RAFAEL MALAGUTTI LEANDRO

CINÉTICA DE CRESCIMENTO DE GRÃO NA SOLUBILIZAÇÃO DE UM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX

Dissertação de mestrado apresentada ao Centro Universitário FEI como parte dos requisitos necessários à obtenção do Título de Mestre em Engenharia Mecânica, orientado pelo Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco.

São Bernardo do Campo

2016

Malagutti Leandro, Rafael.
Cinética de crescimento de grão na solubilização de um aço inoxidável dúplex / Rafael Malagutti Leandro. São Bernardo do Campo, 2016.
113 p. : il.

Dissertação - Centro Universitário FEI.
Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco.

1. Aços inoxidáveis dúplex. 2. Cinética de crescimento de grão. 3. Tamanho de grão. 4. Transformação de fases. 5. Área de superfície. I. Magnabosco, Rodrigo, orient. II. Título.

Elaborada pelo sistema de geração automática de ficha catalográfica da FEI com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

centro universitário FEI

APRESENTAÇÃO DE DISSERTAÇÃO
ATA DA BANCA EXAMINADORA

Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu em Engenharia Mecânica

Mestrado

PGM-10

Aluno: Rafael Malagutti Leandro **Matrícula:** 214125-7

Título do Trabalho: Cinética de crescimento de grão na solubilização de um aço inoxidável dúplex.

Área de Concentração: Materiais e Processos

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco

Data da realização da defesa: 10/08/2016

ORIGINAL ASSINADA

Avaliação da Banca Examinadora:

São Bernardo do Campo, 10 / 08 / 2016.

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA	
Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco	Ass.: _____
Prof. Dr. Gilberto José Pereira	Ass.: _____
Prof.ª Dr.ª Izabel Fernanda Machado	Ass.: _____

A Banca Julgadora acima-assinada atribuiu ao aluno o seguinte resultado:

APROVADO ☒ REPROVADO ☐

VERSÃO FINAL DA DISSERTAÇÃO

APROVO A VERSÃO FINAL DA DISSERTAÇÃO EM QUE FORAM INCLUÍDAS AS RECOMENDAÇÕES DA BANCA EXAMINADORA

_____

Aprovação do Coordenador do Programa de Pós-graduação

_____

Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco

A Deus, a minha família, aos meus amigos e a todas as pessoas que participaram direta ou indiretamente, fundamentais para chegar a esta conquista.

AGRADECIMENTOS

Inicialmente, agradeço a Deus pela capacidade e oportunidade de desenvolver meu conhecimento.

A minha família e amigos, pelo total apoio.

Ao meu orientador Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco, pelo aprendizado, compreensão, amizade e apoio.

Aos funcionários do Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos (CDMat-M), pelo auxílio no desenvolvimento do trabalho.

A todos que participaram diretamente ou indiretamente ao longo do desenvolvimento deste trabalho.

RESUMO

A motivação principal desta dissertação é compreender as transformações de fase que ocorrem durante a solubilização de um aço inoxidável dúplex, avaliando a cinética de obtenção de fases e de crescimento de grão, que são as principais variáveis para a obtenção da desejada microestrutura dúplex. A princípio, o aço foi conformado mecanicamente em laminador de planos para no mínimo 50% de redução de espessura, conferindo microestrutura intensamente deformada, com grande número de locais para nucleação heterogênea das fases ferrita e austenita durante os tratamentos de solubilização subsequentes. Foram produzidas, após a laminação, três séries de amostras a 1050°C, 1100°C e 1150°C, por tempos de 15 minutos a 96 horas, visando a obtenção de diferentes tamanhos de grão de austenita e ferrita, permitindo a avaliação da temperatura e do tempo de solubilização na formação da estrutura dúplex ferrita-austenita. O tamanho de grão das amostras foi determinado por um método manual de medição do tamanho médio de intercepto. Para auxiliar na caracterização da microestrutura, as áreas de interface (Sv) entre ferrita/ferrita, ferrita/austenita e austenita/austenita foram também determinadas por método manual. Obteve-se valores médios de intercepto da estrutura bifásica como um todo e das fases austenita e ferrita separadamente. Nos menores tempos e temperaturas de solubilização, o tamanho de grão encontrado é semelhante ao da amostra antes da deformação. Portanto, em todos os tempos e temperaturas estudadas completaram-se os processos de recuperação e recristalização. Os valores de expoente de crescimento de grão (n) obtidos foram menores que 0,5, sendo diferentes entre si nas equações que descrevem a cinética de crescimento de grão da estrutura geral, da austenita e da ferrita. A medição do tamanho médio de intercepto permitiu a detecção de diferenças entre as fases quanto à cinética de crescimento de grão, pois o valor de n apresentou tendência de aumento para austenita e redução para a ferrita quando se elevou a temperatura de tratamento, além de ter sido determinado um tempo de transição onde a cinética de crescimento de grão da austenita se torna maior que a da ferrita. As medidas de intercepto também levaram a diferenças morfológicas entre as amostras (evidenciadas por diferentes razões de aspecto, parâmetros dúplex, de dispersão e razões de contiguidade). As medidas de Sv demonstraram que a redução do número de interfaces é causada pelo aumento do tamanho médio de grão da estrutura dúplex, ou seja, a área de superfície diminui com o aumento da temperatura e do tempo de solubilização. As energias de ativação obtidas para o crescimento de grão da estrutura geral, austenítica e ferrítica foram respectivamente 65 kJ/mol; 55,4 kJ/mol e 77,8 kJ/mol, o que permitiu concluir que a ferrita é a

fase que comanda o crescimento de grão global da estrutura bifásica, devido à maior energia de ativação requisitada para o crescimento do grão ferrítico.

Palavras-chave: Aços inoxidáveis dúplex. Cinética de crescimento de grão. Tamanho de grão. Transformação de fases. Área de superfície.

ABSTRACT

The main motivation of this dissertation is the understanding of the phase transformation involved during a solution heat treatment of a duplex stainless steel, evaluating the kinetics of phase formation and grain growth, which are the key variables to achieve the duplex microstructure. The alloy was cold rolled to at least a reduction in thickness of 50%, resulting in an intensely deformed microstructure with a large number of sites for heterogeneous nucleation of ferrite and austenite phases during later solution treatments. After cold-rolling, three series of samples were subjected to solution treatment at 1050°C, 1100°C and 1150°C for periods varying from 15 minutes to 96 hours, seeking for different phase content and grain sizes of austenite and ferrite. Hence, the influence of temperature and time on the formation of duplex microstructure could be verified. The grain size of the specimen was obtained by manual measurement of the mean intercept length. To provide a better characterization of the microstructure, the surface areas (Sv) between ferrite/ferrite, ferrite/austenite and austenite/austenite were determined by a manual evaluation method. Intercept mean values were determined for the two-phase structure as well as for austenite and ferrite phases separately. In the lowest times and temperatures of solution heat treatment, the obtained grain size was similar to the one found in the material prior to cold-rolling. Therefore, all the times and temperatures studied in this work led to the processes of recovery and recrystallization. The values of grain growth exponent (n) obtained were smaller than 0.5 and possess different values among each other, considering the equations which describe the grain growth kinetics of duplex, austenitic and ferritic structures. The mean intercept length measurement has also allowed the detection of differences between the phases in respect to the grain growth kinetics, because n tended to increase for austenite and reduce for ferrite when the temperature got higher. Moreover, it was determined a transition time where the grain growth kinetics of austenite becomes higher than the one found for ferrite. The intercept length measurements either conducted to morphological differences among specimen (evidenced by different aspect ratio, duplex parameter, dispersion parameter and contiguity ratio). The Sv measurements have shown that the reduction in the number of interfaces is due to the increase of the mean grain size of the duplex structure, that is, the surface area diminishes with the increase in the temperature and time of the solution heat treatment. The activation energies determined for the global, austenitic and ferritic grain growth were respectively 65 kJ/mol; 55.4 kJ/mol and 77.8 kJ/mol, which has led to the conclusion that ferrite is the phase that commands the global grain

growth of the two-phase structure, taking into account the highest activation energy required to the ferrite grain growth.

Key-words: Duplex stainless steels. Grain growth kinetics. Grain size. Phase transformation. Interphase area.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Seção isotérmica do ternário Fe-Cr-Ni.(a) 1200°C; (b) 1100°C; (c) 1000°C 19
Figura 2 - Seção isotérmica do ternário Fe-Cr-Ni.(a) 1200°C; (b) 1100°C; (c) 1000°C 20
Figura 3 - Diagrama de Olson 23
Figura 4 - Seção isotérmica do ternário Fe-Cr-Ni a 1150°C 24
Figura 5 - Seção isotérmica do ternário Fe-Cr-Ni a 1100°C 25
Figura 6 - Seção isotérmica do ternário Fe-Cr-Ni a 1050°C 25
Figura 7 - Diagrama TTP para o aço UNS S31803 28
Figura 8 **-** Quantidade de fases em função da temperatura. Austenita (curva vermelha); ferrita (curva azul); nitreto hexagonal (curva amarela) 29
Figura 9 - Composição química da fase austenita em função da temperatura para o aço inoxidável com 0,017% C - 0,34%Si – 1,38%Mn – 0,06%Co – 22,07%Cr – 3,19%Mo – 5,68%Ni – 0,13%V – 0,05%W – 0,15%Cu – 0,17%N – Fe (balanço) 30
Figura 10 - Composição química da fase austenita em função da temperatura para o aço inoxidável com 0,017% C - 0,34%Si – 1,38%Mn – 0,06%Co – 22,07%Cr – 3,19%Mo – 5,68%Ni – 0,13%V – 0,05%W – 0,15%Cu – 0,17%N – Fe (balanço) 30
Figura 11 - Composição química da fase ferrita em função da temperatura para o aço inoxidável com 0,017% C - 0,34%Si – 1,38%Mn – 0,06%Co – 22,07%Cr – 3,19%Mo – 5,68%Ni – 0,13%V – 0,05%W – 0,15%Cu – 0,17%N – Fe (balanço)Fonte: Thermo-Calc® 31
Figura 12 - Composição química da fase ferrita em função da temperatura para o aço inoxidável com 0,017% C - 0,34%Si – 1,38%Mn – 0,06%Co – 22,07%Cr – 3,19%Mo – 5,68%Ni – 0,13%V – 0,05%W – 0,15%Cu – 0,17%N – Fe (balanço) 31
Figura 13 - Poligonização. (a) Discordâncias organizadas em fileiras, formando uma estrutura de cristais poligonizados. (b) Configuração em fileira com os campos de compressão e tração acima e abaixo das discordâncias, respectivamente 34
Figura 14 - Temperatura de recristalização em função da porcentagem de deformação a frio para ferro comercialmente puro 35
Figura 15 - Recristalização da liga latão α/β após baixa deformação 36
Figura 16 - Recristalização da liga latão α/β em temperatura diferente do pré-recozimento. (a) Fração volumétrica de β é reduzida pelo crescimento de α para dentro dos grãos de β. (b) A nova região de α gera recristalização nos grãos de α 37
Figura 17 **–** Padrão horizontal para a medição do tamanho médio de intercepto 46
Figura 18 **–** Padrão vertical para a medição do tamanho médio de intercepto 46

Figura 19 – Padrão vertical para a medição do tamanho médio de intercepto 48
Figura 20 - Seção longitudinal da amostra original (α corresponde à ferrita e γ à austenita). Ataque: oxálico. 200x 50
Figura 21 - Seção longitudinal da amostra original. Ataque: oxálico. 500x 50
Figura 22 - Seção longitudinal da amostra deformada. Ataque: oxálico. 200x 51
Figura 23 - Seção longitudinal de amostras solubilizadas. (a) 1050°C por 15 minutos. (b) 1050°C por 30 minutos. (c) 1050°C por 1 hora. (d) 1050°C por 4 horas. (e) 1050°C por 24 horas. (f) 1050°C por 96 horas. Ataque: oxálico. 500x 53
Figura 24 - Tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização a 1050°C 54
Figura 25 - Tamanho médio de intercepto global austenítico em função do tempo de solubilização a 1050°C 55
Figura 26 - Tamanho médio de intercepto global ferrítico em função do tempo de solubilização a 1050°C 55
Figura 27 – Tamanho médio de intercepto horizontal austenítico em função do tempo de solubilização a 1050°C 56
Figura 28 – Tamanho médio de intercepto horizontal ferrítico em função do tempo de solubilização a 1050°C 56
Figura 29 – Tamanho médio de intercepto vertical austenítico em função do tempo de solubilização a 1050°C 57
Figura 30 – Tamanho médio de intercepto vertical ferrítico em função do tempo de solubilização a 1050°C 57
Figura 31 – Razão de aspecto geral em função do tempo de solubilização a 1050°C 58
Figura 32 – Razão de aspecto da austenita em função do tempo de solubilização a 1050°C .. 58
Figura 33 – Razão de aspecto da ferrita em função do tempo de solubilização a 1050°C 59
Figura 34 – Sv,αγ em função do tempo de solubilização a 1050°C 59
Figura 35 – Sv,γγ em função do tempo de solubilização a 1050°C 60
Figura 36 – Sv,αα em função do tempo de solubilização a 1050°C 60
Figura 37 – Parâmetro dúplex em função do tempo de solubilização a 1050°C 61
Figura 38 – Parâmetro de dispersão em função do tempo de solubilização a 1050°C 61
Figura 39 – Razão de contiguidade em função do tempo de solubilização a 1050°C 62
Figura 40 - Seção longitudinal de amostras solubilizadas. (a) 1100°C por 15 minutos. (b) 1100°C por 30 minutos. (c) 1100°C por 1 hora. (d) 1100°C por 4 horas. (e) 1100°C por 24 horas. (f) 1100°C por 96 horas. Ataque: oxálico. 500x 63

Figura 41 - Tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização a 1100°C 64
Figura 42 - Tamanho médio de intercepto global austenítico em função do tempo de solubilização a 1100°C 65
Figura 43 - Tamanho médio de intercepto global ferrítico em função do tempo de solubilização a 1100°C 66
Figura 44 – Tamanho médio de intercepto horizontal austenítico em função do tempo de solubilização a 1100°C 66
Figura 45 – Tamanho médio de intercepto horizontal ferrítico em função do tempo de solubilização a 1100°C 67
Figura 46 – Tamanho médio de intercepto vertical austenítico em função do tempo de solubilização a 1100°C 67
Figura 47 – Tamanho médio de intercepto vertical ferrítico em função do tempo de solubilização a 1100°C 68
Figura 48 – Razão de aspecto geral em função do tempo de solubilização a 1100°C 69
Figura 49 – Razão de aspecto da austenita em função do tempo de solubilização a 1100°C .. 69
Figura 50 – Razão de aspecto da ferrita em função do tempo de solubilização a 1100°C 70
Figura 51 – Sv,αγ em função do tempo de solubilização a 1100°C 71
Figura 52 – Sv,γγ em função do tempo de solubilização a 1100°C 71
Figura 53 – Sv,αα em função do tempo de solubilização a 1100°C 72
Figura 54 – Parâmetro dúplex em função do tempo de solubilização a 1100°C 73
Figura 55 – Parâmetro de dispersão em função do tempo de solubilização a 1100°C 73
Figura 56 – Razão de contiguidade em função do tempo de solubilização a 1100°C 74
Figura 57 - Seção longitudinal de amostras solubilizadas. (a) 1150°C por 15 minutos. (b) 1150°C por 30 minutos. (c) 1150°C por 1 hora. (d) 1150°C por 4 horas. (e) 1150°C por 24 horas. (f) 1150°C por 96 horas. Ataque: oxálico. 500x 75
Figura 58 - Tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização a 1150°C 76
Figura 59 - Tamanho médio de intercepto global austenítico em função do tempo de solubilização a 1150°C 77
Figura 60 - Tamanho médio de intercepto global ferrítico em função do tempo de solubilização a 1150°C 77
Figura 61 – Tamanho médio de intercepto horizontal austenítico em função do tempo de solubilização a 1150°C 78

Figura 62 - Tamanho médio de intercepto horizontal ferrítico em função do tempo de solubilização a 1150°C 78
Figura 63 – Tamanho médio de intercepto vertical austenítico em função do tempo de solubilização a 1150°C 79
Figura 64 - Tamanho médio de intercepto vertical ferrítico em função do tempo de solubilização a 1150°C 79
Figura 65 – Razão de aspecto geral em função do tempo de solubilização a 1150°C 80
Figura 66 – Razão de aspecto da austenita em função do tempo de solubilização a 1150°C .. 81
Figura 67 – Razão de aspecto da ferrita em função do tempo de solubilização a 1150°C..... 81
Figura 68 – Sv,αγ em função do tempo de solubilização a 1150°C 82
Figura 69 – Sv,γγ em função do tempo de solubilização a 1150°C 83
Figura 70 – Sv,αα em função do tempo de solubilização a 1150°C..... 83
Figura 71 – Parâmetro dúplex em função do tempo de solubilização a 1150°C..... 84
Figura 72 – Parâmetro de dispersão em função do tempo de solubilização a 1150°C..... 85
Figura 73 – Razão de contiguidade em função do tempo de solubilização a 1150°C..... 85
Figura 74 - Tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização para as três temperaturas estudadas 86
Figura 75 – Razão de aspecto geral em função do tempo de solubilização para as três temperaturas estudadas 88
Figura 76 – Razão de aspecto da austenita em função do tempo de solubilização para as três temperaturas estudadas 88
Figura 77 – Razão de aspecto da ferrita em função do tempo de solubilização para as três temperaturas estudadas 89
Figura 78 – Comparação dos Sv,αγ para cada temperatura estudada em função do tempo de solubilização 90
Figura 79 – Comparação dos Sv,γγ para cada temperatura estudada em função do tempo de solubilização 91
Figura 80 – Comparação dos Sv,αα para cada temperatura estudada em função do tempo de solubilização 91
Figura 81 – Comparação do tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização a 1050°C 93
Figura 82 – Comparação do tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização a 1100°C 93

Figura 83 – Comparação do tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização a 1150°C 94
Figura 84 – Comparação do valor de n em função da temperatura de solubilização 95
Figura 85 – Comparação do tamanho médio de intercepto horizontal em função do tempo de solubilização a 1050°C 96
Figura 86 – Comparação do tamanho médio de intercepto horizontal em função do tempo de solubilização a 1100°C 96
Figura 87 – Comparação do tamanho médio de intercepto horizontal em função do tempo de solubilização a 1150°C 97
Figura 88 – Comparação do tamanho médio de intercepto vertical em função do tempo de solubilização a 1050°C 98
Figura 89 – Comparação do tamanho médio de intercepto vertical em função do tempo de solubilização a 1100°C 98
Figura 90 – Comparação do tamanho médio de intercepto vertical em função do tempo de solubilização a 1150°C 99
Figura 91 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento global geral 100
Figura 92 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento de grão da austenita 101
Figura 93 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento de grão da ferrita 102
Figura 94 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento de grão da austenita na direção horizontal 103
Figura 95 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento de grão da ferrita na direção horizontal 104
Figura 96 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento de grão da austenita na direção vertical 105
Figura 97 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento de grão da ferrita na direção vertical 106

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 14
2 OBJETIVOS 17
3 REVISÃO DA LITERATURA 18
3.1 METALURGIA FÍSICA 18
3.2 ENCRUAMENTO, RECUPERAÇÃO, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃO 32
3.3 CINÉTICA DE CRESCIMENTO DE GRÃO 39
3.4 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL 41
3.5 MOTIVAÇÃO PARA ESTE TRABALHO 42
4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL 43
4.1 TAMANHO DE GRÃO POR INTERCEPTO MÉDIO – MEDIÇÃO MANUAL 45
4.2 MEDIÇÕES DE ÁREA SUPERFICIAL 47
5 RESULTADOS 49
5.1 MICROESTRUTURA DO MATERIAL ORIGINAL (COMO RECEBIDO) 49
5.2 MICROESTRUTURA DO MATERIAL DEFORMADO 51
5.3 RESULTADOS PARA SOLUBILIZAÇÃO A 1050°C 52
5.3.1 Microestruturas 52
5.3.2 Tamanho médio de interceptos e razão de aspecto 54
5.3.3 Área de interfaces por unidade de volume (Sv) 59
5.4 RESULTADOS PARA SOLUBILIZAÇÃO A 1100°C 62
5.4.1 Microestruturas 62
5.4.2 Tamanho médio de interceptos e razão de aspecto 64
5.4.3 Área de interfaces por unidade de volume (Sv) 70
5.5 RESULTADOS PARA SOLUBILIZAÇÃO A 1150°C 74
5.5.1 Microestruturas 74
5.5.2 Tamanho médio de interceptos e razão de aspecto 76
5.5.3 Área de interfaces por unidade de volume (Sv) 82
6 DISCUSSÃO 86
6.1 EFEITO DA VARIAÇÃO DOS TEMPOS E TEMPERATURA DE TRATAMENTO NO TAMANHO DE GRÃO 86
6.2 ENERGIA DE ATIVAÇÃO PARA CRESCIMENTO DE GRÃO 100
7 CONCLUSÕES 108
7.1 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS 109
REFERÊNCIAS 110

1 INTRODUÇÃO

A caracterização microestrutural de aços é muito importante para o desenvolvimento de novas tecnologias de fabricação e de aplicação de materiais, o que a torna fundamental para uma melhoria da qualidade de produtos que são fabricados para as mais diversas áreas de utilização (ECKENROD; PINNOW, 1984; NILSSON, 1992).

Uma classe de aços de importância é a dos inoxidáveis. Por serem aplicados na construção de equipamentos resistentes à corrosão na maioria das indústrias, particularmente na química, de petróleo, de processos e de energia, os aços inoxidáveis possuem importância tecnológica e econômica muito superior à de outras classes que tem uma maior porcentagem de produção (ECKENROD; PINNOW, 1984; NILSSON, 1992).

Os aços inoxidáveis são ligas ferrosas que contém em sua composição química no mínimo 11% de cromo em solução sólida. Esse teor de cromo previne a corrosão desses materiais em ambientes sem atmosfera contaminante. É devido a essa propriedade que a designação popular "inoxidável" foi concebida a esses aços. A resistência à corrosão é garantida por uma fina camada superficial, conhecida como "película passiva", que é auto-regenerativa em uma ampla variedade de meios (GUNN, 2003).

Comumente, os aços inoxidáveis são divididos em três grupos principais de acordo com a estrutura metalúrgica que possuem. Existem os austeníticos (apresentam a fase austenita que é cúbica de face centrada), os ferríticos (apresentam a fase ferrita que é cúbica de corpo centrado), e os martensíticos (apresentam a fase martensita que é tetragonal de corpo centrado). Aços inoxidáveis que contém austenita e ferrita em quantidades aproximadamente iguais são denominados dúplex (SEDRIKS, 1996).

Os aços inoxidáveis dúplex não são materiais novos, existindo relatos de que foram descobertos em meados da década de 1930 nos Unieux Laboratories, do Jacob Holzer Group. A primeira aplicação foi principalmente como ligas para fundição, nos anos 1930 e 1940, na Suécia, Alemanha e França (HOCHMANN et al., 1977). Os aços inoxidáveis dúplex que contêm baixo teor de carbono, entre 0,01 e 0,08%, são frequentemente deformados mecanicamente, enquanto que os que possuem alto teor de carbono, entre 0,03 e 0,5%, são utilizados no estado fundido (SEDRIKS, 1996; GUNN, 2003).

Antes de 1968, o procedimento comum para a obtenção deste tipo de aço era fundir a carga com sopro de oxigênio num forno elétrico e fazer o refino deste material por certas práticas de escória. O teor de carbono era reduzido pelo sopro de oxigênio, porém não se atingia

um valor adequado para a composição desse elemento na liga, sendo que, além disso, havia grande perda de cromo por oxidação (SEDRIKS, 1996).

Em 1968, a Union Carbide iniciou a comercialização de uma técnica de produção conhecida como Argon-oxygen decarburization (AOD) – descarburização por sopro combinado de argônio e oxigênio, que foi muito bem aceita pelos produtores de aços inoxidáveis nos Estados Unidos (SEDRIKS, 1996).

Nessa técnica, o teor de carbono é reduzido pelo sopro de uma mistura de argônio e oxigênio. As vantagens obtidas com esse procedimento são que baixos níveis de carbono podem ser obtidos mesmo com a utilização de cargas com alta concentração de carbono, havendo poucas perdas e baixa oxidação do cromo presente na liga. Estimativas variam entre 0,01 a 0,02% de carbono, menor que o teor máximo permitido pelo tipo L de aços inoxidáveis austeníticos da AISI, de 0,03%. Outra grande vantagem dessa técnica é a redução significativa do teor de enxofre, já que concentrações de até 0,0005% desse elemento podem ser alcançadas, diminuindo a fragilidade pela menor quantidade de inclusões de sulfeto presentes na microestrutura (SEDRIKS, 1996).

Utilizados em escala industrial por aproximadamente 50 anos, os aços inoxidáveis dúplex são ligas que apresentam o sistema ferro-cromo-níquel como composição química principal, e possuem microestrutura composta essencialmente por ferrita e austenita. Por apresentarem essa combinação de fases, se comparados aos ferríticos, possuem melhor plasticidade, soldabilidade e tenacidade, e, se comparados aos austeníticos, possuem maior resistência mecânica e melhor resistência à corrosão de maneira geral (ECKENROD; PINNOW, 1984). Além disso, características específicas que distinguem os aços dúplex das outras famílias de aços inoxidáveis são a habilidade de incorporar altas concentrações de cromo, molibdênio e nitrogênio (elementos químicos que garantem a resistência do aço à corrosão, particularmente por pite), a boa resistência à corrosão sob tensão fraturante causada pelo cloro, e alta resistência mecânica à temperatura ambiente. Abordando especificamente a resistência mecânica, essa propriedade é exibida com sucesso por essa liga, devido à microestrutura desse material ser formada pela combinação das propriedades de duas fases de características distintas, que possuem refinado tamanho de grão após práticas adequadas de conformação mecânica e solubilização.

As propriedades anteriormente citadas atendem as necessidades de indústrias químicas, petroquímicas, de papel e celulose, de agroquímicos, marítima, de óleo e gás, entre outras, o que torna o dúplex apropriado para essas utilizações. Os produtos que podem ser produzidos (forjados, fundidos, etc.) a partir desse aço, por justamente apresentarem as propriedades

mencionadas, são trocadores de calor, centrifugadores, bombas, válvulas, tubos e estruturas em geral (SEDRIKS, 1996).

Ao se considerar a trabalhabilidade e o controle microestrutural do aço inoxidável dúplex UNS S31803, foram determinadas (FAN et al., 2009) as condições ótimas de deformação a quente, estando essas no intervalo de temperatura entre 1423K (1150°C) e 1532K (1259°C). Notou-se também que "ilhas" de austenita secundária precipitadas em uma matriz de ferrita δ proporcionam boa plasticidade a quente para este tipo de liga.

Abordando a superplasticidade (alta ductilidade) do aço UNS S31803, foi descoberto (LI et al., 2014) que esta propriedade é melhorada se o grão formador da microestrutura apresentar uma morfologia equiaxial, e quanto menor for a quantidade de fase sigma presente na microestrutura. Quanto mais equiaxial for o grão, maior a uniformidade de deformação ao longo do material, e é razoável pensar que quanto mais baixa for a presença de fase sigma na microestrutura, maior será a capacidade da liga em se deformar plasticamente, já que sigma é uma fase frágil.

O tratamento de envelhecimento pode melhorar sutilmente as propriedades mecânicas como a tensão de escoamento e limite de resistência, porém, ao mesmo tempo, reduz de forma expressiva o alongamento e aumenta significativamente a dureza da liga, devido à formação de precipitados na microestrutura, particularmente da fase sigma (ZOU et al., 2010).

O aço inoxidável dúplex UNS S31803 demonstrou, em muitos trabalhos, ter sensibilidade à temperatura de tratamento térmico que é submetido, e portanto, deve-se tomar cuidado quanto à utilização deste tipo de aço em aplicações que envolvam grandes variações de temperatura (DE LACERDA; CÂNDIDO; GODEFROID, 2014).

Por conseguinte, sabendo-se que as propriedades dos aços inoxidáveis dúplex têm forte relação com a morfologia da microestrutura ferrita-austenita formada, estudar as transformações provocadas pelo tratamento térmico de solubilização nesta estrutura é importante, pois, dependendo das condições impostas nesta etapa de processo, a liga apresentará uma microestrutura com morfologia específica, que resultará em propriedades à esta atreladas. Consequentemente, as propriedades do aço afetarão a performance do produto feito a partir desse material.

2 OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho é descrever e entender a cinética de crescimento de grão durante o tratamento de solubilização necessário à formação da estrutura de um aço inoxidável dúplex UNS S31803, pelo fato de haver poucos trabalhos (poucas referências) sobre cinética de crescimento de grão para esse tipo de material.

Pretende-se descrever a cinética de crescimento de grão através da determinação de funções que relacionem tamanho médio global geral de intercepto (tamanho médio global de intercepto da estrutura bifásica) com tempo e temperatura de solubilização. Com o intuito de verificar qual é a influência de cada fase nesse fenômeno, avaliar-se-á de forma separada o tamanho médio de intercepto de cada fase componente.

Os mecanismos de crescimento de grão exibidos por austenita e ferrita serão avaliados determinando-se a evolução da razão de aspecto das fases.

Outra forma de se avaliar a cinética de crescimento de grão será através da determinação de funções que relacionem área de interface entre as fases com tempo e temperatura de solubilização.

Por fim, serão determinadas as energias de ativação necessárias para que haja crescimento de grão da estrutura bifásica, bem como de cada fase separadamente, descrevendo quantitativamente o processo, levantando dados para a previsão do tamanho de grão destes aços em função do tempo e temperatura de solubilização.

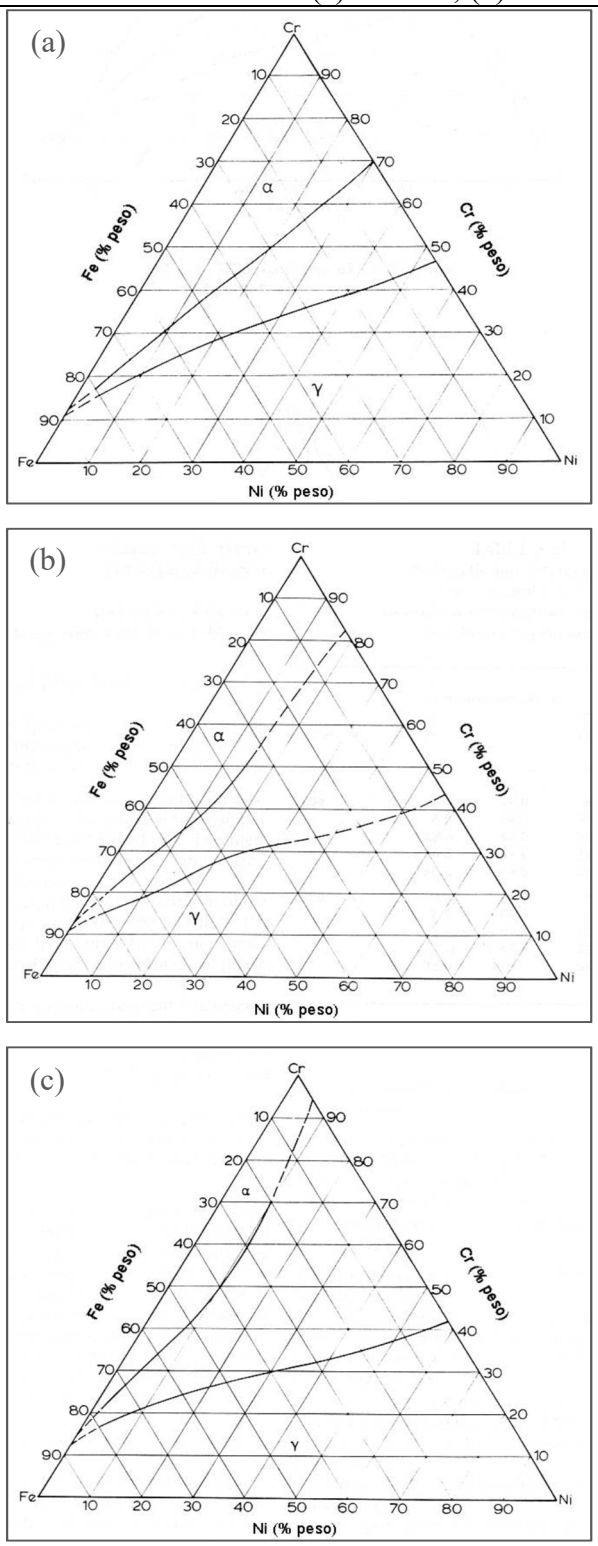
3 REVISÃO DA LITERATURA

Nesta seção, serão discutidos os mecanismos e cinética dos fenômenos de recuperação, recristalização e crescimento de grão em ligas metálicas dúplex, que possuem duas fases componentes, distribuídas em quantidades aproximadamente iguais ao longo de suas microestruturas, verificando como as variáveis temperatura e tempo de solubilização influenciam na formação desta estrutura e consequentemente nas propriedades destes materiais. Também serão abordados tópicos sobre estereologia quantitativa, utilizada para a determinação do tamanho médio de intercepto global de austenita e ferrita, razão de aspecto e área de superfície.

3.1 METALURGIA FÍSICA

A importância das ligas metálicas, que contêm em sua composição química os elementos ferro, cromo e níquel, é indiscutível, visto que essa combinação resulta em boas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. Por esse motivo, o sistema ternário Fe-Cr-Ni é um dos mais estudados dentre aqueles têm o ferro como componente base. Objetivando-se verificar quais são as fases componentes de um aço inoxidável dúplex, utiliza-se da literatura os diagramas ternários Fe-Cr-Ni, para que se possa prever, de forma simplificada, as fases em equilíbrio em uma dada temperatura. As isotermas do sistema Fe-Cr-Ni disponíveis na literatura e de interesse desta dissertação são relativas às temperaturas de 1200°C, 1100°C e 1000°C. As isotermas obtidas na literatura são as da Figura 1 e as obtidas pelo software ThermoCalc® são as da Figura 2 e mostram as fases em equilíbrio para as temperaturas 1200°C, 1100°C e 1000°C. As nomenclaturas BCC_A2 e FCC_A1 da Figura 2 são referentes a ferrita α e austenita γ, respectivamente.

Figura 1 - Seção isotérmica do ternário Fe-Cr-Ni.(a) 1200°C; (b) 1100°C; (c) 1000°C

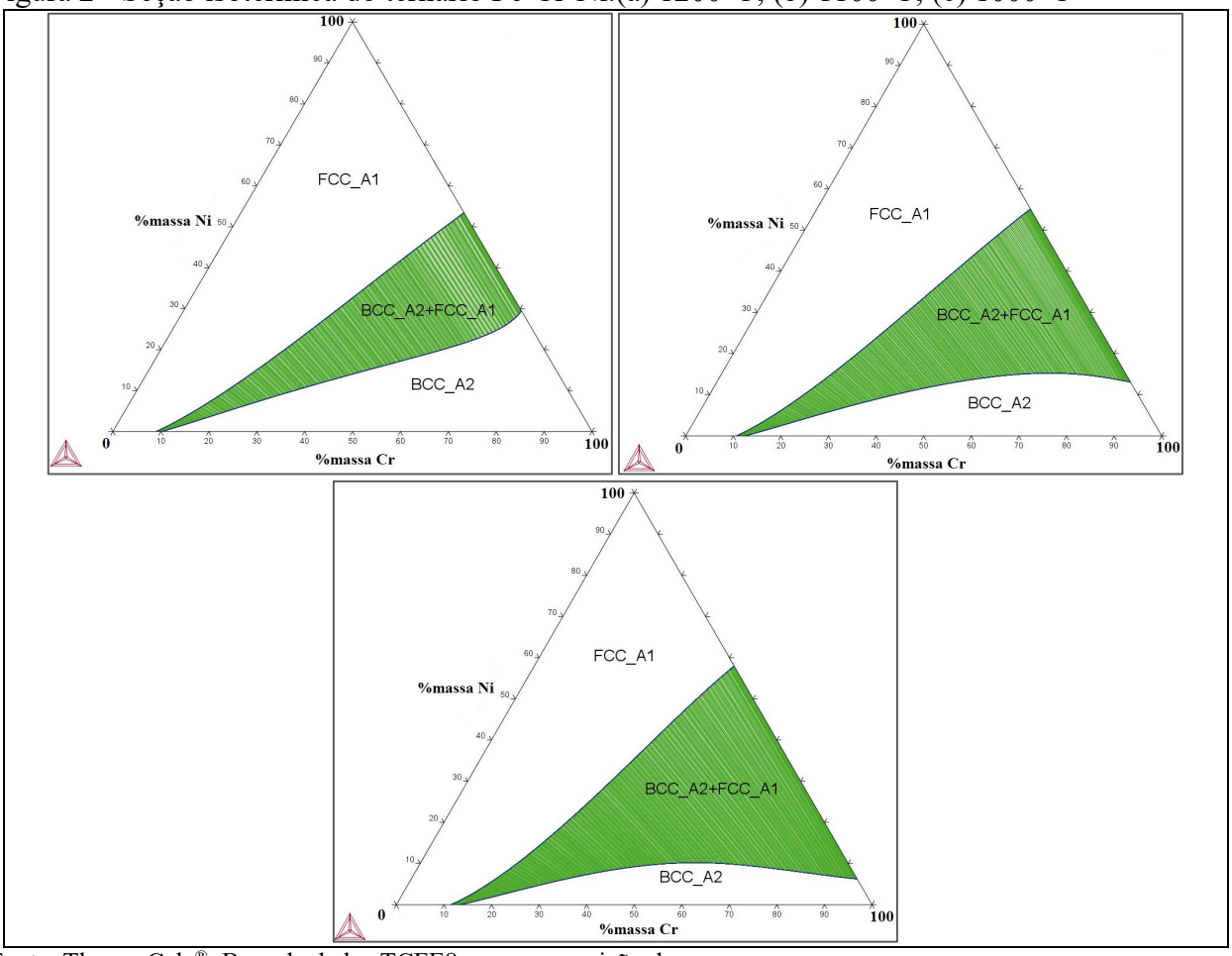


Fonte: Autor "adaptado de" RAYNOR; RIVLIN, 1985, p. 322-323

Os ternários obtidos na literatura (RAYNOR; RIVLIN, 1985) da Figura 1 validam os da Figura 2 obtidos por simulação computacional, já que apresentam a mesma tendência

fenomenológica, ou seja, mesmo perfil do campo bifásico e aumento desse quando há diminuição de temperatura.

Figura 2 - Seção isotérmica do ternário Fe-Cr-Ni.(a) 1200°C; (b) 1100°C; (c) 1000°C



Fonte: ThermoCalc®: Base de dados TCFE8 para composição do aço

Estudos metalográficos com o sistema Fe-Cr-Ni, com alteração da proporção entre componentes, temperatura e outras variáveis, identificam a presença de quatro fases sólidas. Dentre essas, três são soluções sólidas: austenita (γ), que apresenta estrutura cristalina cúbica de face centrada; ferrita α, cúbica de corpo centrado e com maior teor de ferro em relação aos outros componentes; ferrita α', cúbica de corpo centrado e maior teor de cromo em relação aos demais componentes. A quarta fase sólida presente é intermetálica, denominada fase sigma (σ), que apresenta estrutura cristalina tetragonal e tem como principais características: alta dureza, fragilidade e não-magnetismo. Constata-se também que a fase σ não ocorre para teores de níquel acima de 10% e nem quando a temperatura do sistema está acima dos 900°C. Não obstante, a presença dessa fase intermetálica ocorre para uma larga faixa de teores de cromo (SEDRIKS, 1996; GUNN, 2003).

A análise das variáveis envolvidas, como composição química, temperatura e tempo de tratamento, e o posterior resfriamento são de fundamental importância para que o aço dúplex seja produzido com boas propriedades.

Os efeitos gerados pelos principais elementos de liga nas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão podem ser diretamente atribuídos à partição preferencial que esses têm em relação a uma das fases componentes das ligas metálicas.

Os elementos químicos cromo, molibdênio e silício são estabilizadores da fase ferrita, e por isso, a concentração desses elementos nessa fase será maior que a concentração média de cada um em toda a liga dúplex. Da mesma forma, níquel, nitrogênio, manganês, carbono e cobre são estabilizadores da austenita e terão maior concentração nesta fase do que no restante da liga.

Pesquisas demonstram que o grau de partição de elementos de liga (cromo, níquel, molibdênio, manganês, entre outros) permanece praticamente constante entre as duas fases em aços dúplex comerciais, a não ser que haja mudanças significativas nas composições químicas dos diferentes tipos de ligas. Foi constatado também que o nitrogênio tem significativa influência na partição do cromo entre as fases austenita e ferrita (POTGIETER; CORTIE, 1991).

