresentou menor profundidade de penetração do indentador na ferrita. Este fato evidencia um aumento na ultra microdureza da ferrita do aço envelhecido a 850°C comparado ao aço envelhecido a 500°C. A discussão referente aos resultados de microdureza e ultramicrodureza serão tratados nos itens a seguir.

5.3.1 Envelhecimento a 500°C - fase α'

Na Figura 5.10 tem-se o gráfico com a variação de microdureza Vickers para o material sem tratamento e tratado a 500°C. As medidas foram realizadas com carga de 100gf de modo que possibilitasse a indentação das duas fases.

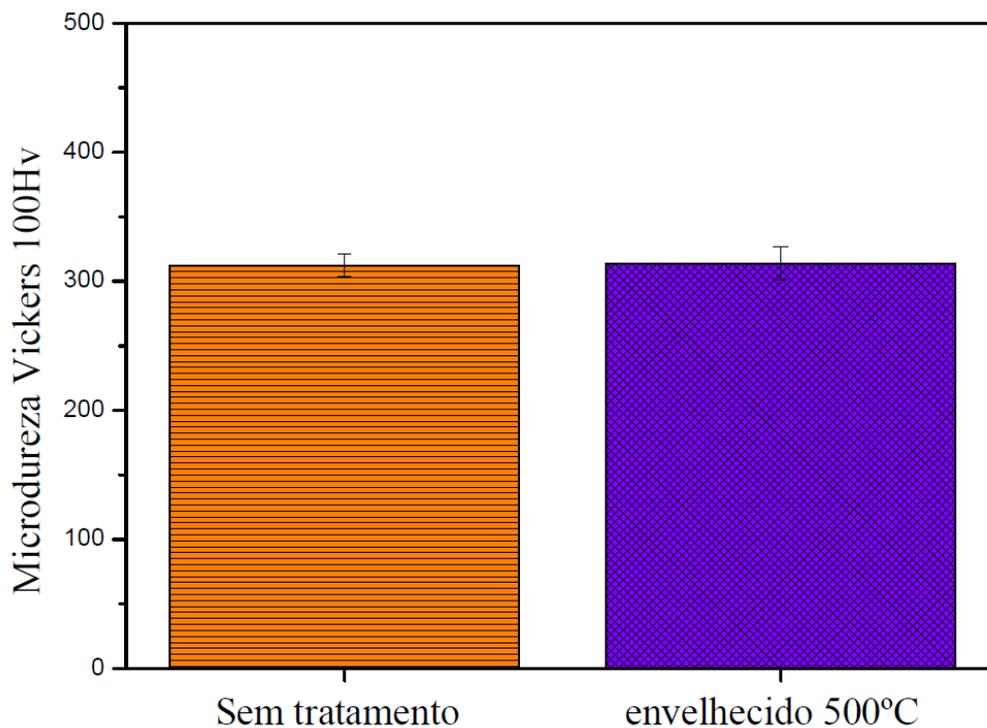


Figura 5.10 - Microdureza Vickers de um aço UNS S31803 nas condições sem tratamento e envelhecido a 500°C.

Como pode ser visto na Figura 5.10, o envelhecimento do aço a 500°C não mudou a sua microdureza em comparação com o aço na condição como recebido. Resultado semelhante foi constatado por Hättestrand *et al.* (2009). Em seu trabalhos foi estudado a decomposição da

ferrita no aço inoxidável duplex UNS S31803 trabalhado à frio e envelhecido à 500°C. Eles concluíram que o aumento da dureza causado pelo envelhecimento reflete na natureza das transformações de fases nos materiais. Foi observado um pequeno aumento da dureza do material envelhecido a 500°C. Esse resultado indica um mecanismo de separação de fases diferente para esta condição do material. Ao realizar microscopia eletrônica de transmissão no grão ferrítico do material, concluíram que a densidade de discordâncias no material foi relativamente baixa. Na faixa de temperatura de 500°C indica que a formação ($\alpha \rightarrow \alpha + \alpha'$) ocorre pelo mecanismo de nucleação e crescimento. Esse tipo de transformação não induz aumento de dureza. Eles acreditam que quando ocorre a decomposição “spinodal” comparada com nucleação e crescimento as partículas α' dão sinais mais claros de fragilização. Por isso o envelhecimento à 500°C promoveu baixo aumento na microdureza do material (Hättestrand *et al.*, 2009). Os resultados comparativos da indentação instrumentada realizada na amostra tratada a 500°C e sem tratamento estão no gráfico da Figura 5.11. A nomenclatura da ultra microdureza é “Hit” e sua medida se dá em GPa.

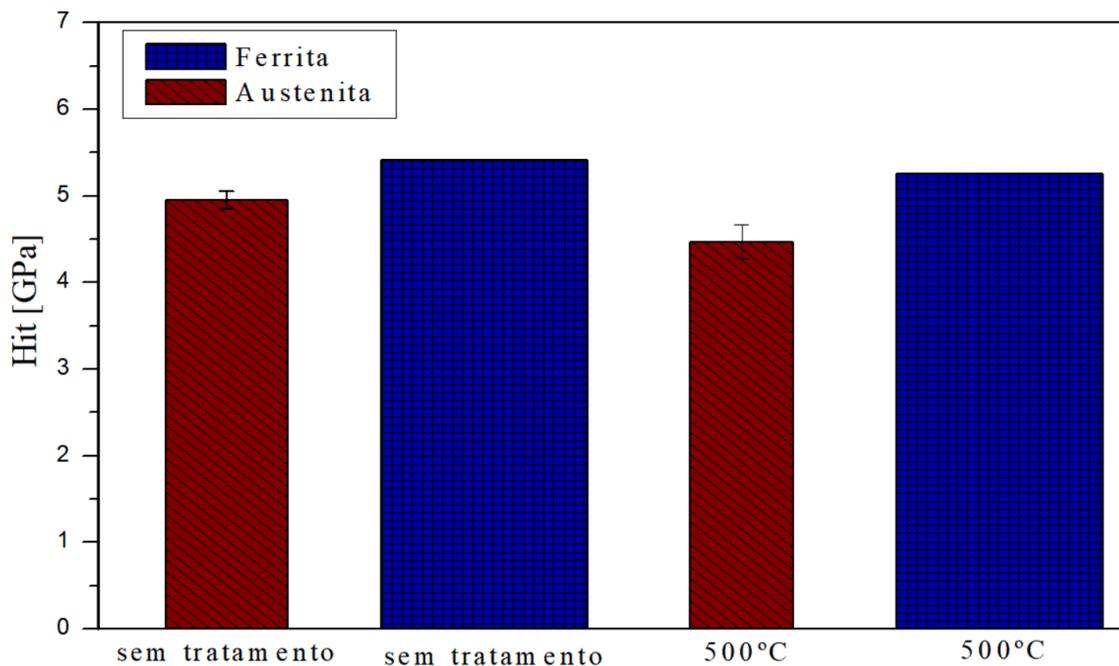


Figura 5.11 - Ultra microdureza (Hit) de ferrita e austenita para amostra sem tratamento e tratada à 500°C; aço inoxidável duplex UNS S31803.

O aço inoxidável duplex sem tratamento de envelhecimento apresenta valores de ultra microdureza para a γ maior que para a α . Esse resultado foi obtido por Lacerda *et al.* (2015 b) no qual estudaram a influência das frações de fases α/γ nas propriedades mecânicas do material.

Quando o aço inoxidável duplex UNS S31803 apresenta fração de fases iguais para α e γ , ou seja 50% de α e 50% de γ , a microdureza da γ é relativamente maior que a microdureza da α . Os resultados de fração de fases obtidos (Figura 5.4) correlacionados com os resultados de ultra microdureza, estão de acordo com estudos prévios.

Pelos resultados obtidos (Figura 5.11) é possível inferir que praticamente não houve variação da ultra microdureza na austenita. A pequena variação considerando o desvio padrão, leva a conclusão de que a ultra microdureza da austenita permanece a mesma após o tratamento de envelhecimento à 500°C. Estudos realizados por Weng *et al.* (2004), mostraram que na faixa de temperatura entre 475-500°C, a austenita não apresenta variação na microdureza, mesmo para longo tempo de envelhecimento.

Em relação à ferrita (Figura 5.11) (que não apresentou desvio padrão) não pode ser considerado que houve alteração na ultra microdureza da ferrita com o envelhecimento a 500°C comparado com o aço na condição sem tratamento. Os resultados de ultra microdureza obtidos (Figura 5.11), confirma que o mecanismo de precipitação da fase α' ocorreu por nucleação e crescimento, assim como proposto por Hättestrand *et al.* (2009). Os pesquisadores concluíram que só ocorre aumento acentuado na dureza da fase α , devido à presença da fase α' , quando o mecanismo de precipitação é por decomposição “spinodal”. Como o mecanismo de precipitação foi por nucleação e crescimento, o aumento da dureza não é observado de maneira tão significativa (HÄTTESTRAND *et al.*, 2009).

Reis (2013) em seu trabalho no qual submeteu o aço inoxidável duplex UNS S32304 ao envelhecimento térmico a 475°C observou aumento significativo na microdureza da ferrita, sendo que a austenita permaneceu praticamente inalterada. Estes dados confirmam que as alterações microestruturais devido a este tratamento térmico ocorrem somente na fase α . O expressivo aumento da microdureza da fase α devido ao envelhecimento a 475°C confirmam o mecanismo de precipitação da fase α' por decomposição “spinodal” da fase α . Porém o pesquisador reforça que caso essa precipitação ocorresse por nucleação e crescimento não seria observado variação na microdureza da fase α , e nem no que diz respeito a dureza global da liga. A Figura 5.12 apresenta as imagens das indentações, ilustrando que as mesmas foram realizadas dentro das respectivas fases.