Os principais elementos de ligas e as respectivas funções, que os tornam imprescindíveis na composição dos aços inoxidáveis, estão descritos a seguir (POTGIETER; CORTIE, 1991; SEDRIKS, 1996):

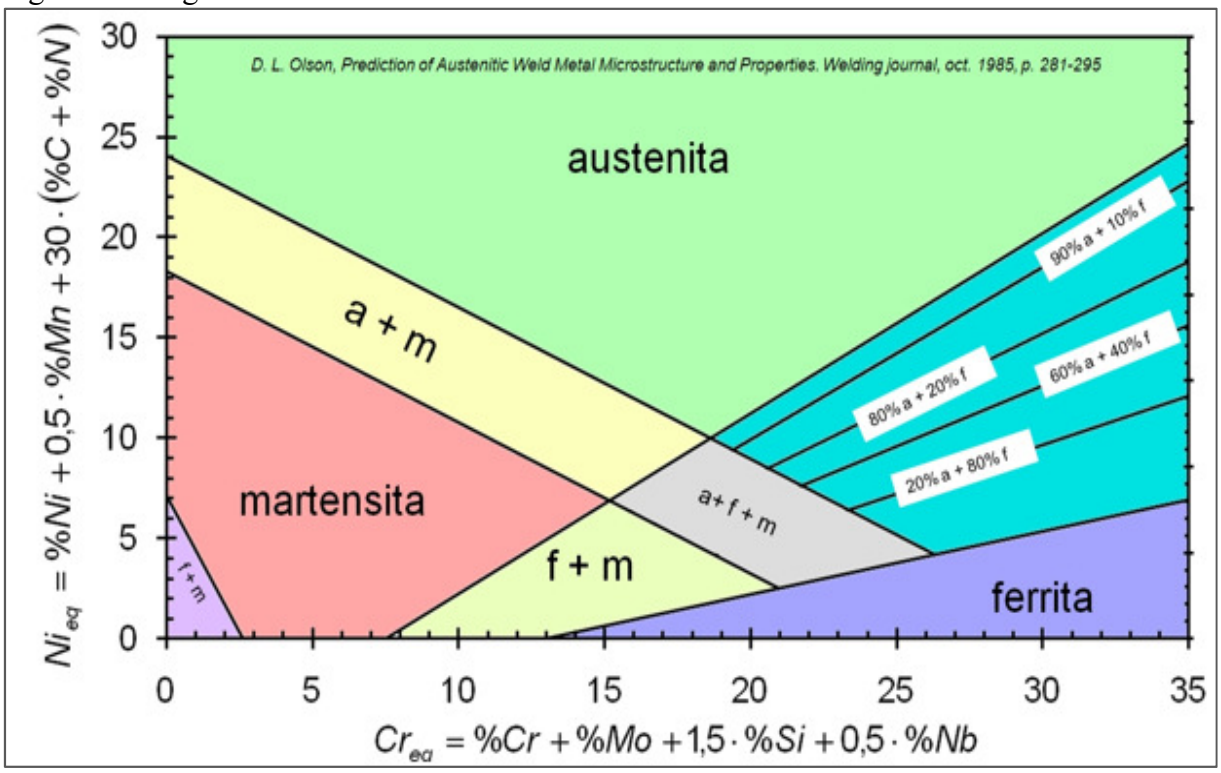
a) Cromo: principal função está em propiciar resistência à corrosão ao material. Esse elemento livre em solução sólida na matriz permite a formação de uma camada auto-regenerativa, que faz a proteção do material contra agentes corrosivos, chamada película passiva. Contudo, existe um limite máximo que o teor de cromo pode atingir sem que haja aumento da taxa de formação da fase sigma, o que poderia reduzir a ductilidade e a tenacidade da liga;
b) Molibdênio: o principal benefício gerado pela adição desse elemento de liga é o de aumentar a resistência à corrosão por pite e em fresta, em combinação com o cromo presente na liga. O teor máximo de molibdênio em liga dúplex é 4% em massa, pois esse elemento, acima deste valor, amplia o campo da fase sigma, e, com a sua formação, a ductilidade do material pode ser prejudicada;

c) Níquel: tem a função de controlar a microestrutura da liga, pois é o principal elemento estabilizador da fase austenita, a fim de se obter ótima resistência à corrosão por pite em conjunto com boa resistência mecânica e ductilidade;
d) Cobre: proporciona boa resistência a corrosão em condições redutoras. Além disso, promove aumento de dureza por precipitação e contribui para a fragilidade pela facilitação da formação da fase sigma. O teor de cobre aceitável depende da concentração de cromo na liga. Quanto maior a quantidade de cromo, menor o teor de cobre. Comumente usa-se o cobre numa concentração máxima de 2%, porque teores maiores reduzem a ductilidade do material;
e) Silício: proporciona o aumento de resistência à corrosão sob tensão fraturante da liga. Teores maiores do que 1% em massa geram maior formação de fase sigma, o que pode prejudicar outras propriedades como a própria resistência à corrosão de maneira geral;
f) Manganês: propicia o aumento da solubilidade do nitrogênio na matriz austenítica, e por isso, é utilizado em conjunto com esse outro elemento para reduzir o teor de níquel na liga. Contribui para a redução de inclusões, pois forma sulfetos de manganês, além de ser um agente desoxidante;
g) Nitrogênio: função de estabilizar a fase austenita e promover o balanceamento do teor das fases componentes da liga. Por ser um elemento intersticial, aumenta os limites de escoamento e de resistência do material à temperatura ambiente. Propicia a redução de tendência de formação de fases intermetálicas ou carbonetos e também aumenta a resistência à corrosão por pite. Outro ponto positivo é que esse elemento retarda a formação das fases sigma e chi, prejudiciais ao aço. Verificou-se que o nitrogênio, assim como o molibdênio, melhora a resistência à corrosão quando presentes em ligas Fe-Cr. O nitrogênio pode substituir parcialmente o níquel como estabilizador da austenita;
h) Carbono: quando presente, aumenta a dureza e a resistência mecânica da liga. Teores baixos de carbono, 0,03% ou menores (em massa) são objetivados para garantir boa trabalhabilidade, além de evitar a precipitação de carbonetos de cromo e diminuir a susceptibilidade do material à corrosão localizada;
i) Titânio e Nióbio: elementos de liga que auxiliam na manutenção da resistência à corrosão, por evitar a combinação do cromo com o carbono, reduzindo a probabilidade do fenômeno de sensitização relacionado a carbonetos de cromo precipitados intergranularmente na estrutura;

j) Tungstênio: retarda a precipitação de fase sigma (quando adicionado em teores de 1 a 3% em substituição ao molibdênio).

A partir do conhecimento do sistema Fe-Cr-Ni, que é a base da composição química do aço dúplex, e também conhecendo os principais elementos de liga e seus efeitos nas propriedades do aço, a otimização da concentração dos elementos de liga adicionais para formar uma microestrutura que vai apresentar propriedades específicas para uma aplicação pode ser feita através dos conceitos de cromo e níquel equivalentes, que podem ser calculados, em porcentagem mássica, através das equações como as fornecidas na Figura 3, que ilustra o diagrama de Olson baseado nos de Schaeffler (OLSON, 1985), que pode ser usado na previsão de fases em um aço dúplex resfriado rapidamente a partir de temperaturas entre 1050°C e 1100°C.

Figura 3 - Diagrama de Olson



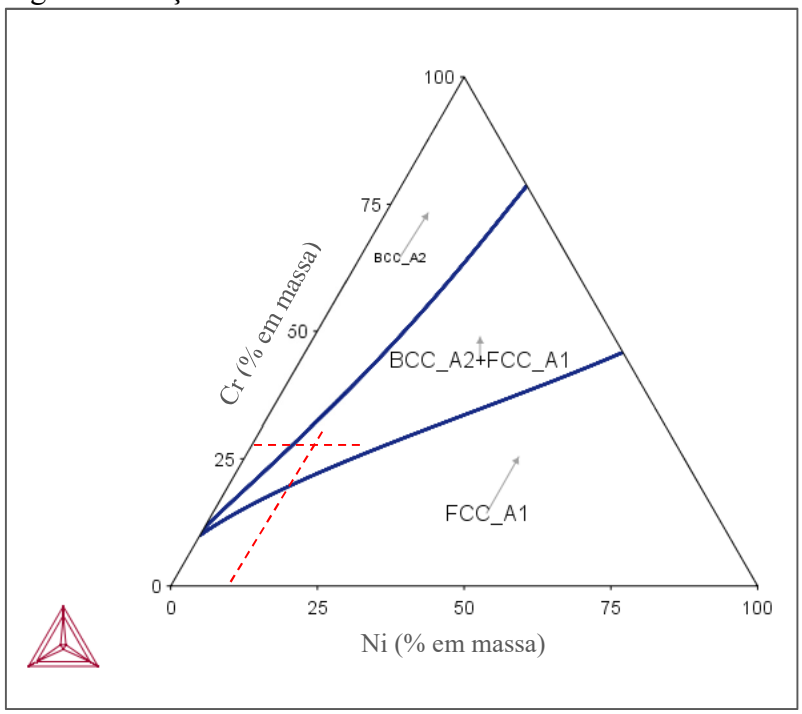
Fonte: OLSON, 1985, p. 283

Com os conceitos de cromo e níquel equivalentes, pode-se avaliar de forma mais precisa as fases geradas no sistema Fe-Cr-Ni, de maneira que se considera a influência dos outros elementos de liga na formação da microestrutura de um aço dúplex. Utilizando-se como

composição química do aço UNS S31803: 0,017% C - 0,34%Si – 1,38%Mn – 0,02%P – 0,001%S – 0,06%Co – 22,07%Cr – 3,19%Mo – 5,68%Ni – 0,13%V – 0,05%W – 0,15%Cu - <0,005Ti – 0,01%Nb – 0,011%Al – 0,006%Sn – 0,17%N – 0,0015%B – 0,0008%Ca (LEANDRO, MAGNABOSCO, 2014) e as equações do gráfico da Figura 3, os valores para cromo e níquel equivalentes seriam 25,78% e 11,98%, respectivamente, colocando o aço na região de microestrutura dúplex ferrita-austenita do diagrama da Figura 3.

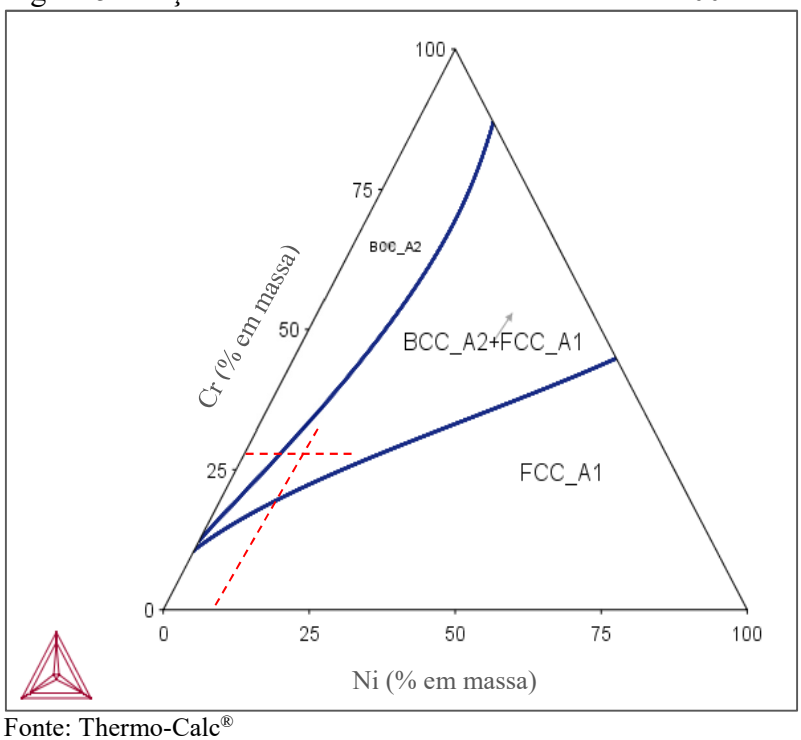
Usando seções isotérmicas a 1150°C, 1100°C e 1050°C do ternário Fe-Cr-Ni obtidas pelo software Thermo-Calc® usando a base de dados TCFE7, e de posse dos valores de cromo e níquel equivalentes citados acima, pode-se prever as fases presentes nessas temperaturas, como mostram as Figuras 4, 5 e 6. As linhas vermelhas tracejadas indicam os valores de composição de cromo e níquel equivalentes do inoxidável em estudo, calculados pelas equações do diagrama da Figura 3. As nomenclaturas BCC_A2 e FCC_A1 são referentes a ferrita α e austenita γ.

Figura 4 - Seção isotérmica do ternário Fe-Cr-Ni a 1150°C



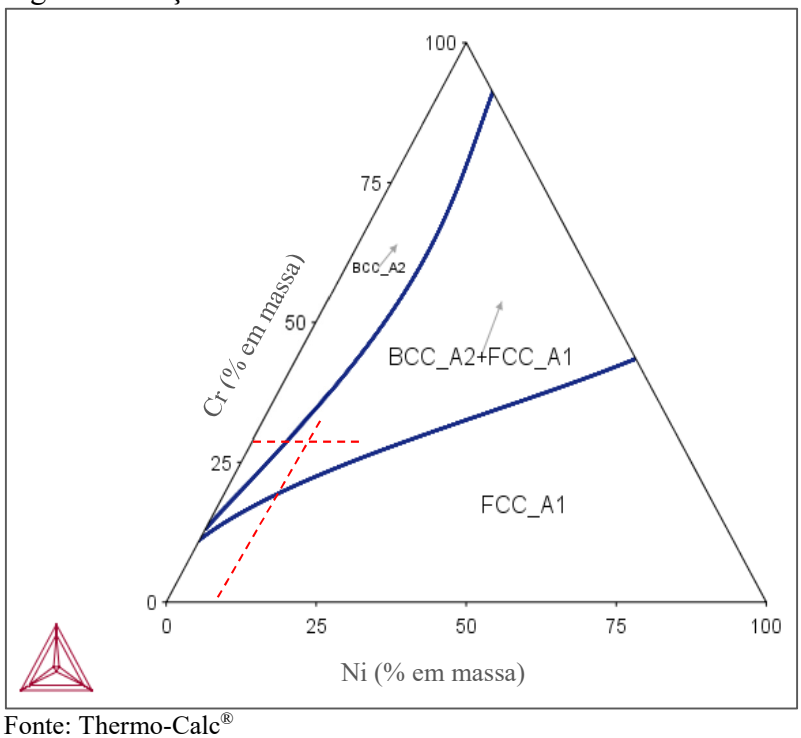
Fonte: Thermo-Calc®

Figura 5 - Seção isotérmica do ternário Fe-Cr-Ni a 1100°C



Fonte: Thermo-Calc®

Figura 6 - Seção isotérmica do ternário Fe-Cr-Ni a 1050°C



Fonte: Thermo-Calc®

Os diagramas ternários do sistema Fe-Cr-Ni em questão, para as temperaturas de 1150°C, 1100 e 1050°C, trazem algumas constatações importantes para a decisão de quais variáveis de processamento devem ser consideradas para a obtenção da microestrutura composta por austenita e ferrita. Nota-se que as linhas de composição de cromo e níquel

equivalentes da liga se interceptam no campo bifásico composto por ferrita e austenita, para as três temperaturas estudadas. Logo, de acordo com os diagramas ternários, a estrutura bifásica será formada se as temperaturas 1050°C, 1100°C e 1150°C forem empregadas no tratamento de solubilização.

Uma constatação muito importante que deve ser comentada é que, ao se observar os diagramas (seções isotérmicas) construídos com base em diferentes temperaturas, nota-se que o campo bifásico cujas fases componentes são austenita e ferrita (dúplex) aumenta à medida em que a temperatura de solubilização é reduzida, ou seja, para temperaturas de tratamento menores, a possibilidade de se combinar diferentes teores dos elementos químicos e produzir uma estrutura dúplex é mais ampla. Logo, as temperaturas de solubilização em questão propiciam a formação de uma estrutura composta de austenita e ferrita em diferentes proporções. Depois disso, é necessária a verificação do modo de resfriamento após tratamento térmico, e um fator importantíssimo é saber quais são as outras fases que podem se formar na estrutura, dependendo de como a liga é resfriada.

Além das fases austenita, ferrita e sigma, as outras fases que podem ser encontradas no aço dúplex são carbonetos, chi, fase R e π, nitretos de cromo, austenita secundária, entre outras dependendo da composição do aço.

Os carbonetos que se encontram presentes na microestrutura do aço dúplex em temperaturas elevadas (entre 1050°C e 950°C) são do tipo M_7C_3 e precipitam preferencialmente na interface ferrita-austenita, podendo ser evitados impondo-se um resfriamento rápido (menos de dez minutos) nesta faixa de temperaturas. Abaixo de 950°C, o carboneto (que se precipita a 800°C em menos de um minuto) é do tipo $M_{23}C_6$, que também é mais comum na interface ferrita-austenita, mas pode aparecer nas interfaces entre mesma fase e mesmo no interior dos grãos (SOLOMON; DEVINE, 1982; NILSSON, 1992).

Sigma é uma fase intermetálica dura e frágil, que normalmente contém ferro, cromo e molibdênio na maioria dos aços inoxidáveis dúplex. Nas ligas dúplex, a fase sigma geralmente se forma entre 700°C e 900°C em menos de três minutos (POTGIETER et al., 1991). Já a fase chi (χ) tem estrutura cristalina cúbica ordenada, com composição química aproximada Fe - 25% Cr - 2% Ni - 15 a 20% Mo - 1% Mn. Assim como a fase sigma, é frágil e compromete tanto a tenacidade quanto a resistência à corrosão do material. Sempre associada à presença da fase sigma, principalmente num envelhecimento conduzido entre 600°C e 700°C, pode ser identificada por microscopia eletrônica de varredura ou difração de raios-X (técnica de extração de precipitados). Forma-se tanto na interface ferrita-austenita quanto na ferrita e se transforma

rapidamente na fase sigma (SOLOMON; DEVINE, 1982; POTGIETER et al., 1991; THORVALDSSON et al., 1984).

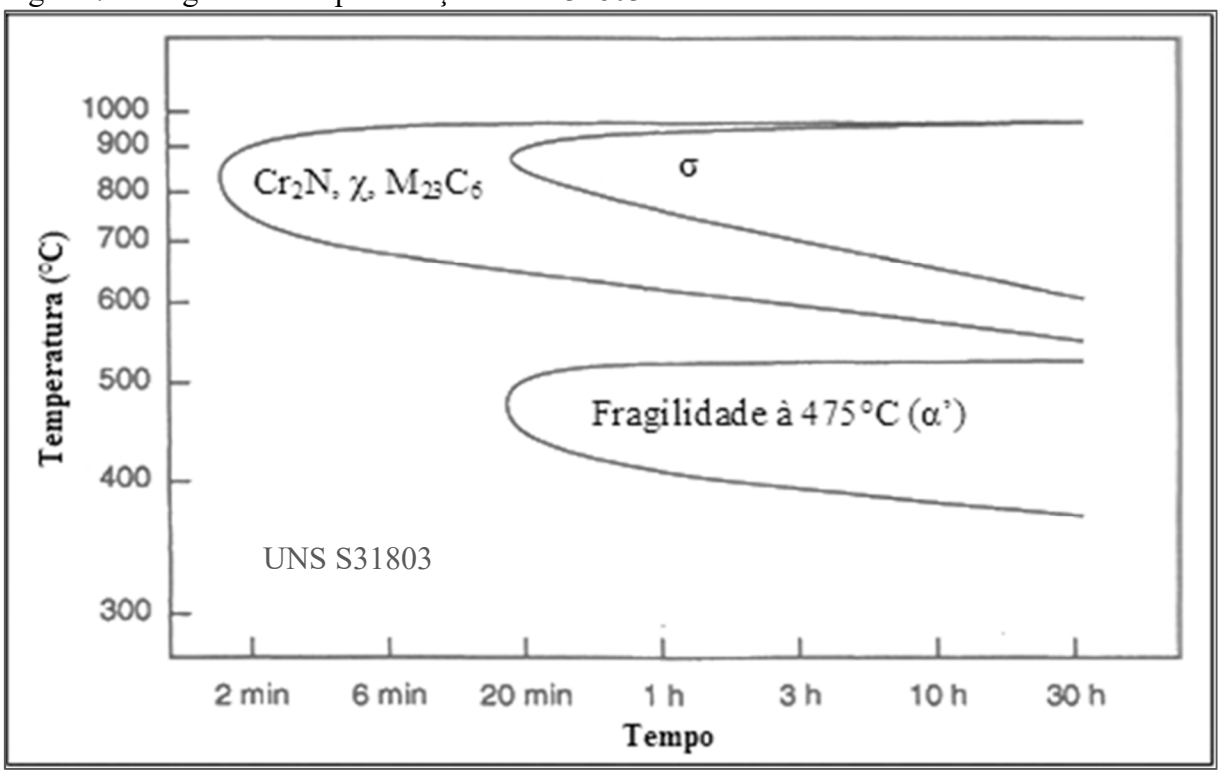
As fases R e π são indesejáveis por apresentar as mesmas características das fases sigma e chi. A fase R (Fe_2Mo, ou de Laves) é rica em molibdênio e sua precipitação nos aços dúplex se dá no intervalo de temperatura entre 550°C e 700°C. Nessa mesma faixa de temperatura, pode-se encontrar a fase π, de composição química 28% Fe - 35% Cr - 3% Ni - 34% Mo (NILSSON, 1992).

Os nitretos de cromo são precipitados que aparecem com o aumento do teor de nitrogênio no aço dúplex e se formam principalmente no intervalo térmico de 700°C a 900°C ou durante o resfriamento da temperatura de solubilização, sendo que no último caso, a precipitação de Cr_2N é possível por conta da supersaturação de nitrogênio na ferrita durante o resfriamento. Por isso, o nitreto precipita intergranularmente na ferrita (NILSSON, 1992).

Quanto à cinética de precipitação de fases no aço dúplex, pode-se citar alguns diagramas TTP (tempo-temperatura-precipitação), que descrevem a formação das fases em função das variáveis tempo e temperatura. A importância destes diagramas está relacionada à inibição do surgimento de fases que não ferrita e austenita na microestrutura do aço inoxidável, permitindo a avaliação de quão rápido deve ser o resfriamento a partir das temperaturas de solubilização.

Através do diagrama TTP para o aço inoxidável dúplex UNS S31803, demonstrado na Figura 7, nota-se que, se for feito um tratamento térmico de solubilização a uma temperatura maior ou igual a 1000ºC, e em seguida um resfriamento rápido, em tempo inferior a aproximadamente um minuto, é possível a obtenção da estrutura bifásica, sem que haja a formação de fases intermetálicas (HERBSLEB; SCHWAAB, 1982; SEDRIKS, 1989; SOLOMON; DEVINE, 1982; SAUCEDO; GURAYA; URCOLA, 1993; POTGIETER et al., 1991).

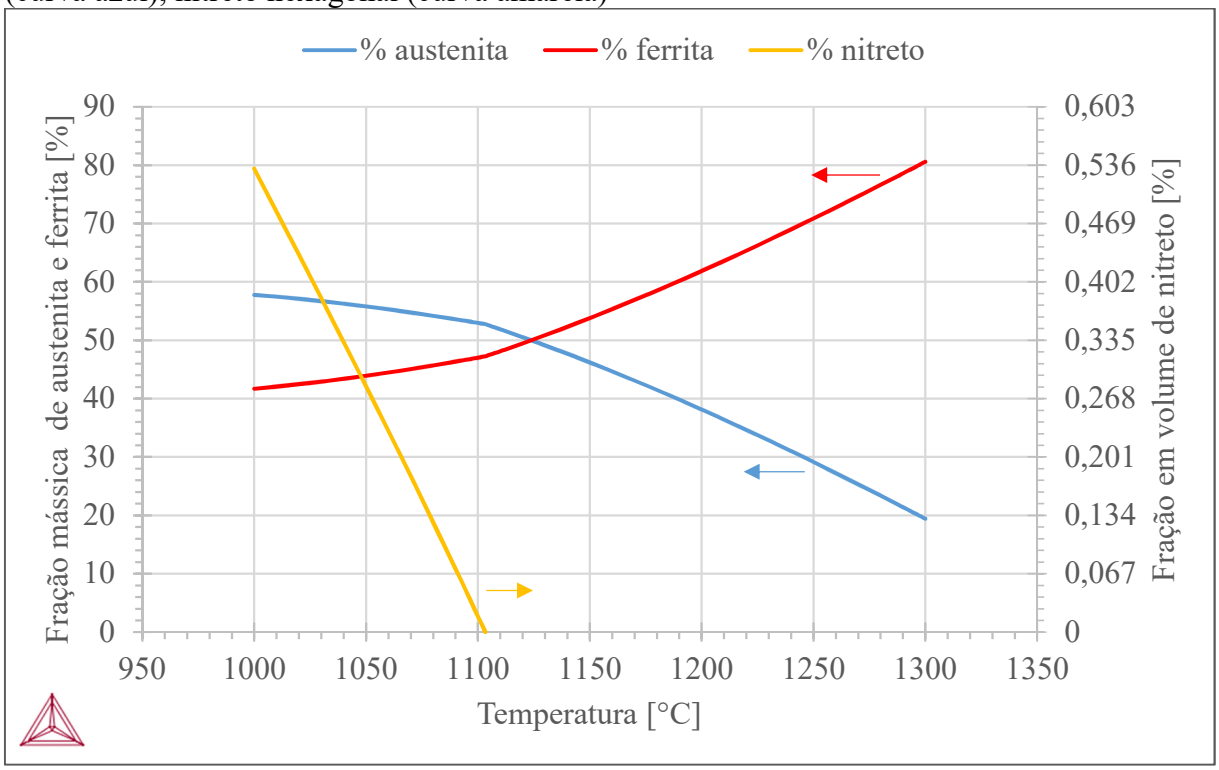
Figura 7 - Diagrama TTP para o aço UNS S31803



Fonte: Autor "adaptado de" SEDRIKS, 1996

Com o intuito de verificar as fases que se encontram na microestrutura do aço inoxidável dúplex UNS S31803 quando se varia a temperatura, foi simulado e obtido com auxílio do software Thermo-Calc® (base: TCFE7) um diagrama de fração em massa de fases em função da temperatura entre 1000°C e 1300°C, que se encontra na Figura 8, para um aço de composição química 0,017% C - 0,34%Si – 1,38%Mn – 0,06%Co – 22,07%Cr – 3,19%Mo – 5,68%Ni – 0,13%V – 0,05%W – 0,15%Cu – 0,17%N – Fe (balanço).

Figura 8 - Quantidade de fases em função da temperatura. Austenita (curva vermelha); ferrita (curva azul); nitreto hexagonal (curva amarela)

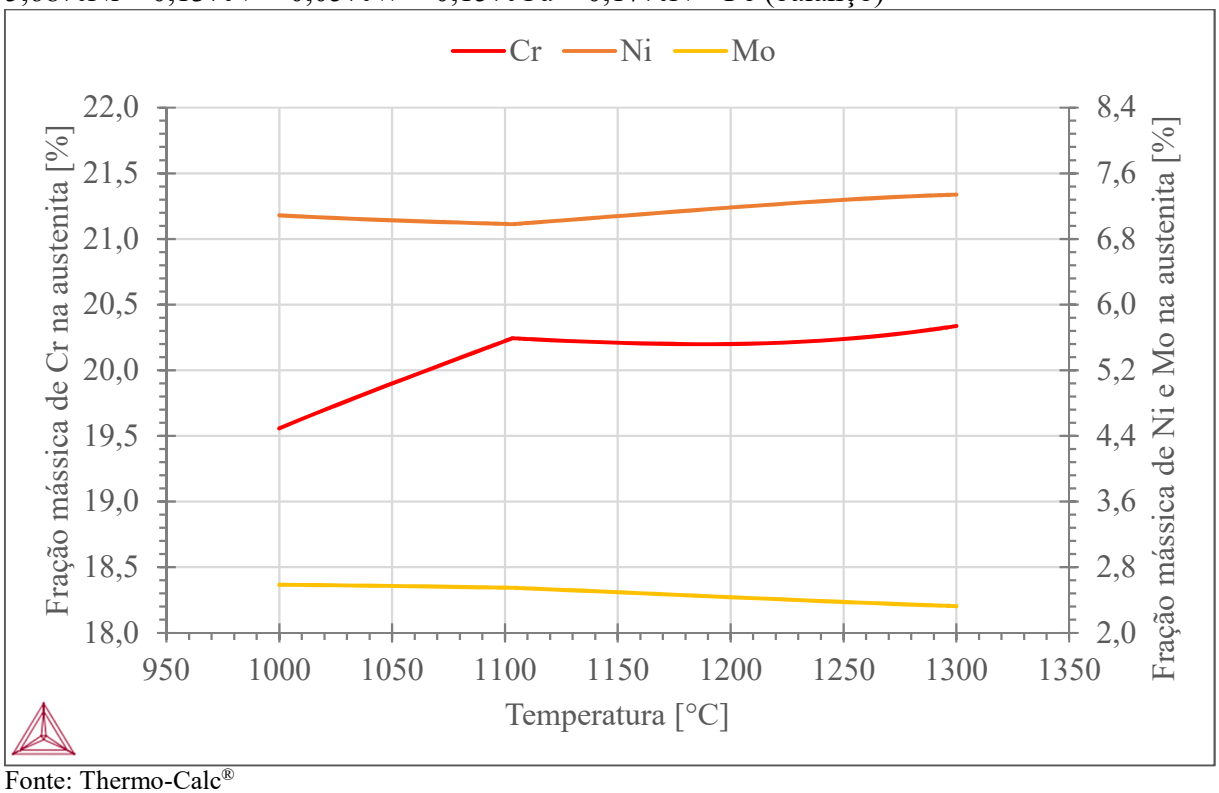


Fonte: Thermo-Calc®

Observando-se o diagrama da Figura 8, percebe-se que, para as temperaturas estudadas pelo presente trabalho (1050°C, 1100°C e 1150°C), as fases que compõem a microestrutura são austenita e ferrita, e se encontram em quantidades próximas da proporção 50% de austenita e 50% de ferrita, o que categoriza este aço como dúplex. A outra fase que aparece no diagrama é o nitreto hexagonal do tipo Cr_2N, que deve estar ausente na temperatura de solubilização de 1150°C aplicada neste trabalho, e presente em fração mássica máxima aproximada de 0,3% a 1050°C, a menor temperatura em estudo nesta dissertação.

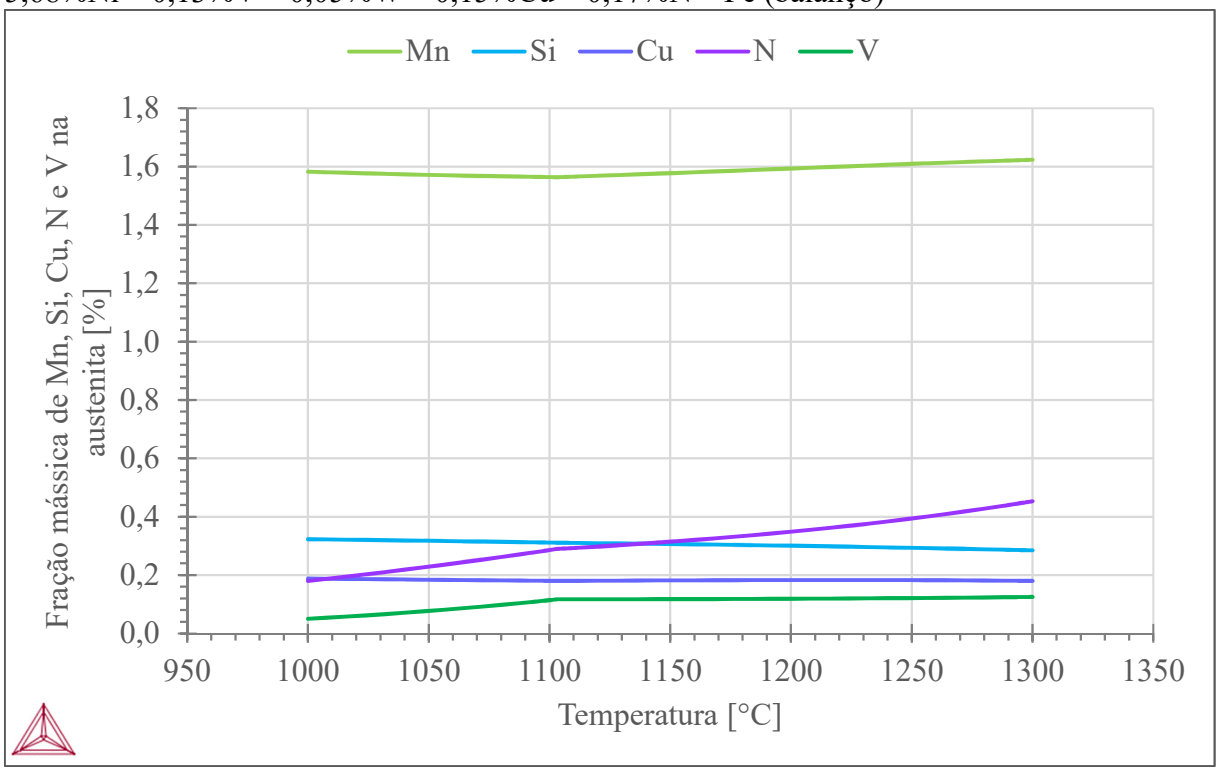
Com o intuito de verificar a composição química das fases ferrita e austenita, foi feita uma simulação no Thermo-Calc® de composição de fases em função da temperatura, utilizando-se a mesma composição específica de aço inoxidável dúplex, já citada. Os gráficos de composição de austenita por temperatura, e de ferrita por temperatura estão nas Figura 9 a 12.

Figura 9 - Composição química da fase austenita em função da temperatura para o aço inoxidável com 0,017% C - 0,34%Si – 1,38%Mn – 0,06%Co – 22,07%Cr – 3,19%Mo – 5,68%Ni – 0,13%V – 0,05%W – 0,15%Cu – 0,17%N – Fe (balanço)



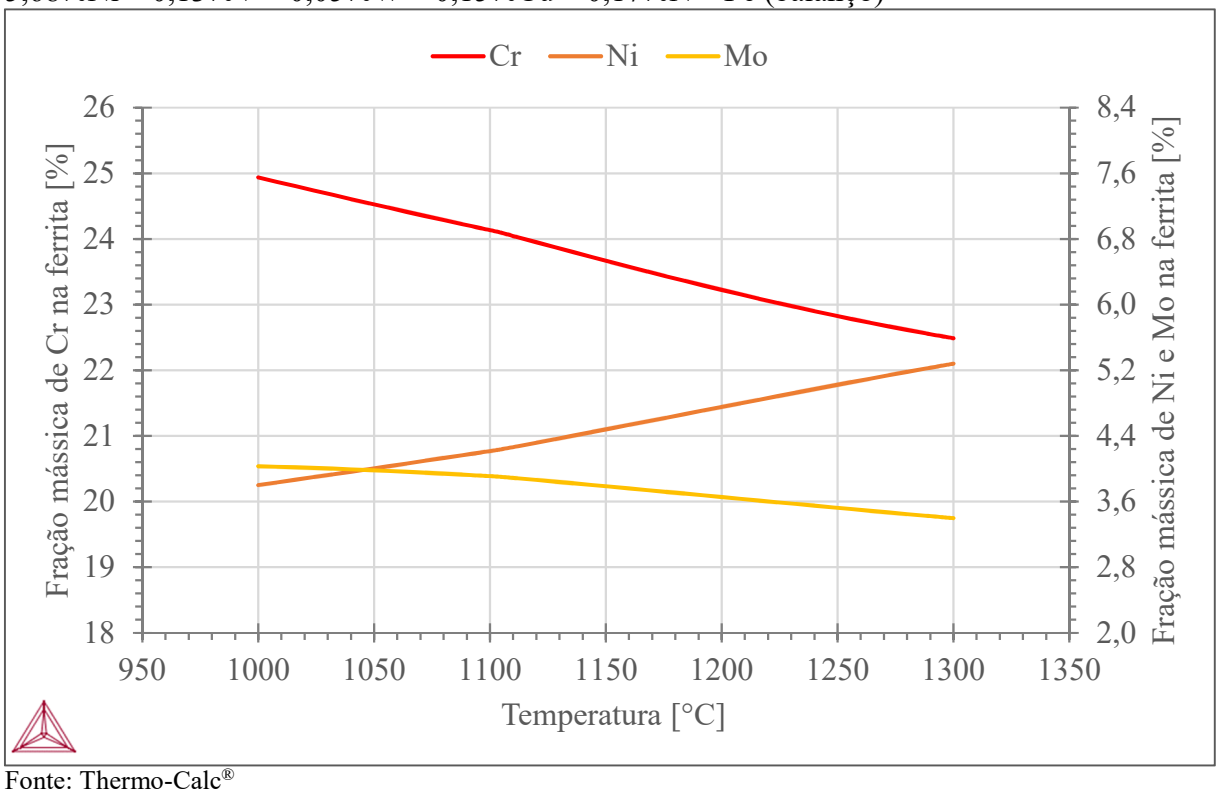
Fonte: Thermo-Calc®

Figura 10 - Composição química da fase austenita em função da temperatura para o aço inoxidável com 0,017% C - 0,34%Si – 1,38%Mn – 0,06%Co – 22,07%Cr – 3,19%Mo – 5,68%Ni – 0,13%V – 0,05%W – 0,15%Cu – 0,17%N – Fe (balanço)



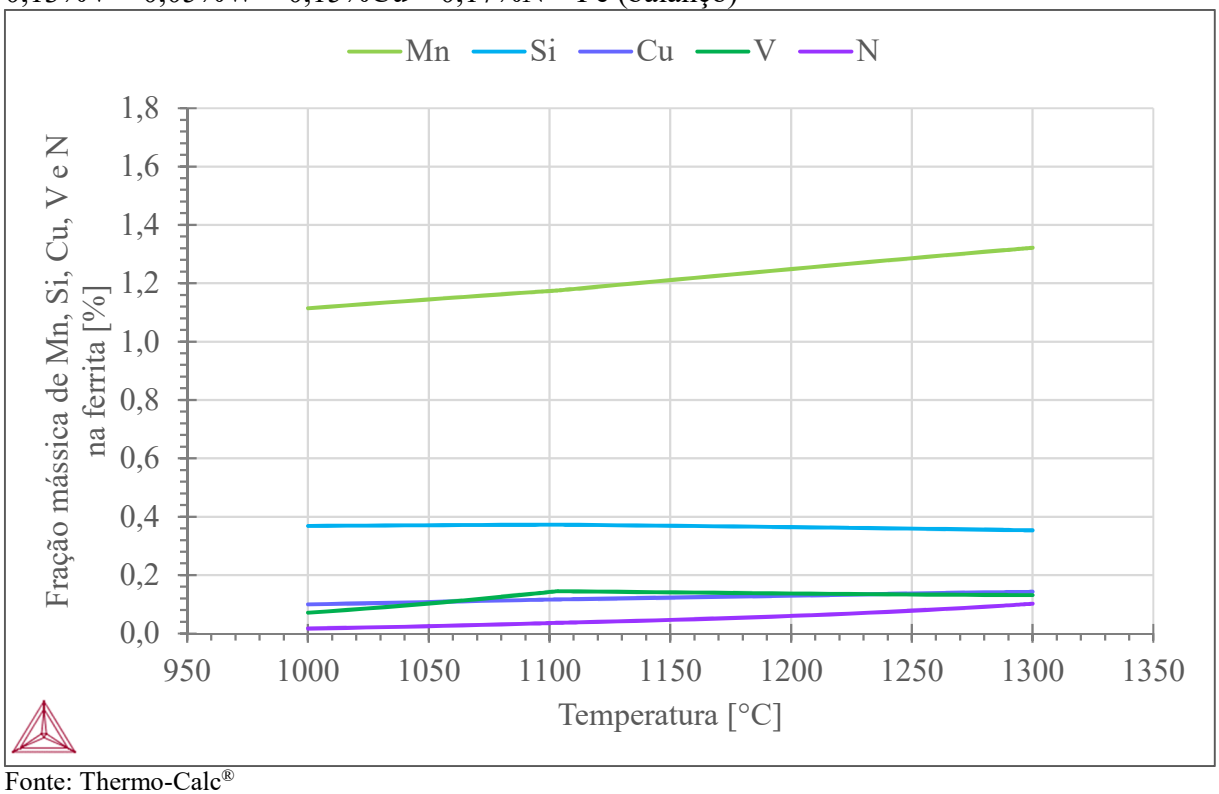
Fonte: Thermo-Calc®

Figura 11 - Composição química da fase ferrita em função da temperatura para o aço inoxidável com 0,017% C - 0,34%Si – 1,38%Mn – 0,06%Co – 22,07%Cr – 3,19%Mo – 5,68%Ni – 0,13%V – 0,05%W – 0,15%Cu – 0,17%N – Fe (balanço)



Fonte: Thermo-Calc®

Figura 12 - Composição química da fase ferrita em função da temperatura para o aço inoxidável com 0,017% C - 0,34%Si – 1,38%Mn – 0,06%Co – 22,07%Cr – 3,19%Mo – 5,68%Ni – 0,13%V – 0,05%W – 0,15%Cu – 0,17%N – Fe (balanço)



Fonte: Thermo-Calc®

É possível verificar através dos gráficos da Figura 9 e 11 que, os teores dos elementos de liga principais cromo e níquel nas fases austenita e ferrita, variam com a mudança de temperatura. Na austenita, o teor de cromo diminui bruscamente quando se reduz a temperatura de 1100°C para 1050°C, enquanto o teor de níquel se mantém praticamente constante. Na ferrita, os teores de cromo e níquel variam consideravelmente em função da temperatura. Quando se aumenta de 1050°C para 1150°C, o teor de cromo diminui de 25% para 22,5%, enquanto que o teor de níquel aumenta de 20,2% para 22,1%. Um aspecto importante é notar a diferença de concentração de cromo e níquel em cada fase, pois observa-se uma maior quantidade de cromo na ferrita do que na austenita, pois como já dito anteriormente este é um dos elementos estabilizadores dessa fase, enquanto que o níquel está em maior quantidade na austenita do que na ferrita, pelo mesmo motivo. É importante destacar também que o nitrogênio, que desempenha função de aumento da resistência à corrosão, está em maior quantidade na austenita do que na ferrita, como pode se observar nas Figuras 10 e 12. Além disso, pela observação das mesmas figuras, nota-se que, abaixo de 1100°C, há uma diminuição dos teores de nitrogênio e vanádio em ambas as fases, devido à formação do nitreto de cromo Cr_2N, que dissolve vanádio em sua composição.

3.2 ENCRUAMENTO, RECUPERAÇÃO, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃO

Quando se discute o conceito de trabalho a frio, a definição básica é que o material sofre deformação plástica pela aplicação de uma tensão, em um ambiente em que a temperatura é considerada muito inferior ao ponto de fusão do respectivo material (REED-HILL; ABBASCHIAN, 1994). Não é possível estabelecer com precisão qual é a temperatura máxima em que um trabalho mecânico é considerado um trabalho a frio, pois essa é função de uma série de fatores, dentre eles, a composição química do material além da taxa e quantidade de deformação imposta (REED-HILL; ABBASCHIAN, 1994). Assume-se então que se o material é deformado plasticamente a uma temperatura aproximadamente menor que metade do seu respectivo ponto de fusão, infere-se que houve trabalho a frio (REED-HILL; ABBASCHIAN, 1994).

A maior parcela da energia gasta, quando realizado trabalho a frio, é dissipada na forma de calor e a menor parcela está relacionada à energia de deformação armazenada na liga metálica. Essa energia armazenada é referente à formação de defeitos no reticulado cristalino e é função de variáveis como: o processo de deformação utilizado (laminação, forjamento,

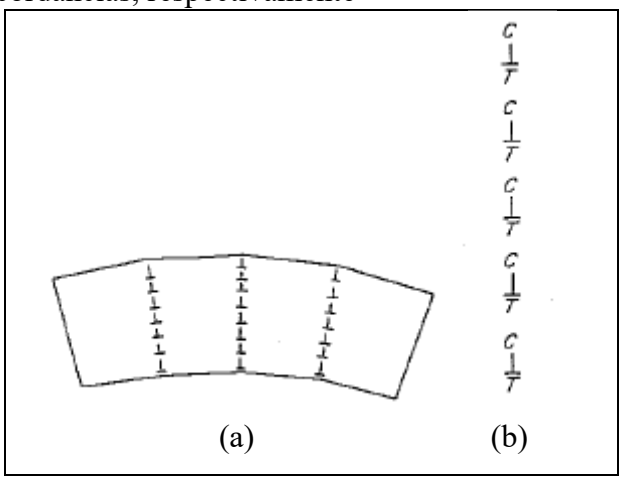
estampagem, entre outros), composição química da liga metálica, taxa de deformação utilizada, temperatura de deformação, entre outras (REED-HILL; ABBASCHIAN, 1994). Com isso, saber quais são as variáveis de processo empregadas e o tipo de material utilizado será de fundamental importância para se prever como os fenômenos termoativados acontecerão se o material for tratado termicamente após a conformação plástica a frio.

O deslizamento das discordâncias gera na rede cristalina aumento da densidade de discordâncias, fazendo com que a energia livre total do sistema aumente. O retorno do material para sua estrutura original prévia ao trabalho a frio depende de reações que envolvam movimentação de átomos e lacunas. Como estas reações são sensíveis à temperatura, um tratamento térmico permite de forma mais acelerada o alcance dessa estrutura original (REED-HILL; ABBASCHIAN, 1994).

Durante tratamento térmico, podem ocorrer os fenômenos de recuperação, recristalização e crescimento de grão. Em se tratando da recuperação, tem-se que este fenômeno pode ocorrer de diferentes maneiras na estrutura do material, sendo uma dessas chamada de poligonização. A poligonização é a recuperação da microestrutura original associada a monocristais inicialmente fletidos, os quais por movimentos de ascensão e deslizamento das discordâncias criadas na deformação, geram cristais poligonizados, separados por contornos de grão de baixo-ângulo, como mostra a Figura 13a. Com esta organização em fileiras, o campo de tração abaixo do plano de escorregamento de uma discordância se sobrepõe ao campo de compressão da discordância adjacente, como pode ser visto na Figura 13b.

A recristalização é o fenômeno normalmente subsequente à recuperação e ocorre através de processo de nucleação e crescimento. O potencial termodinâmico para a formação de novos núcleos é alto em materiais com alta densidade de discordâncias, já que esta estrutura assim encruada tem alta energia livre. Portanto, se o material é colocado sob tratamento térmico, há potencial termodinâmico para que novos núcleos, com menor densidade de discordâncias, sejam formados a partir de uma região pré-existente que é altamente desorientada em relação a sua vizinhança. Se há manutenção da temperatura, átomos difundem da região encruada para os novos núcleos, aumentando-os de tamanho. A recristalização é finalizada quando há parcela apenas residual de material encruado. Sabe-se que, quanto maior a temperatura de tratamento térmico aplicada, menor o tempo gasto para que a recristalização do material esteja completa. Isso ocorre, pois, havendo alto potencial termodinâmico para recristalização em um material intensamente deformado, a aplicação de temperaturas de tratamento mais altas implica numa maior disponibilidade energética para vencer a energia de ativação necessária à formação e crescimento dos núcleos recristalizados.

Figura 13 - Poligonização. (a) Discordâncias organizadas em fileiras, formando uma estrutura de cristais poligonizados. (b) Configuração em fileira com os campos de compressão e tração acima e abaixo das discordâncias, respectivamente

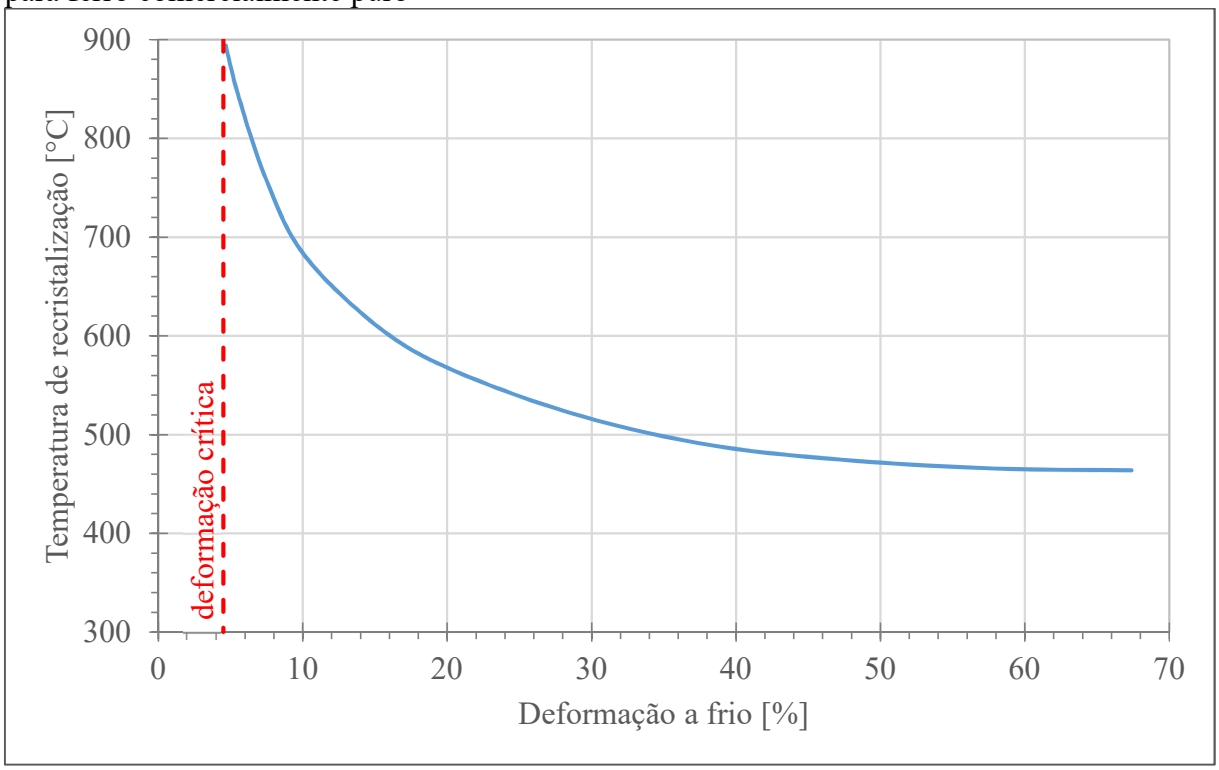


Fonte: Autor "adaptado de" REED-HILL; ABBASCHIAN, 1994, p. 276

Quanto ao efeito da quantidade de deformação na recristalização, tem-se que o aumento da quantidade de trabalho a frio faz com que a recristalização ocorra mais facilmente, ou seja, menor a temperatura e o tempo de tratamento para que esse fenômeno se complete. É denominada temperatura de recristalização aquela na qual um metal ou liga metálica com determinada quantidade de trabalho a frio terá recristalização completa em uma hora. A temperatura de recristalização varia com a quantidade de trabalho a frio imposta, ou, o potencial para que ocorra a recristalização é função da quantidade de deformação. Por exemplo, para ferro comercialmente puro, se o trabalho a frio não atingir uma deformação crítica de aproximadamente 5%, a recristalização não ocorre, e se atingir esse valor, a mínima temperatura para recristalização em uma hora de aquecimento é de 900°C, como pode ser visto no gráfico da Figura 14. Com o aumento da deformação e consequentemente da energia armazenada, aumenta o potencial termodinâmico para recristalização, e a temperatura necessária para completar esse processo em uma hora é reduzida.

Quanto ao crescimento de grão, sabe-se que em um metal ou liga metálica recristalizados, a força motriz para este fenômeno está diretamente relacionada à energia de superfície dos contornos de grão. Assumindo-se que contornos de grão de alto-ângulo tenham mesma energia superficial, o potencial termodinâmico total para o crescimento de grão é muito menor do que aquele para a migração dos contornos de grão durante a recristalização de um material trabalhado a frio. À medida que os grãos crescem, a área de contornos de grão é reduzida, fazendo com que a energia total do sistema se torne mais baixa, da mesma forma.

Figura 14 - Temperatura de recristalização em função da porcentagem de deformação a frio para ferro comercialmente puro



Fonte: Autor "adaptado de" CALLISTER, 2008, p. 145

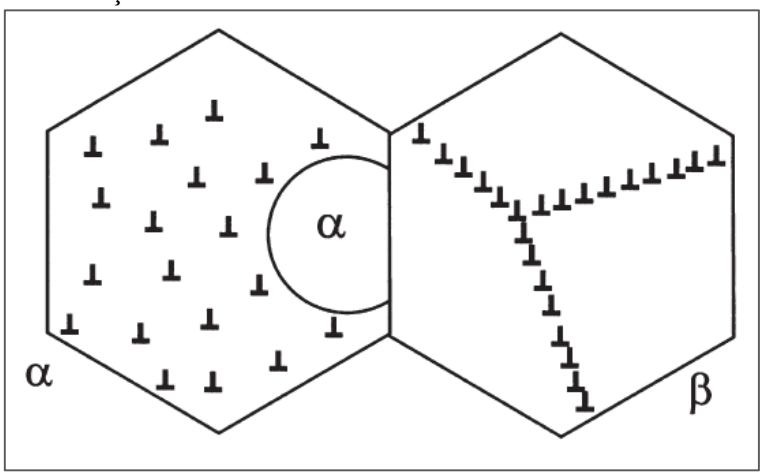
Considera-se um crescimento normal de grão aquele em que a microestrutura apresenta grãos que crescem com uma distribuição praticamente uniforme de tamanhos. Para esse tipo de crescimento de grão, observações experimentais, análises teóricas e simulações computacionais chegaram a uma distribuição do tipo log-normal. A distribuição log-normal, como já está no nome, é uma distribuição normal (gaussiana), em que a frequência de tamanhos de grão é plotada em função do logaritmo natural de uma dimensão relativa ao grão apropriadamente mensurada, que pode ser o intercepto linear, área do grão ou volume do grão (MARTIN; DOHERTY; CANTOR, 1997).

A temperatura e o tempo são variáveis fundamentais no que diz respeito ao impacto sobre o fenômeno de crescimento de grão. O aumento da temperatura e/ou do tempo resulta em grãos maiores presentes na estrutura final do material, sendo que o efeito da alteração de temperatura é maior.

Poucos são os relatos na literatura sobre recuperação, recristalização e crescimento de grão de aços inoxidáveis dúplex, mas outras ligas dúplex têm sido historicamente estudadas. Em virtude dessa escassez de trabalhos sobre cinética de crescimento de grão com aços inoxidáveis dúplex, trabalhos sobre esse tema com ligas bifásicas cobre-zinco são apresentados a seguir, pois o comportamento exibido por essa liga é similar ao do aço dúplex, o que auxiliará

no entendimento de como os fenômenos termoativados ocorrem para o material do trabalho em questão. A microestrutura de equilíbrio das ligas cobre-zinco ou latão α-β é formada por grãos equiaxiais de fase α (CFC) de baixa energia de defeito de empilhamento e maior teor de zinco. A outra fase componente da liga é β de estrutura CCC. Trabalhos com este tipo de liga, em que foi feito recozimento após reduções de espessura por laminação menores que 40% demonstram que a fase β recupera facilmente e forma subgrãos, enquanto que a fase α sofre pequena recuperação, mas recristaliza rapidamente, com a nucleação ocorrendo principalmente nas interfaces α-β, como visto na Figura 15. Sabe-se ainda que a fase β geralmente recristaliza em tempos mais longos, embora para baixas deformações, um processo mais extenso de recuperação pode ocorrer (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). A partir dessas informações, percebe-se que a fase α, que possui a mesma estrutura cristalina da austenita no aço inoxidável dúplex, recristaliza mais facilmente do que recupera, fato comprovado na Figura 15, em que se observa a nucleação de novo grão de α a partir da interface entre as fases componentes. De maneira oposta, a fase β, que apresenta mesma estrutura cristalina da ferrita do aço inoxidável dúplex, exibe recuperação mais facilmente do que recristalização, constatação que pode ser comprovada pelo fenômeno da poligonização e criação de contornos de sub-grão no grão de β, visto na Figura 15.

Figura 15 - Recristalização da liga latão α/β após baixa deformação



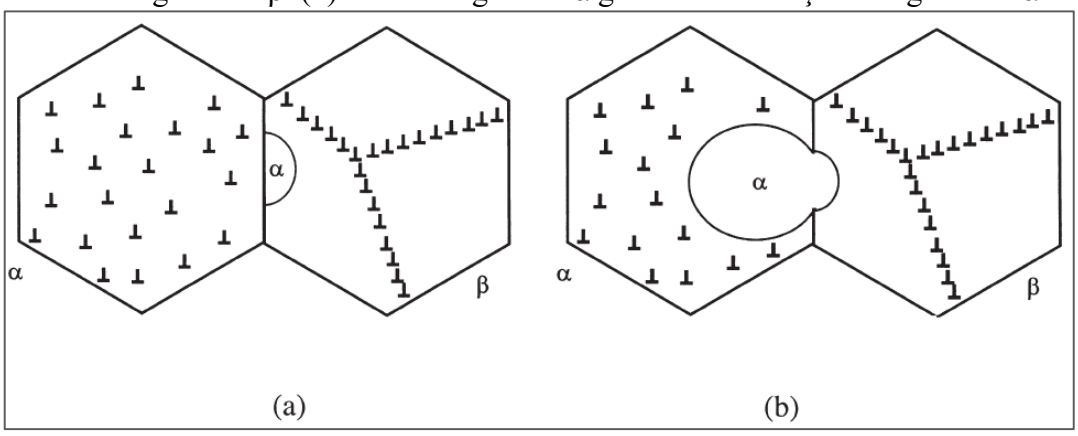
Fonte: HUMPHREYS; HATHERLY, 2004

Para reduções de espessura maiores que 70%, constatou-se que a fase β de uma liga Cu-42%Zn transformou-se martensiticamente numa fase cúbica de corpo centrado α_M durante deformação. Ao se fazer o subsequente recozimento, processos de difusão ocorreram entre as duas fases para gerar equilíbrio de composição química entre as mesmas. Fenômenos de

recuperação e recristalização aconteceram em todos os grãos, levando à formação de uma microestrutura dúplex de grãos refinados (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Com essas constatações verificadas, é possível inferir que o aço inoxidável dúplex, por também se tratar de uma liga bifásica como o latão α-β, ao ser intensamente deformado e passar por tratamento térmico posterior com altas temperaturas envolvidas, deverá exibir fenômenos de recuperação, recristalização e crescimento de grão. Contudo, percebe-se que o estudo de recuperação, recristalização e crescimento de grão em ligas dúplex é mais complexo do que o realizado em ligas monofásicas, já que comportamentos distintos das fases podem influenciar a cinética de formação das estruturas.

Ainda em se tratando de ligas dúplex Cu-Zn, quando o recozimento após deformação é feito a uma temperatura diferente da qual ele foi previamente estabilizado (pré-recozimento antes do trabalho mecânico), transformações de fase podem ocorrer durante recozimento e complexas interações entre precipitação e recristalização podem ocorrer. As mudanças de fase necessárias podem ocorrer tanto por movimentação das interfaces α/β ou por precipitação na fase que sofrerá redução de fração volumétrica. A fase β sofre redução da fração volumétrica pelo crescimento dos núcleos de α formados na interface entre as fases e que crescem para dentro dos grãos de β deformados. Esses grãos posteriormente atuam como núcleos de recristalização e consomem os grãos de α deformados. Os fenômenos anteriormente descritos podem ser vistos na Figura 16. Se o potencial termodinâmico é aumentado, nucleação heterogênea de α dentro dos grãos de β podem ocorrer. Sendo a liga latão α-β bifásica assim como o aço inoxidável dúplex em estudo, as fases componentes do aço podem exibir os fenômenos descritos na Figura 16.

Figura 16 - Recristalização da liga latão α/β em temperatura diferente do pré-recozimento. (a) Fração volumétrica de β é reduzida pelo crescimento de α para dentro dos grãos de β. (b) A nova região de α gera recristalização nos grãos de α



Fonte: HUMPHREYS et al., 2004

Sabe-se que após trabalho mecânico, as duas fases de um aço dúplex exibem alta densidade de discordâncias. A austenita exibe maior encruamento e consequentemente maior potencial termodinâmico para a recristalização em comparação com a ferrita.

Através de investigação microestrutural por microscopia eletrônica de transmissão, foi constatada (REICK; POHL; PADILHA, 1998) a formação de célula de discordância na ferrita e uma distribuição de discordâncias muito mais uniforme com alta incidência de defeitos de empilhamento na austenita do que na ferrita. A forma como a estrutura bifásica austenita-ferrita se organiza após passar por trabalho mecânico pode ser comparada a das fases α e β do latão, já que a célula de discordância para α e a distribuição mais uniforme de discordâncias para β podem ser vistas nas Figuras 15 e 16. Verificou-se que após tratamento térmico, os fenômenos de recuperação e recristalização ocorreram nas duas fases. Extensos processos de recuperação ocorrem na ferrita durante recozimento, enquanto que a estrutura deformada da austenita permanece quase inalterada até o início da recristalização. Os motivos para esse fato são maior mobilidade de discordâncias na ferrita do que na austenita (fase cúbica de face centrada exibe menos planos de escorregamento e mais baixa energia de defeitos de empilhamento), arranjos de discordâncias mais favoráveis na ferrita (célula de discordância) e maiores taxas de difusão na estrutura cúbica de corpo centrado.

Os núcleos provenientes da recristalização formam-se na ferrita por crescimento de subgrão (alinhamento de discordâncias, fenômeno de poligonização) em uma estrutura com alto grau de recuperação, enquanto que a recristalização na austenita ocorre de forma mais descontínua, preferencialmente nas interfaces entre as duas fases, porque na austenita as discordâncias não conseguem se rearranjar facilmente, dificultando a formação de núcleos de recristalização. Sabendo-se que as fases presentes no latão α-β possuem estruturas correlatas as das fases austenita e ferrita, respectivamente, o modo como cada fase se configura após trabalho a frio e os subsequentes fenômenos de recristalização e crescimento de grão gerados pelo tratamento térmico que são demonstrados na Figura 16 podem também ser utilizados para descrever essa fenomenologia no aço inoxidável.

A cinética de recristalização é mais rápida na ferrita do que na austenita, apesar do maior potencial termodinâmico para a recristalização na austenita (REICK; POHL; PADILHA, 1998). Tanto para a recuperação quanto para recristalização, a mais baixa energia de deformação armazenada durante o trabalho mecânico na ferrita foi compensada pela maior difusividade e maior mobilidade de discordâncias na estrutura cúbica de corpo centrado, o que resulta num processo de recristalização total mais rápido na ferrita (REICK; POHL; PADILHA, 1998). A

equação (1) descreve a cinética de recristalização, mostrando que maiores temperaturas de recristalização levam a menor tempo para que a recristalização se complete:

$$\frac{1}{t} = A.e^{\frac{-Q_{Rx}}{R.T}} \quad (1)$$

Em que:

t é o tempo para recristalização completa;

A é uma constante pré-exponencial independente da temperatura;

Q_{Rx} é a energia de ativação para recristalização;

R é a constante universal dos gases;

T é a temperatura em que a recristalização foi conduzida.

Abordando ainda o trabalho mecânico executado numa liga dúplex, a deformação exibida pelas duas fases depende das frações volumétricas, tamanhos e trabalhabilidade de cada uma. Estes fatores, como já foi mencionado, irão influenciar o comportamento de recristalização da liga. Normalmente, os resultados encontrados são de que as fases componentes sofrem recristalização de forma independente da outra, de modo que é possível se prever o comportamento sob recristalização da liga a partir do conhecimento de recristalização que se tem de cada fase individualmente.

Tratando-se mais especificamente do crescimento de grão para ligas dúplex que possuam frações volumétricas de suas fases componentes aproximadamente iguais, sabe-se que a taxa de crescimento de grão da estrutura é controlada pela interdifusão entre as fases ao longo de distâncias que são da ordem de tamanho das fases. Nessa situação, a taxa de crescimento de grão é estimada como dependente do mecanismo de crescimento de grão, além da morfologia e fração volumétrica das fases (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

3.3 CINÉTICA DE CRESCIMENTO DE GRÃO

Há muitos modelos teóricos que foram elaborados ao longo do tempo com o objetivo de prever a cinética de crescimento de grão em ligas metálicas. Entretanto, a maior parte dos estudos experimentais sobre crescimento de grão realizados seguem o modelo original proposto por Beck et al. (1948) apud Martin; Doherty; Cantor (1997), em que a cinética de crescimento de grão é descrita por uma relação apresentada pela equação (2):

$$\overline{D} = K'.t^n \quad (2)$$

Em que,

$\overline{D}$ é o diâmetro médio de grão;

K' é uma constante de proporcionalidade que aumenta com a temperatura;

t é o tempo;

n é o expoente de crescimento de grão.

Os valores de n determinados experimentalmente costumam ser muito menores que 0,5, e somente se aproximam desse valor quando o material em questão é um metal de alta pureza ou quando se trabalha com temperaturas muito elevadas. Os motivos pelos quais isso ocorre ainda não são totalmente compreendidos, mas a explicação mais plausível é que a velocidade de migração dos contornos não é uma função linear do potencial termodinâmico (PORTER; EASTERLING, 1992).

Estudou-se (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004) o crescimento de grão de uma variedade de ligas de titânio contendo uma ampla faixa de frações volumétricas das fases, e descobriu-se que o expoente de crescimento não é particularmente sensível à fração volumétrica das fases presentes. Não obstante, foi encontrado que à medida que a temperatura aumentou de 700°C para 835°C, o expoente de crescimento nas ligas Ti-Mg diminui, indicando uma mudança de mecanismo de crescimento, em que há mudança de controle por difusão em interface para controle por difusão em volume, com o aumento da temperatura.

Em estudo com duas ligas dúplex de Ni-Co de composições distintas, a diferença de textura entre as ligas foi provocada por difusão lenta de outros elementos químicos na estrutura, o que diminui a mobilidade das interfaces e efetivamente previne o crescimento preferencial de grãos (DAN SATHIARAJ; BHATTACHARJEE, 2015). Com isso, a difusão dos elementos de liga presentes no aço inoxidável dúplex UNS S31803 pode atuar como limitadora da mobilidade dos contornos de grão e das interfaces entre a austenita e ferrita, gerando diferentes texturas para a microestrutura.

3.4 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A medição de tamanho de grão feita por tamanho de intercepto médio pode ser feita com auxílio de um software conectado ao microscópio a ser utilizado. O software utiliza os princípios da estereologia quantitativa. O princípio utilizado é o da utilização de padrões (linhas retas, circulares ou mistas) que se superpõe a imagem da microestrutura do material. O número de intersecções do padrão com os contornos de grão dividido pelo comprimento total deste padrão fornece uma medida de intercepto médio, que deve ser repetida para se obter um valor médio representativo para cada amostra. Obtido o valor de intercepto médio geral, ou seja, a média de uma amostragem, determina-se o desvio-padrão (PADILHA; AMBROZIO, 1985).

Outro parâmetro que pode ser medido para caracterizar o tamanho de grão é a área de interface por unidade de volume (Sv), que descreve a área de uma dada interface pelo volume de material. Esse parâmetro é determinado utilizando-se micrografias representativas da microestrutura do material e uma grade padrão. A grade padrão possui linhas horizontais e verticais com um comprimento conhecido e que possibilite a sobreposição completa da micrografia. Os interceptos da grade com o tipo de interface que se deseja obter os Sv devem ser contabilizados. O número de interceptos deve ser contabilizado e dividido pelo comprimento linear total da grade. O resultado desse cálculo é referente ao parâmetro N_L da equação (3). O valor de Sv pode ser obtido através da equação (4). A partir dos valores de Sv dos diferentes tipos de interfaces, pode se realizar a caracterização das microestruturas de ligas dúplex utilizando-se os parâmetros dúplex (Δ), parâmetro de dispersão (δ) e razão de contiguidade (C_α / C_γ) descritos nas equações (5), (6) e (7), respectivamente (PADILHA, 1997).

$$N_L = \frac{\text{n° de interceptos}}{\text{compr. de linear da grade}} \tag{3}$$

$$S_V = 2.N_L \tag{4}$$

$$\Delta = \frac{S_V^{\gamma\gamma}}{S_V^{\alpha\alpha}} \tag{5}$$

$$\delta = \frac{S_V^{\alpha\gamma}}{S_V^{\alpha\alpha}} \tag{6}$$

$$\frac{C_\alpha}{C_\gamma} = \frac{S_V^{\alpha\alpha}}{S_V^{\gamma\gamma}} \cdot \frac{(2S_V^{\gamma\gamma}+S_V^{\alpha\gamma})}{(2S_V^{\alpha\alpha}+S_V^{\alpha\gamma})} \tag{7}$$

Nas equações 5 a 7, seguindo a definição de Padilha (1997), Δ é a razão entre a quantidade de contornos de grão da fase γ em relação à fase α; $Sv^{\gamma\gamma}$ é a área superficial por

unidade de volume teste de contornos de grão de fase γ em relação à fase γ; $Sv^{\alpha\alpha}$ é a área superficial por unidade de volume teste de contornos de grão de fase α em relação à fase α; $Sv^{\alpha\gamma}$ é a área superficial por unidade de volume teste de contornos de grão de fase α em relação à fase γ; δ é a razão entre a quantidade de interfaces αγ pela quantidade de interfaces αα (assumida α como a matriz); C_α é o grau de adjacência da fase α; C_γ é o grau de adjacência da fase γ. Além disso, uma estrutura dúplex ideal deveria apresentar proporções iguais de fases (50%), parâmetro dúplex igual a 1, parâmetro de dispersão igual a 2 e razão de contiguidade igual a 1 (PADILHA, 1997).

3.5 MOTIVAÇÃO PARA ESTE TRABALHO

Com o foco na formação da estrutura dúplex solubilizada do aço inoxidável dúplex UNS S31803, o objetivo do presente trabalho é descrever a cinética de crescimento de grão da estrutura de um aço inoxidável dúplex, quando esse material é solubilizado.

A contribuição deste trabalho está na identificação da melhor forma de processamento deste material, de maneira a atingir as propriedades adequadas para as respectivas áreas onde é utilizado. A cinética de crescimento de grão da estrutura do aço será descrita através da medição do tamanho de grão global e individual das duas fases presentes – austenita e ferrita, utilizando-se o método de interceptos, razão de aspecto de cada fase, determinação das áreas de interface (Sv), parâmetro dúplex, parâmetro de dispersão e razão de contiguidade.

4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Inicialmente, as amostras para os experimentos foram obtidas a partir de uma chapa de aço inoxidável dúplex UNS S31803, fornecida pelo Centro Universitário da FEI, com 3 mm de espessura original. A composição química desse aço inoxidável dúplex pode ser vista na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição química (% em massa) do aço inoxidável dúplex UNS S31803

Elemento	% massa
Carbono (C)	0,017
Silício (Si)	0,34
Manganês (Mn)	1,38
Fósforo (P)	0,02
Enxofre (S)	0,001
Cobalto (Co)	0,06
Cromo (Cr)	22,07
Molibdênio (Mo)	3,19
Níquel (Ni)	5,68
Vanádio (V)	0,13
Tungstênio (W)	0,05
Cobre (Cu)	0,15
Titânio (Ti)	< 0,005
Nióbio (Nb)	0,01
Alumínio (Al)	0,011
Estanho (Sn)	0,006
Nitrogênio (N)	0,17
Boro (B)	0,0015
Cálcio (Ca)	0,0008
Ferro (Fe)	balanço

Fonte: Composição química oriunda de análise gentilmente realizada pela Villares Metals S. A.

Para garantir um aço com microestrutura originalmente deformada, de forma que todos os tratamentos térmicos subsequentes fossem realizados num material de estrutura com grande número de locais para nucleação de ferrita e austenita, laminou-se a frio as chapas produzidas,

de maneira a atingir 50% de redução de espessura. Amostras com as microestruturas representantes da condição antes da laminação e após o trabalho mecânico foram reservadas para comparação com as amostras que foram solubilizadas em diferentes condições.

As temperaturas utilizadas para o tratamento de solubilização das amostras previamente laminadas foram 1050°C, 1100°C e 1150°C, por tempos de 15 minutos, 30 minutos, 1 hora, 4 horas, 24 horas e 96 horas, gerando diferentes tamanhos de grão das fases. A solubilização foi realizada em um forno tubular, onde foi feito vácuo para evitar a oxidação das amostras.

Ao final do tempo estipulado de tratamento térmico, as amostras foram resfriadas rapidamente em um recipiente com água a temperatura ambiente. Foi obtida a seção longitudinal das amostras tratadas termicamente. Foram produzidos corpos-de-prova em baquelite utilizando-se embutidoras com matriz de 25 mm de diâmetro, com seções longitudinais representativas dos estados original, deformado e solubilizado. Os corpos-de-prova foram colocados na máquina de lixamento e polimento semiautomático Struers Abramin para preparação metalográfica da seção longitudinal, que foi observada utilizando-se microscopia óptica. Se mesmo ao final do lixamento e polimento semiautomático ainda apareciam riscos que comprometessem a qualidade das micrografias, polimento manual na politriz com partículas de diamante de 1 μm foi executado. O procedimento utilizado está detalhadamente descrito na Tabela 2.

Tabela 2 - Procedimento utilizado na máquina de lixamento e polimento semiautomático Struers Abramin

Etapa	Suporte	Granulometria do abrasivo	Lubrificante	Força		Tempo (min)	R.P.M.
1	lixa	#220	água	250 N	água em abundância	3	150
2	lixa	#320	água	250 N		3	150
3	lixa	#400	água	250 N		3	150
4	lixa	#600	água	250 N		3	150
5	magnético	6 μm	álcool	250 N	Pano levemente úmido	3	150
6	magnético	3 μm	álcool	250 N		3	150
7	magnético	1 μm	álcool	250 N		3	150

Fonte: Autor

As etapas de análise microestrutural quantitativa são compostas por: determinação dos interceptos médios das fases ferrita e austenita após ataque eletrolítico com o reagente ácido

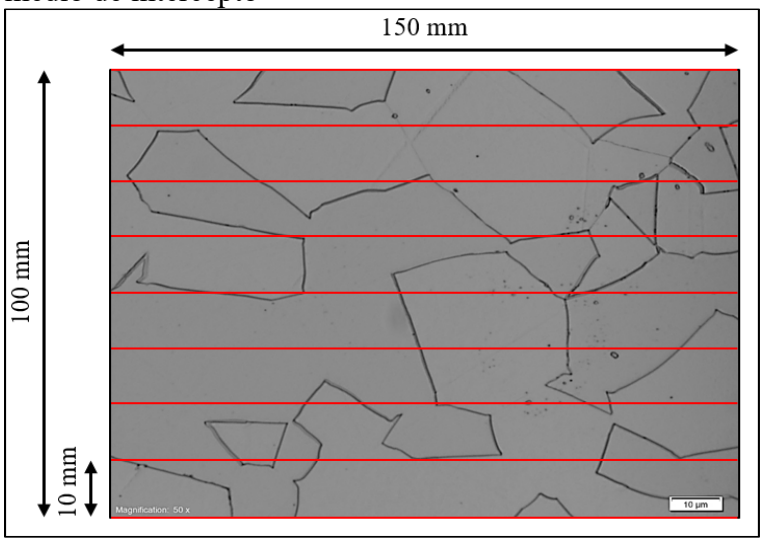
oxálico que tem por função delinear os contornos de grão, determinação da razão de aspecto da estrutura global por comparação de interceptos médios na horizontal e vertical das duas fases, determinação de tipo e área de interface relativos às fases componentes da microestrutura.

4.1 TAMANHO DE GRÃO POR INTERCEPTO MÉDIO – MEDIÇÃO MANUAL

Foram obtidas micrografias de todas as condições estudadas para o material. As seções longitudinais foram fotografadas com 500x de aumento, sendo obtidos três campos para cada condição. O microscópio utilizado foi o Olympus e as imagens registradas no software AnalySIS 5.1. A norma utilizada como referência para a medição foi a ASTM E112-03.

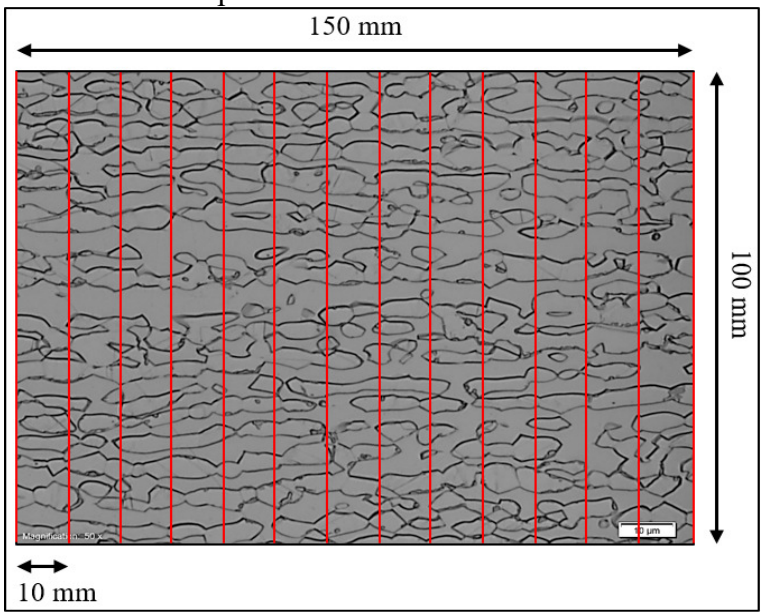
A princípio, foi estabelecido um padrão para medição manual dos tamanhos de intercepto tanto na direção longitudinal quanto na transversal. Utilizou-se medição manual, pois a maioria dos softwares não possuem padrões que permitam obter o tamanho médio de intercepto para cada fase separadamente. É importante destacar que, algumas vezes em razão da dificuldade de visualização dos contornos de grão (possivelmente por conta da fraca revelação gerada pelo ataque eletrolítico), foi necessário extrapolar a posição dos mesmos. O procedimento foi realizado com micrografias dimensionadas de modo que ficassem com 150 mm de comprimento por 100 mm de largura, pela medição com um escalímetro. Para o padrão horizontal, foram estabelecidas nove linhas horizontais, separadas por uma distância de 10 mm. Já para o vertical, foram estabelecidas 14 linhas verticais, distanciadas entre si por 10 mm. Os padrões horizontal e vertical podem ser visualizados nas Figuras 17 e 18, respectivamente. Para se determinar o tamanho médio de intercepto, mediu-se o tamanho de cada intercepto da linha teste com os grãos das fases.

Figura 17 – Padrão horizontal para a medição do tamanho médio de intercepto



Fonte: Autor

Figura 18 – Padrão vertical para a medição do tamanho médio de intercepto



Fonte: Autor

A medição em três campos por condição, citada anteriormente, foi estabelecida de acordo com uma prévia verificação. Com o intuito de verificar a variação dos valores de tamanho médio de intercepto, realizou-se a medição de 10 campos para duas condições distintas, sendo essas 1050°C por 15 minutos e 1100°C por 96 horas. Essas duas condições foram escolhidas, pois geram microestruturas bem distintas, no que diz respeito ao tamanho dos grãos. Os resultados de tamanho médio de intercepto para a fase austenita, tanto na direção horizontal quanto na direção vertical, podem ser vistos nas Tabelas 3 e 4, respectivamente.

Tabela 3 - Tamanho médio de intercepto austenítico na direção horizontal

nº campos	1	3	5	10
$\bar{d}_{i,\gamma}^{h}$ (μm)	24,8	25,3	34,0	30,9
Desvio-padrão (μm)	20,3	7,6	12,0	13,4

Fonte: Autor

Tabela 4 – Tamanho médio de intercepto austenítico na direção vertical

nº campos	1	3	5	10
$\bar{d}_{i,\gamma}^{v}$ (μm)	19,0	22,9	22,0	22,0
Desvio-padrão (μm)	12,6	3,9	4,0	3,5

Fonte: Autor

Avaliando-se as Tabelas 3 e 4, é possível verificar que a medição de três campos para cada condição gera um valor representativo do tamanho médio de intercepto das microestruturas em estudo, com valores aceitáveis de desvios-padrão a partir de três medições. Por conseguinte, foram efetuadas as medições de tamanho médio de intercepto austenítico e ferrítico para todas as condições em três campos por amostra. Os valores foram utilizados para construir os gráficos mostrados na Seção 5.

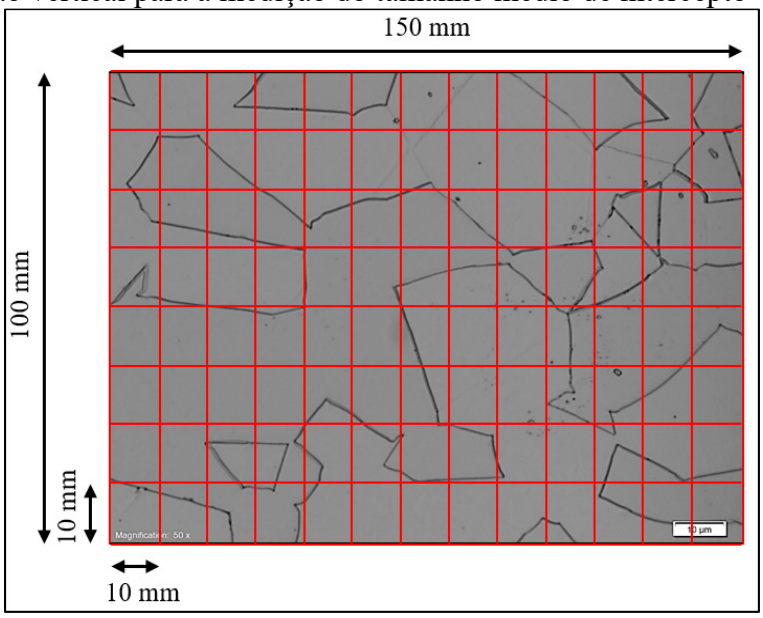
O tamanho médio de intercepto global para ambas as fases foi obtido fazendo-se a média entre seis médias, sendo essas, três médias referentes ao tamanho médio de intercepto horizontal e três médias correspondentes ao tamanho de intercepto vertical. A razão de aspecto foi obtida pela divisão entre o tamanho médio de intercepto horizontal pelo tamanho médio de intercepto vertical, para austenita e ferrita. No total, foram realizadas 20051 medições de tamanho de intercepto, considerando-se as duas fases nas direções horizontal e vertical.

4.2 MEDIÇÕES DE ÁREA SUPERFICIAL

As medições de Sv foram realizadas utilizando-se o mesmo padrão descrito para a obtenção do tamanho médio de intercepto, ou seja, 14 linhas verticais e nove linhas horizontais, separadas por uma distância de 10 mm (Figura 19). As interfaces αγ, γγ e αα foram contabilizadas, onde a micrografia foi configurada de modo a ter comprimento de 150 mm e largura de 100 mm (dimensões obtidas por escalímetro). Mediu-se três campos para cada condição. Em cada micrografia analisada, o comprimento total de linhas-teste foi de 2750 mm, que equivalem a 2391,3 μm na microestrutura, e contou-se o número de interceptos entre as linhas e as interfaces entre αγ, γγ e αα. Determinou-se N_L pela equação (3) e a partir dele, o valor de Sv para cada micrografia foi obtido utilizando-se a equação (4), mostrada na revisão

da literatura. A média e o desvio-padrão de Sv para cada tipo de interface em todas as condições estudadas foram obtidos. Foram contabilizadas ao total 21935 interfaces, considerando-se os três tipos de interfaces presentes na microestrutura do material.

Figura 19 – Padrão vertical para a medição do tamanho médio de intercepto



Fonte: Autor

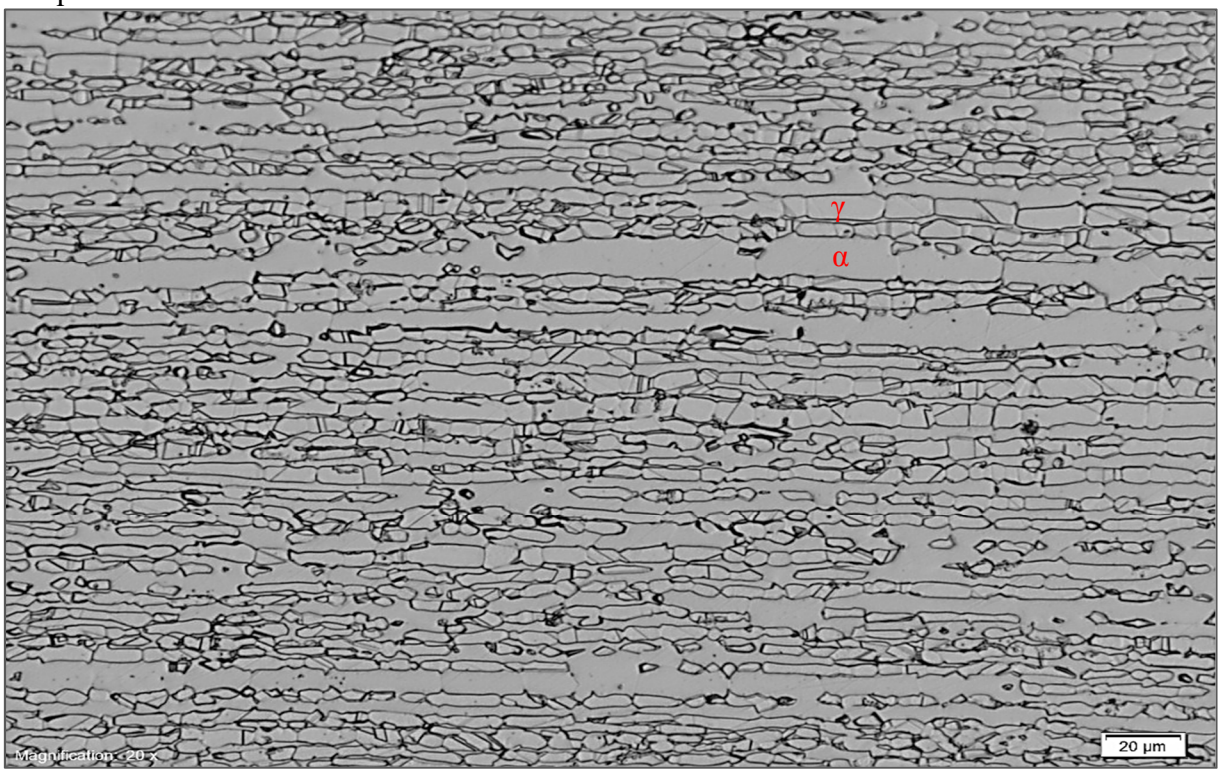
5 RESULTADOS

Nesta seção serão apresentados os resultados qualitativos (micrografias) e quantitativos (gráficos comparativos) que caracterizam a microestrutura do aço inoxidável dúplex UNS S31803 e possibilitam a descrição e o entendimento da cinética de crescimento de grão para este material em todas as condições de solubilização estudadas. As micrografias com 500 vezes de aumento foram utilizadas para a medição do tamanho médio de intercepto manual e determinação de Sv. As micrografias representativas do estado deformado estão presentes apenas para comparação qualitativa e não foram utilizadas para nenhuma medição.