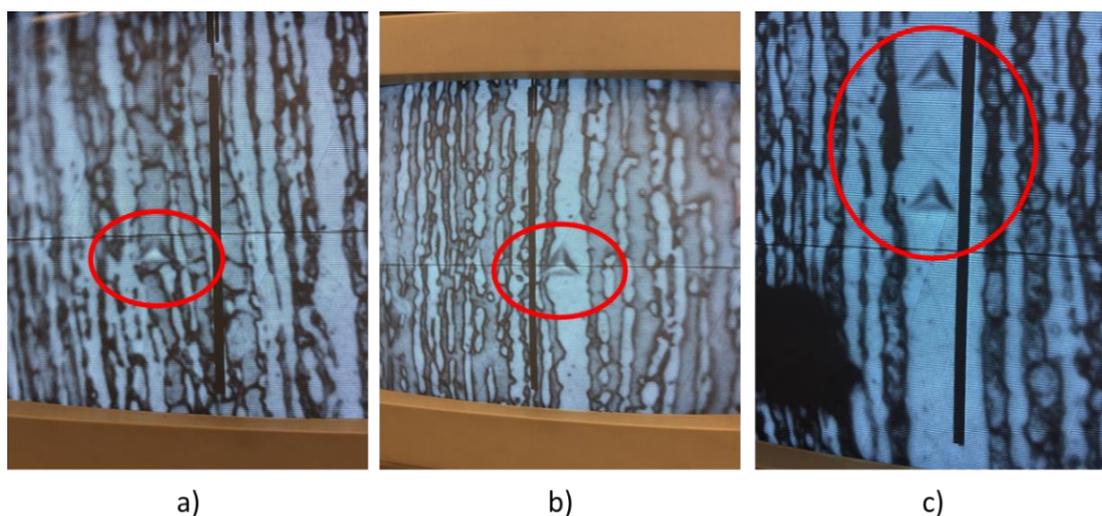


Figura 5.12 – Indentações de ultra microdureza realizadas nas fases: a) amostra sem tratamento (α); b) amostra sem tratamento (γ); c) amostra tratada a 500°C (γ); aço inoxidável duplex UNS S31803.

5.3.2 Fase σ

Os resultado de microdureza Vickers médio com carga de 100gf, para o aço na condição sem tratamento e envelhecido a 850°C apresenta-se na Figura 5.13.

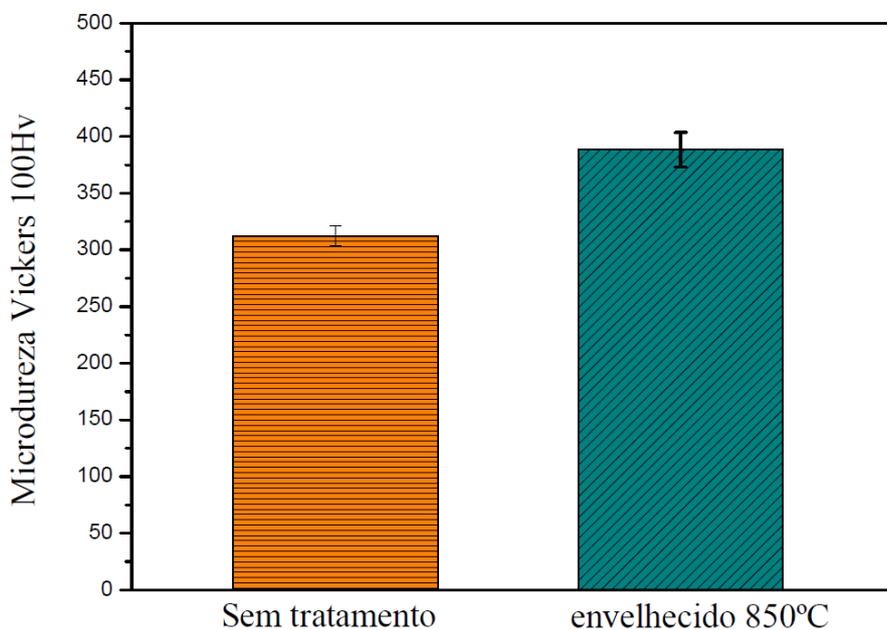


Figura 5.13 - Microdureza Vickers de um aço UNS S31803 nas condições sem tratamento e envelhecido a 850°C.

Pela Figura 5.13 observa-se um aumento significativo da microdureza do material submetido ao envelhecimento térmico à 850°C. Pesquisas realizadas anteriormente comprovam esse

comportamento, no qual conclui-se que o aumento da microdureza no aço inoxidável duplex UNS S31803 está fortemente ligada a porcentagem de fase σ formada (FARGAS *et al.*, 2009) (DEL ABRA-ARZOLA *et al.*, 2018).

O aumento da microdureza no envelhecimento isotérmico à 850°C é causado essencialmente pela presença das fases σ , γ_2 e outros eventuais precipitados. O aumento de microdureza está de acordo com a evolução da microestrutura, e a forma da fase σ . No trabalho realizado por Gosh e Mondal (2008) foi confirmado que a mudança microestrutural promovido pela fase σ , aumenta significativamente a dureza do aço, confirmando a relação da microestrutura com a dureza do aço. O tempo de envelhecimento também influencia na microdureza. Assim quanto maior o tempo de envelhecimento na temperatura que favorece a precipitação, maior a fração de fase precipitada e conseqüentemente maior a microdureza.

Em um trabalho realizado por MAJ *et al.* (2018) no qual realizaram tratamentos isotérmicos entre 400-800°C, foi observado que o aumento mais pronunciado na dureza foi devido a precipitação de σ . A fase σ é conhecida por precipitar nos contornos de grão e homogeneamente distribuídos na ferrita, sendo responsável pela fragilização do material. O aumento da dureza está associado a distribuição uniforme da fase σ no material. O surgimento da fase σ , depende da composição química e das condições termodinâmicas.

Em aços inoxidáveis duplex que não apresentam Mo em concentrações significativas, a tendência é não ocorrer a precipitação de fase σ . Neste caso, Reis (2013) observou que o aço UNS S32304 (0,26% de massa Mo) apresentou redução na dureza da liga logo nas primeiras horas de exposição à temperatura de 850°C. Foi concluído que a quantidade de fase σ formada foi insuficiente para aumentar a dureza da liga, e em contrapartida a precipitação de Cr_2N contribuiu para o amaciamento da liga, devido à difusão de N do interior dos grãos para as interfaces. Esse resultado encontrado pelo pesquisador para o aço inoxidável duplex UNS S32304 mostra que a precipitação de fase σ e conseqüentemente o aumento da dureza, está diretamente relacionado a presença de Mo na liga. Os resultados obtidos pela indentação instrumentada realizada na ferrita do aço envelhecido a 850°C e na condição sem tratamento são apresentados na Figura 5.14.

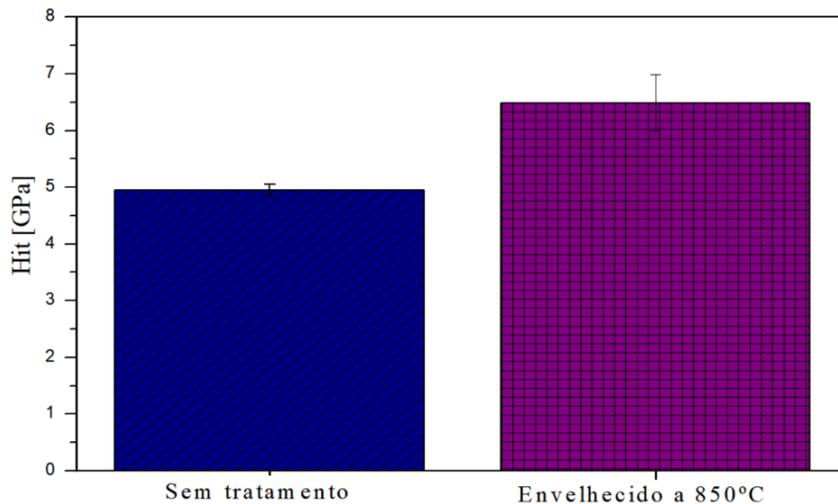


Figura 5.14 - Ultra microdureza (Hit) de ferrita para amostra sem tratamento e tratada à 850°C; aço inoxidável duplex UNS S31803.

O aumento da ultra microdureza no grão ferrítico (Figura 5.14) é o responsável pelo aumento da microdureza do aço inoxidável duplex UNS S31803 tratado termicamente à 850°C (Figura 5.13). A austenita tende a permanecer sem mudanças significativas na ultra microdureza, mesmo para longos tempos de envelhecimento térmico. Del Abra-Arzola *et al.* (2018) explicam que a precipitação da fase σ ocorre predominantemente pela difusão de Cr e Mo da ferrita. Dessa forma as influências dessa fase serão principalmente na ferrita. A densidade de fase σ precipitada é a principal causa do aumento na ultra microdureza da ferrita (GOSH e MONDAL, 2008). Como observado na literatura, não observa-se alteração na ultra microdureza da austenita, uma vez que a precipitação da fase σ influenciam apenas na ferrita que perde seus elementos estabilizadores. Dessa forma a impossibilidade de medir a ultra microdureza da austenita, devido ao tamanho do grão estar muito pequeno, não interfere nos resultados obtidos.

No que diz respeito à microdureza de um aço inoxidável duplex do tipo UNS S32304 exposto a 850°C, Reis (2013) observou que não houve precipitação significativa de fase σ e houve precipitação Cr_2N . Inicialmente, com a difusão de elementos de liga tanto da fase α , quanto da fase γ , houve uma redução na microdureza das fases α e γ que compõe a microestrutura do aço. Porém com a formação do precipitado de Cr_2N houve um pequeno aumento na microdureza tanto da α quando da γ . Mesmo com pouca precipitação de fase σ , o pesquisador realizou medições de nanodureza na fase σ formada, e observou que a nanodureza da fase σ é substancialmente maior comparada a nanodureza das fases α e γ . Este resultado mostra que, quanto maior a fração de fase σ formada, maior a tendência de aumento na dureza da liga (REIS,

2013). A Figura 5.15 apresenta a microestrutura da amostra tratada à 850°C com a indentação realizada na ferrita. Para título de comparação é possível observar que a austenita se encontra em tamanho menor que ao indentador de Berkovich. A indentação mostrada na Figura 5.15 é referente à fase ferrita.

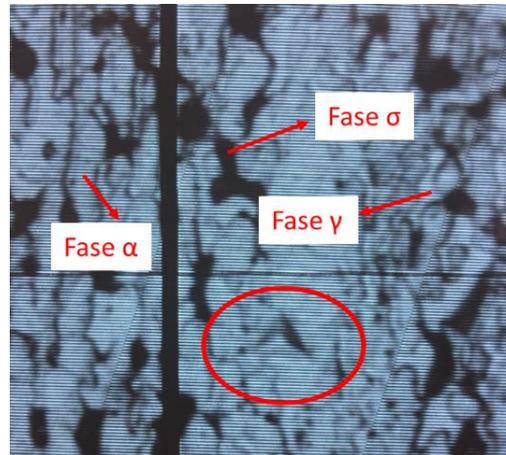


Figura 5.15 – Indentações de ultra microdureza realizadas na ferrita da amostra tratada à 850°C; aço inoxidável duplex UNS S31803; destaca-se na elipse a indentação e identifica-se as respectivas fases.

5.4 Ensaio de Fadiga

Na Figura 5.16 são apresentados os resultados de ensaios de fadiga realizados em um aço UNS S31803 nas três condições do estudo: estado de entrega, envelhecido a 500°C e 850°C na região de alto ciclo.

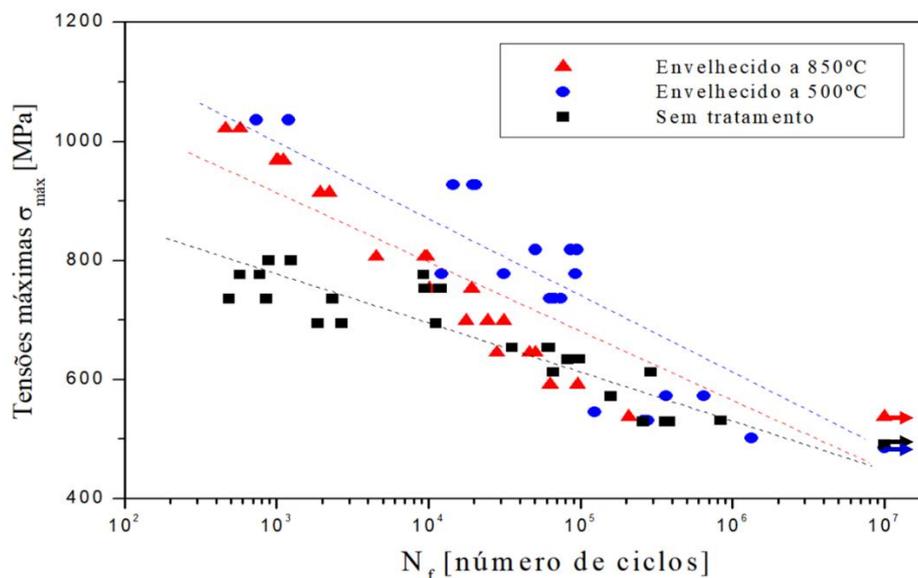


Figura 5.16 - Curva de fadiga de um aço inoxidável duplex UNS S31803 nas condições sem tratamento e envelhecido a 500°C e 850°C.

Estudos realizados por Lacerda *et al.* (2015b) mostram que o limite de fadiga para um aço inoxidável duplex UNS S31803 na condição recozida a 1060°C (sem tratamento) foi de aproximadamente 520MPa. Este resultado obtido pelos pesquisadores foi utilizado no gráfico à título de comparação.

Os envelhecimentos térmicos tanto a 500°C quanto a 850°C tiveram grande influência no comportamento em fadiga comparado com o mesmo aço sem tratamento. Como visto na Figura 5.16 na região de baixo ciclo (10^2 - 10^4), os materiais envelhecidos a 500°C e a 850°C apresentaram melhor comportamento comparado ao material sem tratamento. Como aço em ambas as condições de envelhecimento (500°C e 850°C) apresentou aumento no limite de resistência à tração (Figura 5.6), esse comportamento é compatível com o melhor resultado de resistência à fadiga na região de baixo ciclo. No entanto, na região de alto ciclo (10^4 - 10^6), o aço envelhecido a 500°C apresentou o melhor comportamento comparado com o aço nas condições de como recebido e envelhecido a 850°C (Figura 5.16). Esse melhor resultado pode ser atribuído à maior resistência mecânica à tração (Figura 5.6), comparado ao aço como recebido e à alta tenacidade comparada com o material envelhecido a 850°C (Figura 5.7).

Krupp e Alvarez-Armas (2014) observaram que no regime de baixo ciclo a austenita do aço inoxidável duplex sem tratamento, apresenta distribuição homogênea das marcas de deslizamento planas, enquanto a ferrita apresenta primeiras linhas de deslizamento, que se transformam em bandas de deslizamento e em consequentes pontos de nucleação de trincas durante o ciclo de fadiga. De acordo com Llanes *et al.*, (1997) e Mateo *et al.*, (2003) nos aços inoxidáveis duplex os contornos de fase atuam como barreiras microestruturais na propagação de trincas pequenas. Para o aço inoxidável duplex a falha está associada a presença de bandas de deslizamento com presença de pronunciadas intrusões e extrusões na matriz ferrítica. Em níveis de tensão acima do limite de fadiga, a ferrita é a fase dominante em termos de deformação plástica. Então, pode ser estabelecido que a matriz ferrítica controla o comportamento da vida em fadiga. Llanes *et al.*, (1997) sugere ainda uma correlação no qual as pequenas trincas nucleadas na austenita não podem superar os contornos de fase α e γ . Assim concluem que o fortalecimento da austenita, é a maneira mais efetiva para aumentar a resistência à fadiga dentro do regime de alto ciclo (LLANES *et al.*, 1997) (MATEO *et al.*, 2003).

Marinelli *et al.* (2013) estudaram o efeito da fragilização à 475°C de um aço inoxidável duplex do tipo UNS S31803, no limite de fadiga e no regime de alto ciclo de fadiga. No aço inoxidável

duplex após o envelhecimento, foi observado que as primeiras marcas de deslizamento apareceram principalmente na austenita antes de atingir os primeiros 1000 ciclos. À medida que o número ciclo aumentaram, as bandas de deslizamento na austenita se intensificaram e algumas se propagaram para os grãos ferríticos vizinhos ou permanecem presas nos contornos de grãos. Portanto, no aço inoxidável duplex envelhecido, as microtrincas geralmente nucleiam nos contornos de grão α/γ e depois se propagam ao longo das bandas de deslizamento formadas sucessivamente nos grãos austeníticos e ferríticos. Além disso, as microtrincas também podem nuclear nas bandas de deslizamento da austenita e nos contornos α/α , mas foram observadas com menos frequência.

Krupp *et al.*, (2016) e Krupp e Alvarez-Armas (2014) estudaram um aço inoxidável duplex envelhecido a 475°C. Após o envelhecimento térmico, foi observado aumento na resistência à fadiga na vida infinita, e maior sensibilidade a propagação de trinca por fadiga na região de alto ciclo. Esse comportamento foi provocado pela “fragilização” causada pela precipitação da fase α' . A presença dos precipitados de α' modificou o mecanismo de nucleação de trincas. As bandas de deslizamentos surgiram na austenita, e as microtrincas nuclearam nos contornos das fases α e γ e propagaram ao longo das bandas de deslizamento formadas.

No trabalho realizado por Reis (2013) no qual estudou o comportamento em fadiga de um aço inoxidável duplex UNS S32304 submetido ao envelhecimento a 475°C foi constatado um aumento significativo na resistência mecânica e na dureza da liga devido a precipitação da fase α' por decomposição “spinodal”. Esses fatores influenciaram o comportamento em fadiga. Após o envelhecimento a 475°C houve um aumento significativo no limite de resistência a tração, como consequência, a resistência a fadiga tanto em baixo ciclo quanto em alto ciclo aumentou, quase que proporcionalmente. Observou-se também uma relação de proporcionalidade entre a dureza global da liga e a microdureza da fase α com a resistência à fadiga, de tal forma que o aumento na dureza refletiu no aumento da resistência à fadiga. Este comportamento se deve ao fato da resistência mecânica que a liga oferece à deformação plástica reflete diretamente na formação ou não de locais favoráveis à nucleação de trinca por fadiga. Portanto o aumento na dureza causado pela decomposição “spinodal” tende a aumentar o limite de resistência à fadiga. O envelhecimento a 500°C mostrou que a fase α' surgiu por nucleação e crescimento (Hättestrand *et al.*, 2009), que não provocou aumento significativo na dureza do aço. Porém ainda assim observa-se que o comportamento em fadiga (Figura 5.16) foi melhor após a precipitação da fase α' .

No que diz respeito ao envelhecimento a 850°C, a precipitação da fase σ provavelmente foi a principal causa da do comportamento em fadiga apresentado pelo aço inoxidável duplex envelhecido (Figura 5.16). Esse comportamento é explicado também por Lopes (2006). Em seu trabalho, ele concluiu que a precipitação de fase σ torna o material mais sensível a propagação de trincas, de tal forma que quanto maior a fração de fase precipitada, maior a tendência de ocorrer a propagação de trincas. As características microestruturais impostas ao material pela formação de fases, levam a “fragilização” do material, diminuem a sua tenacidade (Figura 5.7), e elevam a taxa de propagação de trincas. À medida que a fração volumétrica das fases fragilizantes aumentam, mais regiões do material fragilizarão e, conseqüentemente, maior será a propagação de trincas. Isso explica o pior comportamento obtido na região de alto ciclo pelo aço envelhecido a 850°C.

De acordo como os resultados de fadiga apresentados na Figura 5.16 o envelhecimento térmico a 850°C melhorou consideravelmente o comportamento em fadiga do aço tanto no baixo ciclo como em vida infinita (limite de fadiga). As partículas da segunda fase são uma boa fonte de discordâncias devido à presença de uma descontinuidade elástica na interface matriz-partícula. As fontes de discordâncias que atuam nas pontas de trincas ou perto delas, podem portanto, influenciar a propagação da trinca (BRUEMMER *et al.*, 1987). Esse comportamento é explicado por Stevens (1999) que conclui em seu trabalho que em baixas tensões (vida infinita) os precipitados atuaram como fonte de nucleação de discordâncias. Essas discordâncias causam o embotamento da trinca, dificultando sua propagação (Figura 5.16).