5.1 MICROESTRUTURA DO MATERIAL ORIGINAL (COMO RECEBIDO)

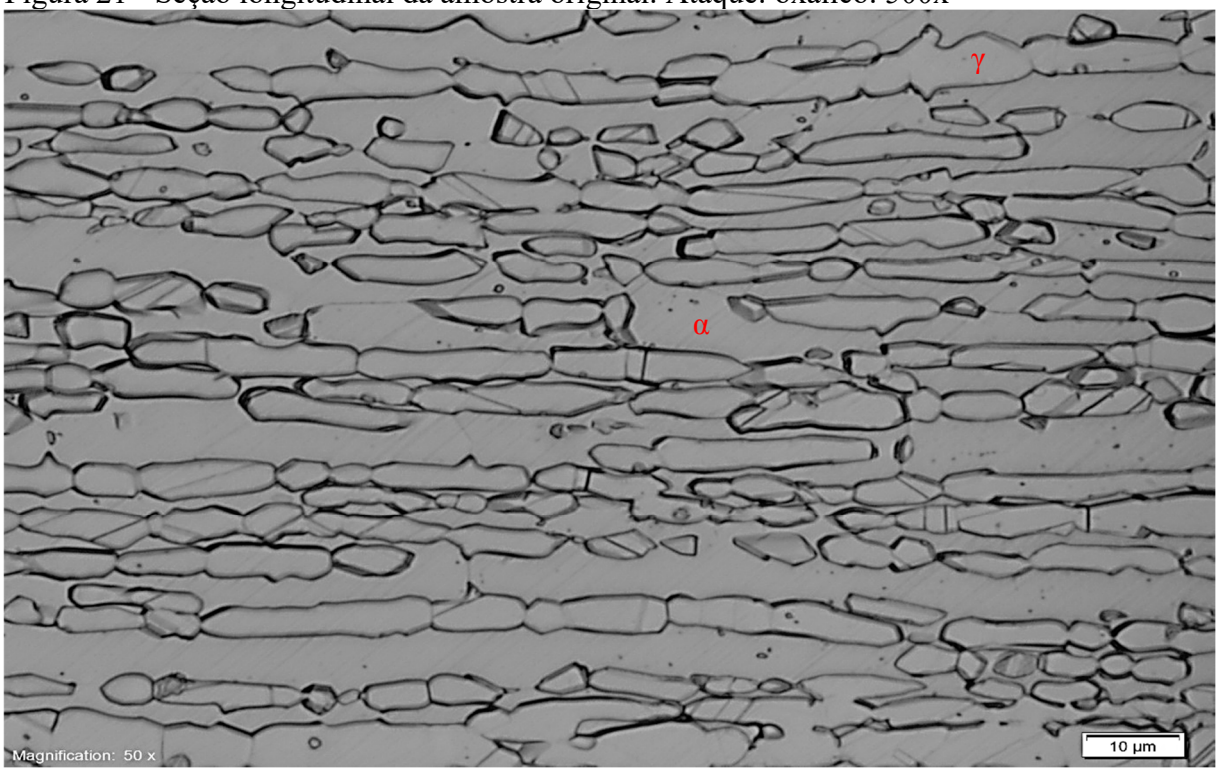
Inicialmente, foi feita a análise da microestrutura do aço inoxidável dúplex como recebido, ou seja, sem qualquer deformação ou tratamento térmico. Para isso, obteve-se as micrografias das Figuras 20 e 21, em que se observa a presença de ferrita e austenita na forma de bandas orientadas na seção longitudinal. A partir desta verificação, pode-se comparar os efeitos na microestrutura gerados pelo trabalho a frio e os subsequentes tratamentos de solubilização, aos quais o material foi submetido.

Figura 20 - Seção longitudinal da amostra original (α corresponde à ferrita e γ à austenita). Ataque: oxálico. 200x



Fonte: Autor

Figura 21 - Seção longitudinal da amostra original. Ataque: oxálico. 500x

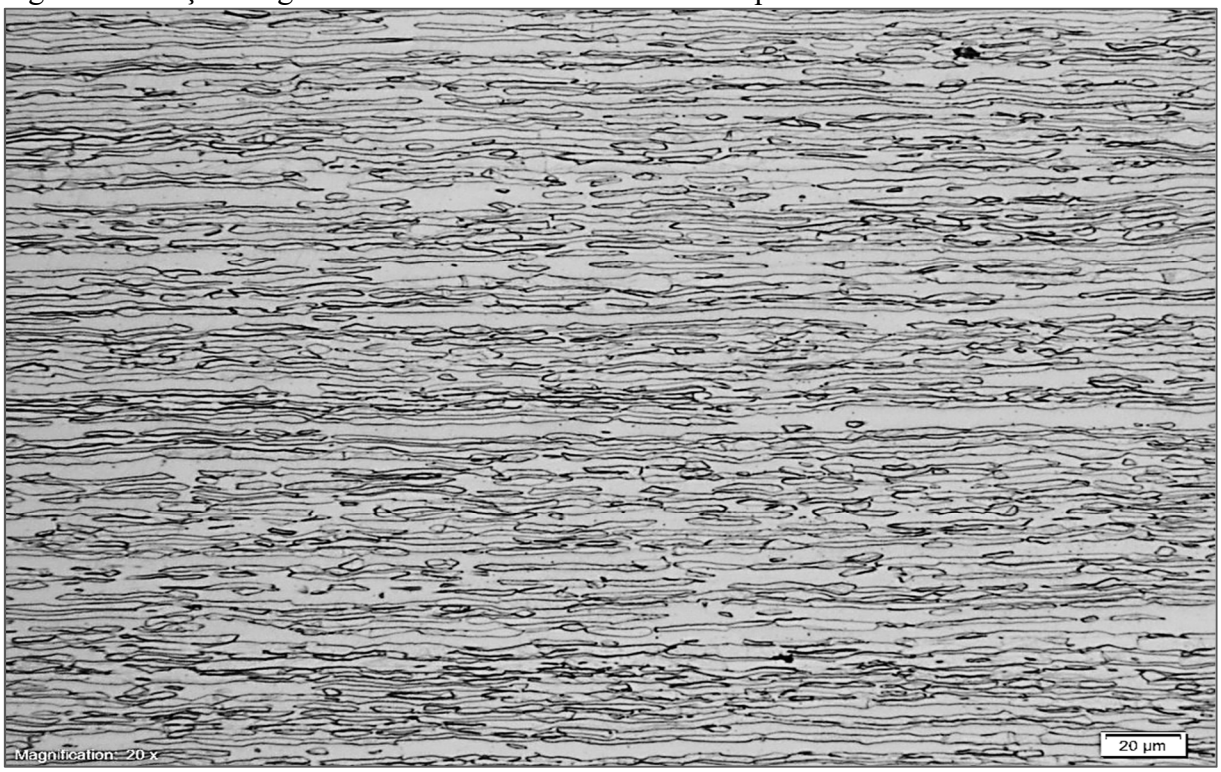


Fonte: Autor

5.2 MICROESTRUTURA DO MATERIAL DEFORMADO

A Figura 22 mostra a microestrutura do aço inoxidável dúplex após ter sido submetido à laminação. Percebe-se que o material apresenta as duas fases com grãos bem alongados no sentido longitudinal, mostrando que a laminação foi executada. Comparando-se a Figura 22 com a Figura 20, o efeito do trabalho mecânico na estrutura é evidenciado na primeira em relação à última, já que se observa qualitativamente que os grãos de ferrita e austenita estão mais alongados no sentido longitudinal.

Figura 22 - Seção longitudinal da amostra deformada. Ataque: oxálico. 200x



Fonte: Autor

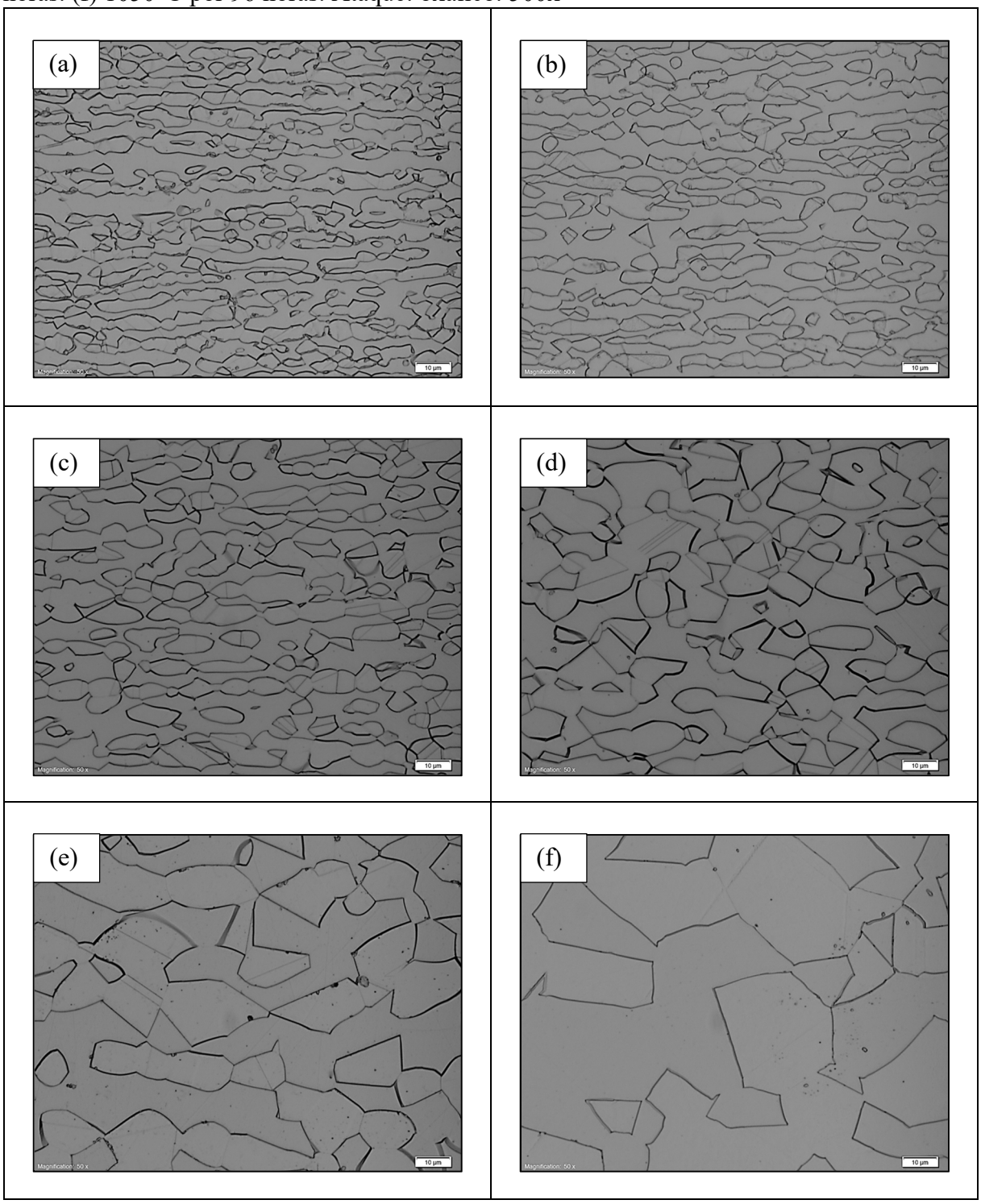
5.3 RESULTADOS PARA SOLUBILIZAÇÃO A 1050°C

Os resultados obtidos para microestrutura, tamanho médio de interceptos, razão de aspecto e área de interface por unidade de volume (Sv), referentes ao material tratado termicamente a 1050°C, são apresentados nos itens a seguir.

5.3.1 Microestruturas

Nesta seção, são apresentadas na Figura 23 as microestruturas do aço inoxidável dúplex tratadas a 1050°C. Para cada tempo de solubilização, pode-se visualizar uma micrografia representativa com 500x de aumento, e se percebe que o aumento do tempo de solubilização leva a aumento do tamanho de grão das fases ferrita e austenita, sendo a última identificada pela presença de maclas.

Figura 23 - Seção longitudinal de amostras solubilizadas. (a) 1050°C por 15 minutos. (b) 1050°C por 30 minutos. (c) 1050°C por 1 hora. (d) 1050°C por 4 horas. (e) 1050°C por 24 horas. (f) 1050°C por 96 horas. Ataque: oxálico. 500x

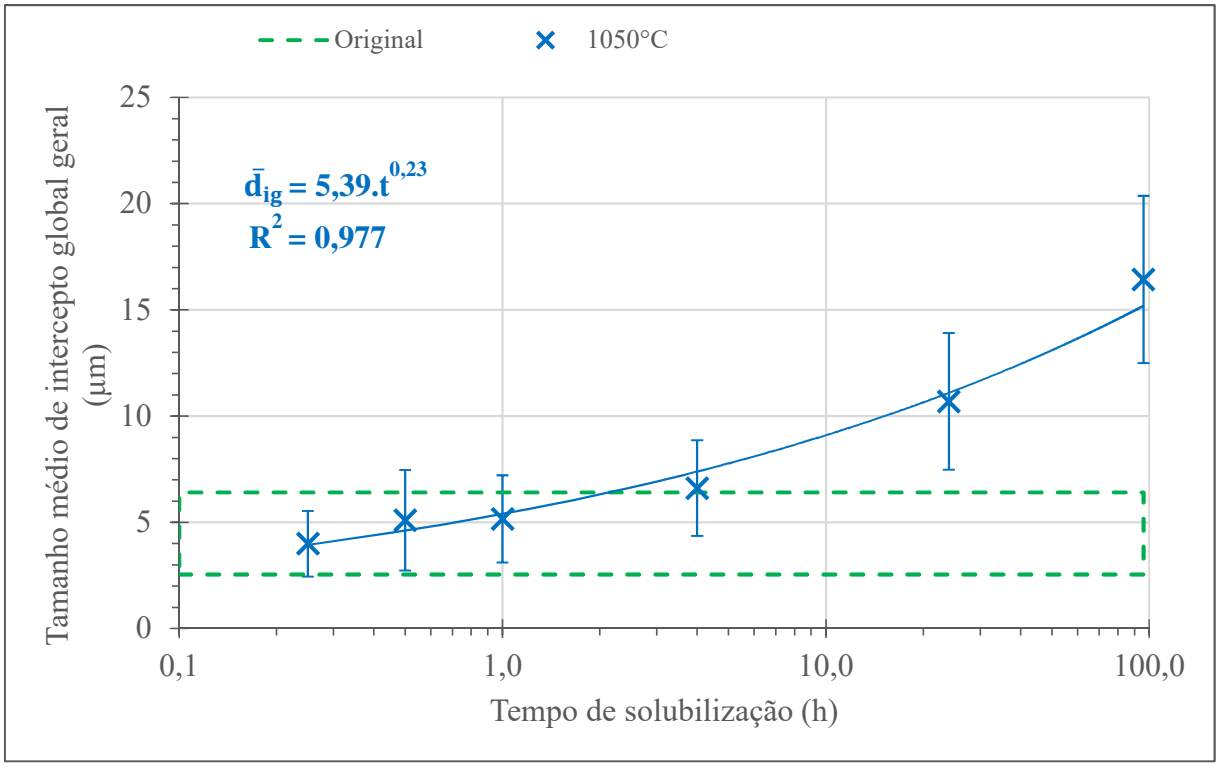


Fonte: Autor

5.3.2 Tamanho médio de interceptos e razão de aspecto

A avaliação quantitativa do tamanho de grão das amostras tratadas a 1050°C por diferentes tempos foi feita com base na construção de gráficos de tamanho médio de intercepto em função do tempo de solubilização. O gráfico da Figura 24 demonstra a evolução do tamanho de grão geral, englobando as duas fases presentes.

Figura 24 - Tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização a 1050°C

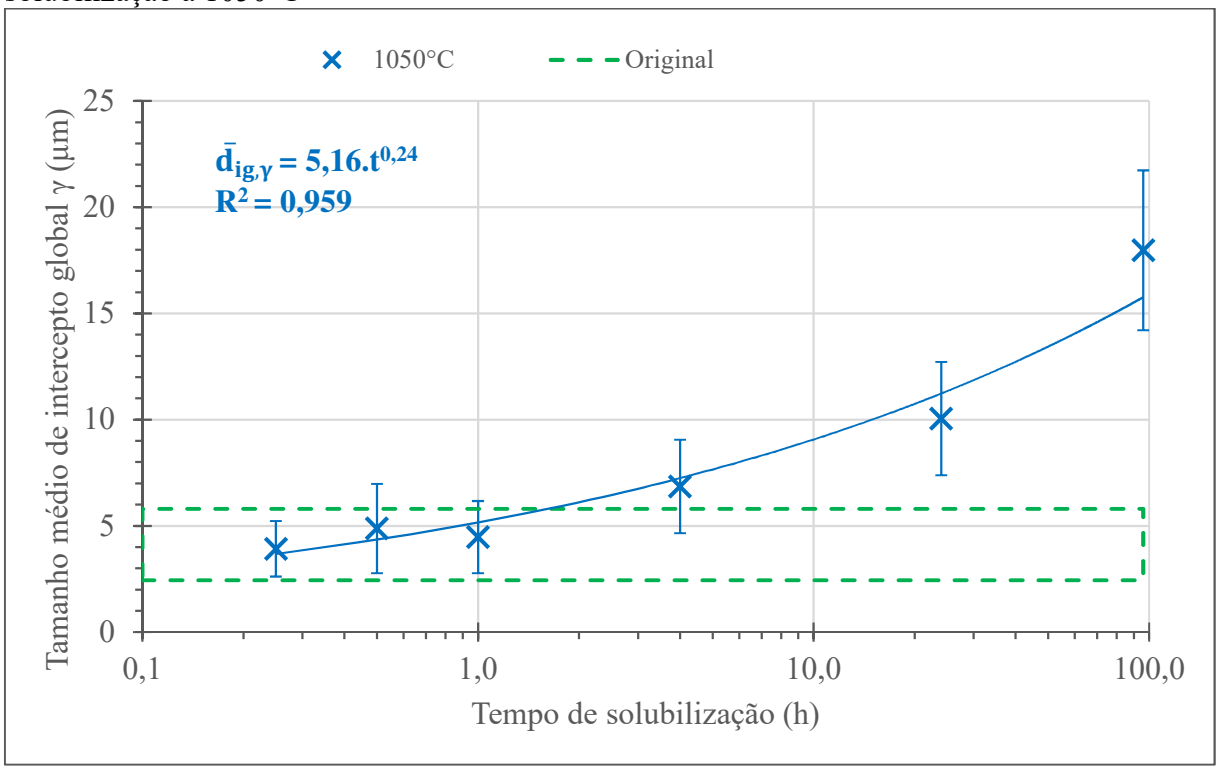


Fonte: Autor

Os gráficos das Figuras 25 e 26 demostram a evolução do tamanho de grão austenítico e ferrítico, respectivamente, onde se nota que dentre todas as condições de tratamento a 1050°C, a fase austenita foi a que apresentou maior tamanho médio de intercepto, sendo esse de aproximadamente 18 µm, referente ao tempo de tratamento mais longo dentre os estudados.

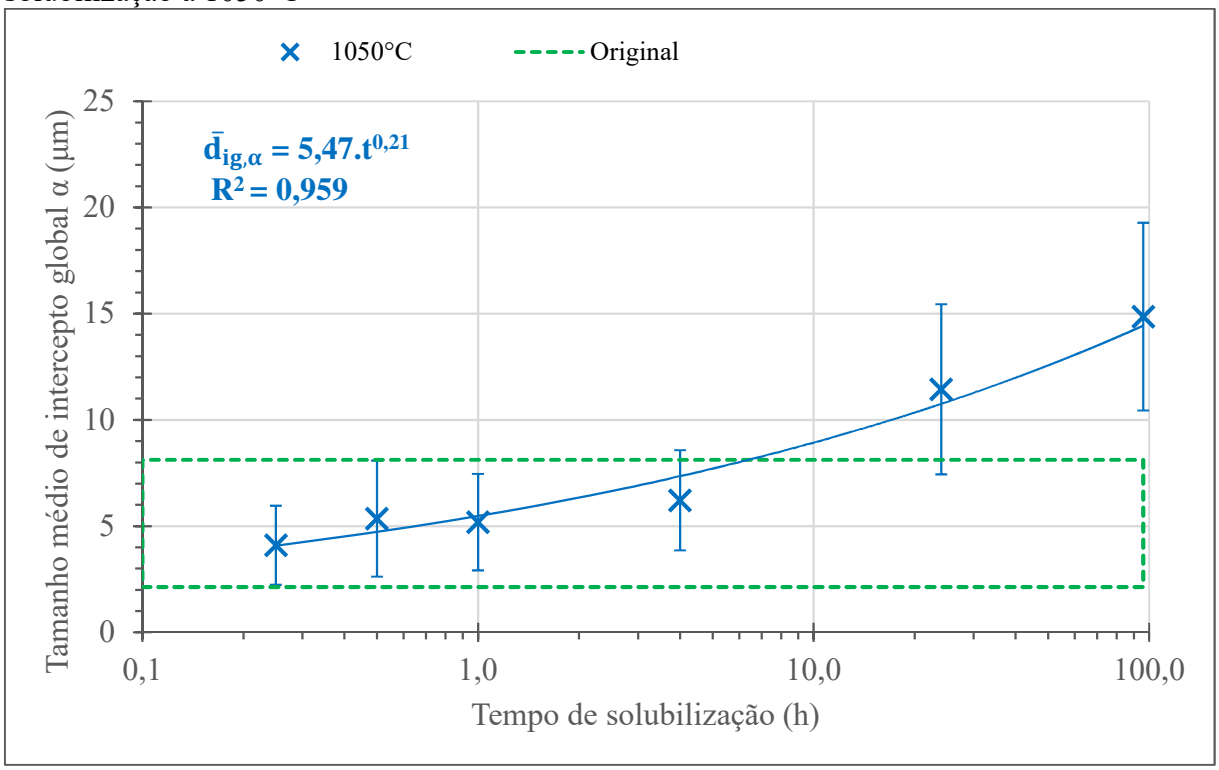
A medição do tamanho médio de intercepto austenítico e ferrítico nas direções horizontal e vertical foi realizada. Nas Figuras 27 e 28 estão, respectivamente, os gráficos referentes ao crescimento de grão austenítico e ferrítico na direção horizontal. Os gráficos referentes ao crescimento de grão austenítico e ferrítico na direção vertical estão demonstrados nas Figuras 29 e 30, respectivamente.

Figura 25 - Tamanho médio de intercepto global austenítico em função do tempo de solubilização a 1050°C



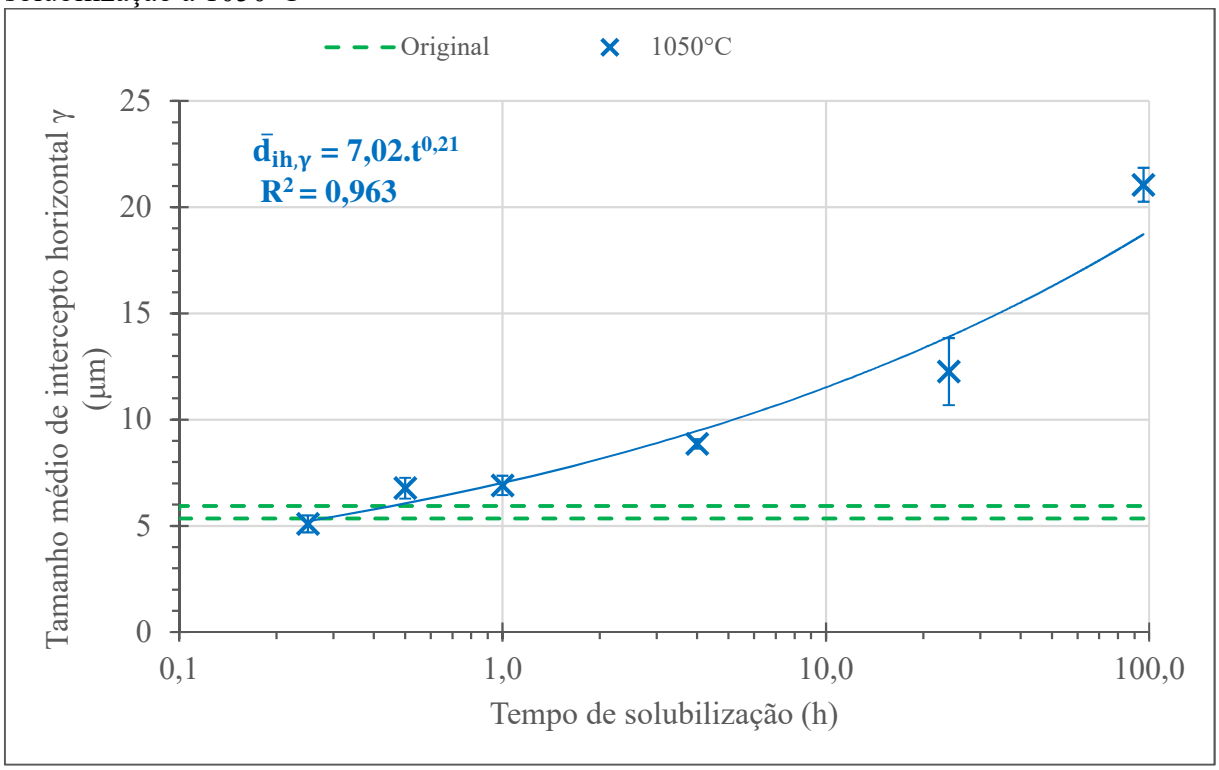
Fonte: Autor

Figura 26 - Tamanho médio de intercepto global ferrítico em função do tempo de solubilização a 1050°C



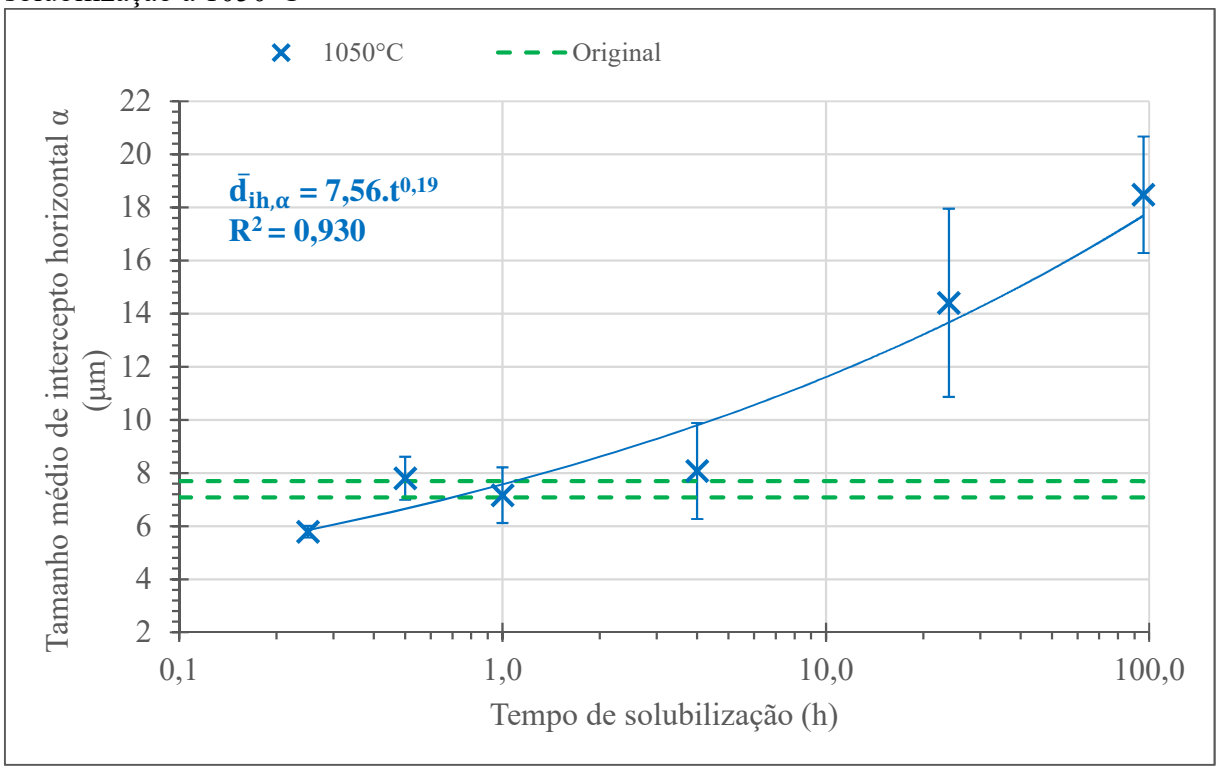
Fonte: Autor

Figura 27 – Tamanho médio de intercepto horizontal austenítico em função do tempo de solubilização a 1050°C



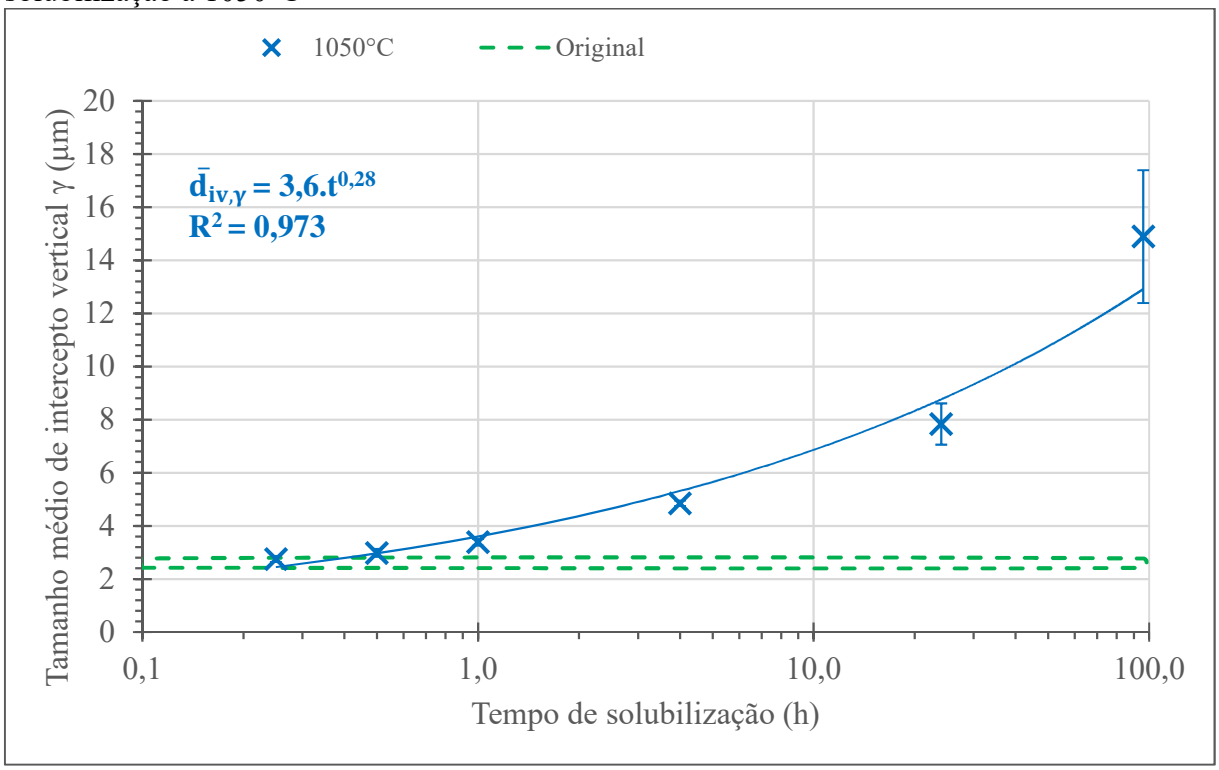
Fonte: Autor

Figura 28 – Tamanho médio de intercepto horizontal ferrítico em função do tempo de solubilização a 1050°C



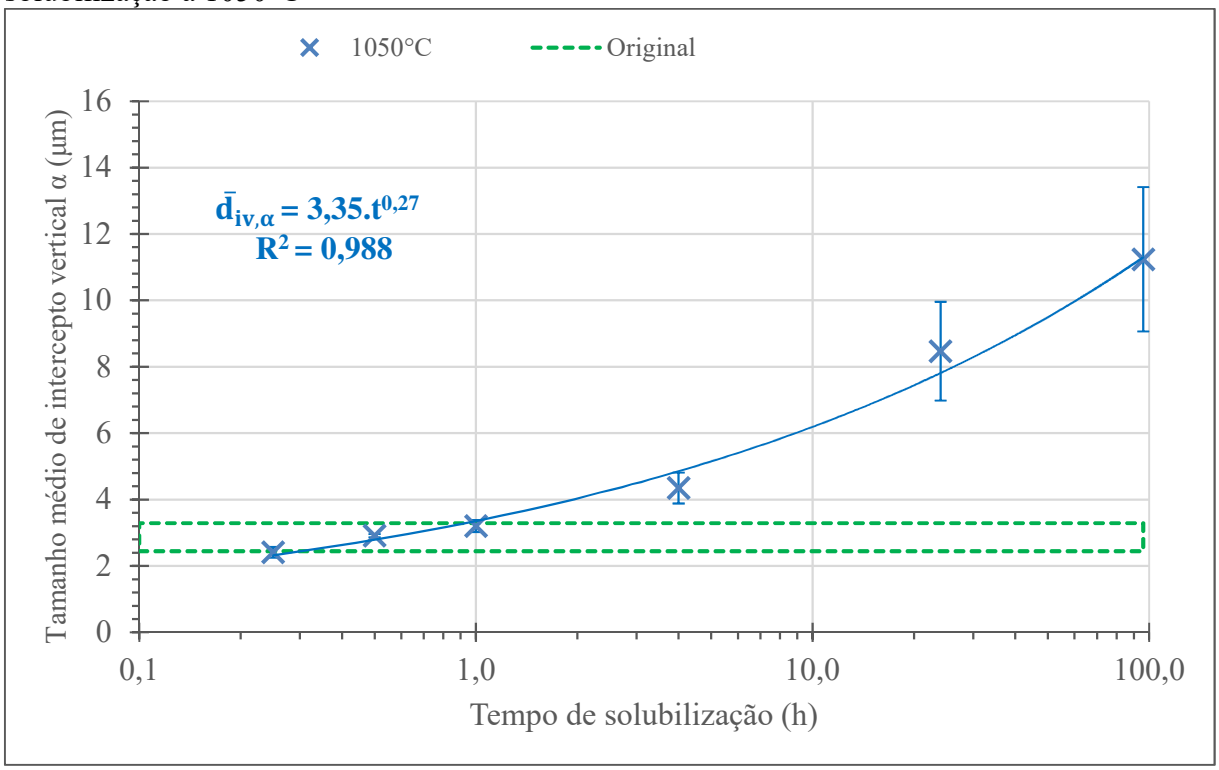
Fonte: Autor

Figura 29 – Tamanho médio de intercepto vertical austenítico em função do tempo de solubilização a 1050°C



Fonte: Autor

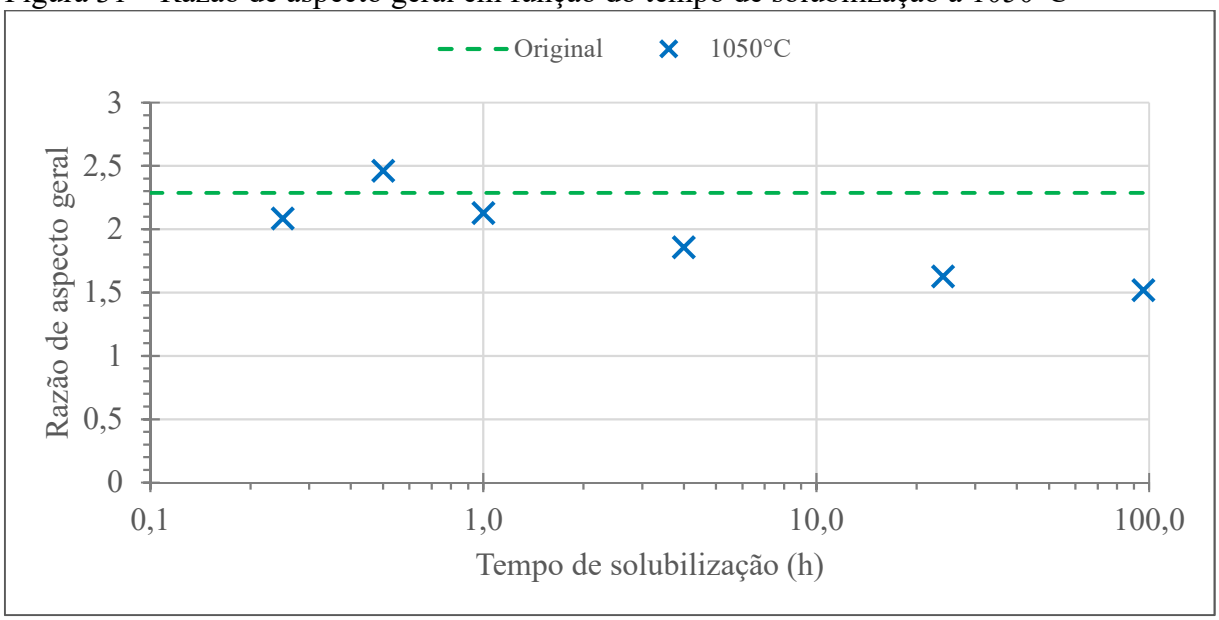
Figura 30 – Tamanho médio de intercepto vertical ferrítico em função do tempo de solubilização a 1050°C



Fonte: Autor

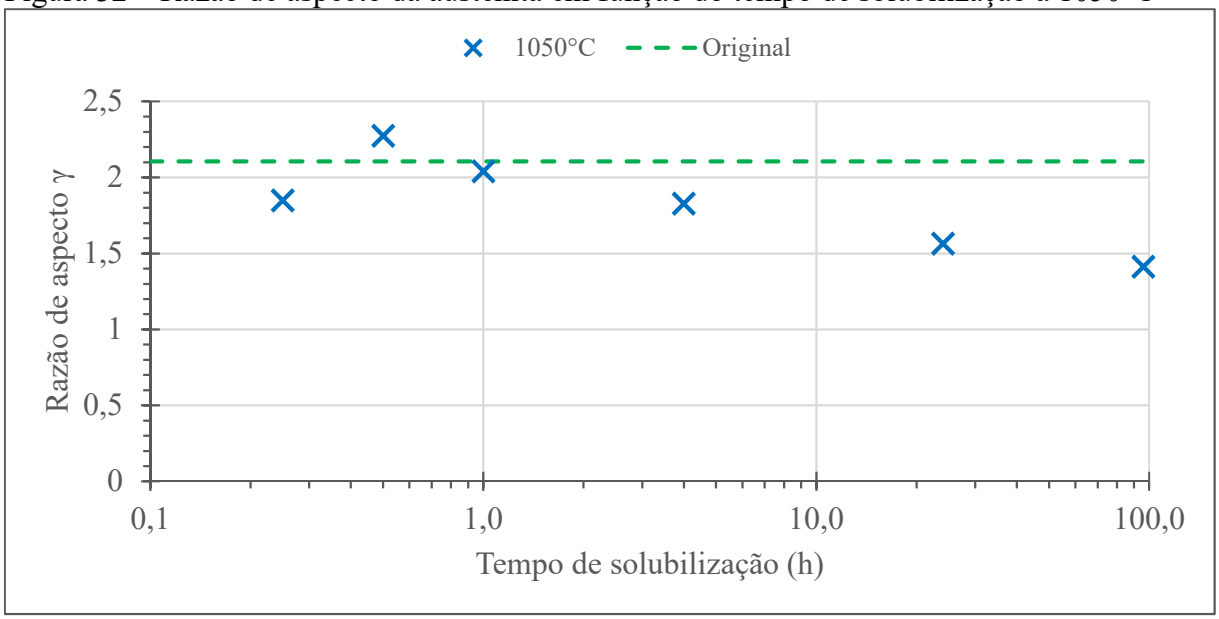
O estudo da morfologia dos grãos pode ser feito com base na razão de aspecto, que é calculado pelo quociente entre o tamanho médio de intercepto na horizontal pelo tamanho médio de intercepto na vertical. A evolução desse parâmetro de forma geral (estrutura bifásica) em função do tempo de solubilização pode ser observada no gráfico da Figura 31. A razão de aspecto em função do tempo de solubilização, para austenita e ferrita de forma separada, pode ser observada nas Figuras 32 e 33, respectivamente.