A fase σ desempenha um importante papel no que diz respeito ao aumento de resistência à fadiga. Reis (2013) observou que no envelhecimento a 850°C de um aço inoxidável duplex UNS S32304 (baixa concentração de Mo), a presença da fase σ foi em quantidade tão pequena que não aumentou a dureza da liga, logo não se caracterizou como um mecanismo que poderia aumentar a resistência à fadiga. As fases α e γ do aço se tornaram mais suscetíveis à deformação plástica. Esta condição implicou em maior facilidade de formação de sítios de nucleação de trincas, portanto, menor resistência à fadiga. Além do mais, a baixa fração de fase σ formada, não contribuiu para o aumento no limite de resistência à tração, porém a fase σ apresentou um comportamento frágil, fato que pode ter contribuído na formação de concentradores de tensões que, impactaram com a redução da resistência à fadiga em baixo ciclo (vida infinita).

Os resultados obtidos com os ensaios de fadiga realizados em um aço inoxidável duplex UNS S31803 sem tratamento e envelhecido a 500°C e 850°C mostram que a resistência à fadiga do material na região de baixo ciclo está diretamente ligada ao limite de resistência à tração. Sendo que nas regiões de alto ciclo e vida infinita a resistência à fadiga tem correlação direta com a ductilidade do material (Figura 5.7), a microdureza (Figura 5.10 e 5.13) e a ultra microdureza da ferrita. A relação de ductilidade e resistência a fadiga se dá que, o aço com menor deformação (menor ductilidade), ficou mais duro, este evento implicou no aumento da resistência a fadiga, uma vez que concentradores de tensão onde as microtrincas nucleiam na superfície, surgem com menor facilidade (REIS, 2013).

Nas Figuras 5.17-5.19 apresentam-se os resultados das curvas de Wöhler de isoprobabilidade correspondentes às confiabilidades estatísticas indicadas. As curvas foram obtidas por tratamento estatístico e por regressão linear a partir dos resultados experimentais obtidos nos ensaios de fadiga. Esta forma de apresentação de resultados de fadiga está de acordo com o sugerido pela Norma ASTM E739 (2010).

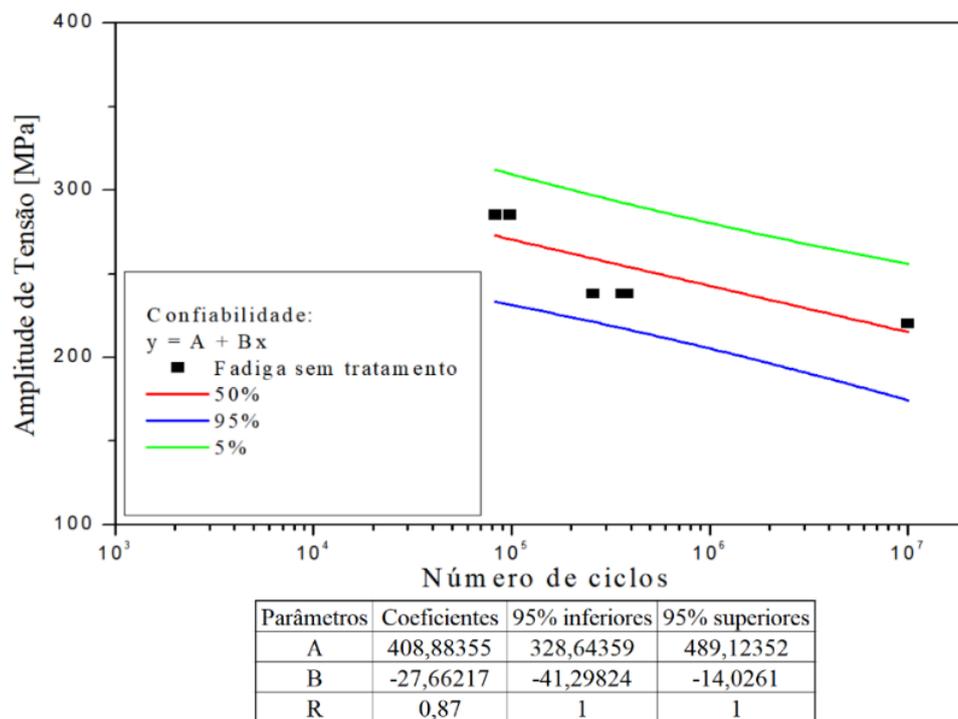


Figura 5.17 - Curvas de isoprobabilidade de Wöhler, com controle de tensão, de um aço UNS31803 sem tratamento. Temperatura ambiente; 30Hz; R = 0,1.

De acordo com os resultados apresentados na Figura 5.17 de um aço UNS S31803 sem tratamento apresentou vida infinita em fadiga em valores de amplitude de tensão que variam de aproximadamente 173-257MPa. Esses valores correspondem a confiabilidade de 95% e 5% de chance de um aço inoxidável duplex UNS S31803 apresentar as respectivas tensões de vida infinita. Nas Figuras 5.18 apresentam-se as curvas de Wöhler de isoprobabilidade correspondentes ao aço inoxidável duplex UNS S31803 envelhecido a 500°C.

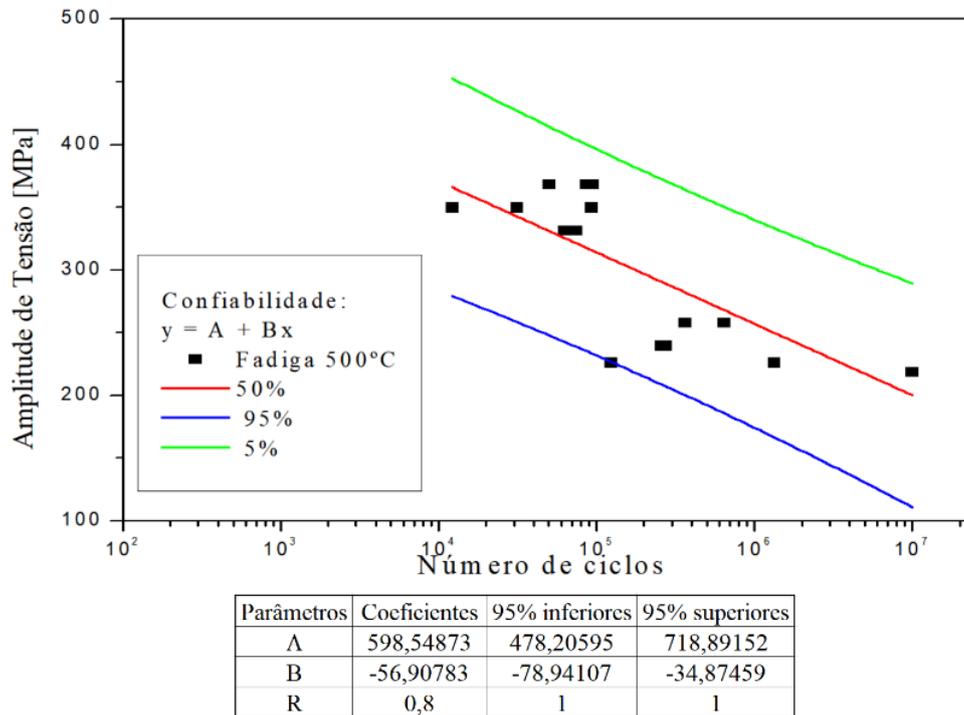


Figura 5.18 - Curvas de isoprobabilidade de Wöhler, com controle de tensão, de um aço UNS S31803 envelhecido a 500°C. Temperatura ambiente; 30Hz; R = 0,1.

De acordo com os resultados apresentados na Figura 5.18 de um aço UNS S31803 envelhecido a 500°C vida infinita em fadiga em valores de amplitude de tensão que variam de aproximadamente 110-288MPa. Esses valores correspondem a confiabilidade de 95% e 5% de chance de um aço inoxidável duplex UNS S31803 submetido ao envelhecimento a 500°C apresentar as respectivas tensões de vida infinita. O aumento evidente da inclinação negativa para os aços na condição envelhecidos a 500°C revelam maior sensibilidade de resistência à fadiga com aumento de número de ciclos no intervalo observado, principalmente na região de 10^7 , ao comparar as condições sem tratamento (Figura 5.17) e envelhecido a 850°C (Figura 5.19) (LACERDA, 2015b). Nas Figuras 5.20 apresentam-se as curvas de Wöhler de isoprobabilidade correspondentes ao aço inoxidável duplex UNS S31803 envelhecido a 850°C.

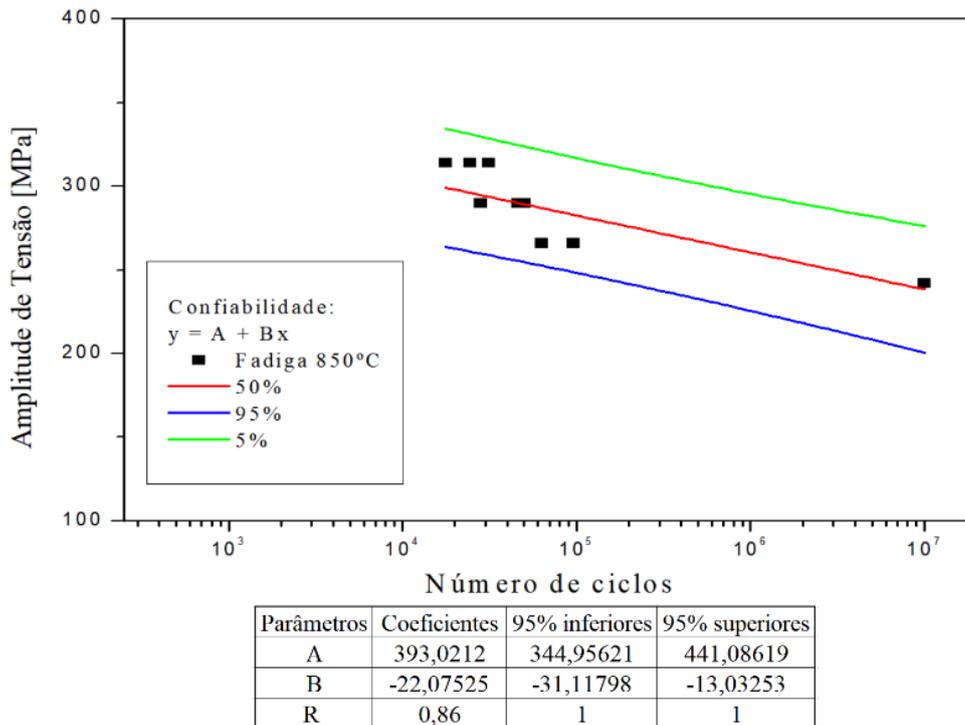


Figura 5.19 - Curvas de isoprobabilidade de Wöhler, com controle de tensão, de um aço UNS S31803 envelhecido a 850°C. Temperatura ambiente; 30Hz; R = 0,1.