Figura 31 – Razão de aspecto geral em função do tempo de solubilização a 1050°C



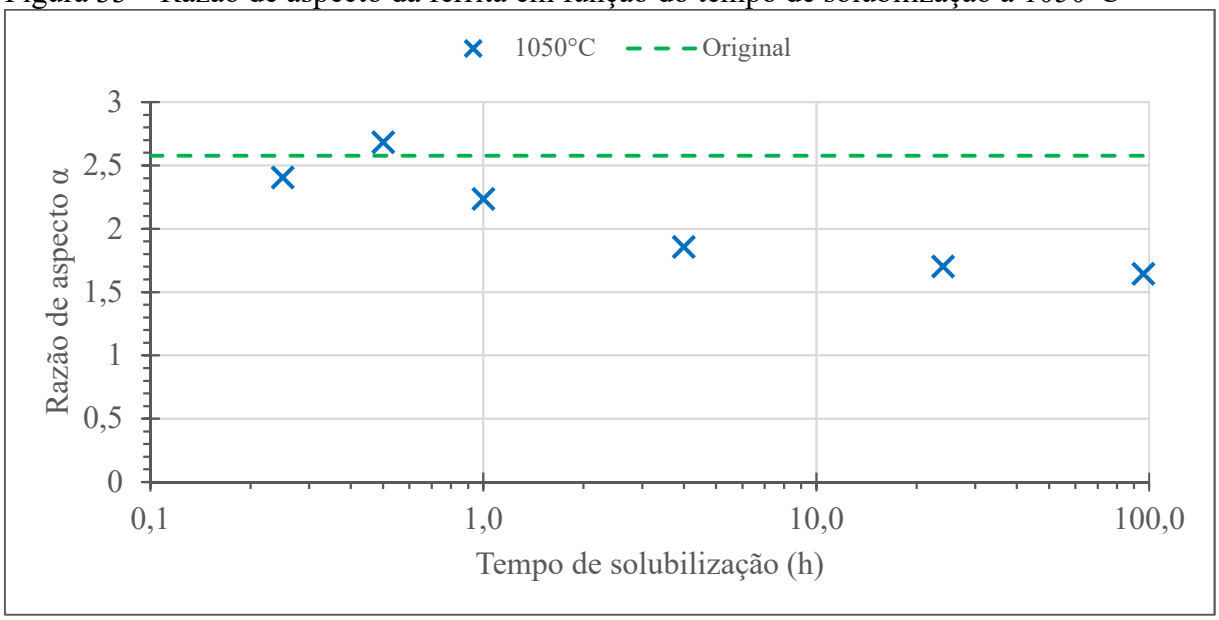
Fonte: Autor

Figura 32 – Razão de aspecto da austenita em função do tempo de solubilização a 1050°C



Fonte: Autor

Figura 33 – Razão de aspecto da ferrita em função do tempo de solubilização a 1050°C

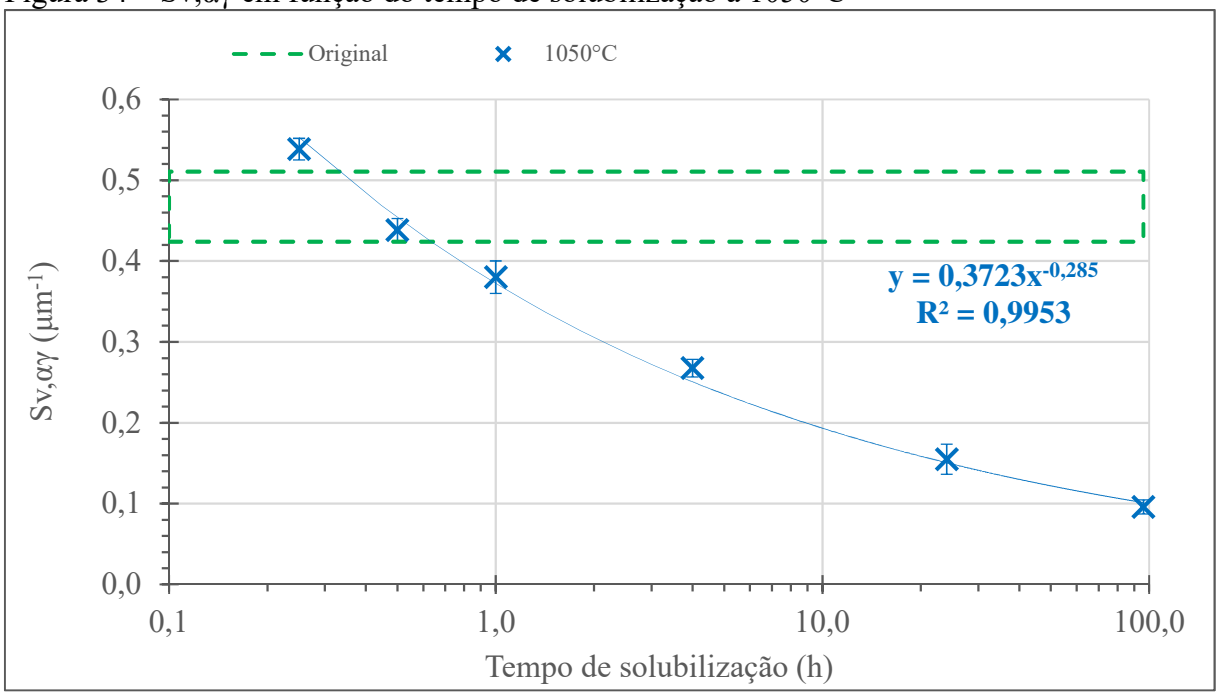


Fonte: Autor

5.3.3 Área de interfaces por unidade de volume (Sv)

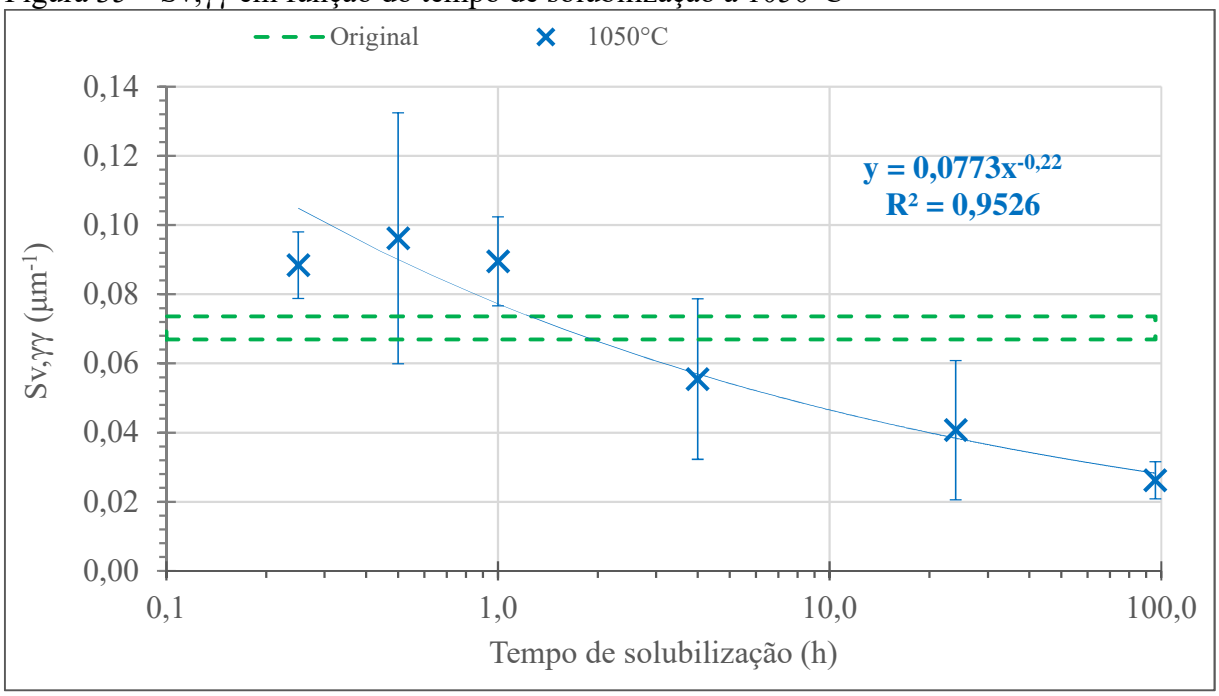
Os valores de área de interfaces αγ, γγ e αα, em função do tempo de solubilização, podem ser vistos nas Figuras 34, 35 e 36, respectivamente. Nota-se a preponderância de interfaces αγ na estrutura do material.

Figura 34 – Sv,αγ em função do tempo de solubilização a 1050°C



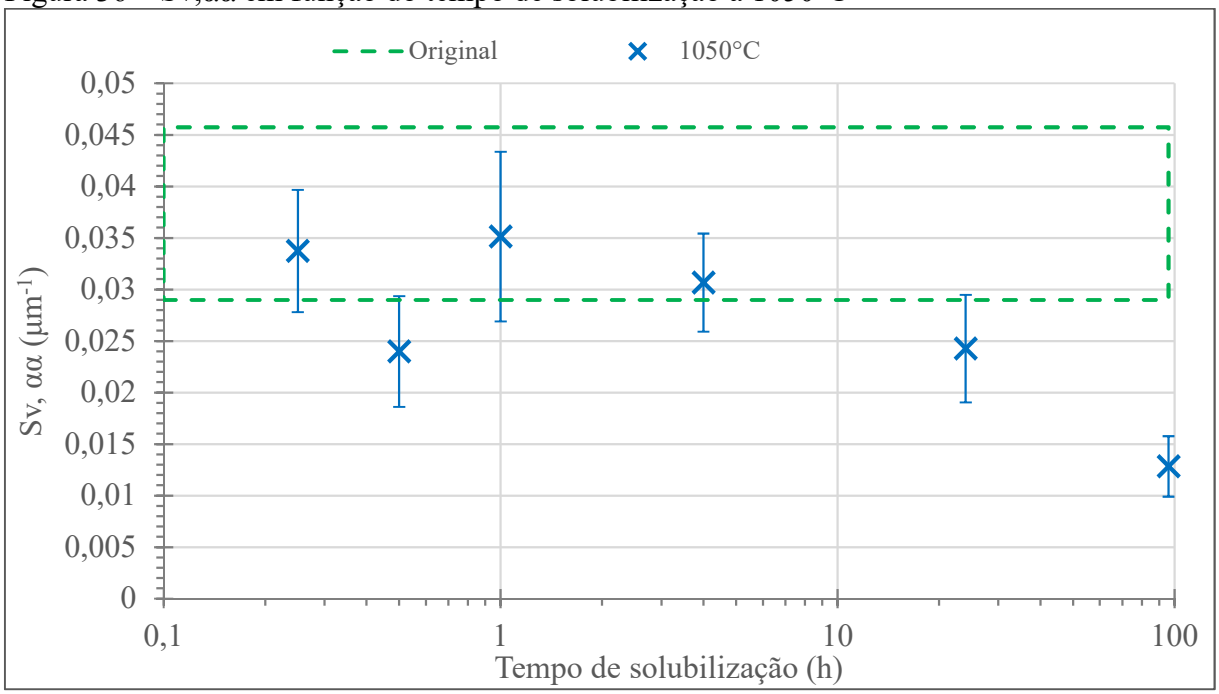
Fonte: Autor

Figura 35 – Sv,γγ em função do tempo de solubilização a 1050°C



Fonte: Autor

Figura 36 – Sv,αα em função do tempo de solubilização a 1050°C

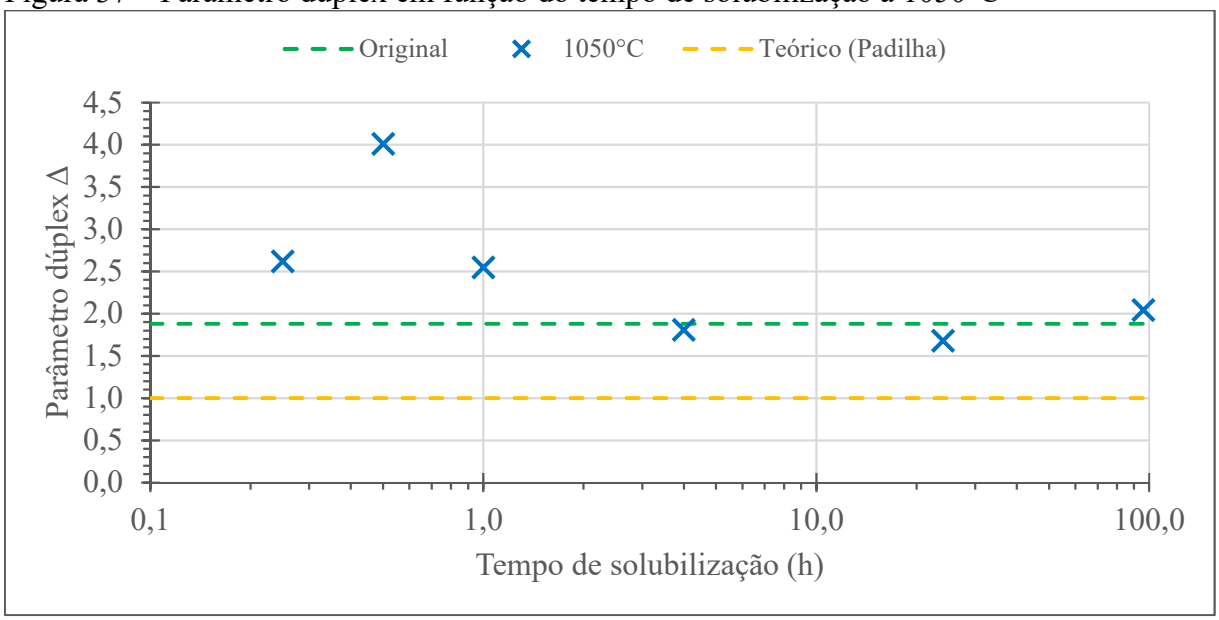


Fonte: Autor

A partir dos valores de Sv das Figuras 34, 35 e 36, podem ser calculados os parâmetros dúplex, de dispersão e a razão de contiguidade (equações 5, 6 e 7) em função do tempo de solubilização, que são apresentados nos gráficos das Figuras 37, 38 e 39, respectivamente. Nota-se que, se comparados aos valores teóricos propostos por Padilha (1997), as estruturas

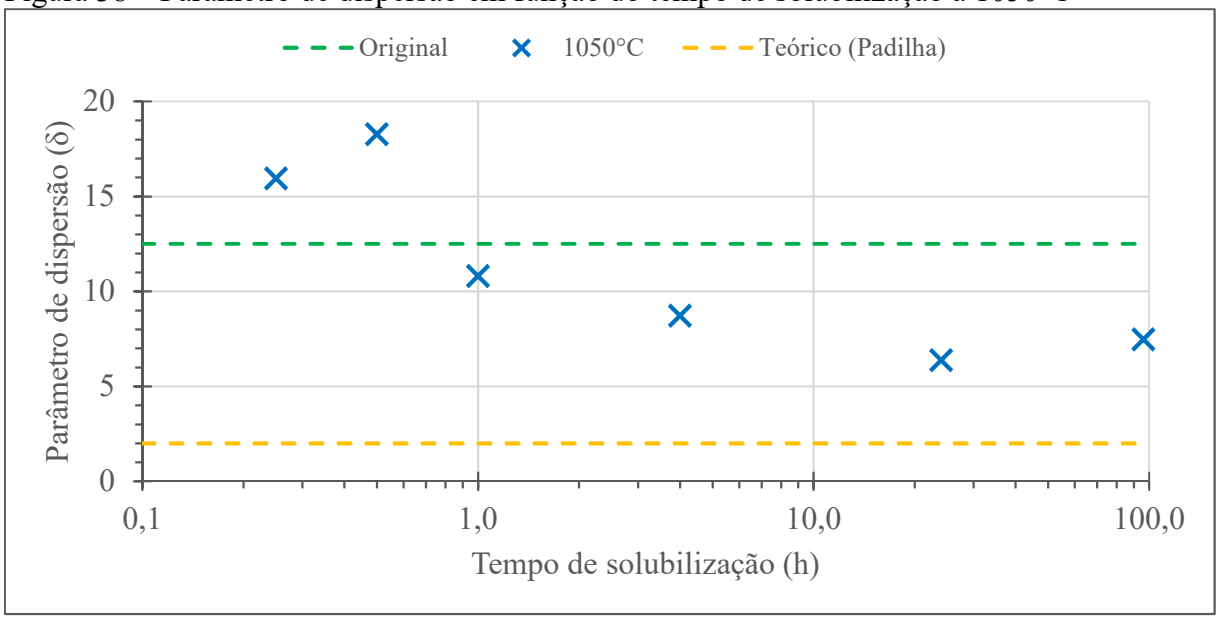
solubilizadas a 1050°C pelos três mais longos tempos (4 horas, 24 horas e 96 horas) foram as que mais se aproximaram da estrutura bifásica ideal, pois os valores dos parâmetros dúplex, de dispersão e razão de contiguidade ficaram mais próximos dos valores propostos por Padilha. Não foi possível a determinação de uma equação que possibilitasse a descrição dos pontos experimentais referentes ao Sv,αα para as amostras tratadas pelos diferentes tempos a 1050°C, pois o valor coeficiente de correlação obtido foi muito baixo.

Figura 37 – Parâmetro dúplex em função do tempo de solubilização a 1050°C



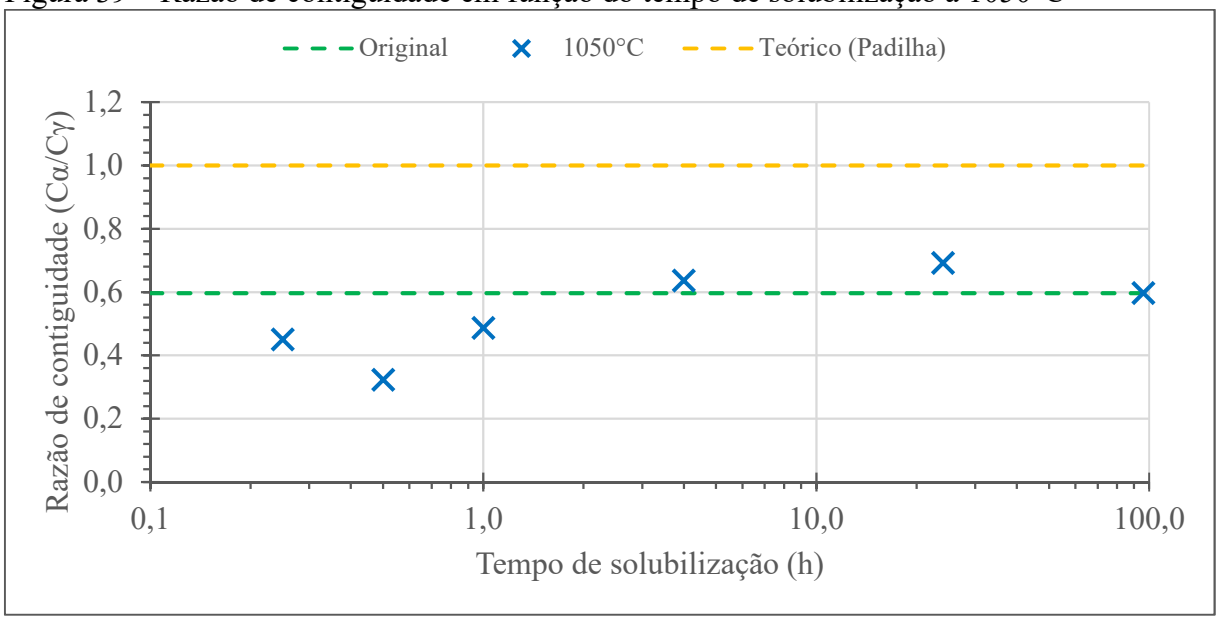
Fonte: Autor

Figura 38 – Parâmetro de dispersão em função do tempo de solubilização a 1050°C



Fonte: Autor

Figura 39 – Razão de contiguidade em função do tempo de solubilização a 1050°C



Fonte: Autor

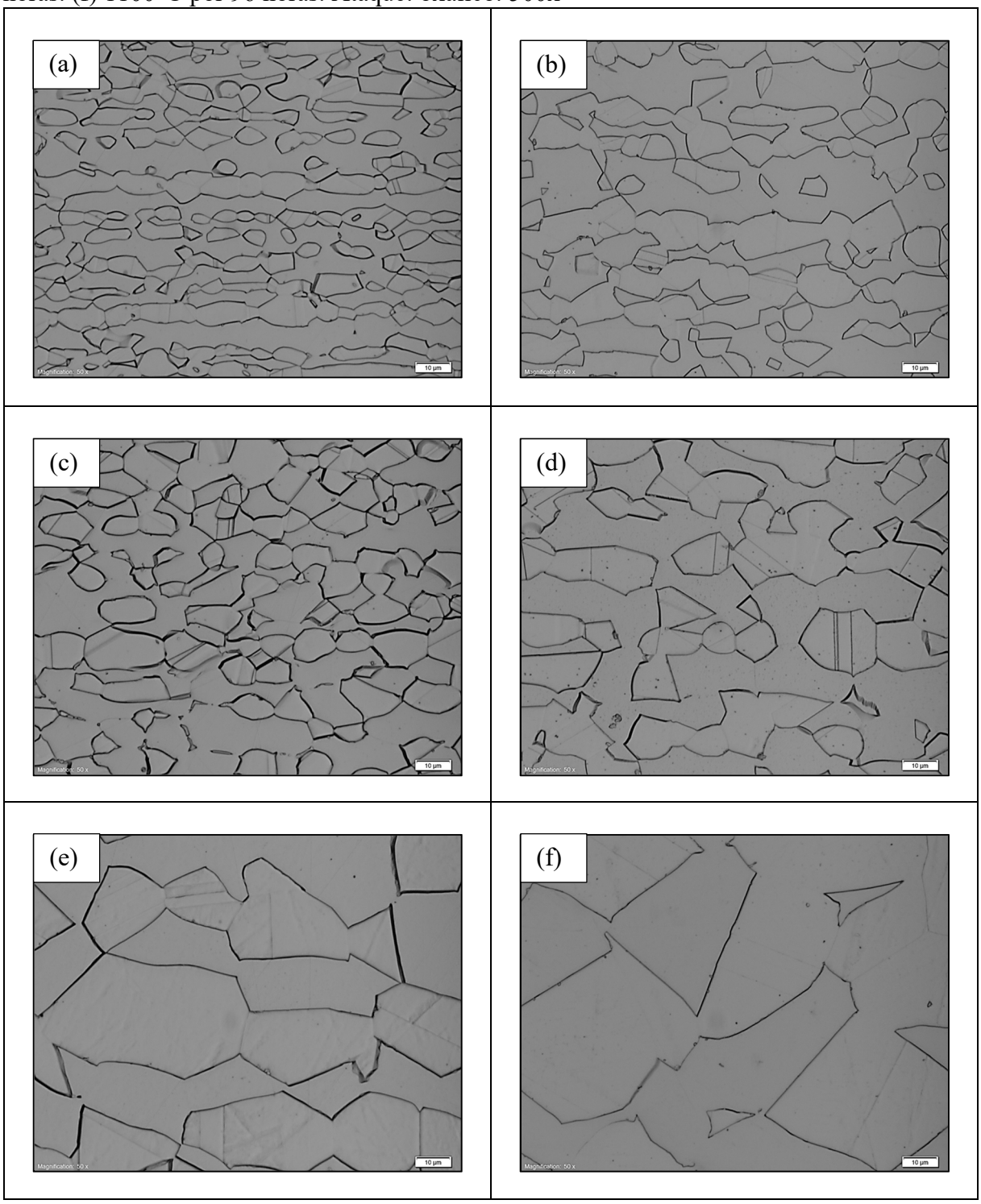
5.4 RESULTADOS PARA SOLUBILIZAÇÃO A 1100°C

Os resultados obtidos para microestrutura, tamanho médio de interceptos, razão de aspecto e área de interface por unidade de volume (Sv), referentes ao material tratado termicamente a 1100°C, são apresentados nos itens a seguir.

5.4.1 Microestruturas

As micrografias representantes das estruturas dúplex formadas com tratamento de solubilização a 1100°C podem ser observadas a Figura 40. Para cada tempo de solubilização, pode-se visualizar uma micrografia representativa com 500x de aumento, e mais uma vez se nota o esperado aumento do tamanho de grão das fases com o aumento do tempo de solubilização.

Figura 40 - Seção longitudinal de amostras solubilizadas. (a) 1100°C por 15 minutos. (b) 1100°C por 30 minutos. (c) 1100°C por 1 hora. (d) 1100°C por 4 horas. (e) 1100°C por 24 horas. (f) 1100°C por 96 horas. Ataque: oxálico. 500x

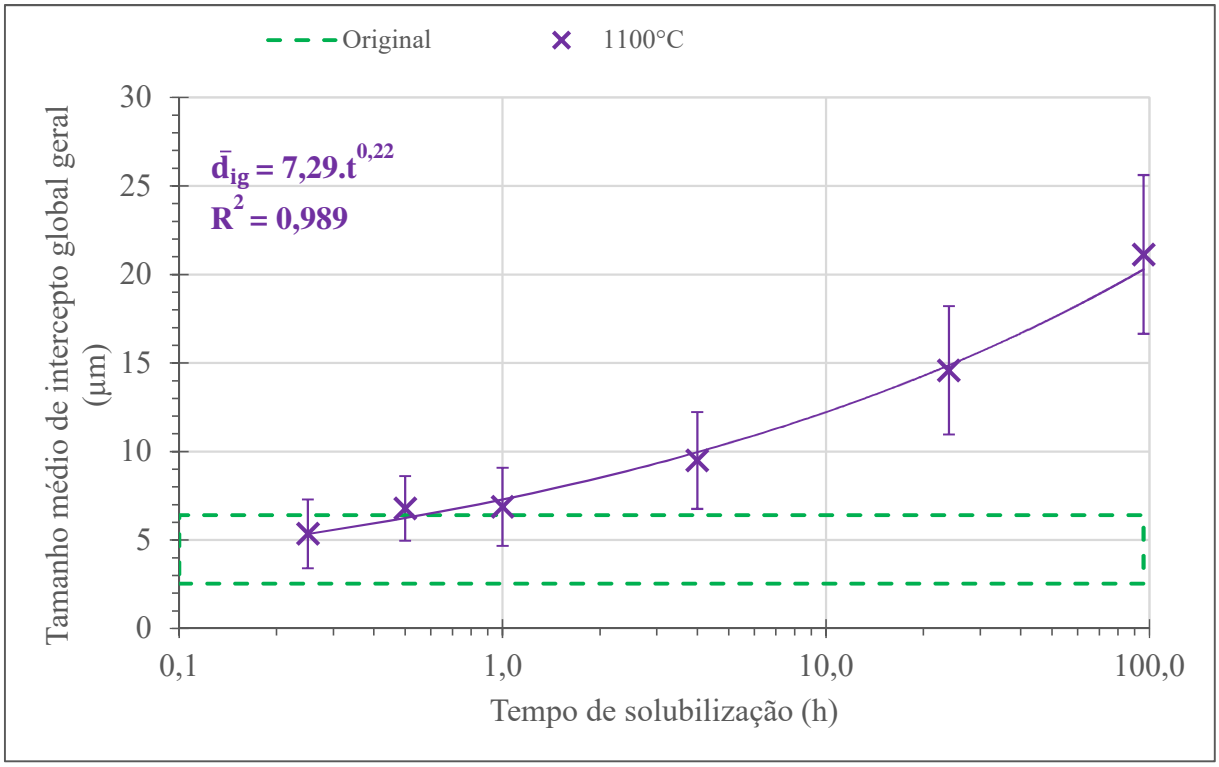


Fonte: Autor

5.4.2 Tamanho médio de interceptos e razão de aspecto

A avaliação quantitativa do tamanho de grão das amostras tratadas a 1100°C por diferentes tempos foi feita com base na construção de gráficos de tamanho médio de intercepto em função do tempo de solubilização. O gráfico da Figura 41 mostra a evolução do tamanho de grão geral.

Figura 41 - Tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização a 1100°C



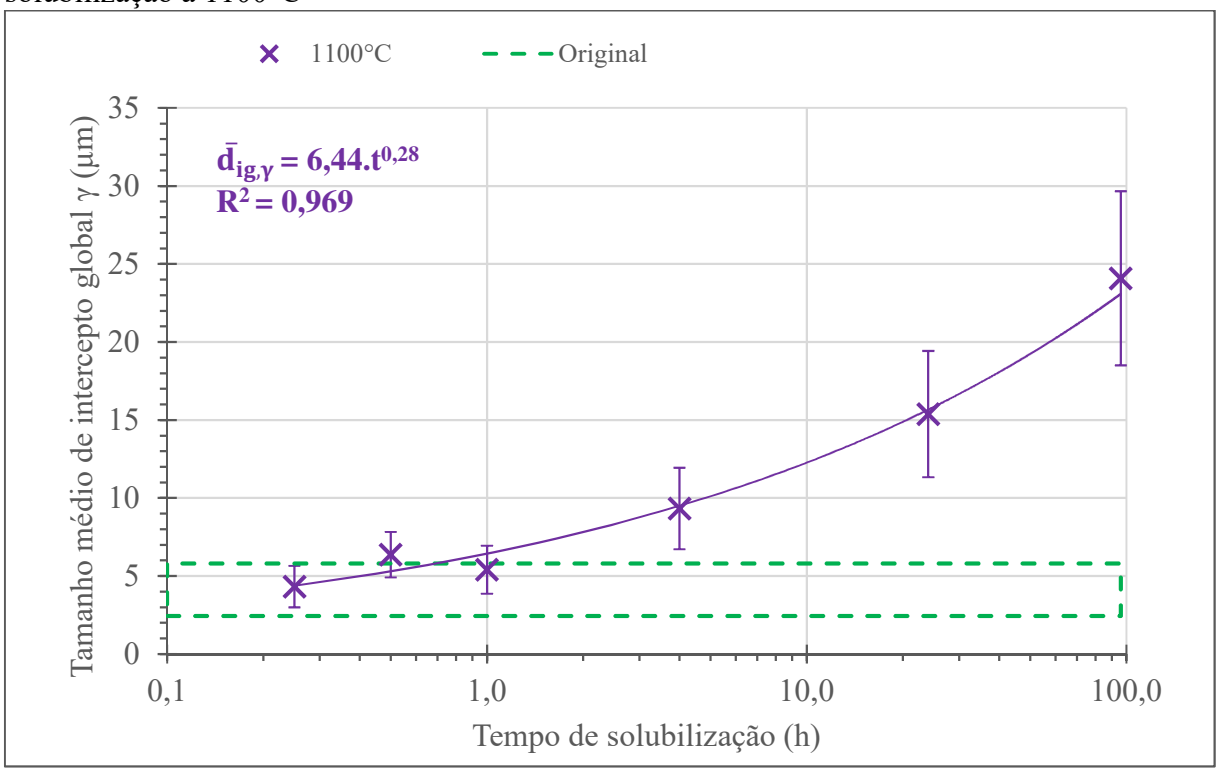
Fonte: Autor

Os gráficos das Figuras 42 e 43 demonstram a relação do tamanho médio de intercepto global austenítico e ferrítico, em função do tempo de solubilização a 1100°C, respectivamente. Nota-se que o tratamento a 1100°C proporcionou a formação de grãos maiores de ambas as fases em comparação com os formados a 1050°C, considerando-se cada tempo estudado. Além disso, os valores de K' são também maiores para 1100°C do que para 1050°C. Observando-se os gráficos das Figuras 42 e 43, nota-se que dentre todas as condições de tratamento a 1100°C, a fase austenita foi a que apresentou maior tamanho médio de intercepto, sendo esse de aproximadamente 24 µm, referente ao tempo de tratamento mais longo dos estudados.

Nas Figuras 44 e 45 estão, respectivamente, os gráficos referentes ao crescimento de grão austenítico e ferrítico na direção horizontal.

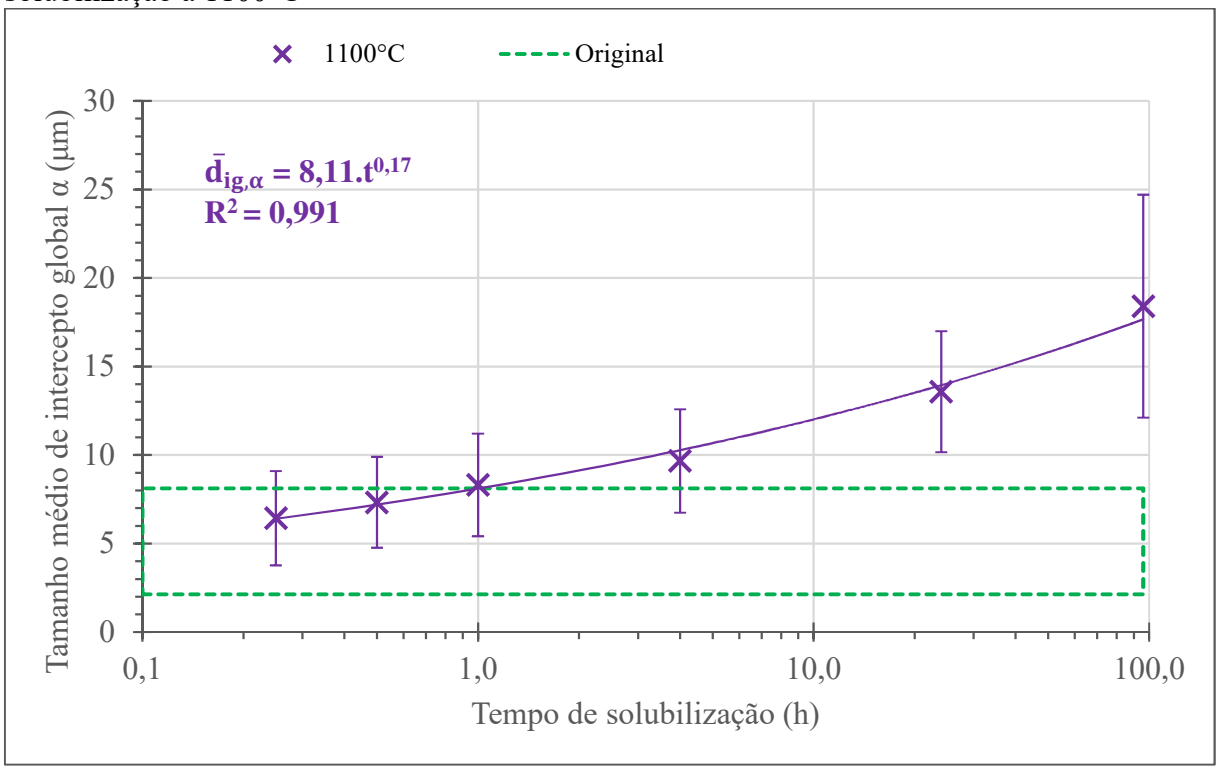
Os gráficos referentes ao crescimento de grão austenítico e ferrítico na direção vertical podem ser visualizados nas Figuras 46 e 47, respectivamente.

Figura 42 - Tamanho médio de intercepto global austenítico em função do tempo de solubilização a 1100°C



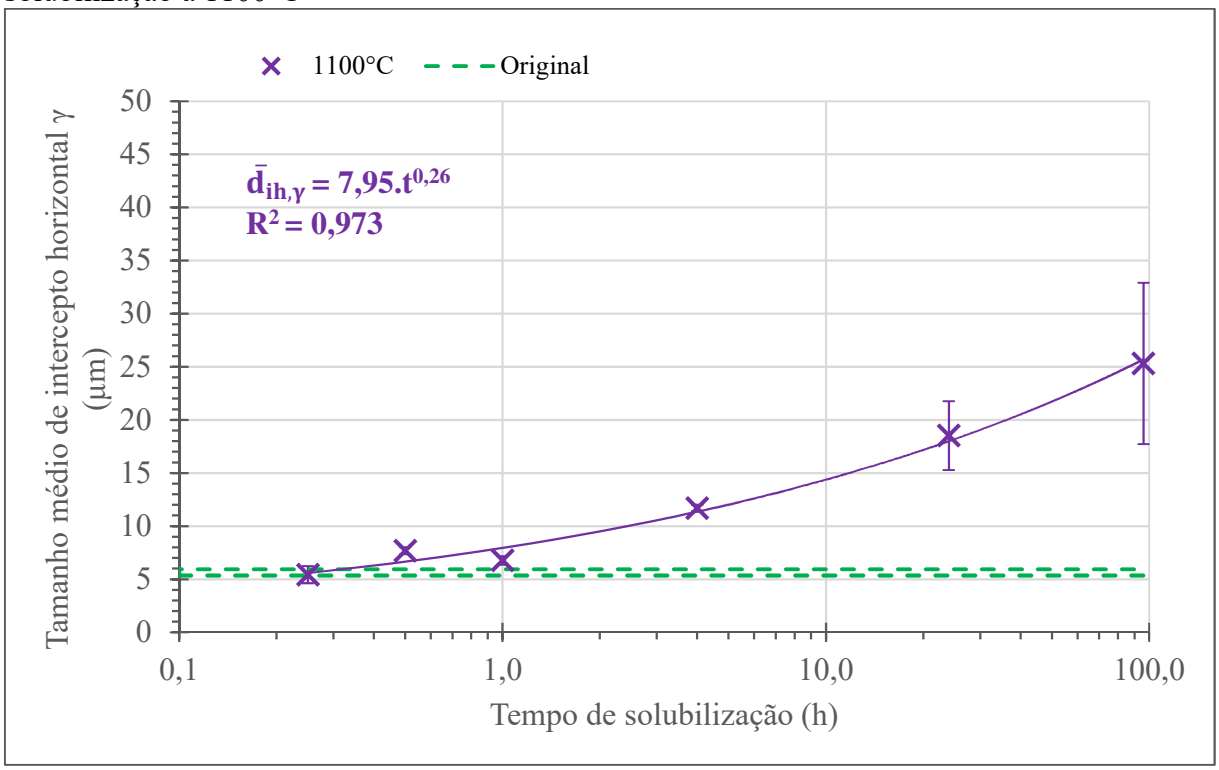
Fonte: Autor

Figura 43 - Tamanho médio de intercepto global ferrítico em função do tempo de solubilização a 1100°C



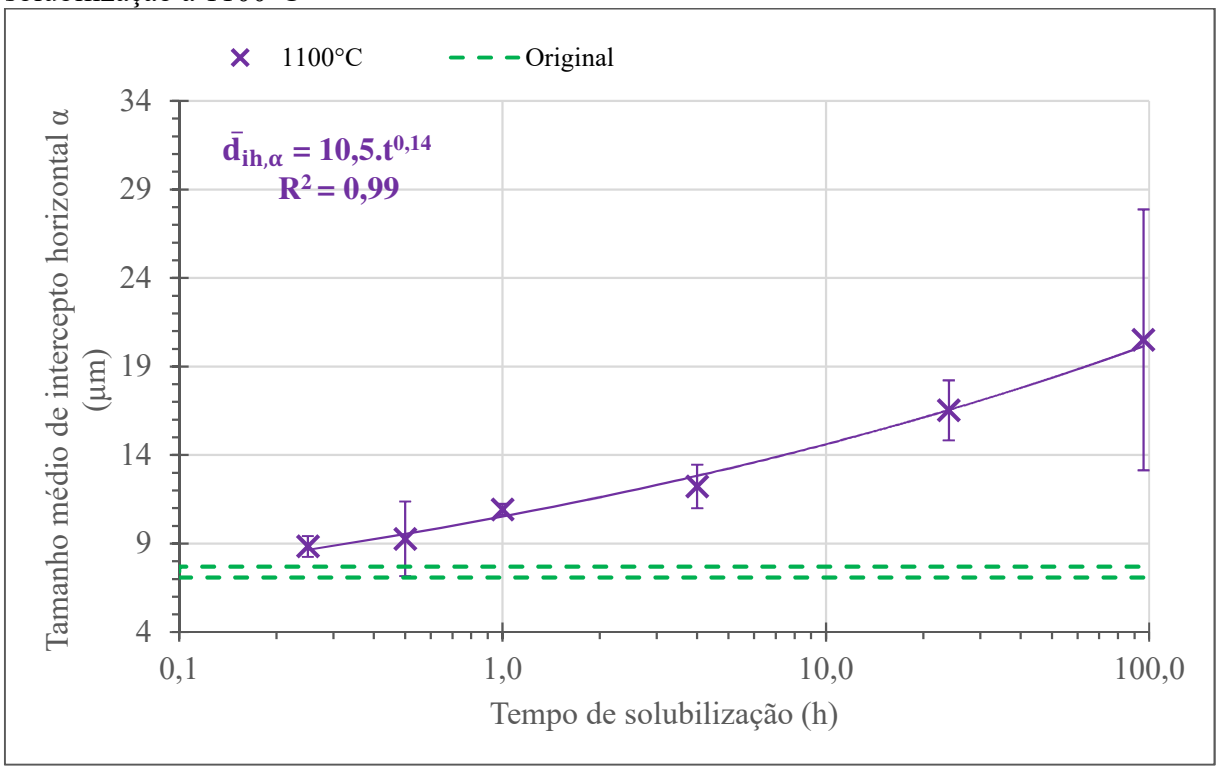
Fonte: Autor

Figura 44 – Tamanho médio de intercepto horizontal austenítico em função do tempo de solubilização a 1100°C



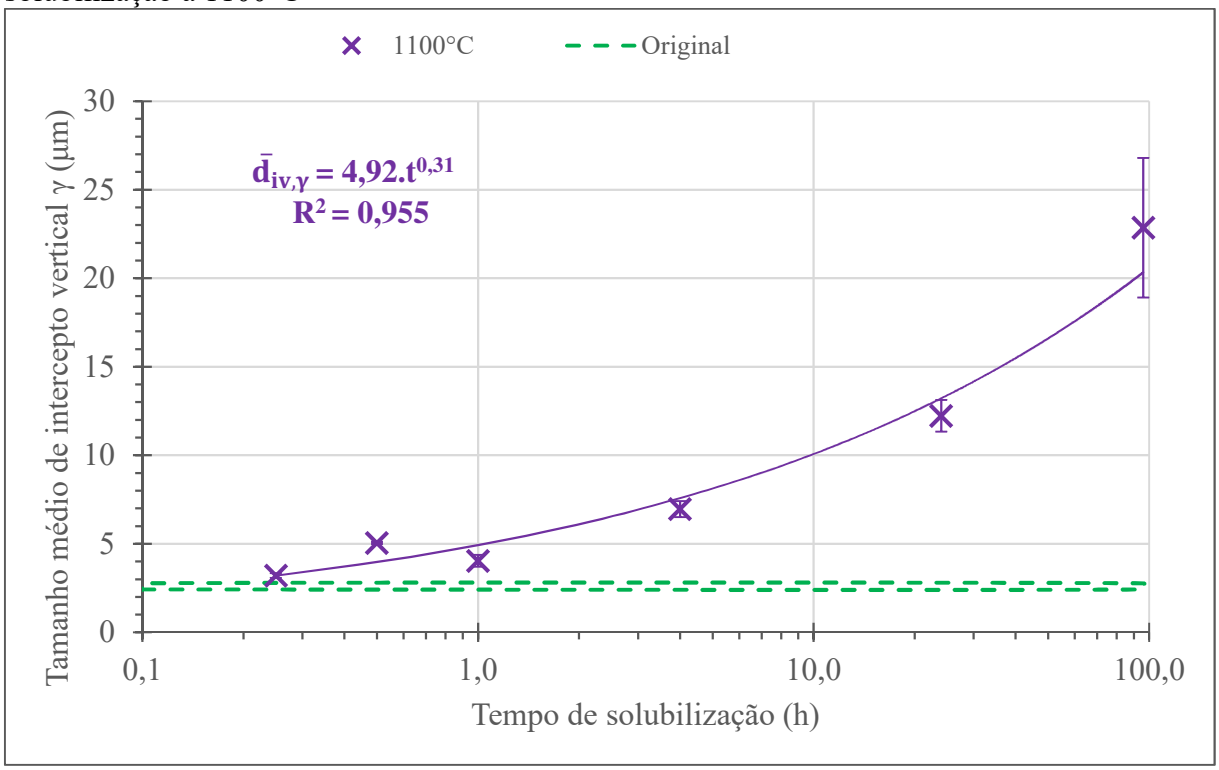
Fonte: Autor

Figura 45 – Tamanho médio de intercepto horizontal ferrítico em função do tempo de solubilização a 1100°C



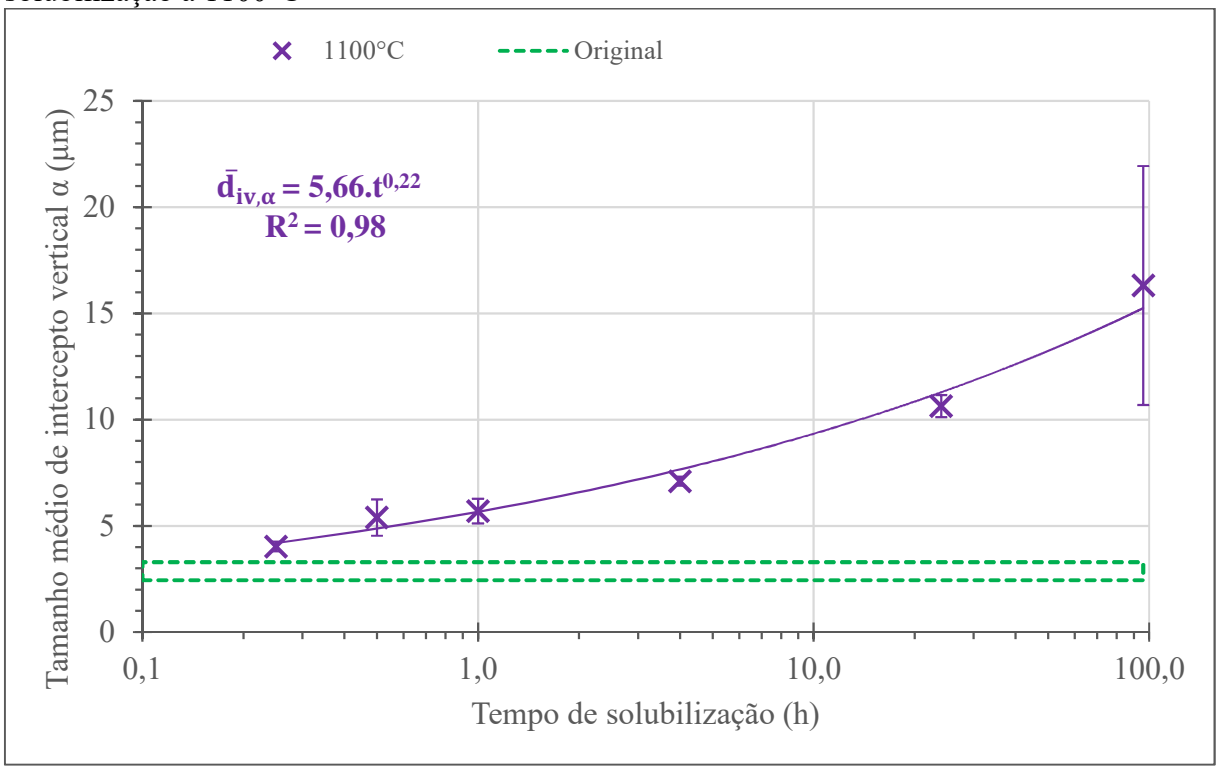
Fonte: Autor

Figura 46 – Tamanho médio de intercepto vertical austenítico em função do tempo de solubilização a 1100°C



Fonte: Autor

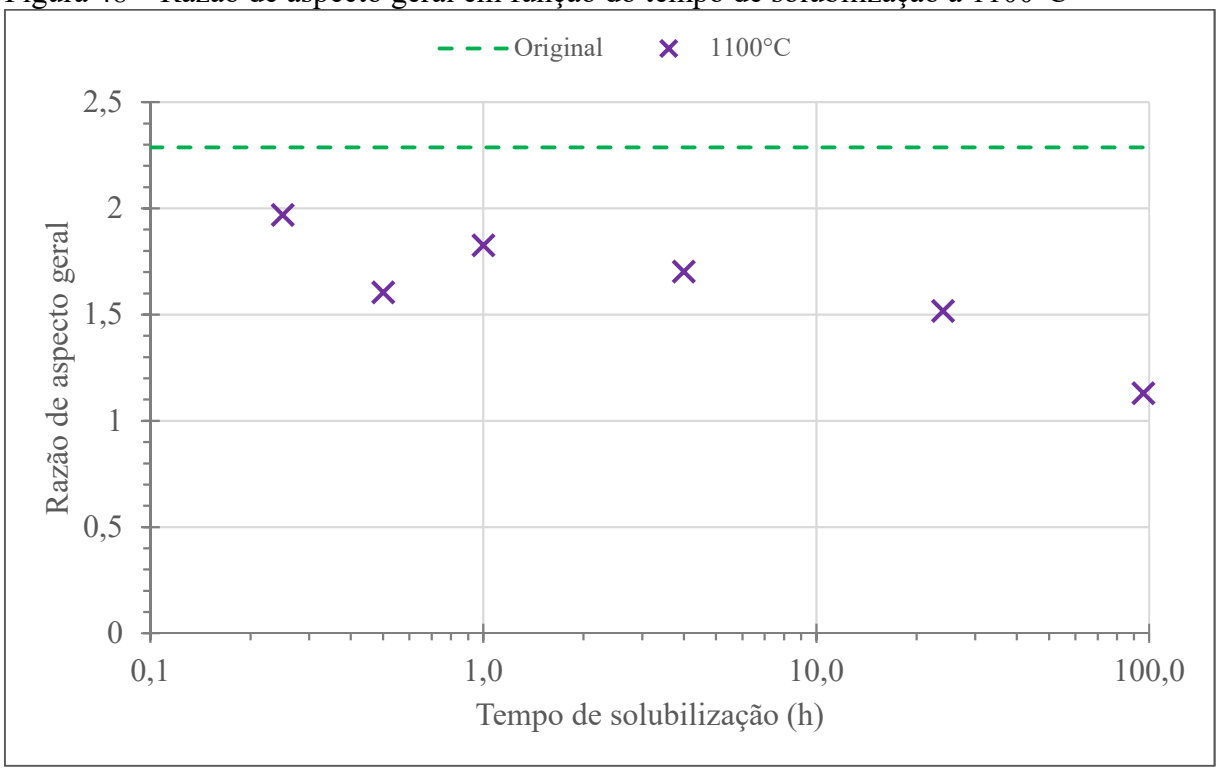
Figura 47 – Tamanho médio de intercepto vertical ferrítico em função do tempo de solubilização a 1100°C



Fonte: Autor

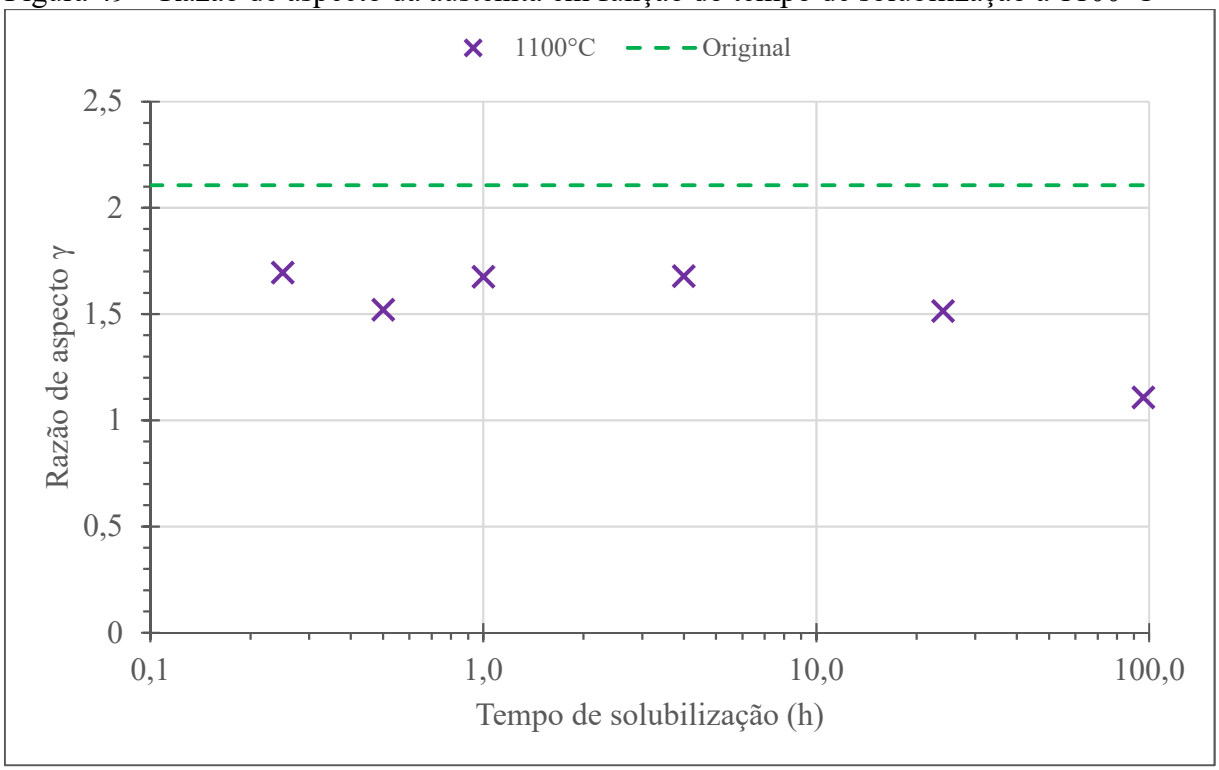
A evolução da razão de aspecto de forma geral (estrutura bifásica) em função do tempo de solubilização pode ser observada no gráfico da Figura 48. Para austenita e ferrita de forma separada, a evolução desse parâmetro em função do tempo de solubilização pode ser verificada nas Figuras 49 e 50, respectivamente. Ao se observar os gráficos de razão de aspecto das Figuras 48, 49 e 50, constata-se que os grãos das amostras tratadas a 1100°C têm o formato mais próximo do equiaxial em comparação ao das amostras tratadas a 1050°C.

Figura 48 – Razão de aspecto geral em função do tempo de solubilização a 1100°C



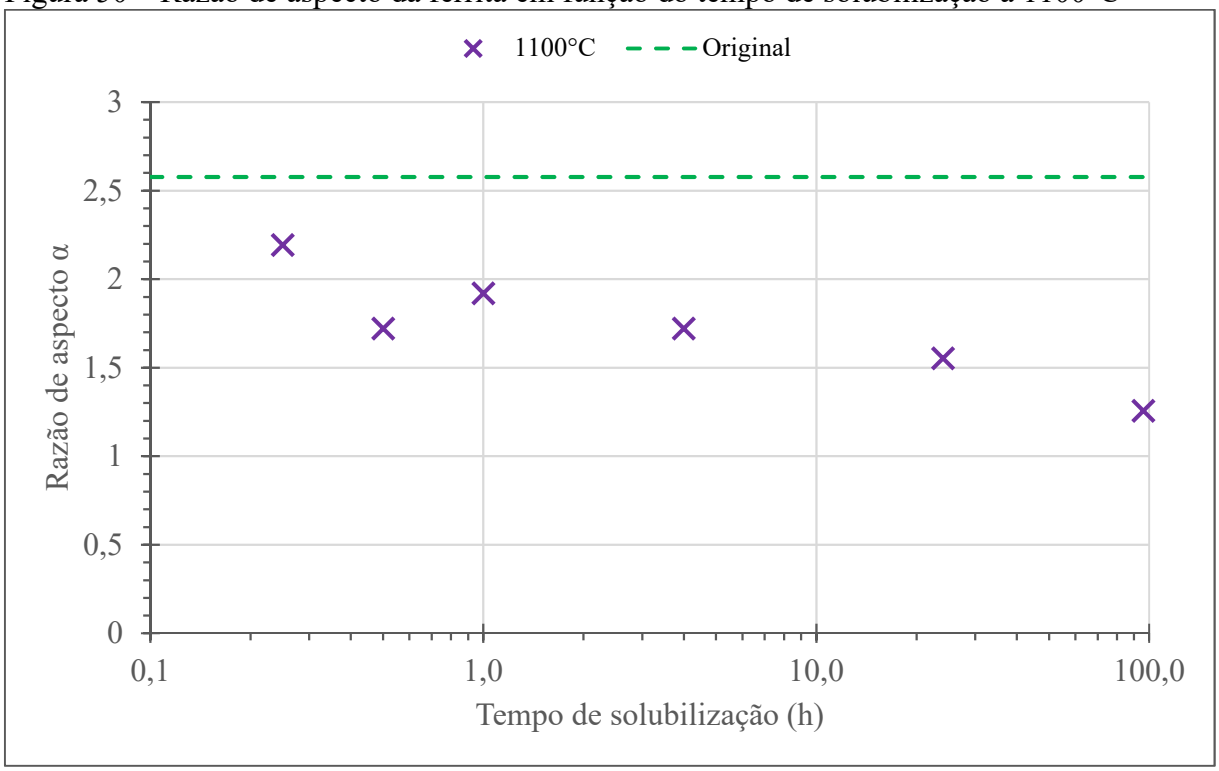
Fonte: Autor

Figura 49 – Razão de aspecto da austenita em função do tempo de solubilização a 1100°C



Fonte: Autor

Figura 50 – Razão de aspecto da ferrita em função do tempo de solubilização a 1100°C

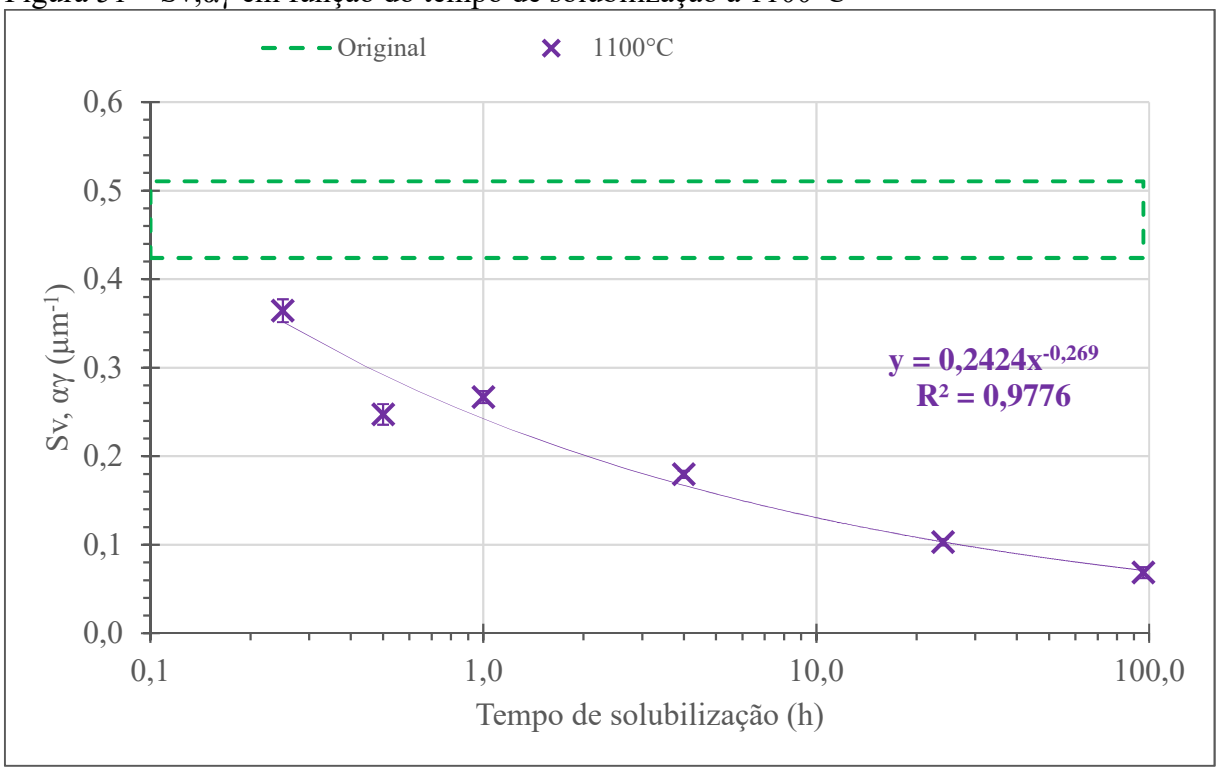


Fonte: Autor

5.4.3 Área de interfaces por unidade de volume (Sv)

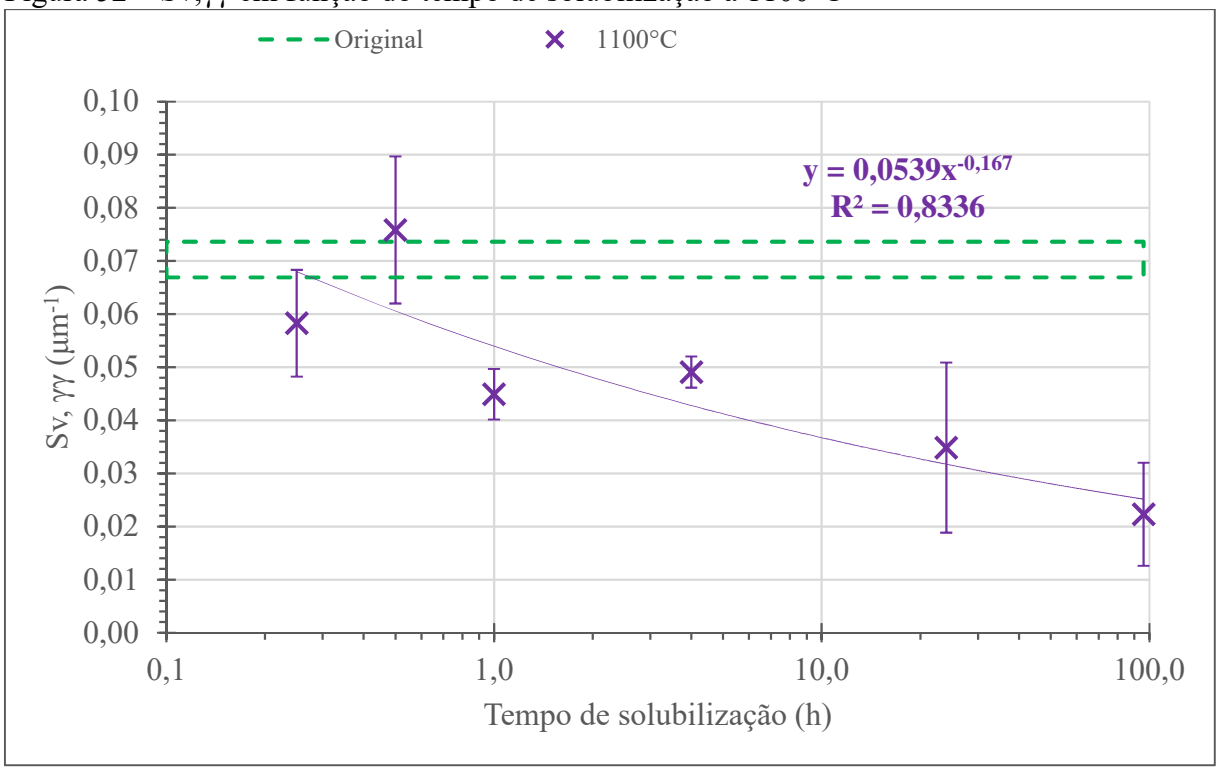
Os valores de área de interfaces αγ, γγ, αα, em função do tempo de solubilização, podem ser vistos nas Figuras 51, 52 e 53, respectivamente. Percebe-se mais uma vez que há maior predominância de interfaces αγ na estrutura do aço.

Figura 51 – Sv,αγ em função do tempo de solubilização a 1100°C



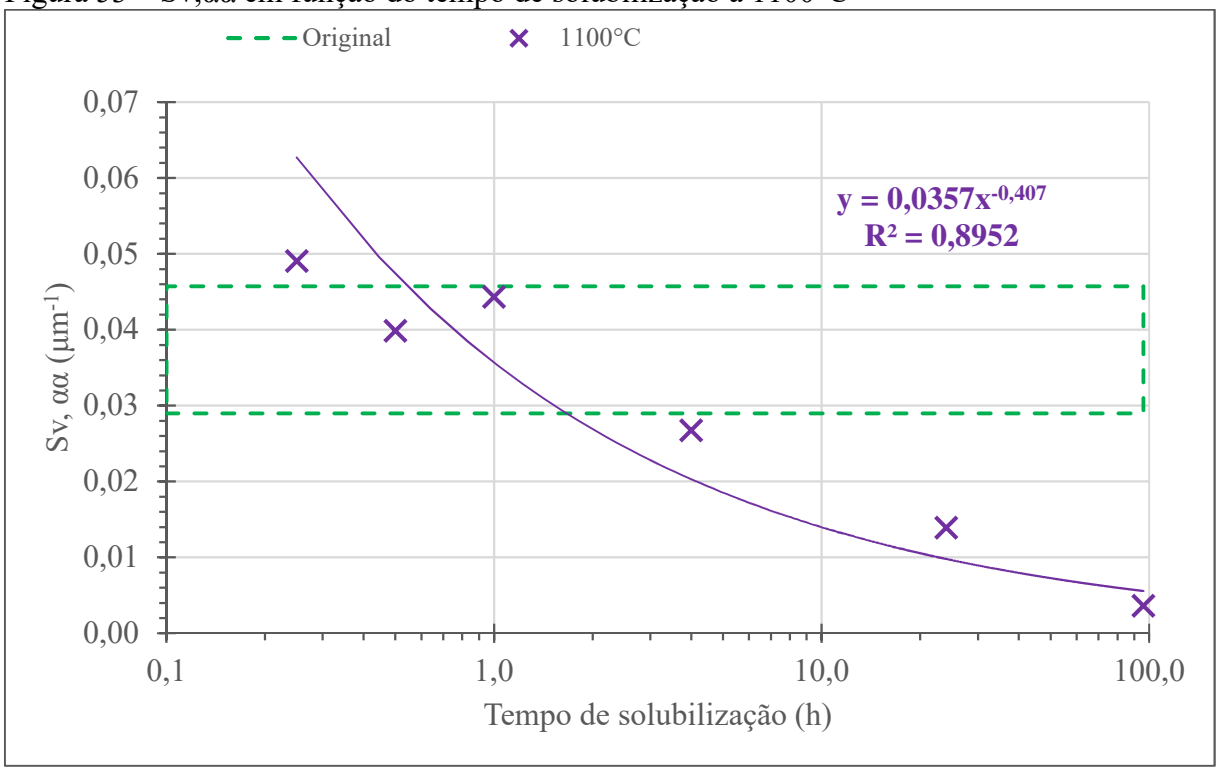
Fonte: Autor

Figura 52 – Sv,γγ em função do tempo de solubilização a 1100°C



Fonte: Autor

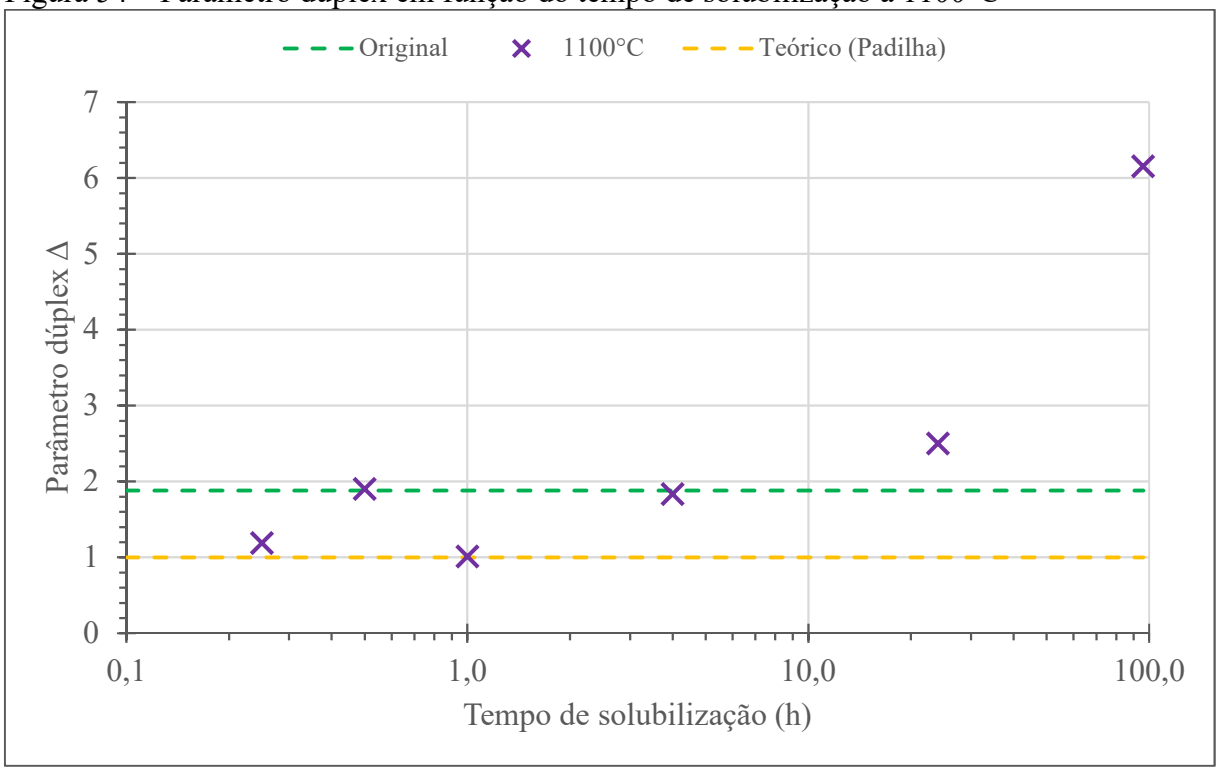
Figura 53 – Sv,αα em função do tempo de solubilização a 1100°C



Fonte: Autor

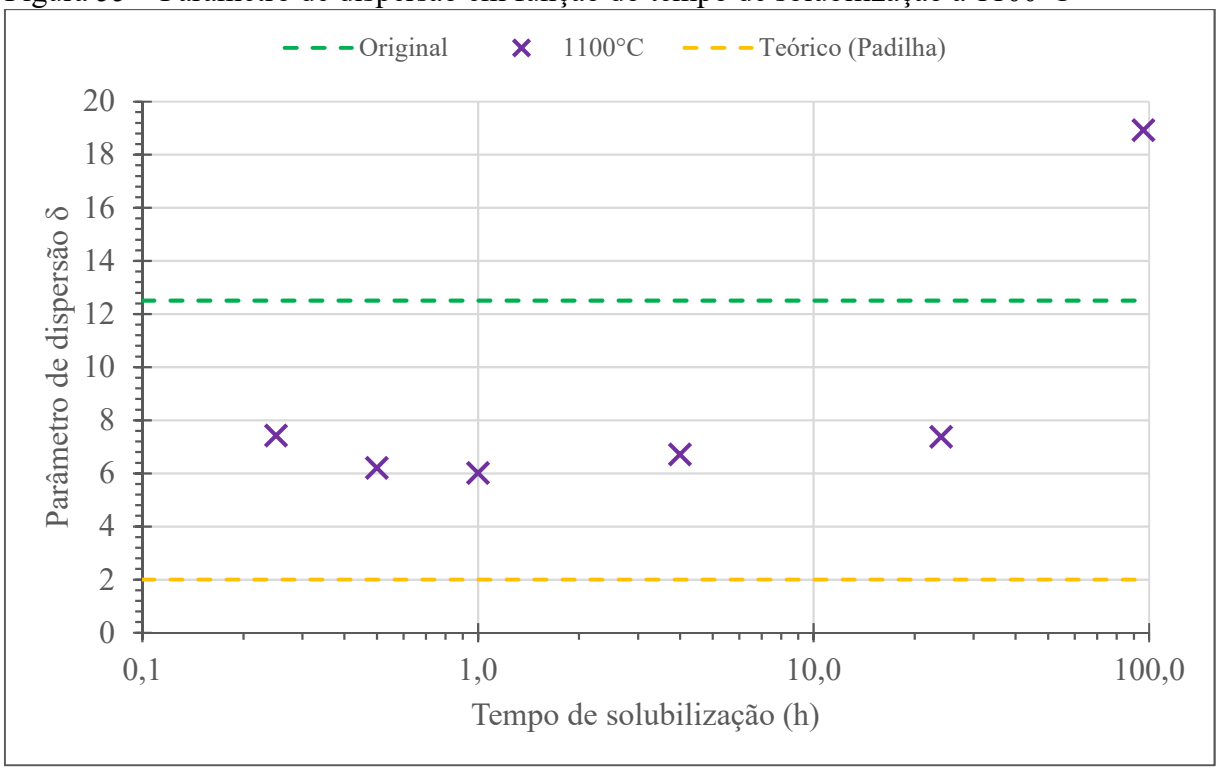
A partir dos valores de Sv das Figuras 51, 52 e 53, podem ser calculados os parâmetros dúplex, de dispersão e razão de contiguidade (equações 5, 6 e 7) em função do tempo de solubilização, que são apresentados nos gráficos das Figuras 54, 55 e 56, respectivamente. Constata-se que, se comparados aos valores teóricos propostos por Padilha (1997), a estrutura solubilizada a 1100°C por uma hora foi a que mais chegou próximo da estrutura dúplex ideal, em razão dos valores dos parâmetros dúplex, de dispersão e razão de contiguidade referentes a esta condição terem maior proximidade aos valores teóricos.

Figura 54 – Parâmetro dúplex em função do tempo de solubilização a 1100°C



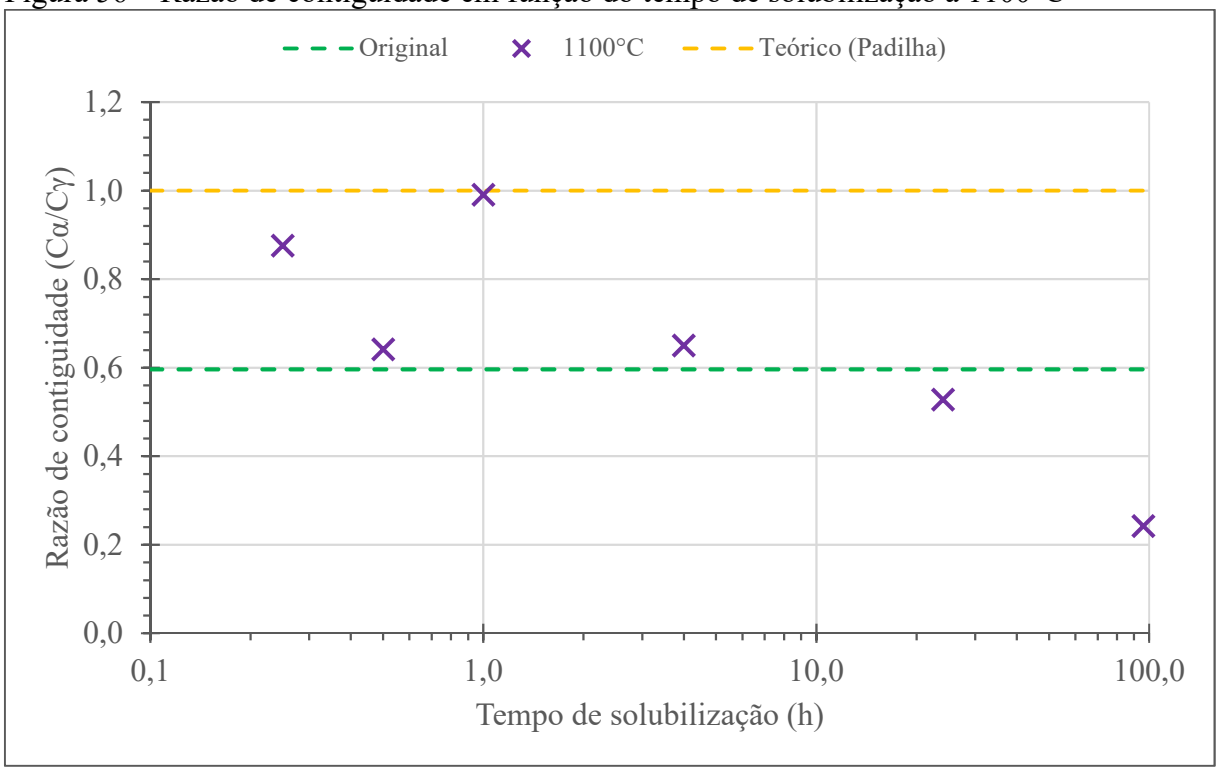
Fonte: Autor

Figura 55 – Parâmetro de dispersão em função do tempo de solubilização a 1100°C



Fonte: Autor

Figura 56 – Razão de contiguidade em função do tempo de solubilização a 1100°C



Fonte: Autor

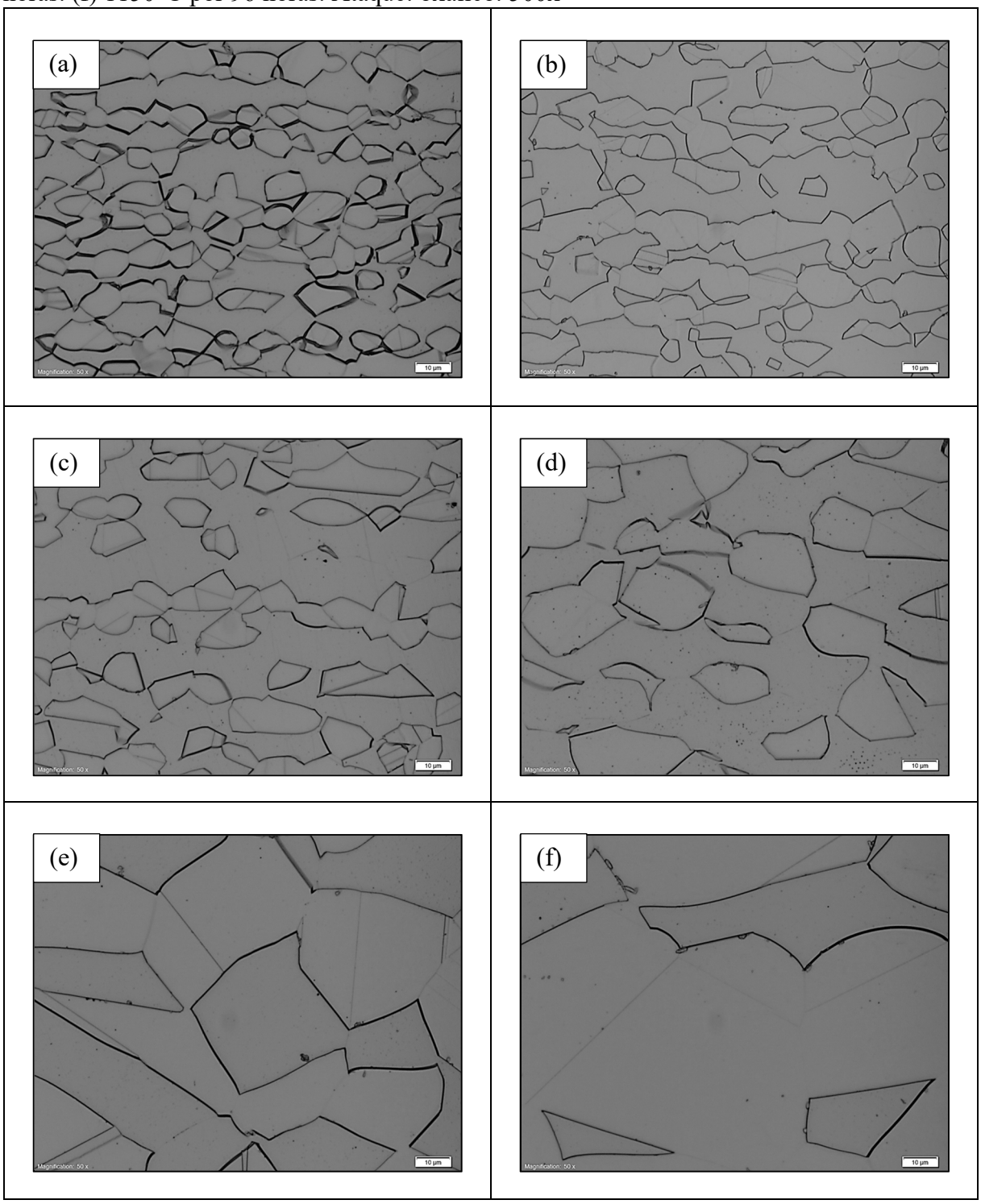
5.5 RESULTADOS PARA SOLUBILIZAÇÃO A 1150°C

Os resultados obtidos para microestrutura, tamanho médio de interceptos, razão de aspecto e área de interface por unidade de volume (Sv), referentes ao material tratado termicamente a 1150°C, são apresentados nos itens a seguir.

5.5.1 Microestruturas

As micrografias representantes das estruturas dúplex formadas com tratamento de solubilização a 1150°C podem ser observadas a Figura 57. É possível notar o grande crescimento de grão propiciado pela maior temperatura de solubilização, e tamanho de grão crescente com o aumento do tempo de solubilização.

Figura 57 - Seção longitudinal de amostras solubilizadas. (a) 1150°C por 15 minutos. (b) 1150°C por 30 minutos. (c) 1150°C por 1 hora. (d) 1150°C por 4 horas. (e) 1150°C por 24 horas. (f) 1150°C por 96 horas. Ataque: oxálico. 500x

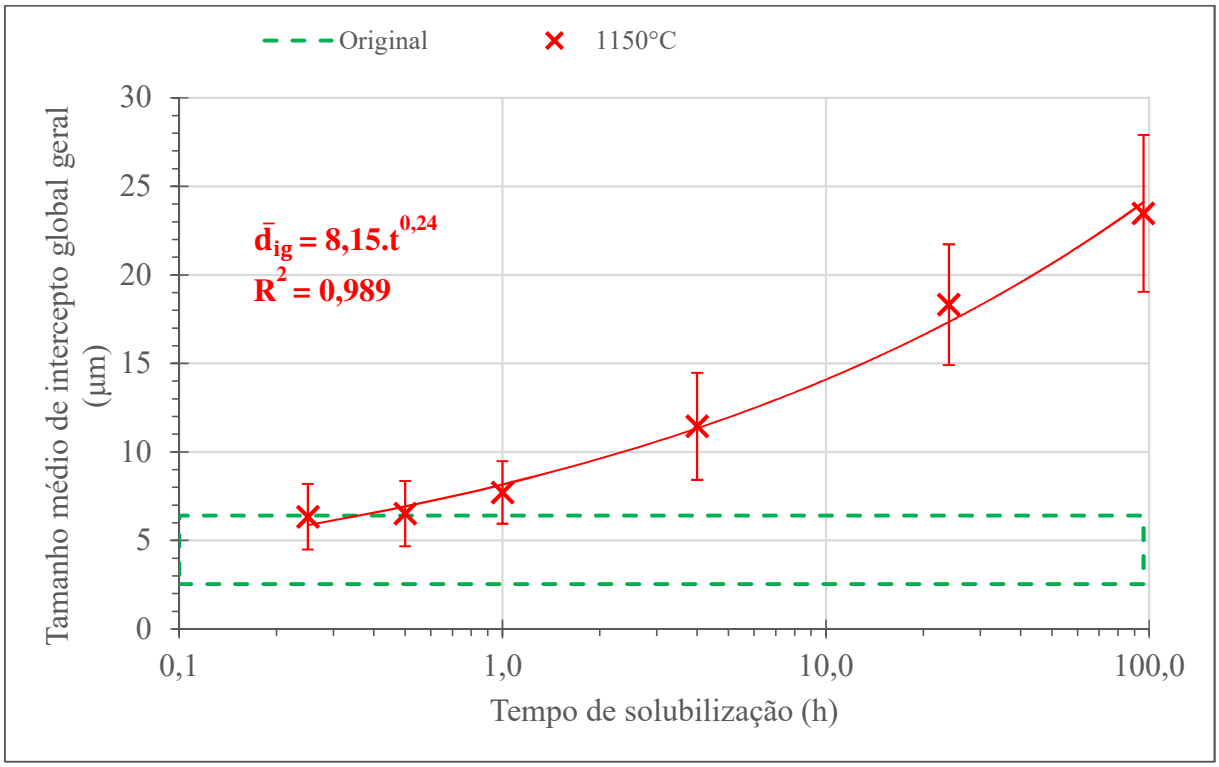


Fonte: Autor

5.5.2 Tamanho médio de interceptos e razão de aspecto

A avaliação quantitativa do tamanho de grão das amostras tratadas a 1150°C por diferentes tempos foi feita com base na construção de gráficos de tamanho médio de intercepto em função do tempo de solubilização. O gráfico da Figura 58 apresenta a evolução do tamanho de grão geral. Já os gráficos das Figuras 59 e 60 demonstram a relação do tamanho médio de intercepto global austenítico e ferrítico em função do tempo de solubilização a 1150°C, respectivamente.