De acordo com os resultados apresentados na Figura 5.19 de aço UNS S31803 envelhecido a 850°C vida infinita em fadiga em valores de amplitude de tensão que variam de aproximadamente 201-277MPa. Esses valores correspondem a confiabilidade de 95% e 5% de chance de um aço inoxidável duplex UNS S31803 submetido ao envelhecimento a 850°C apresentar as respectivas tensões de vida infinita. Os resultados de confiança a 95% de chance do material apresentar vida infinita à tensão de 201MPa evidencia a melhora no comportamento em fadiga em vida infinita apresentada pelo aço envelhecido a 850°C. As curvas são consideradas aceitáveis no que diz respeito a confiabilidade estatística, uma vez que os índices de correlação linear foram na faixa de 0,8 e apresentaram um valor próximo de 1.

5.5 Análises Fractográficas

Os resultados e discussão referentes às fraturas nos corpos de prova de ensaios de tração e nos de ensaios de fadiga serão discutidas a seguir.

5.5.1 Fratura por tração

As fraturas resultantes dos ensaios de tração foram analisadas para amostras tratadas termicamente a 500°C e 850°C e para amostras sem tratamento. A Figura 5.20 apresenta uma fratura do material sem tratamento.

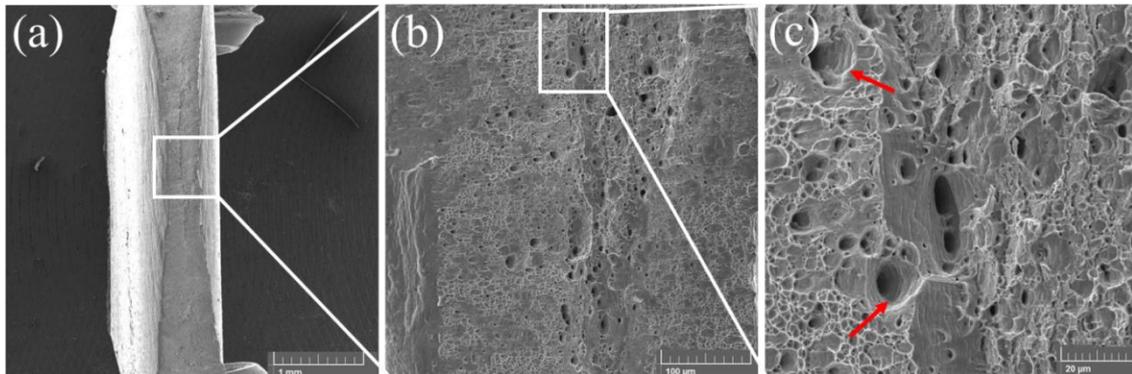


Figura 5.20 - Corpo de prova ensaiado em tração; aço inoxidável duplex UNS S31803; amostra sem tratamento a) 50X; b) 500X; c) 2000X. MEV.

A fratura ilustrada pela Figura 5.20 apresenta o aspecto de fratura dúctil, com a presença de microcavidades. Essas microcavidades nucleiam-se em regiões de deformação localizada, região de estricção (Figura 5.20a). À medida que a deformação ou estricção aumenta, essas microcavidades coalescem e eventualmente formam uma superfície de fratura contínua. Esse tipo de fratura apresenta diversos alvéolos, apontados por setas na Figura 5.20c. Dependendo da microestrutura, plasticidade do material e tipo de carregamento, os alvéolos podem ser profundos e em formato axial e alongado. (ASM, 1987). A Figura 5.21 apresenta a fratura da amostra envelhecida à 500°C após realização do ensaio de tração.

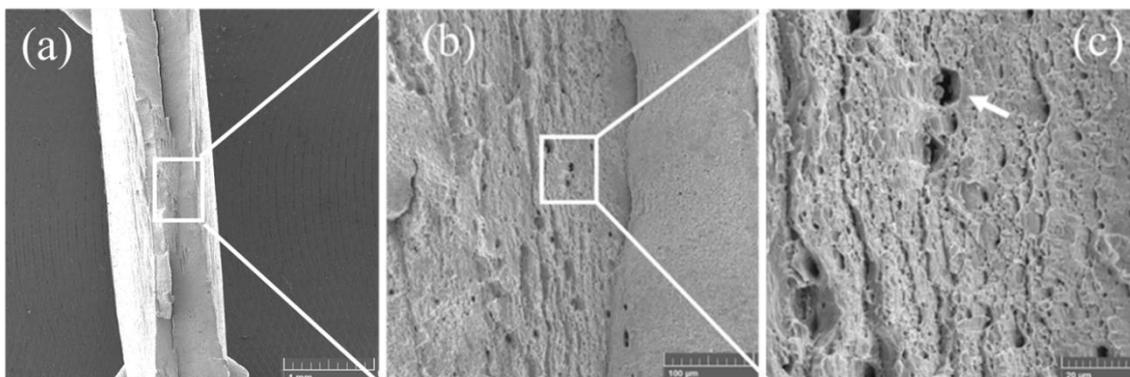


Figura 5.21 - Fratura por tração em corpo de prova envelhecido a 500°C por 144 horas e 30 minutos a) 50X; b) 500X; c) 2000X. MEV.

Pela Figura 5.21a pode-se observar uma fratura com aspecto dúctil pela presença de alvéolos (Figura 5.21 b,c) e zona de estrição (Figura 5.21a). Os alvéolos estão assinalados pela seta branca (Figura 5.23c). Analisando os resultados obtidos nos ensaios de tração é possível confirmar a redução na deformação (ϵ), que foi de 33% para 22% (Figura 5.6). Apesar da fratura apresentar um aspecto dúctil, salienta-se os sinais apresentados pela precipitação de α' . A Figura 5.22 apresenta imagens geradas pelo MEV das fraturas nas amostras envelhecidas termicamente à 850°C por 80 minutos.

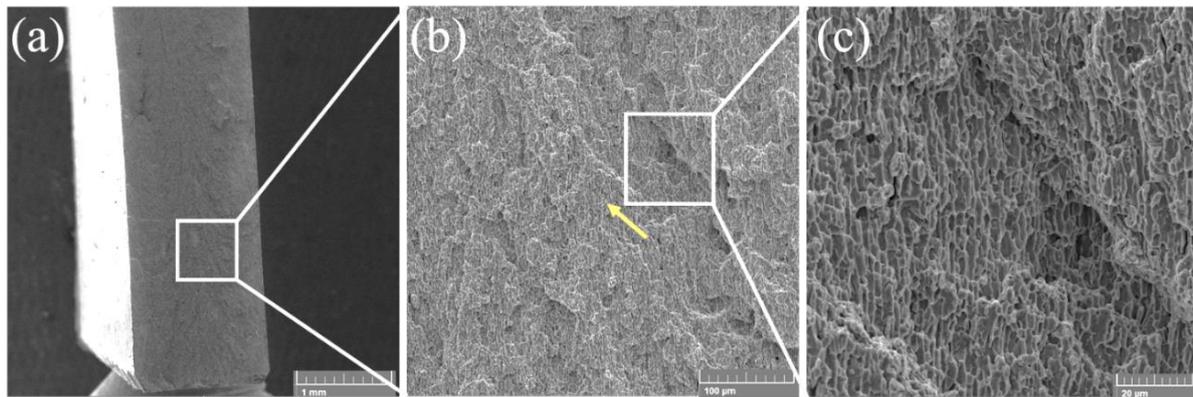


Figura 5.22 - Corpo de prova ensaiado em tração; aço inoxidável duplex UNS S31803; amostra envelhecida à 850°C por 80 minutos a) 50X; b) 500X; c) 2000X. MEV.

A Figura 5.22 apresenta a fratura de um corpo de prova tratado à 850°C com aspectos característicos de fratura frágil, macroscopicamente a fratura está plana. A Figura 5.22c indica presença de facetas de clivagem. As amostras de CPs não apresentam zona de estrição. A presença da fase σ é acompanhada da perda da ductilidade que leva a um comportamento frágil. Fargas *et al.* (2009) constataram em seus trabalhos que além da quantidade de fases intermetálicas precipitadas, sua morfologia é de grande importância. As partículas de fase σ contribuem para nucleação de trincas, que são provavelmente o ponto de partida à fratura frágil.

No trabalho realizado por Reis (2013), em um aço inoxidável duplex UNS S32304, a fratura no corpo de prova envelhecido a 850°C por 50 horas, não apresentou evidências de fratura frágil. Houve a formação de alguns alvéolos e a fratura teve um aspecto dúctil. Isso indica que a presença de Mo aumenta a fração de fase σ no material, deixando sinais mais claros de perda de tenacidade como apresentado pela Figura 5.7.

5.5.2 Fratura por fadiga

As fraturas resultantes dos ensaios de fadiga foram analisadas em amostras tratadas termicamente a 500°C e 850° e para amostras sem tratamento. As foram amostras ensaiadas na faixa de 60% do σ_{uts} , e que apresentaram 10^4 - 10^5 ciclos em fadiga. A Figura 5.23 apresenta um CP sem tratamento fraturado por fadiga.