Figura 58 - Tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização a 1150°C



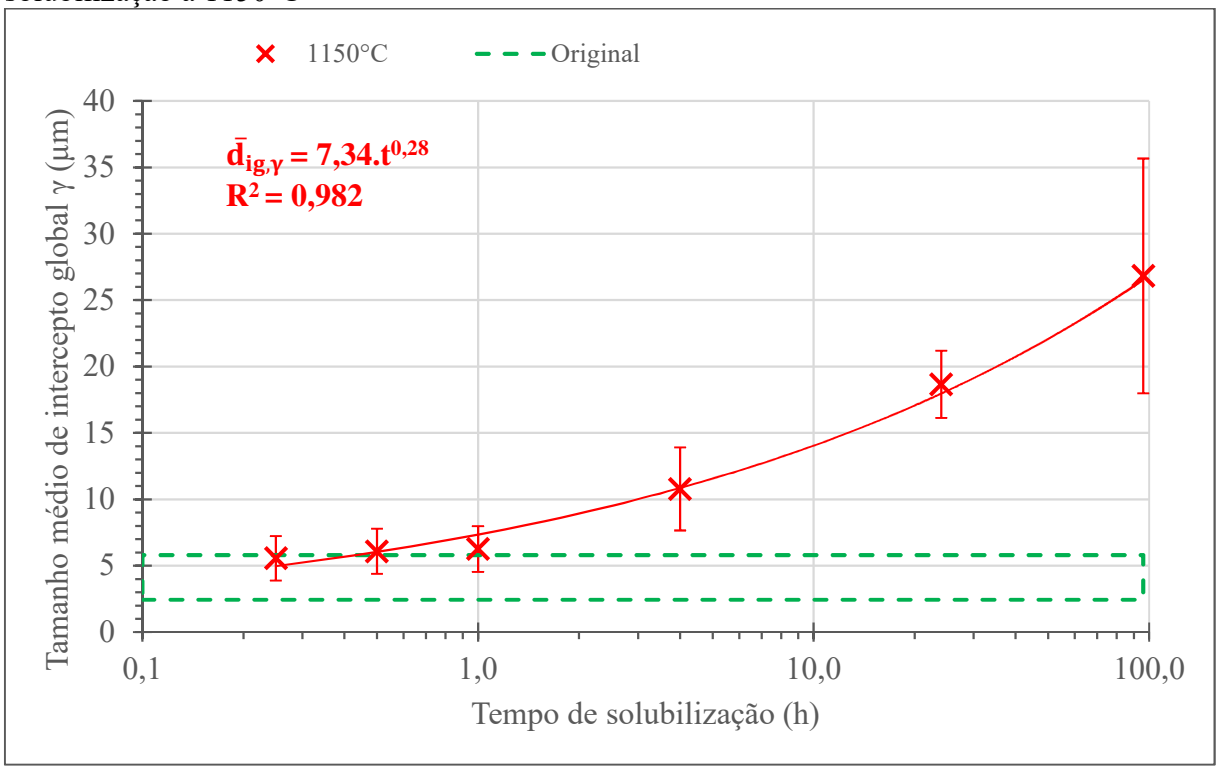
Fonte: Autor

Observando-se os gráficos das Figuras 59 e 60, nota-se que dentre todas as condições de tratamento a 1150°C, a fase austenita foi a que apresentou maior tamanho médio de intercepto, sendo esse de aproximadamente 27 µm, referente ao tempo de tratamento mais longo dos estudados.

Nas Figuras 61 e 62 estão, respectivamente, os gráficos referentes ao crescimento de grão austenítico e ferrítico na direção horizontal.

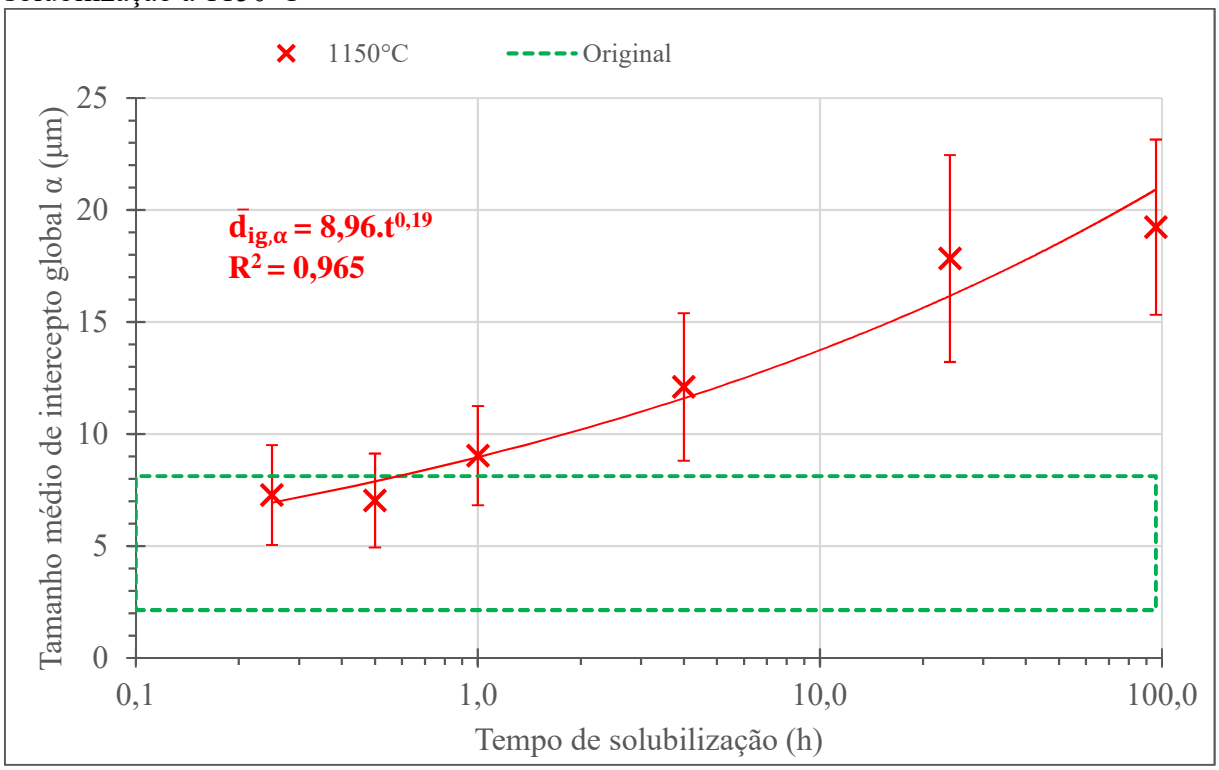
Os gráficos referentes ao crescimento de grão austenítico e ferrítico na direção vertical podem ser visualizados nas Figuras 63 e 64, respectivamente.

Figura 59 - Tamanho médio de intercepto global austenítico em função do tempo de solubilização a 1150°C



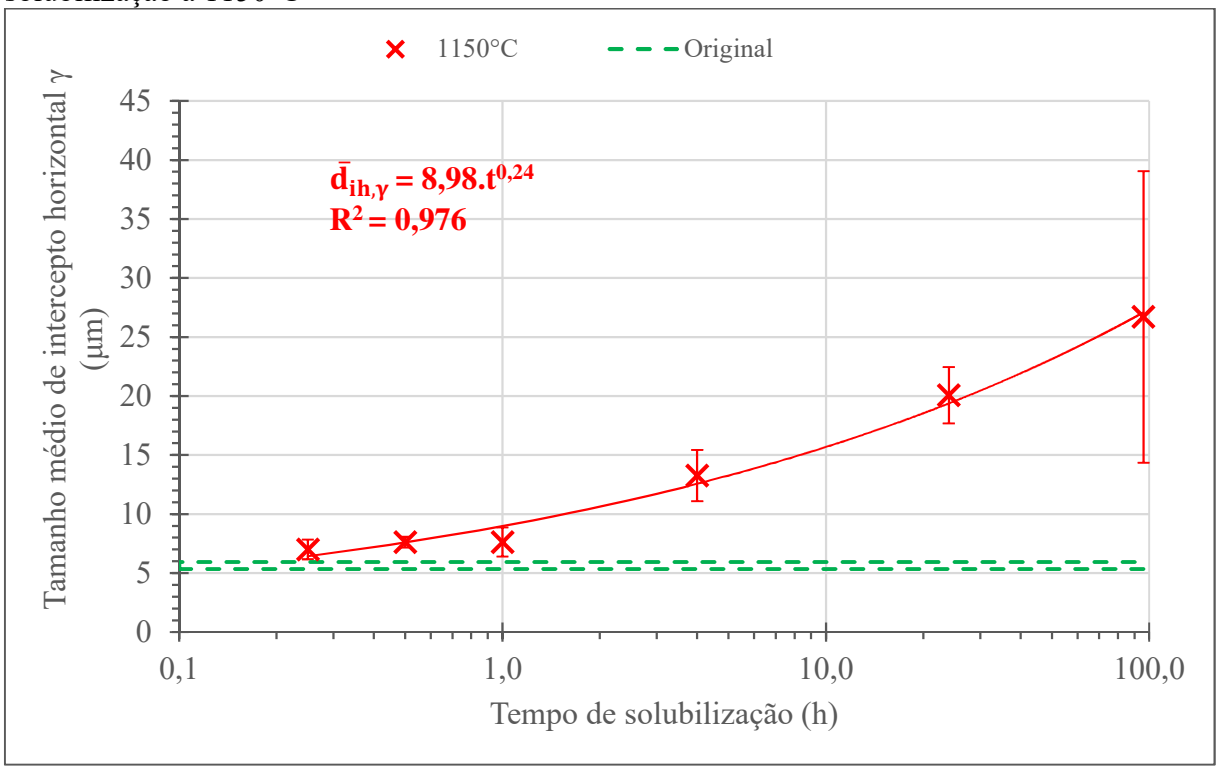
Fonte: Autor

Figura 60 - Tamanho médio de intercepto global ferrítico em função do tempo de solubilização a 1150°C



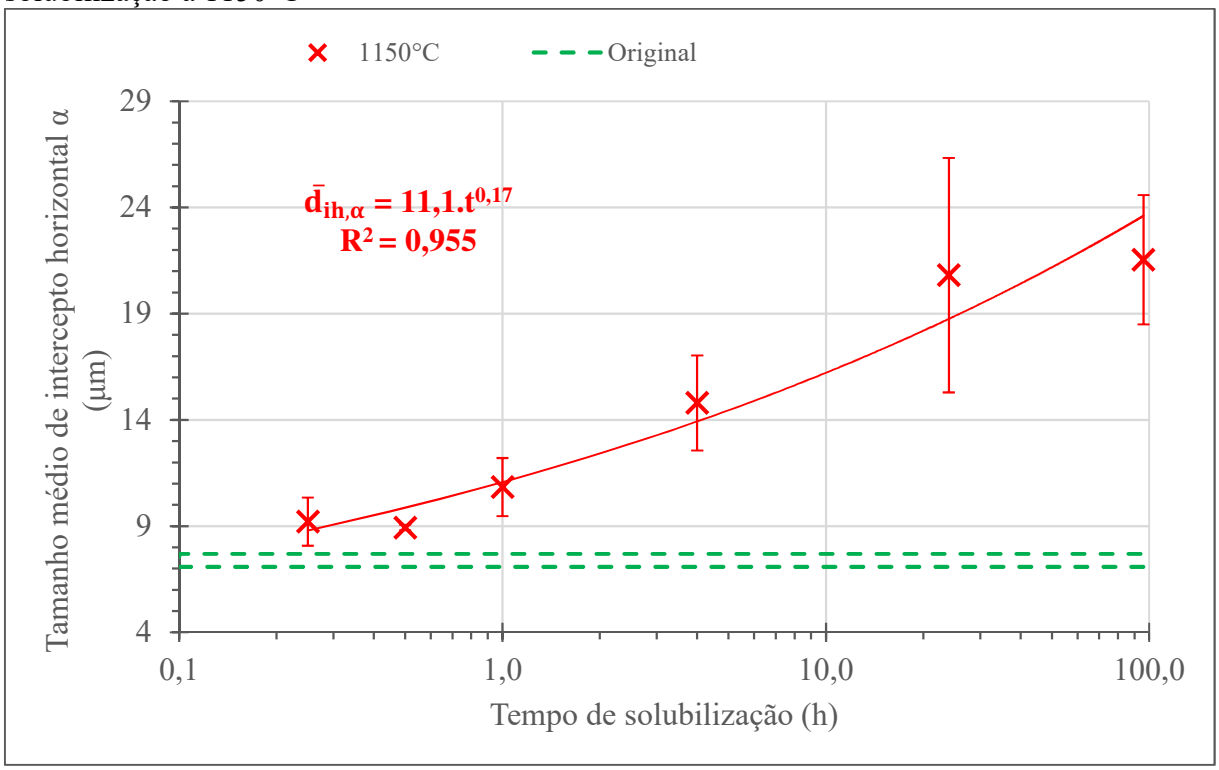
Fonte: Autor

Figura 61 – Tamanho médio de intercepto horizontal austenítico em função do tempo de solubilização a 1150°C



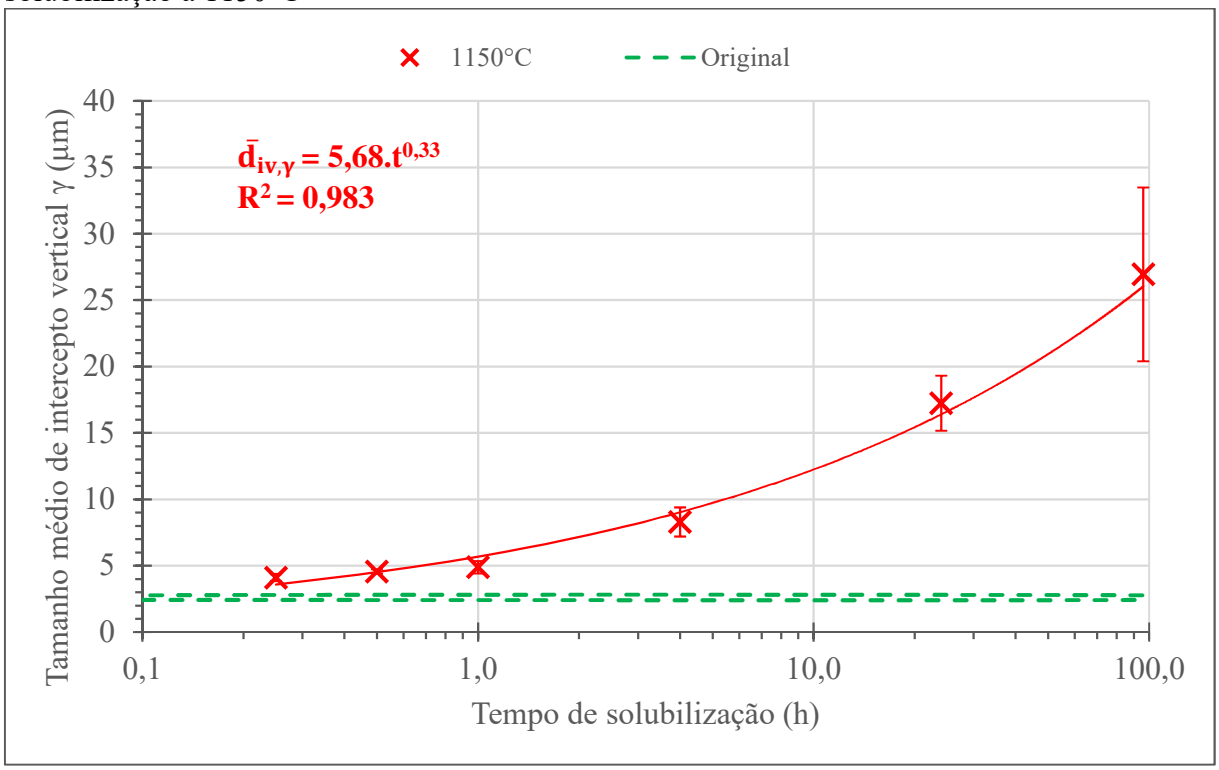
Fonte: Autor

Figura 62 - Tamanho médio de intercepto horizontal ferrítico em função do tempo de solubilização a 1150°C



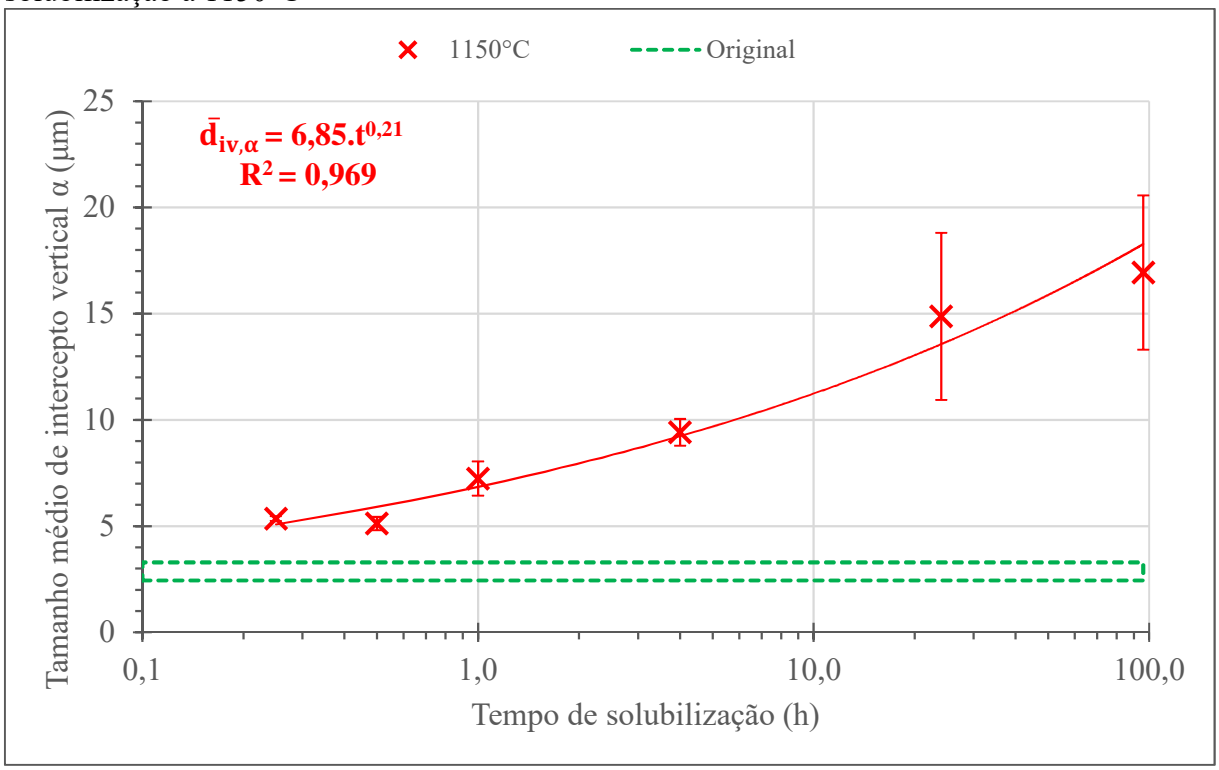
Fonte: Autor

Figura 63 – Tamanho médio de intercepto vertical austenítico em função do tempo de solubilização a 1150°C



Fonte: Autor

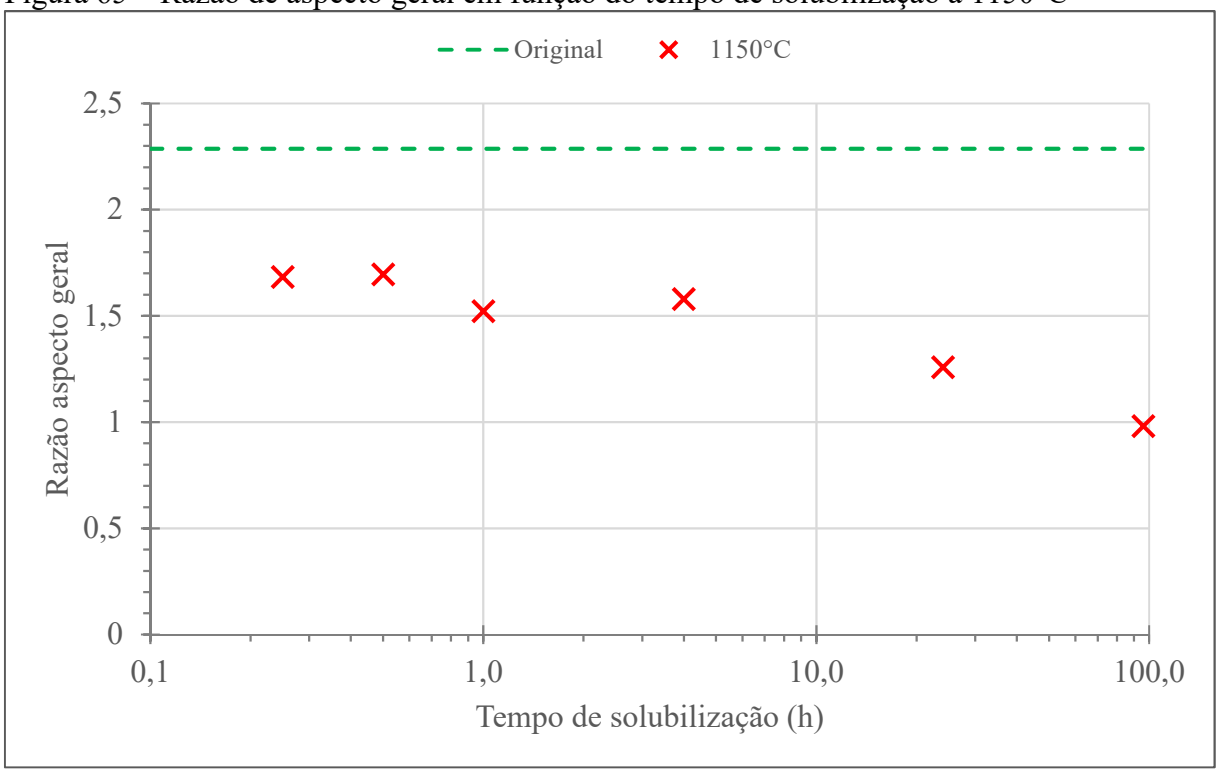
Figura 64 - Tamanho médio de intercepto vertical ferrítico em função do tempo de solubilização a 1150°C



Fonte: Autor

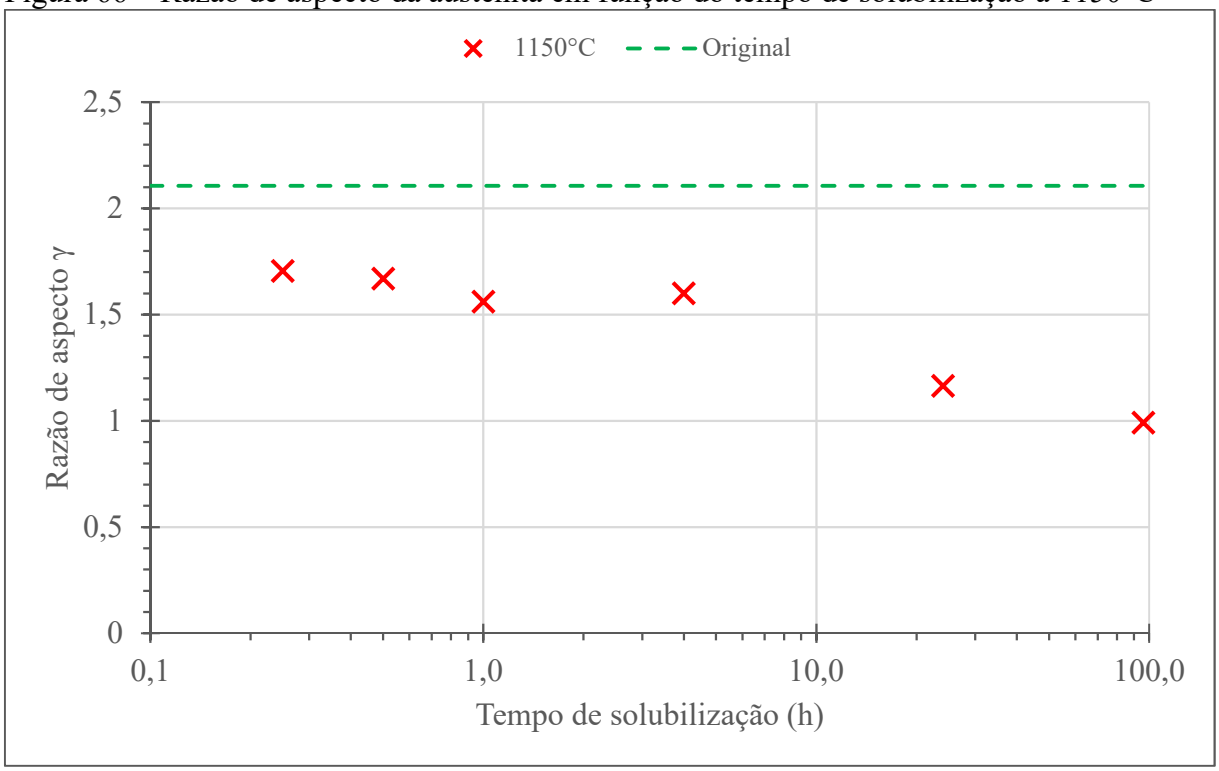
A evolução da razão de aspecto de forma geral (estrutura bifásica), em função do tempo de solubilização, pode ser observada no gráfico da Figura 65. Para austenita e ferrita de forma separada, a evolução desse parâmetro em função do tempo de solubilização pode ser verificada nas Figuras 66 e 67, respectivamente. Verifica-se, a partir dos gráficos das Figuras 65, 66 e 67, que a morfologia dos grãos da estrutura bifásica (geral) e de austenita, para o maior tempo de tratamento estudado, é aparentemente mais próxima da equiaxial, considerando-se que o valor da razão de aspecto referente a essas duas condições aproximadamente um. O mesmo não ocorreu com o grão ferrítico, já que o valor da razão de aspecto para 96 horas a 1150°C ficou mais distante de um, o que significa que esta fase se apresentou com grãos de forma menos equiaxial em relação aos grãos de austenita e da estrutura como um todo.

Figura 65 – Razão de aspecto geral em função do tempo de solubilização a 1150°C



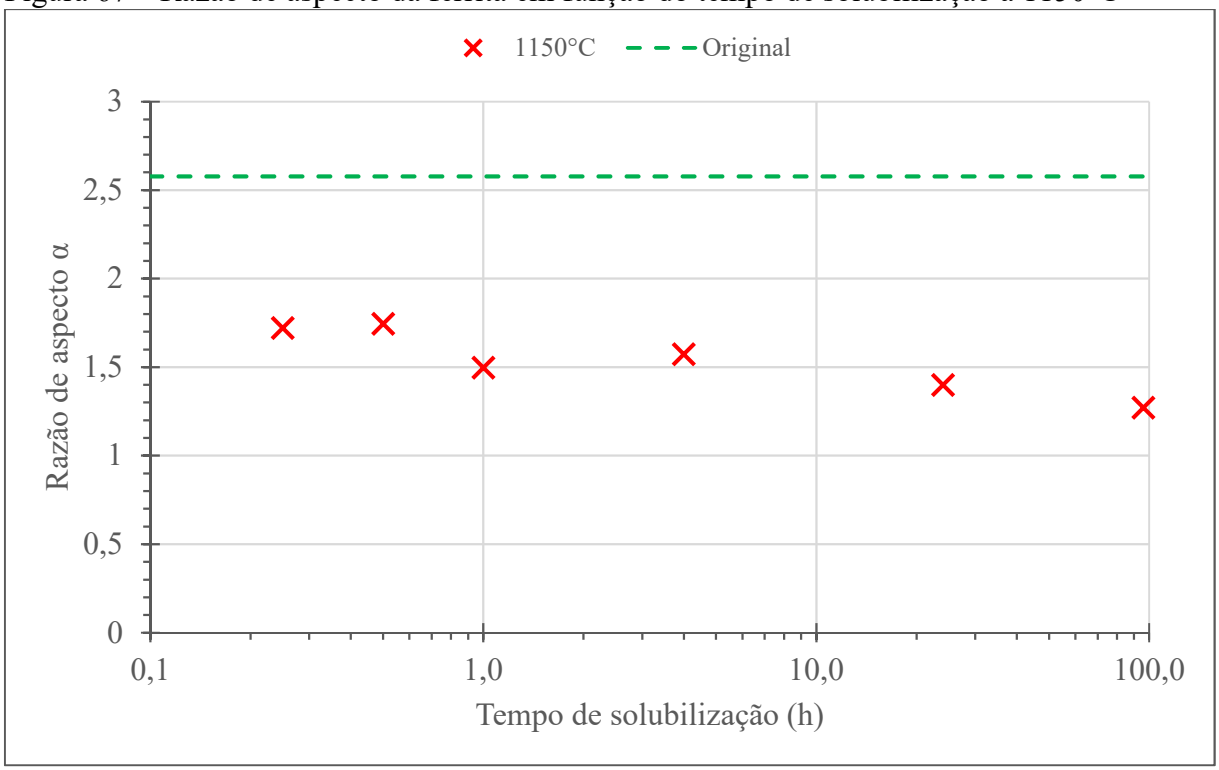
Fonte: Autor

Figura 66 – Razão de aspecto da austenita em função do tempo de solubilização a 1150°C



Fonte: Autor

Figura 67 – Razão de aspecto da ferrita em função do tempo de solubilização a 1150°C

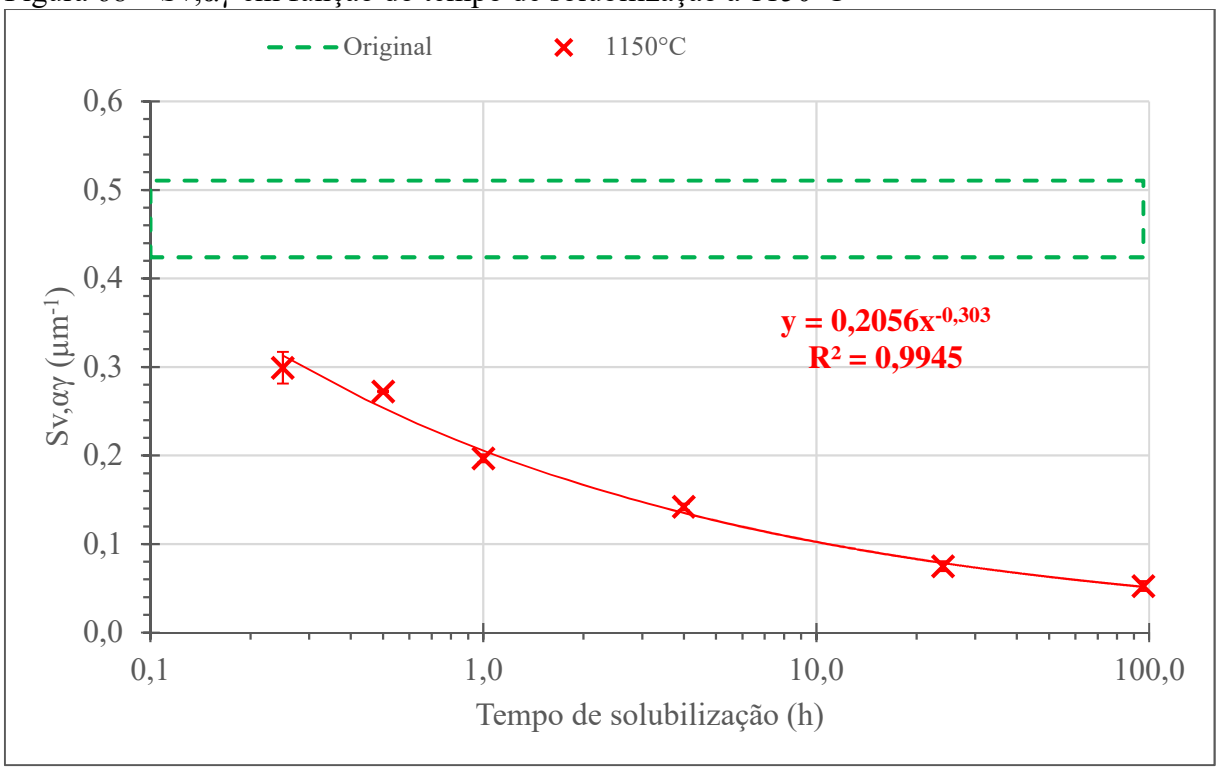


Fonte: Autor

5.5.3 Área de interfaces por unidade de volume (Sv)

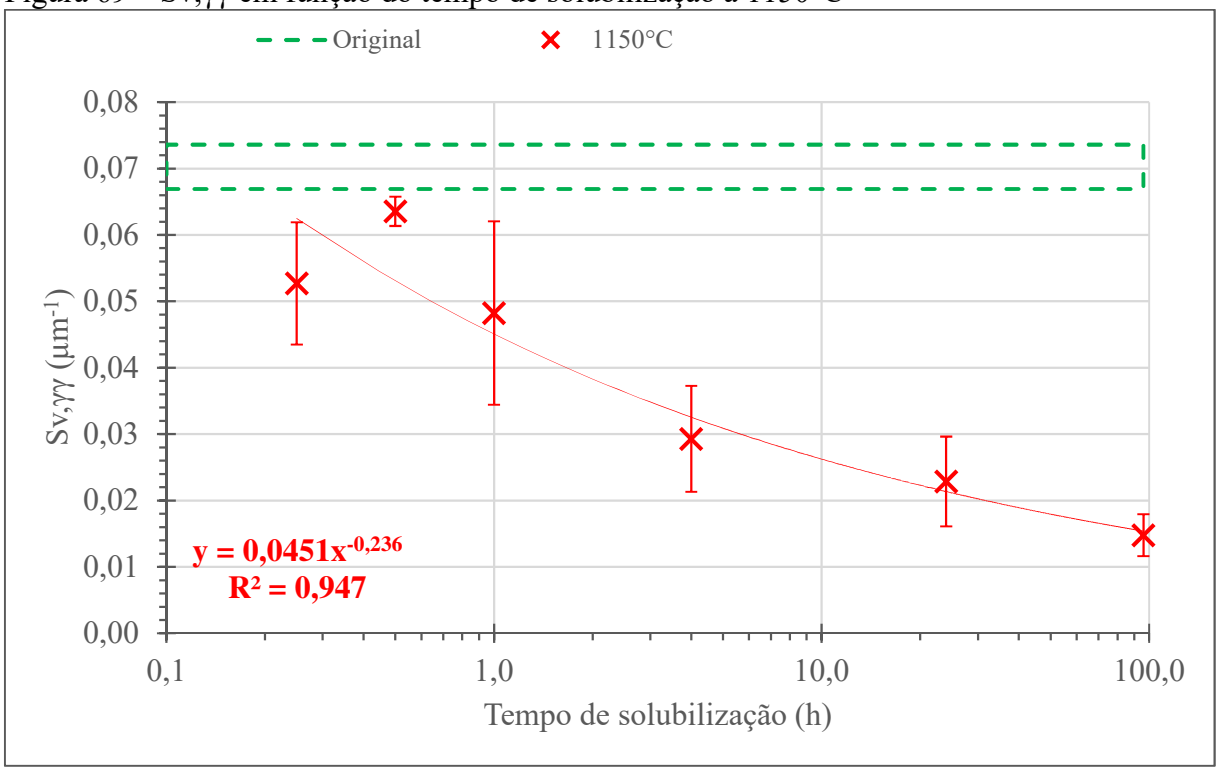
Os valores de área de interfaces αγ, γγ e αα, em função do tempo de solubilização, podem ser vistos nas Figuras 68, 69 e 70, respectivamente. Assim como nas outras temperaturas estudadas, nota-se que as interfaces αγ são preponderantes na estrutura do material.

Figura 68 – Sv,αγ em função do tempo de solubilização a 1150°C



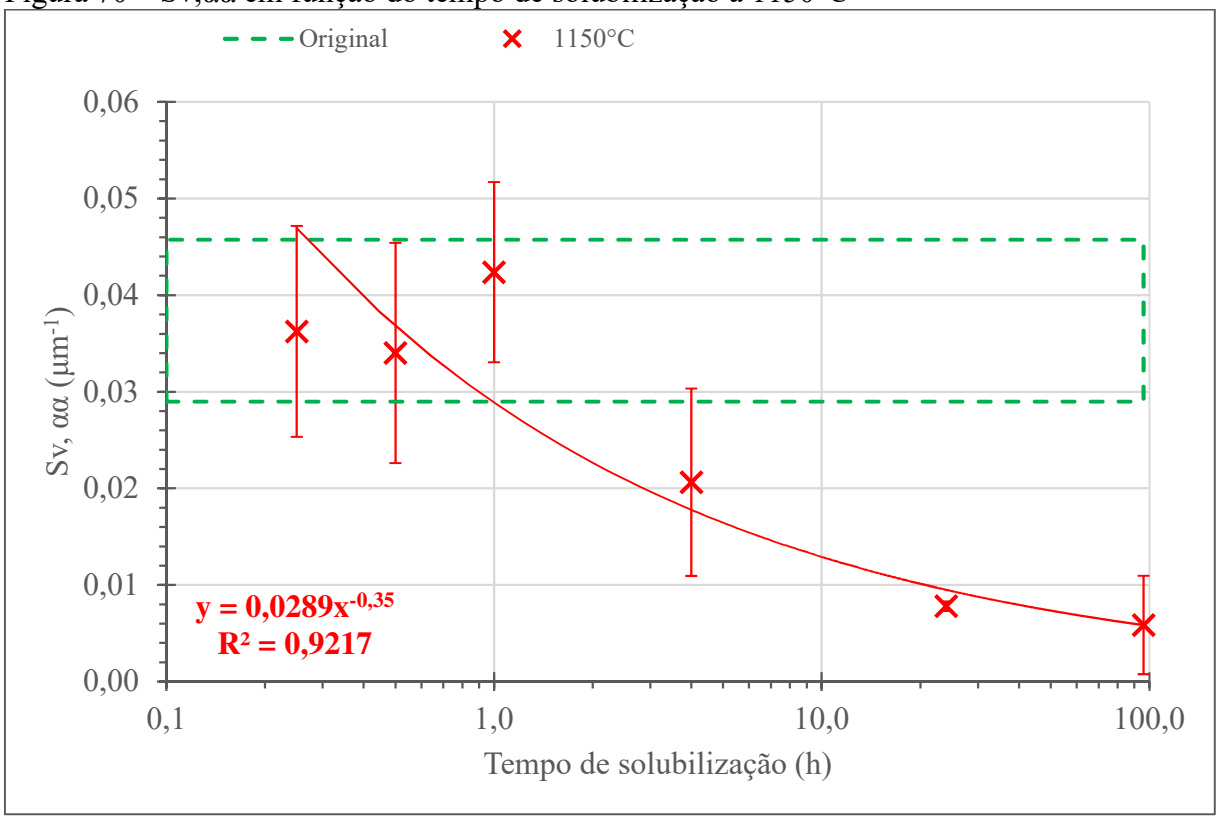
Fonte: Autor

Figura 69 – Sv,γγ em função do tempo de solubilização a 1150°C



Fonte: Autor

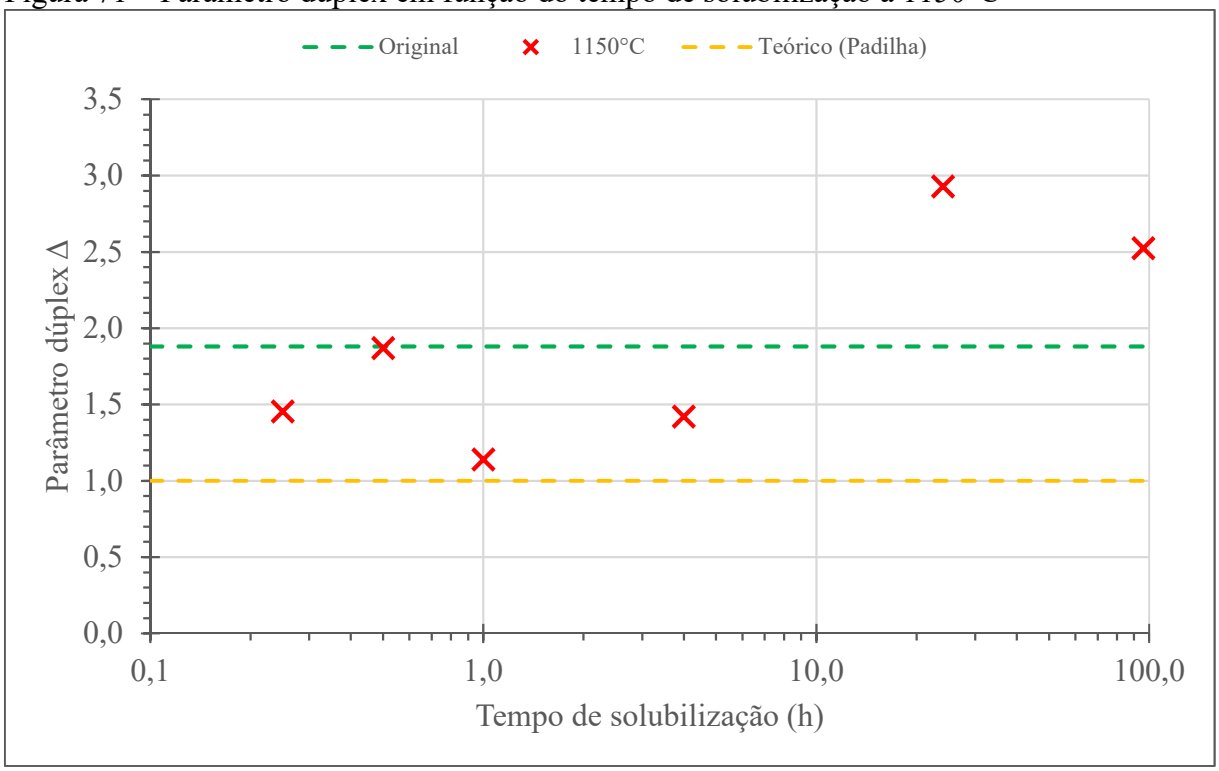
Figura 70 – Sv,αα em função do tempo de solubilização a 1150°C



Fonte: Autor

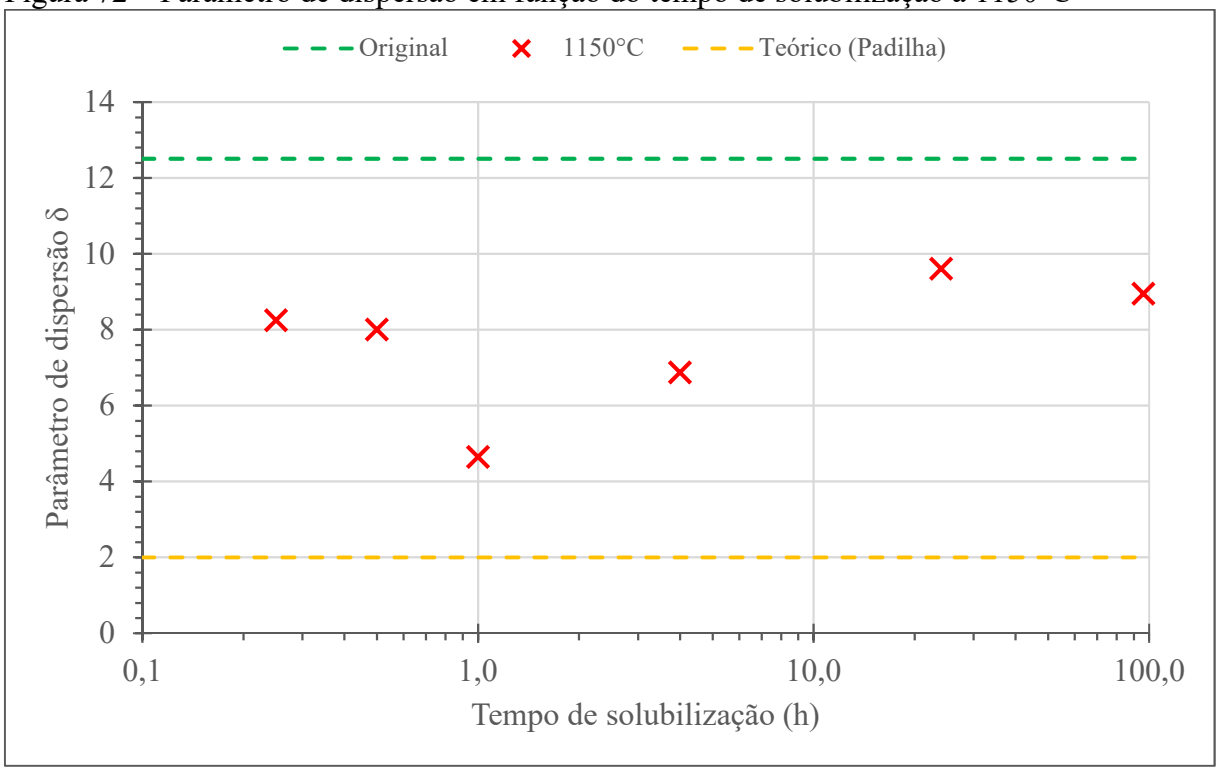
A partir dos valores de Sv das Figuras 68, 69 e 70, podem ser calculados os parâmetros dúplex, de dispersão e razão de contiguidade (equações 5, 6 e 7) em função do tempo de solubilização, que são apresentados nos gráficos das Figuras 71, 72 e 73, respectivamente. Percebe-se que, se comparados aos valores teóricos propostos por Padilha (1997), a estrutura formada a partir do tratamento a 1150°C por uma hora foi a que apresentou uma estrutura mais próxima da dúplex ideal, pois, avaliando-se os valores dos parâmetros dúplex, de dispersão e razão de contiguidade para essa condição de tratamento, nota-se que os valores desses parâmetros, dentre todas as condições estudadas, foram os que apresentaram valores mais próximos aos propostos por Padilha.