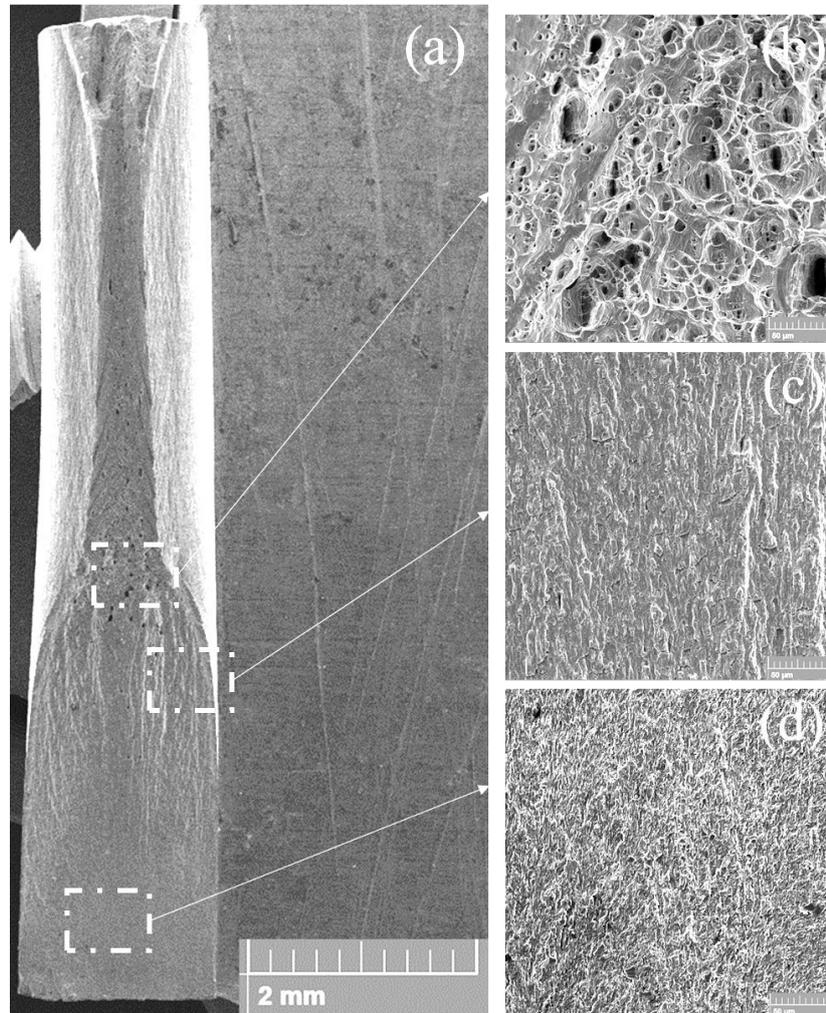


Figura 5.23 – Fratura por fadiga de um CP sem tratamento. a) 30X; b) 1000X; c) 1000X; d) 1000X. MEV; aço inoxidável duplex UNS S31803.

Pela Figura 5.23 é possível identificar a região de fadiga e o sentido de propagação da fratura (Figura 5.23d), bem como a região de fratura final por tração. A região de fratura final (Figura 5.23b) apresenta o mesmo aspecto da fratura por tração (Figura 5.20), a fratura final apresenta região de estricção, bem como a presença de alvéolos, mostrando o aspecto dúctil da fratura final (LACERDA *et al.* 2015 b) (JIMÉNEZ *et al.*, 2017).

Na Figura 5.23a pode-se observar, ainda, a região de iniciação da trinca, que ocorreu na extremidade da superfície do material. Na Figura 5.23d apresenta-se a fratura típica de fadiga

com um aspecto “facetado” de fratura plana. Este aspecto pode ser associado à região de estágio I de propagação de trinca por fadiga (LACERDA *et al.* 2015 b). Na Figura 5.23c tem-se a região de transição (superfície “amassada”) entre propagação da trinca por fadiga e fratura final por tração. A fratura final ocorre quando o material não suporta mais as trincas provenientes da fadiga, ou seja quando atingiram tamanho crítico, e entra em colapso por tração. A Figura 5.24 apresenta amostra envelhecida a 500°C, CP fraturada por fadiga.

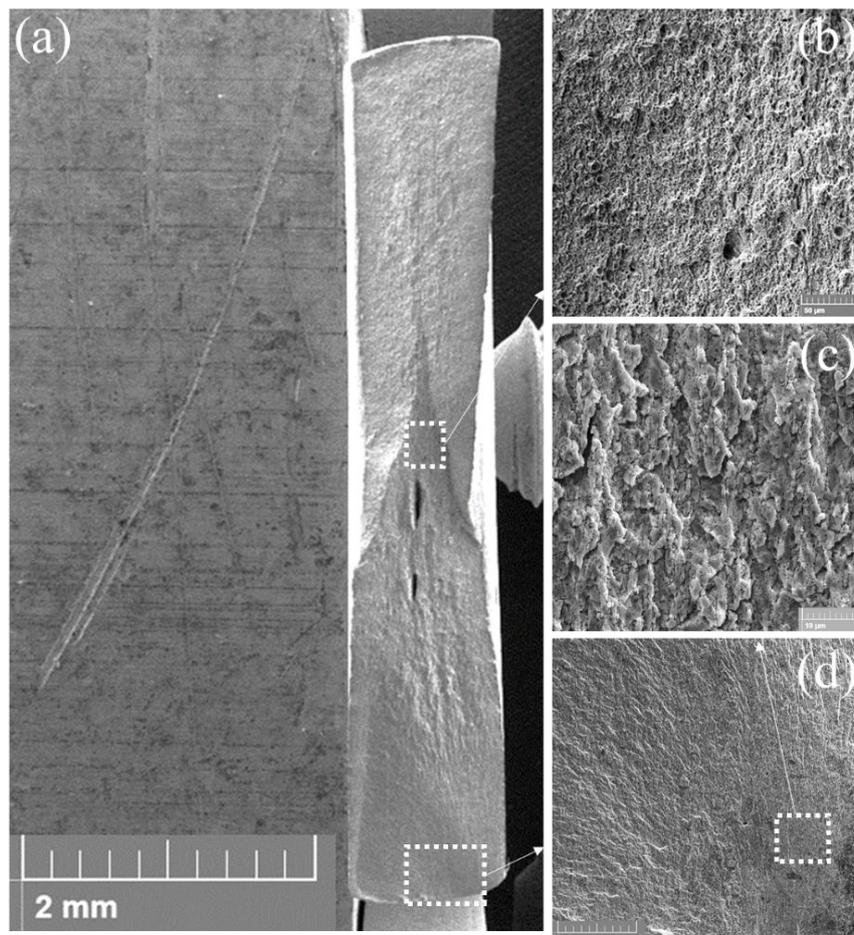


Figura 5.24 – Fratura por fadiga de um CP envelhecido a 500°C. a) 35X; b) 1000X; c) 5000X; d) 350X. MEV; aço inoxidável duplex UNS S31803.

Pela Figura 5.24d pode-se identificar o local de iniciação da trinca por fadiga na extremidade do corpo de prova. Essa iniciação se deu tanto na extremidade superior, quanto na inferior (Figura 5.24d) do corpo de prova. Essa situação não foi recorrente em todos os corpos de prova, tendo ocorrido apenas em alguns, dessa forma fratura catastrófica final, se deu na região central do CP (Figura 5.24b)

Seguido da iniciação, na Figura 5.24c apresenta-se a fratura plana, característica das fraturas por fadiga. No centro da fratura 5.24a apresenta-se a região de fratura final. A fratura apresentou

aspecto dúctil como na região de estrição, porém, sendo ela visivelmente menor comparado ao aço sem tratamento (Figura 5.23a). Na Figura 5.24b é possível analisar a fratura final, com presença de alguns alvéolos, evidenciando um aspecto dúctil da fratura final. A Figura 5.25 apresenta o corpo de prova envelhecido a 850°C e fraturado por fadiga.

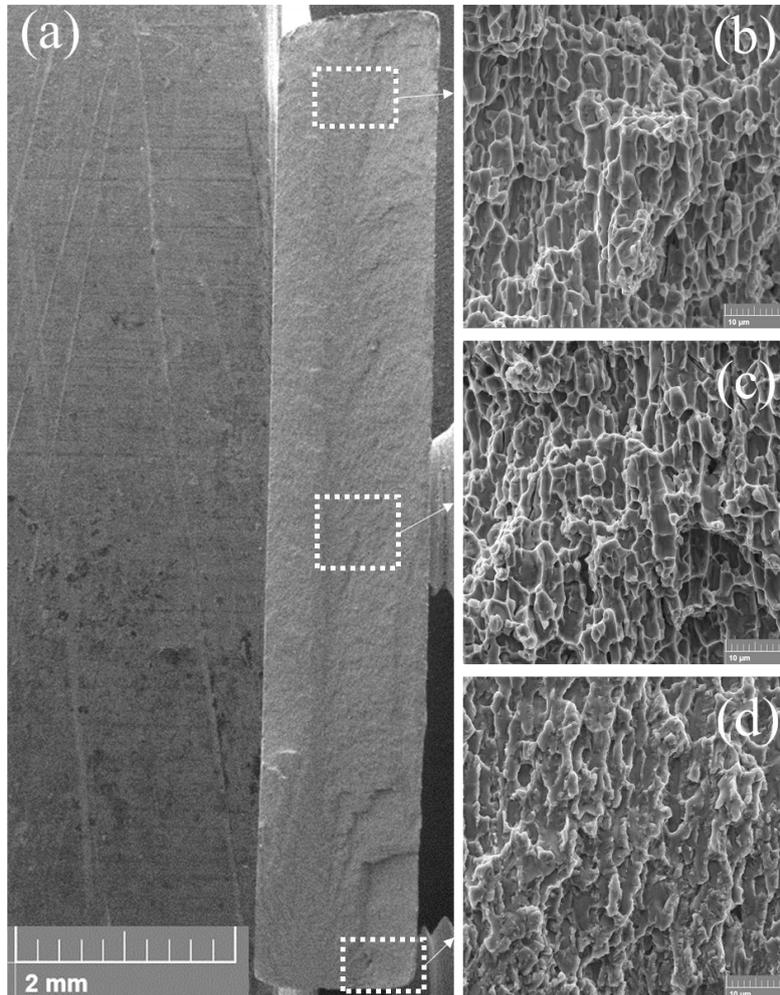


Figura 5.25 - Fratura por fadiga de um CP envelhecido a 850°C. a) 29X; b) 5000X; c) 5000X; d) 5000X. MEV; aço inoxidável duplex UNS S31803. Fratura por fadiga amostra envelhecida a 850°C. MEV.

Pela fratura apresentada na Figura 5.25a pode-se observar uma região de fratura por fadiga significativamente menor comparado ao aço sem tratamento e envelhecido a 500°C. Porém a nucleação foi identificada na extremidade inferior do corpo de prova. A Figura 5.25d apresenta a fratura plana, superfície deformada plasticamente, caracterizando a região de fadiga. As Figuras 5.25b 5.25c apresentam a região de fratura final com aspecto frágil, apresentando marcas de sargento (Figura 5.25a). A grande região com aspecto frágil, comparada ao aço sem tratamento (Figura 5.23), indica os sinais de fragilização impostos ao material devido à precipitação de fase σ .

6. CONCLUSÕES

A partir dos resultados e discussão quanto à influência das precipitações de fases α' e σ sobre as propriedades mecânicas e microestruturais de um aço inoxidável duplex UNS S31803 foi possível chegar às seguintes conclusões:

- O aço envelhecido a 850°C apresentou a precipitação da fase σ homogeneamente distribuída na microestrutura que resultou em redução na fração de ferrita;
- Devido à precipitação da σ o aço envelhecido a 850°C apresentou aumento da resistência mecânica, na dureza, na resistência à fadiga, com sinais evidentes de “fragilização”;
- Com a precipitação de fase σ nos contornos de grão ferríticos, a ferrita de um aço envelhecido a 850°C apresentou aumento significativo na ultra microdureza;
- A “fragilização” causada pela precipitação da fase σ promoveu fratura com aspecto frágil na tração;
- A precipitação da fase α' ocorreu pelo mecanismo de nucleação e crescimento devido ao envelhecimento a 500°C;
- A ultra microdureza da ferrita e austenita de um aço envelhecido a 500°C não apresentou variação significativa, uma vez que a precipitação da fase α' ocorreu por nucleação e crescimento;
- A fase α' no aço envelhecido a 500°C aumentou no limite de resistência à tração e o melhorou o comportamento em fadiga na região de alto ciclo, bem como na vida infinita;
- Não houve sinais de fragilização em CP de um do aço envelhecido a 500°C que apresentou aspecto dúctil na fratura por tração, e na fratura final por fadiga.
- A precipitação das fases σ e α' é benéfica uma vez que houve melhora na resistência mecânica de um aço inoxidável duplex UNS S31803 envelhecido termicamente.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como proposta de futuros trabalhos com influência da precipitação de fases σ e α' no aço inoxidável duplex UNS S31803 sugere-se:

- Avaliar os efeitos da precipitação das fases σ e α' no comportamento em corrosão;
- Avaliar a precipitação das fases σ e α' na propagação de trincas por fadiga;
- Investigar comportamento fadiga-corrosão das amostras com precipitação de fases σ e α' ;

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVAREZ-ARMAS, I.; DEGALLAIX-MOREUIL, S. Duplex Stainless Steels. 1ª ed. London: Iste Ltd. 2009.

ASM International handbook comitee. ASM Handbook: Fractography. v.12. USA. 1987.

ASM. Fatigue and fracture. Vol. 19. ASM International. 1996.

ASTM E1823 – 13. Standard terminology relating to fatigue and fracture testing. 2013.

ASTM E2546-15. Standard Practice for Instrumented Indentation Testing. 2015.

ASTM E3- 11. Standard guide for preparation of metallographic specimens. 2011.

ASTM E407-07. Standard practice for microetching metals and alloys. 2007.

ASTM E466 – 15. Standard practice for conducting force controlled constant amplitude axial fatigue tests of metallic materials. 2015.

ASTM E8/E8M –16a. Standard test methods for tension testing of metallic materials. 2016.

ASTM E92-17. Standard test methods for vickers hardness and knoop hardness of metallic materials. 2017.

ASTM E562-11. Standard test method for determining volume fraction by systematic manual point count. 2011.

ASTM E739-10. Standard practice for statistical analysis of linear or linearized stress-life (s-n) and strain-life (ϵ -n) fatigue data. 2010.

BADJI, R.; BOUABDALLAHB, M.; BACROIXA, B.; KAHLOUNA, C.; BETTAHAR, K.; KHERROUBA, N. Effect of solution treatment temperature on the precipitation kinetic of σ -phase in 2205 duplex stainless steel welds. *Materials Science and Engineering A*, v. 496, p. 447-454, 2008.

BALBI, M.; AVALOS, M.; EL BARTALI, A.; ALVAREZ-ARMAS, I. Microcrack growth and fatigue behavior of a duplex stainless steel. *International journal of fatigue*, v. 31, p. 2006–2013, 2009.

BERTO, F.; GALLO, P.; LAZZARIN, P. High temperature fatigue tests of un-notched and notched specimens made of 40CrMoV13.9 steel. *Materials and Design*, v. 63, p. 609–619, 2014.

BETTINI, E.; KIVISÄKK, U.; LEYGRAF, C.; PAN, J. Study of corrosion behavior of a 22% Cr duplex stainless steel: Influence of nano-sized chromium nitrides and exposure temperature. *Electrochimica Acta*, v. 113, p. 280-289, 2013.

BRUEMMER , S. M.; CHARLOT, L. A.; HENAGER JR., C. H. Microstructural effects on microdeformation and primary-side stress corrosion cracking of alloy 600 tubing. *Electric Power Research Institute NP-5192*, p. 2163-4, 1987.

CALLISTER, *Fundamentals of Materials Science and Engineering*. 5 Ed. United States of America: John Wiley & Sons. 2001.

CHANDRA, K.; SINGHAL, R.; KAIN, V.; RAJA, V.S. Low temperature embrittlement of duplex stainless steel: Correlation between mechanical and electrochemical behavior. *Materials Science and Engineering A*, v. 527, p. 3904-3912, 2010.

CHEN, B.; JIANG, J.; DUNNE, F. P. E. Microstructurally-sensitive fatigue crack nucleation in Ni-based single and oligo crystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v. 106, p. 15-33, 2017.

CHEN, T. H.; YANG, J. R. Effects of solution treatment and continuous cooling on σ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, v. 311, p. 28-41, 2001.

CORTIE, M. B.; POTGIETER, J. H. The effect of temperature and nitrogen content on the partitioning of alloy elements in duplex stainless steels, metallurgical transactions A, v. 22, p. 2173-2179, 1991.

DEGTYAREVA, V F; DUBROVINSKY, L; KURNOSOV, A. Structural stability of the sigma phase FeCr under pressure up to 77GPa. Journal of physics: Condensed Matter, v. 21, p.4, 2009.

DEL ABRA-ARZOLA, J. L.; GARCÍA-RENTERÍA, M. A.; CRUZ-HERNÁNDEZ, V. L.; GARCÍA-GUERRA, J.; MARTÍNEZ-LANDEROS, V. H.; FALCÓN-FRANCO, L. A.; CURIEL-LÓPEZ, F. F. Study of the effect of sigma phase precipitation on the sliding wear and corrosion behaviour of duplex stainless steel AISI 2205. Wear v. 400 - 401, p. 43–51, 2018.

DIETER, G. E. Metalurgia mecânica. 2 Ed. Guanabara dois. 1981.

DOWLING, N. E. Mechanical behavior of materials, engineering methods for deformation, fracture, and fatigue. 4ª Ed. Estados Unidos: Editora Pearson Education. 2012.

EGHLIMI, A.; SHAMANIAN, M.; ESKANDARIAN, M.; ZABOLIAN, A.; NEZAKAT, M.; SZPUNAR, J. A. Evaluation of microstructure and texture across the welded interface of super duplex stainless steel and high strength low alloy steel. Surface and Coatings Technology, v. 264, p. 150-162, 2015.

ESCRIBA, D. M.; MATERNA-MORRIS, E.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. Materials characterization, v. 60, p. 1214-1219, 2009.

FAN, S.; LI, Y.; LI, Z.; LIU, M.; HAN, Y. Experimental investigation of fire resistance of axially compressed stainless steel columns with constraints. Thin-Walled Structures, v. 120, p. 46-59, 2017.

FARGAS, G.; ANGLADA, M.; MATEO, A. Effect of the annealing temperature on the mechanical properties, formability and corrosion resistance of hot-rolled duplex stainless steel. Journal of materials processing technology, v. 209, p.1770-1782, 2009.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. Ensaio dos Materiais. 2ª Ed. Rio de Janeiro: LTC. 2012.

GODEFROID, L. B.; CÂNDIDO, L. C. MORAIS, W. A. Análise de falhas. ABM. 2018.

GOSH, S. K.; MONDAL, S. High temperature ageing behaviour of a duplex stainless steel. *Materials characterization*, v. 59, p. 1776-1783, 2008.

HAGHDADI, N.; ABOU-RAS, D.; CIZEK, P.; HODGSON, P. D. ROLLETT, A. D.; BELADI, H. Austenite-ferrite interface crystallography dependence of sigma phase precipitation using the five-parameter characterization approach. *Materials Letters*, v. 196, p. 264-268, 2017.

HÄTTESTRAND, M.; LARSSON, P.; CHAI, G.; NILSSON, J. O.; ODQVIST, J. Study of decomposition of ferrite in a duplex stainless steel cold worked and aged at 450–500°C. *Materials Science and Engineering A*, v. 499, p. 489–492, 2009.

HE, Y.; ZHU, N.; LU, X.; LI, L. Experimental and computational study on microstructural evolution in 2205 duplex stainless steel during high temperature aging. *Materials Science and Engineering*, v. 528, p. 721-729, 2010.

HEPING, L.; HUER, S.; BIN, L.; DAZHAO, L.; FENGER, S.; YONGTAO, Z. Analysis of c Phase Precipitation in Aged 2205 Duplex Stainless Steel. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci*, v. 30, p. 591-595, 2015.

HSIEH, C.; WU, W. Overview of Intermetallic Sigma (σ) Phase Precipitation in Stainless Steels. *International Scholarly Research Network*, v. 2012, pp. 16, 2012.

HUANG, Z.; WAGNER, D.; BATHIAS, C.; PARIS, P.C. Subsurface crack initiation and propagation mechanisms in gigacycle fatigue. *Acta Materialia*, v. 58, p. 6046-6054, 2010.

IMOA (International Molybdenum Association). *Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steel*. 3ª ed. London. 2014.

JEBARAJ, A. V.; AJAYKUMAR, L.; DEEPAK, C. R.; ADITYA, k. V. V. Weldability, machinability and surfacing of commercial duplex stainless steel AISI2205 for marine applications – A recent review. *Journal of Advanced Research*, v.8, p. 183-199, 2017.

JIMÉNEZ, C. A. V.; ROSAS, G. G.; GONZÁLEZ, C. R.; ALEJO, V. G.; HEREÑU, S. Effect of laser shock processing on fatigue life of 2205 duplex stainless steel notched specimens. *Optics and Laser Technology*, v. 97, p. 308–315, 2017.

KRAUSS, George. *Steels – Processing Structure and Performance*. 1ª Ed. Ohio: ASM International. 2005.

KRUPP, U.; ALVAREZ-ARMAS, I. Short fatigue crack propagation during low-cycle, high cycle and very-high-cycle fatigue of duplex steel – An unified approach. *International Journal of Fatigue*, v. 65, p. 78-85, 2014.

KRUPP, U.; SÖKER, M.; GIERTLER, A.; DÖNGES, B.; CHRIST, H.-J.; WACKERMANN, K.; BOLL, T.; THUVANDER, M.; MARINELLI, M.C. The potential of spinodal ferrite decomposition for increasing the very high cycle fatigue strength of duplex stainless steel. *International journal of fatigue*, v. 93, p. 363-371, 2016.

KÜNKLER, B.; DÜBER, O.; KÖSTER, P.; KRUPP, U.; FRITZEN, C.-P.; CHRIST, H.-J. Modelling of short crack propagation – Transition from stage I to stage II. *Engineering Fracture Mechanics*, v. 75, p. 715-725, 2008.

LACERDA, J. C. Comportamento em fadiga e corrosão de um aço UNS S31803 com diferentes frações de ferrita-austenita. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – UFOP, 2015.

LACERDA, J. C.; MARTINS, G. D.; SIGNORETTI, V. T.; TEIXEIRA, L. P. Evolution of the surface roughness of a low carbon steel subjected to fatigue. *International Journal of Fatigue*, v. 102, p. 143–148, 2017.

LACERDA, J. C. de; CÂNDIDO, L. C.; GODEFROID, L. B. Corrosion behavior of UNS S31803 steel with changes in the volume fraction of ferrite and the presence of chromium nitride. *Materials Science and Engineering: A*, v. 648, p. 428-435, 2015. (a)

LACERDA, J. C. de; CÂNDIDO, L. C.; GODEFROID, L. B. Effect of volume fraction of phases and precipitates on the mechanical behavior of UNS S31803 duplex stainless steel. *International Journal of Fatigue*, v. 74, p. 81–87, 2015. (b)

LLANES, L.; MATEO, A.; VIOLAN, P.; MÉNDEZ, J.; ANGLADA, M. On the high cycle fatigue behavior of duplex stainless steels: Influence of thermal aging. *Materials Science and Engineering A*, v. 234-236, p. 850-852, 1997.

LLORCA-ISERN, N.; LÓPES-LUQUE, H.; LÓPES-JIMÉNEZ, I., BIEZMA, M. V. Identification of sigma and chi phases in duplex stainless steels. *Materials Characterization*, v. 112, p. 20-29, 2016.

LOPES, J. T. de B. Influência da Presença de Fases Frágeis e da Temperatura nas Propriedades de Propagação de Trinca por Fadiga do Aço Inoxidável Duplex UNS S31803. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – UNICAMP, 2006.

MAGNABOSCO, R. Kinetics of Sigma Phase Formation In a Duplex Stainless Steel. *Materials Research*, v. 12, p.321-327, 2009.

MAJ, P.; ADAMCZYK-CIESLAK, B.; NOWICKI, J.; MIZERA, J.; KULCZYK, M. Precipitation and mechanical properties of UNS 2205 duplex steel subjected to hydrostatic extrusion after heat treatment. *Materials Science & Engineering A*, v. 734, p. 85-92, 2018.

MARINELLI, M. C.; KRUPP, U.; KÜBBELER, M.; HEREÑÚ, S.; ALVAREZ-ARMAS, I. The effect of the embrittlement on the fatigue limit and crack propagation in a duplex stainless steel during high cycle fatigue. *Engineering Fracture Mechanics*, v. 110, p. 421-429, 2013.

MATEO, A; LLANES, L.; AKDUT, N.; STOLARZ, J.; ANGLADA, M. Anisotropy effects on the fatigue behaviour of rolled duplex stainless steels. *International Journal of Fatigue*, v. 25, p. 481–488, 2003.

MAYER, H.; HAYDN, W.; SCHULLER, R.; ISSLER, S.; FURTNER, B.; BACHER-HÖCHST, M. Very high cycle fatigue properties of bainitic high carbon–chromium steel. *International Journal of Fatigue*, v. 31, p. 242-249, 2009.

MHAEDE, M. Influence of surface treatments on surface layer properties, fatigue and corrosion fatigue performance of AA7075 T73. *Materials and Design*, v. 41, p. 61–66, 2012.

MILELLA, P. P. *Fatigue and Corrosion in Metals*. Estados Unidos: Springer. 2013.

MOMENI, A.; DEGHANI, K. Effect of Hot Working on Secondary Phase Formation in 2205 Duplex Stainless Steel. *J. Mater. Sci. Technol.*, v.26, p. 851-857, 2010.

NOMANI, J.; PRAMANIK, A.; HILDITCH, T.; LITTLEFAIR, G. Investigation on the behavior of austenite and ferrite phases at stagnation region in the turning of duplex stainless steel alloys. *Metallurgical and materials transactions a*, v. 47, p. 3165-3177, 2016.

NORMANDO, P. G.; MOURA, E. P.; SOUZA, J. A.; TAVARES, S. S. M.; PADOVESE, L. R. Ultrasound, eddy current and magnetic Barkhausen noise as tools for sigma phase detection on a UNS S31803 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, v. 527, p. 2886-2891, 2010.

OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal Materials Research*, v. 7, p. 1554-1583, 1992.

ÖRNEK, C.; BURKE, M. G.; HASHIMOTO, T.; ENGELBERG, D. L. 748 K (475°C) Embrittlement of Duplex Stainless Steel: effect on microstructure and fracture behavior. *Metallurgical and materials transactions A*, v. 48, p. 1653-1665, 2017.

PAHLAVAN, S.; MOAZEN, S.; TAJI, I.; SAFFAR, K.; HAMRAH, M.; MOYAED, M. H.; BEIDOKHTI, S. M. Pitting corrosion of martensitic stainless steel in halide bearing solutions. *Corrosion Science*, v. 112, p. 233-240, 2016.

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

PYTTEL, B.; SCHWERDT, D.; BERGER, C. Very high cycle fatigue – Is there a fatigue limit?. *International Journal of Fatigue*, v. 33, p. 49–58, 2011.

REIS, T. J. A. Efeito de Tratamentos Isotérmicos às Temperaturas de 475°C e 850°C na Microestrutura e na Resistência à Fadiga de um Aço Inoxidável Duplex UNS S32304. 171 páginas. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – UFOP, 2013.

ROMANA, R. CINÉTICA DE FORMAÇÃO DE FASE SIGMA ENTRE 700°C E 900°C NO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDÚPLEX UNS S32750 (SAF 2507). 79 páginas. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – FEI, 2009.

RUIZ, A.; ORTIZ, N.; MEDINA, A.; KIM, J-Y.; JACOBS, L.J. Application of ultrasonic methods for early detection of thermal damage in 2205 duplex stainless steel. *NDT & E International*, v.54, p. 19-26, 2013.

SCHIJVE, J. *Fatigue of Structures and Materials*. 2 Ed. Netherlands: Editora Springer. 2009.

SCHÖN, C. G. *Mecânica dos materiais: fundamentos e tecnologia do comportamento mecânico*. Editora Elsevier. 2013.

SCHÜTZ, W. A history of fatigue. *Engineering fracture mechanics*, v. 54, p. 263-300, 1996.

SHAMANTH, V.; RAVISHANKAR, K.S. Dissolution of alpha-prime precipitates in thermally embrittled S2205-duplex steels during reversion-heat treatment. *Results in Physics*, v. 5, p. 297-303, 2015.

STEVENS, K. J. Fatigue performance and microanalysis of heat treated 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Technology*, v. 15, p. 903-908, 1999.

TAVARES, S.S.M.; PARDAL, J.M.; GUERREIRO, J.L; GOMES, A.M.; SILVA, M. R. Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. v. 322, p. L29-L33, 2010.

TOTTEN, G. E. *Steel Heat and Treatment Handbook*. 2^a Ed. Oregon: Editora Taylor and Francis Group. 2006.

VAFAEIAN, S.; FATTAH-ALHOSSEINI, A.; MAZAHERI, Y; KESHAVARZ, M. K. On the study of tensile and strain hardening behavior of a thermomechanically treated ferritic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, v. 669, p. 480-489, 2016.

WARREN, A. D.. HARNIMAN, R. L.; GUO, Z.; YOUNES, C. M.; FLEWITT, P. E. J.; SCOTT, T. B. Quantification of sigma-phase evolution in thermally aged 2205 duplex stainless steel. *J Mater Sci*, v. 51, p. 694–707, 2016.

WENG, K. L.; CHEN, H. R.; YANG, J. R.. The low-temperature aging embrittlement in a 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, v. 379, p. 119-132, 2004.

XIANG-MI, Y.; ZHOU-HUA, J.; HUA-BING, L. Ultra-Pure Ferritic Stainless Steels-Grade Refining Operation and Application. *Journal of iron and steel research*, v. 14, p. 24-30, 2007.

YANG, S.; CHEN, Y.; CHEN, C.; HUANG, W.; LIN, D. Microstructural characterization of $\delta/\gamma/\sigma/\gamma_2/\chi$ phases in silver-doped 2205 duplex stainless steel under 800°C aging. *Journal of Alloys and Compounds*, v.633, p. 48-53, 2015.

ZERBST, U.; MADIA, M.; VORMWALD, M.; BEIER, H. T. Fatigue strength and fracture mechanics – A general perspective. *Engineering Fracture Mechanics*, v. 198, p. 2–23, 2018.

ZHANG, X. C.; ZHANG, Y. K.; LU, J. Z.; XUAN, F. Z.; WANG, Z. D.; TU, S. T. Improvement of fatigue life of Ti–6Al–4V alloy by laser shock peening. *Materials Science and Engineering A*, v.527, 3411-3415, 2010.

PUBLICAÇÕES RELACIONADAS COM O TRABALHO

Publicação em congresso

COSTA, Junia Maria Gândara; LACERDA, José Carlos de; GODEFROID, Leonardo Barbosa; CÂNDIDO, Luiz Cláudio. Efeito do envelhecimento térmico nas propriedades mecânicas e microestruturais do aço inoxidável UNS S31803. *In* 73er Congresso anual da ABM, 2018, São Paulo – Brasil.