Figura 71 – Parâmetro dúplex em função do tempo de solubilização a 1150°C



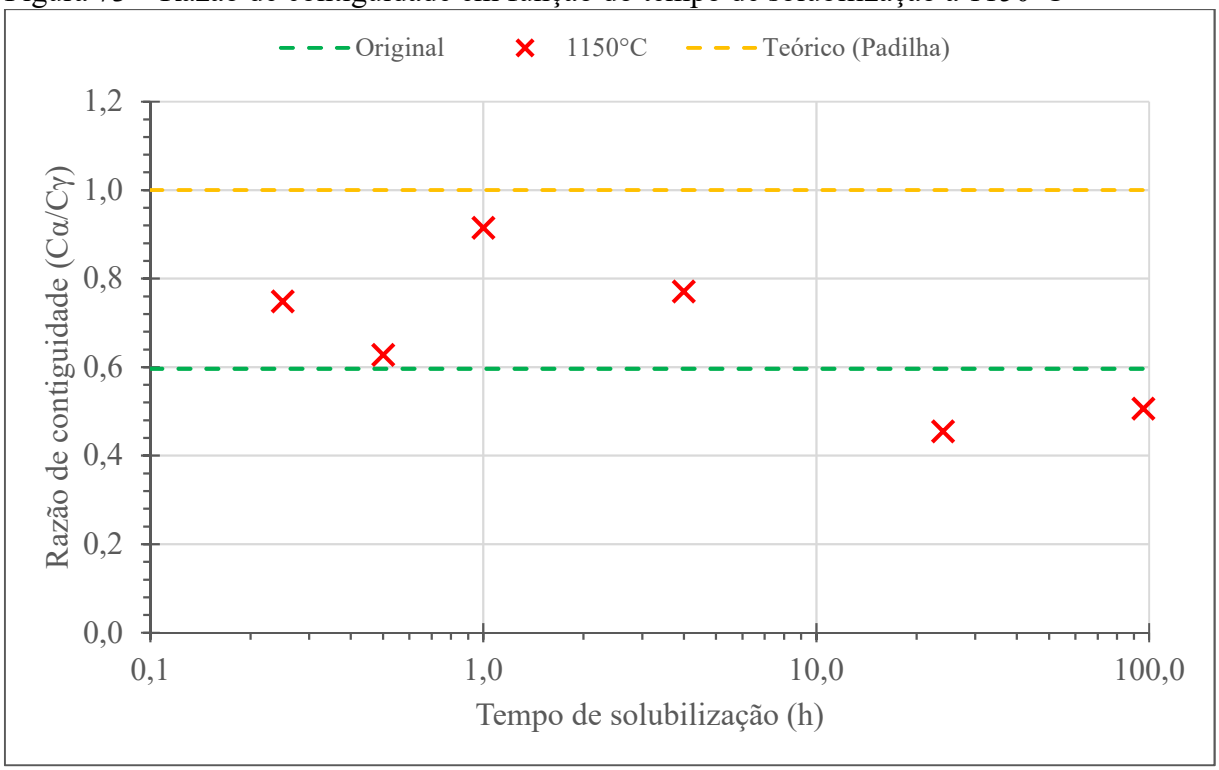
Fonte: Autor

Figura 72 – Parâmetro de dispersão em função do tempo de solubilização a 1150°C



Fonte: Autor

Figura 73 – Razão de contiguidade em função do tempo de solubilização a 1150°C



Fonte: Autor

6 DISCUSSÃO

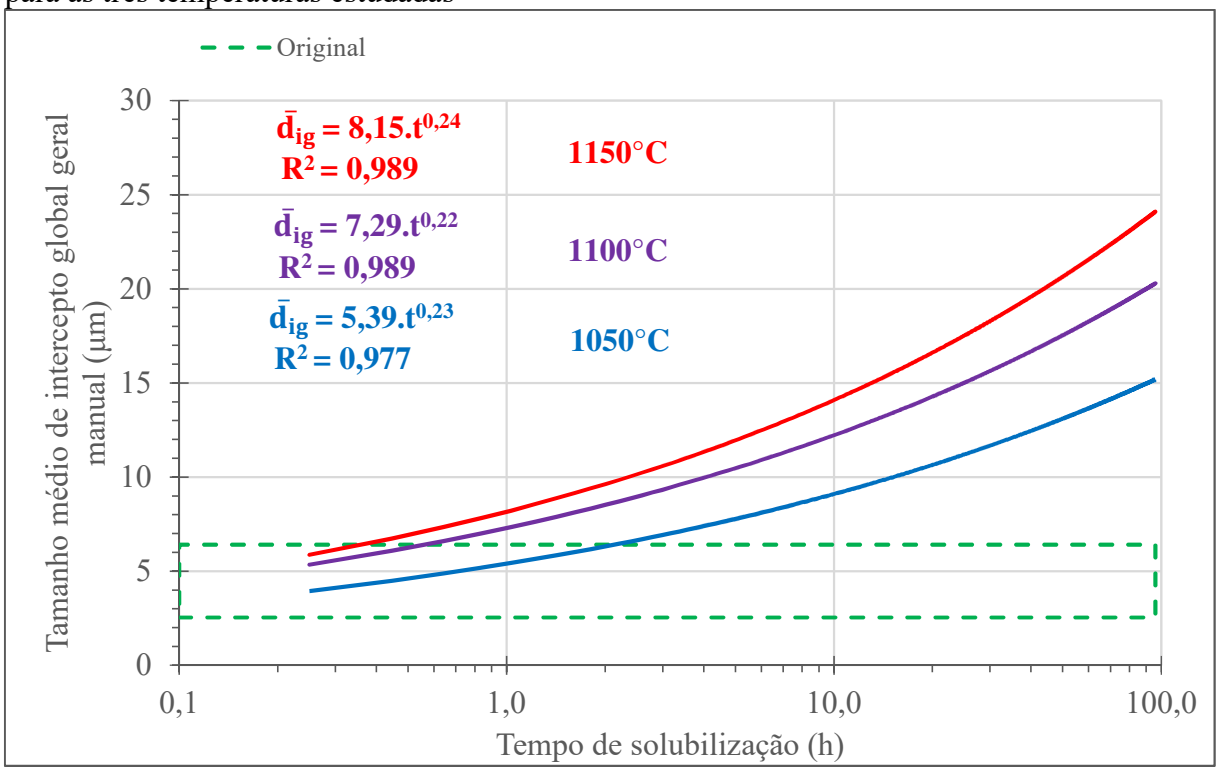
Nesta seção, serão discutidos os principais resultados obtidos, avaliando-se os efeitos dos tratamentos de solubilização sobre a microestrutura das amostras e suas prováveis causas.

6.1 EFEITO DA VARIAÇÃO DOS TEMPOS E TEMPERATURA DE TRATAMENTO NO TAMANHO DE GRÃO

A análise do crescimento de grão será feita com base no tamanho médio de intercepto das amostras tratadas. Neste tópico, será discutida a evolução do tamanho de grão quando se altera a temperatura e o tempo de solubilização, além de verificar o que a mudança desses parâmetros traz de impacto à microestrutura do material.

A princípio, será feita a comparação do tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização como pode ser visto no gráfico da Figura 74.

Figura 74 - Tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização para as três temperaturas estudadas



Fonte: Autor

Ao se fazer a análise do gráfico da Figura 74, percebe-se que houve crescimento de grão da estrutura dúplex à medida que o tempo de solubilização foi prolongado, e que o aumento da

temperatura fez com que o tamanho de grão da estrutura fosse maior para um tempo fixo de tratamento.

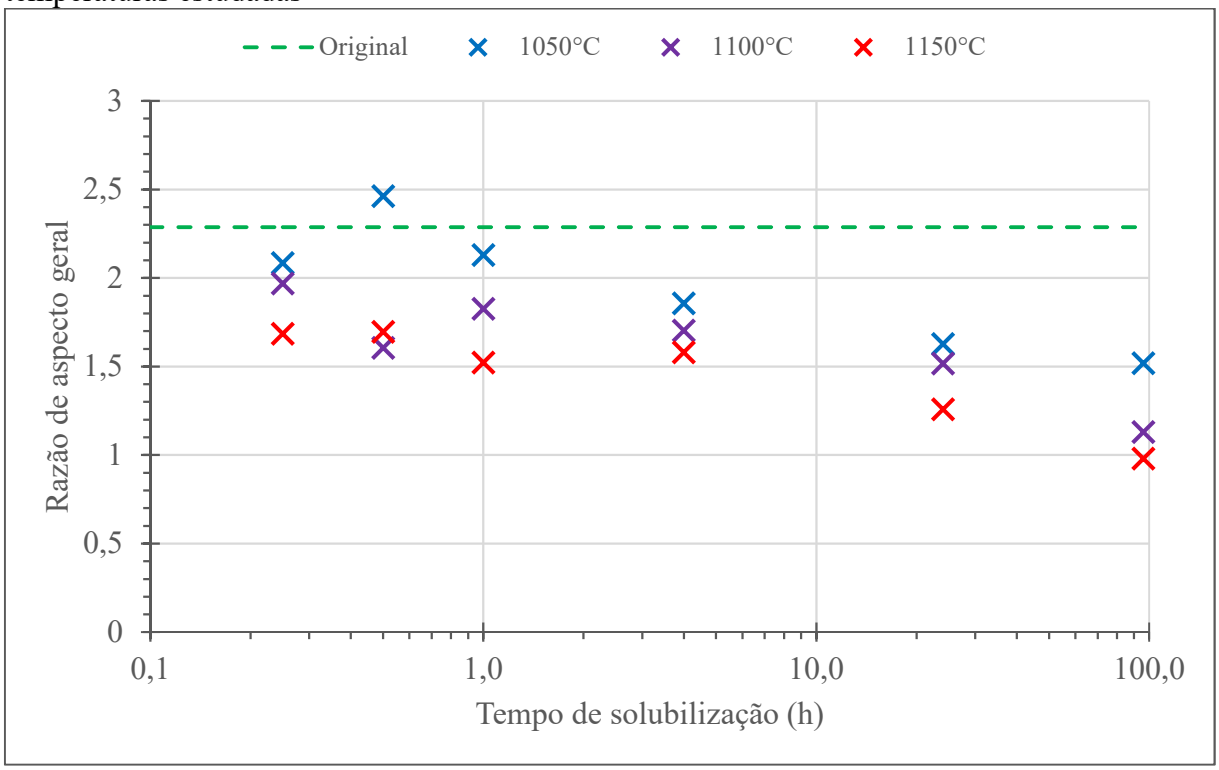
Os tratamentos por 24 horas e 96 horas foram os que propiciaram maior tamanho de grão, já que houve mais tempo para que o processo difusional dos átomos e a migração dos contornos de grão ocorressem na microestrutura do material.

Observando-se especificamente o tamanho médio de intercepto para até uma hora de tratamento nas três temperaturas, verifica-se que os valores foram próximos na faixa referente ao tamanho médio de intercepto original, ou seja, a partir da estrutura deformada em 50% na espessura houve recuperação, recristalização e pouco crescimento de grão. A combinação da temperatura de 1050°C com tempos de 15 minutos, 30 minutos e uma hora não foi suficiente para gerar um grão de tamanho maior que o da microestrutura original.

É possível notar que, para todas as temperaturas, o tratamento térmico por quatro horas proporcionou condição energética suficiente para que o grão componente da microestrutura pudesse crescer e atingir um tamanho maior do que o da condição original. A equação que melhor descreve os pontos experimentais é do tipo lei de potência, similar a equação (2), descrita na revisão da literatura. Nota-se que o expoente de crescimento de grão (n) para todas as temperaturas estudadas é menor que 0,5 (o limite teórico para metais puros), o que vai de acordo com a teoria (PORTER; EASTERLING, 1992), pois o material estudado é uma liga. A constante K' cresceu com o aumento de temperatura.

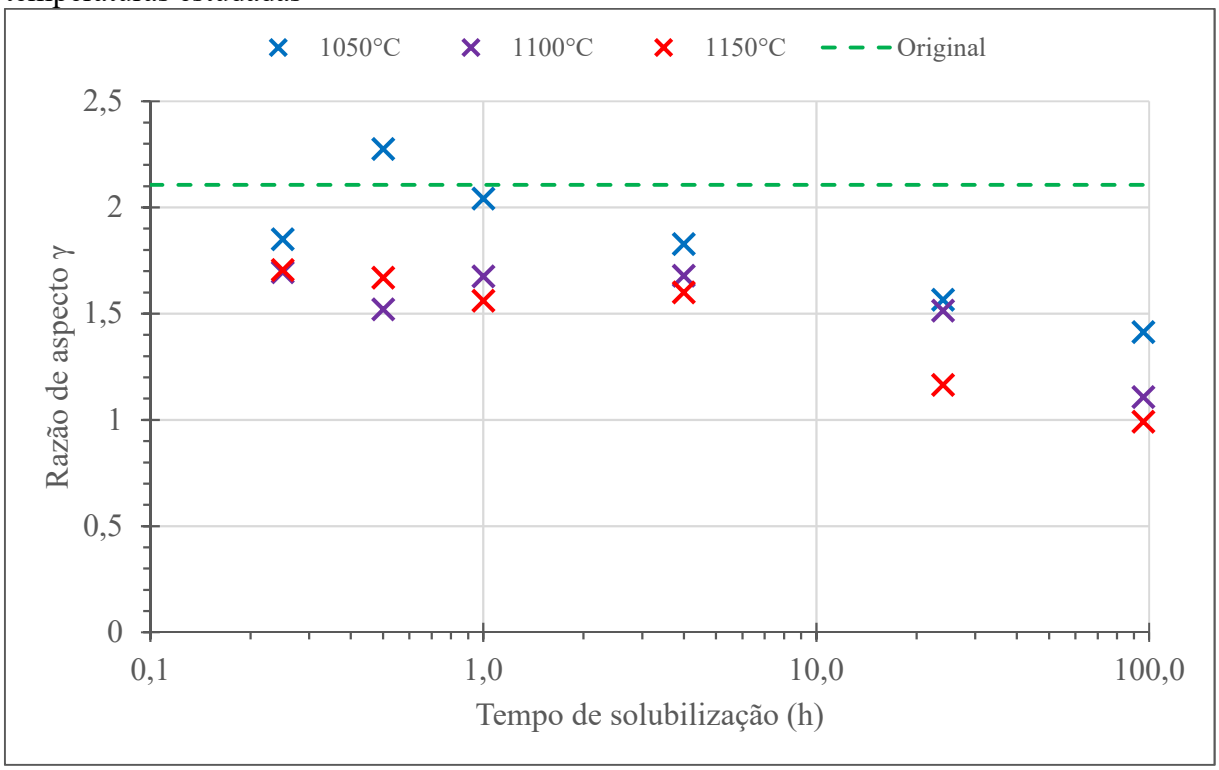
Nas Figuras 75, 76 e 77 são mostrados gráficos comparativos com a razão de aspecto geral, razão de aspecto da austenita e razão de aspecto da ferrita em função da temperatura de solubilização, respectivamente.

Figura 75 – Razão de aspecto geral em função do tempo de solubilização para as três temperaturas estudadas



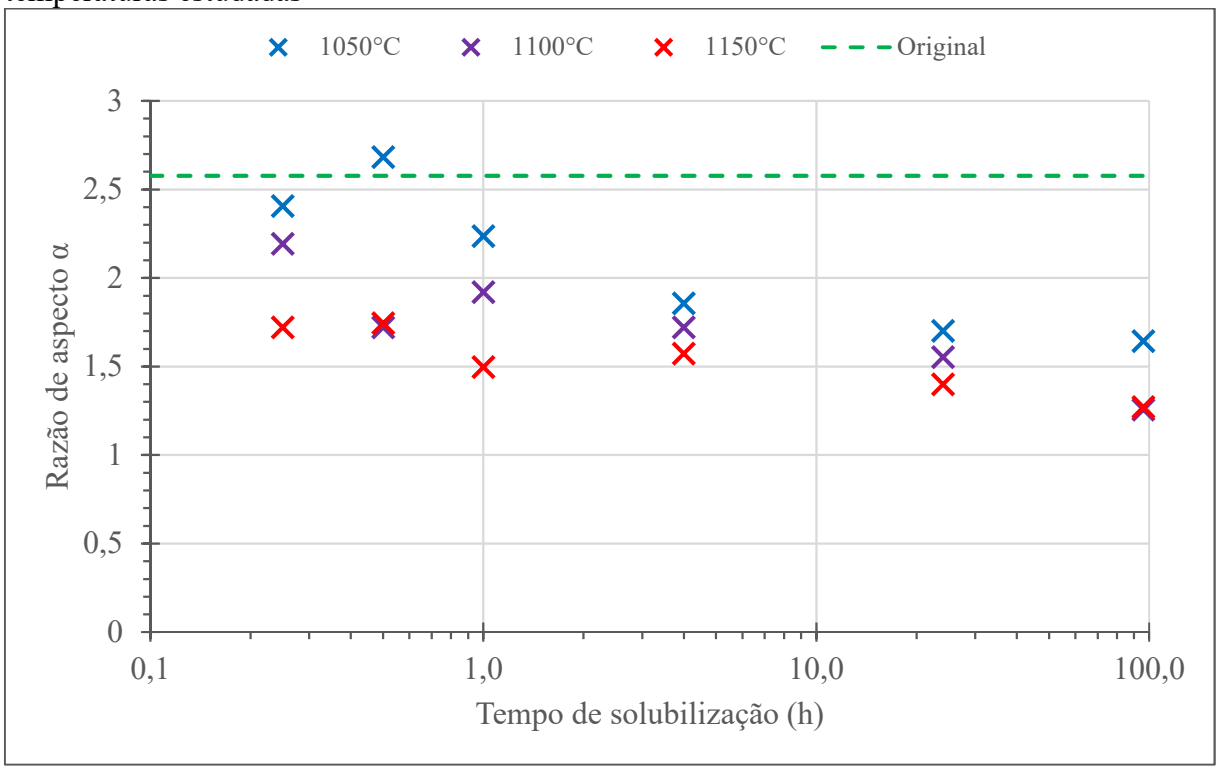
Fonte: Autor

Figura 76 – Razão de aspecto da austenita em função do tempo de solubilização para as três temperaturas estudadas



Fonte: Autor

Figura 77 – Razão de aspecto da ferrita em função do tempo de solubilização para as três temperaturas estudadas



Fonte: Autor

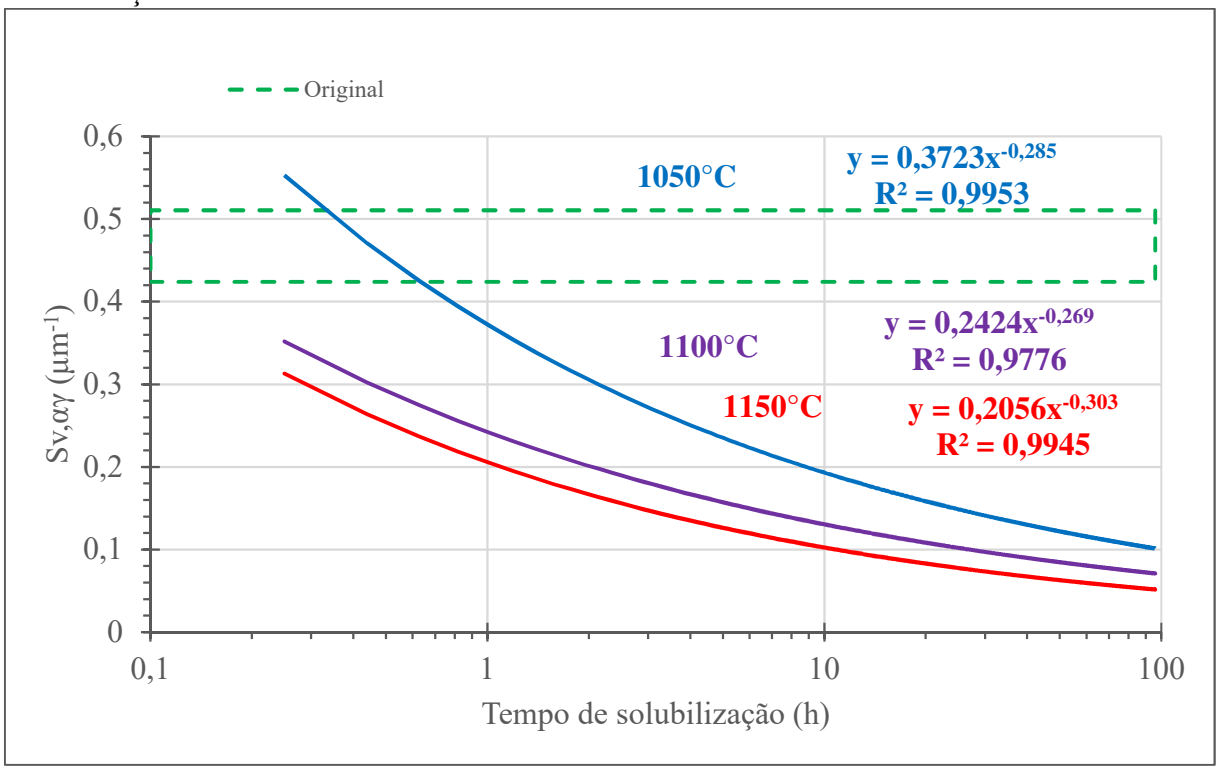
Ao se observar o gráfico da Figura 75, nota-se que a mudança de morfologia dos grãos da microestrutura apresentada nas micrografias anteriores (Figuras 23, 40 e 57) é comprovada pelos valores de razão de aspecto. O aumento da temperatura e do tempo de solubilização faz com que os grãos deixem de ter formato alongado (proveniente do trabalho mecânico ao qual o material foi submetido) e passem a exibir um formato cada vez mais próximo do equiaxial (configuração de equilíbrio). Além disso, a partir dos resultados de razão de aspecto demonstrados nos gráficos das Figuras 75, 76 e 77, pode-se comprovar que todas as amostras passaram por recuperação e recristalização, entrando diretamente em crescimento de grão, já que a razão de aspecto é maior para a amostra original do que para as que foram tratadas termicamente, o que denota significativa alteração microestrutural.

Comparando-se o gráfico da Figura 76 com o gráfico da Figura 77, percebe-se que os grãos de ambas as fases tendem a sair da forma alongada para se configurar num formato mais equiaxial, justificando a característica da morfologia da estrutura bifásica, apresentada pelo gráfico da Figura 75. Além disso, através da comparação dos valores de razão de aspecto para as duas fases, percebe-se que para tempos mais longos de tratamento, o valor da razão de aspecto da austenita é mais próximo de 1, ou seja, o grão austenítico se aproxima mais do formato equiaxial em relação ao grão ferrítico. Esse fato está relacionado com as energias de

ativação necessárias para o crescimento de grão, fato que está diretamente associado à morfologia das fases, e será discutido adiante.

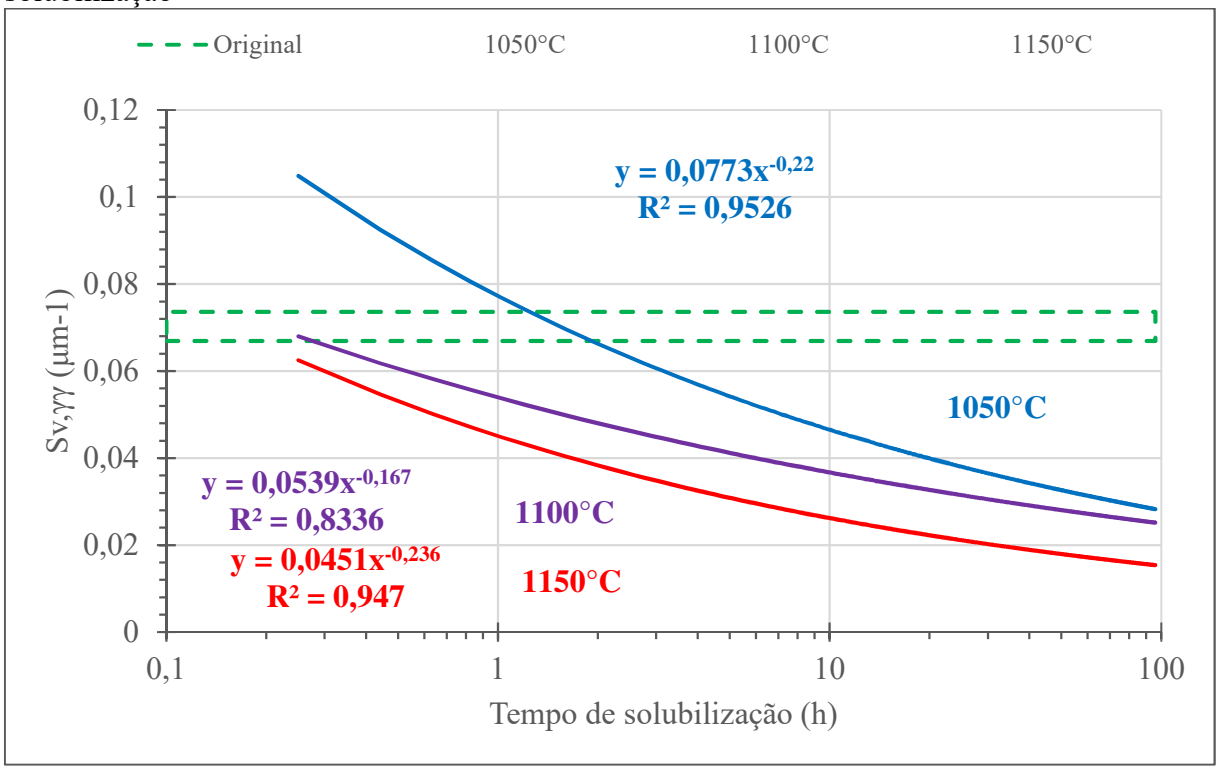
As Figuras 78, 79 e 80 apresentam gráficos com as áreas de superfície αγ, γγ e αα em função do tempo de solubilização, respectivamente.

Figura 78 – Comparação dos Sv,αγ para cada temperatura estudada em função do tempo de solubilização



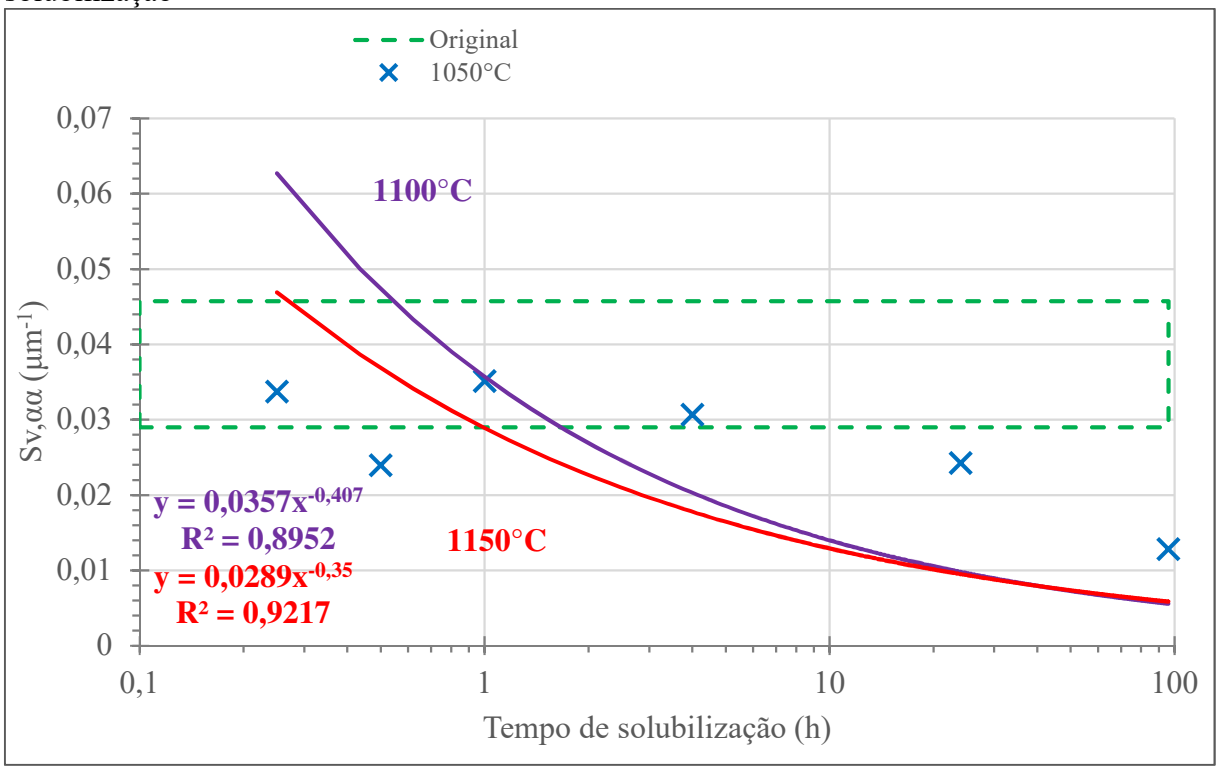
Fonte: Autor

Figura 79 – Comparação dos Sv,γγ para cada temperatura estudada em função do tempo de solubilização



Fonte: Autor

Figura 80 – Comparação dos Sv,αα para cada temperatura estudada em função do tempo de solubilização

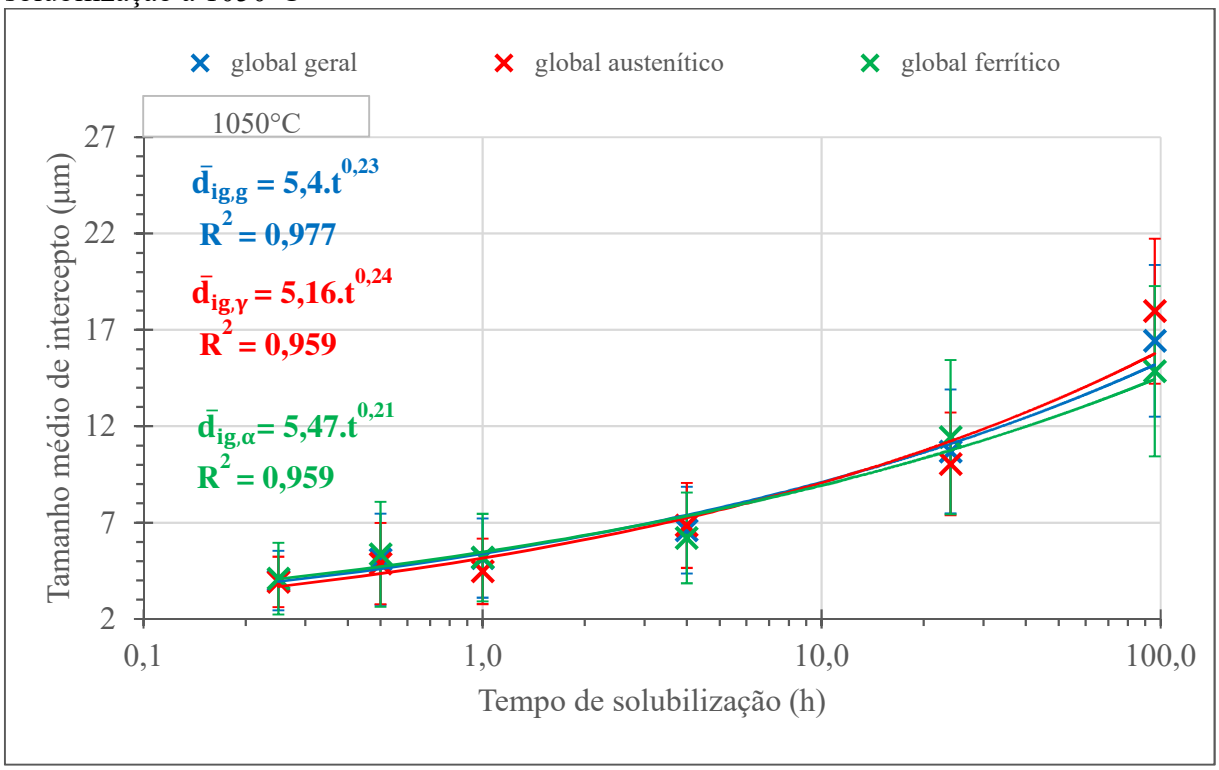


Fonte: Autor

Através da análise dos gráficos das Figuras 78, 79 e 80, constata-se que o valor de área de superfície decresce com a temperatura e com tempo de solubilização, o que se esperava, pois, o aumento do tamanho de grão mostrado pelo aumento dos interceptos (Figura 74) leva à diminuição da área de contato entre fases ou de contornos de grão. Como o equilíbrio nas junções entre interfaces de mesma fase resulta em ângulos de 120°, se o grão tiver seis interfaces, essas serão planas e a estrutura metaestável. Entretanto, se o número total de interfaces ao redor de um grão for menor que seis, essas serão côncavas em relação ao centro de curvatura, o que faz com que o grão tenda a ficar cada vez menor e eventualmente desapareça ao longo do tratamento térmico. Grãos maiores, por sua vez, terão mais do que seis interfaces e crescerão continuamente. Em razão do sistema sempre buscar a configuração de mínima energia, o resultado final dessa migração de interfaces é reduzir a quantidade de grãos por meio do aumento do tamanho médio de grão e consequente redução da energia total de interface. O aumento do tamanho médio de grão da estrutura faz com que o número de interfaces diminua, e, portanto, a área de superfície associada a qualquer tipo de interface na estrutura dúplex irá diminuir com o aumento do tempo e da temperatura de solubilização. É importante relembrar que no gráfico da Figura 36 não se encontrou uma equação que possibilitasse a descrição dos pontos experimentais referentes ao $S_{v,\alpha\alpha}$ para as amostras tratadas pelos diferentes tempos a 1050°C, pois o valor coeficiente de correlação obtido foi muito baixo.

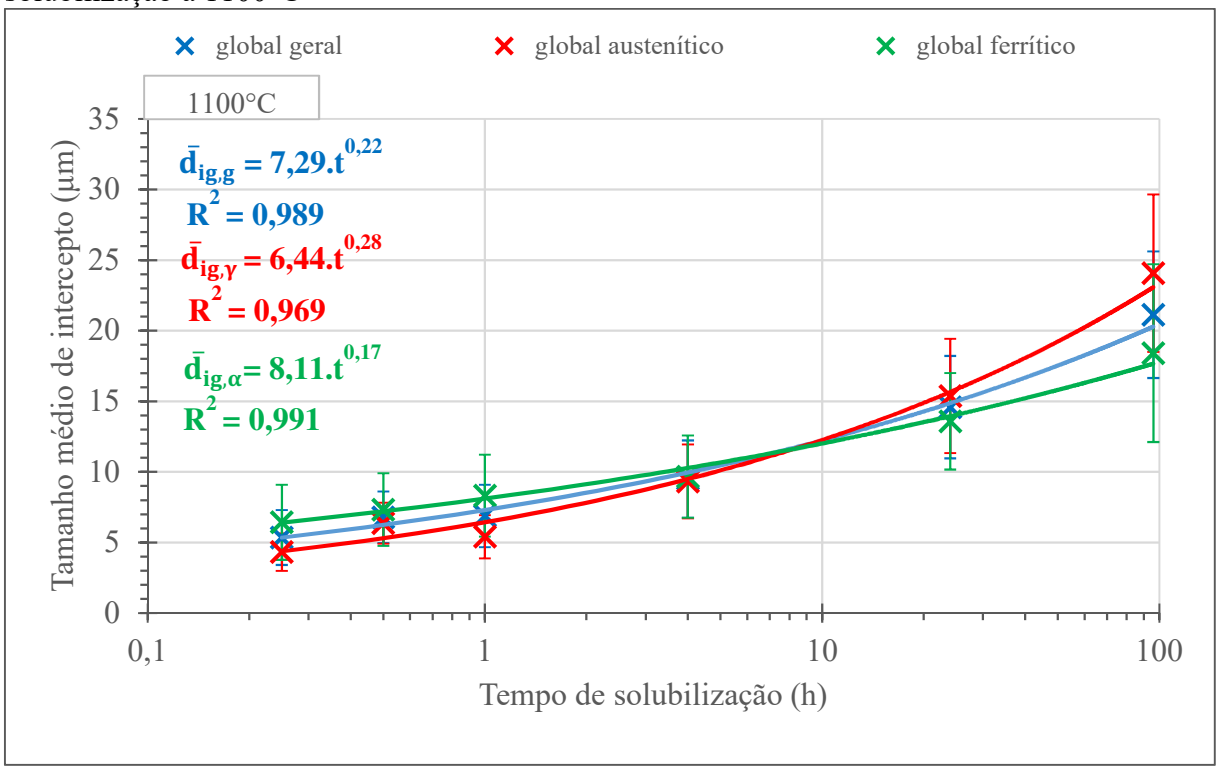
A comparação do tamanho médio de intercepto global geral com os tamanhos médios de intercepto global austenítico e ferrítico, em função do tempo de solubilização, para as três temperaturas estudadas, pode ser vista nos gráficos das Figuras 81, 82 e 83, respectivamente. Essa comparação permite verificar qual a parcela de contribuição de cada fase componente no crescimento de grão da estrutura bifásica como um todo.

Figura 81 – Comparação do tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização a 1050°C



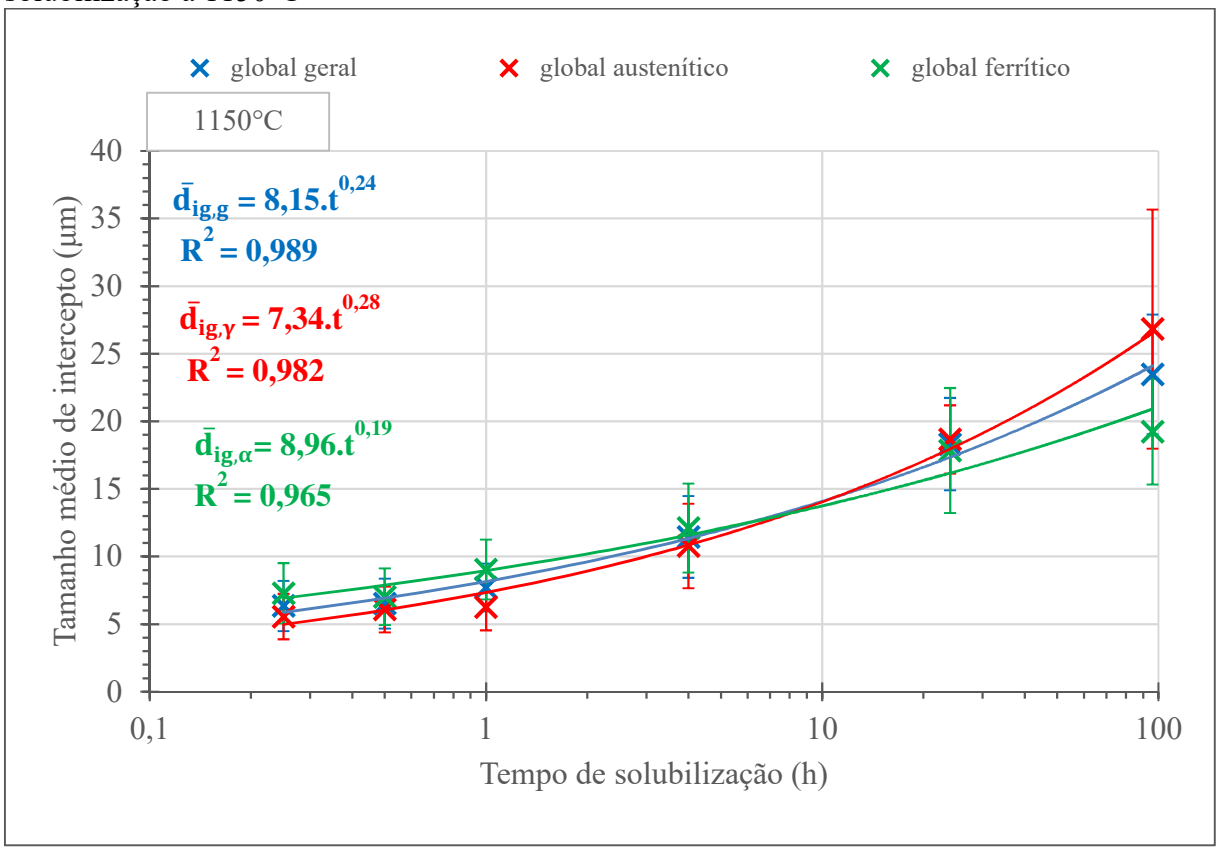
Fonte: Autor

Figura 82 – Comparação do tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização a 1100°C



Fonte: Autor

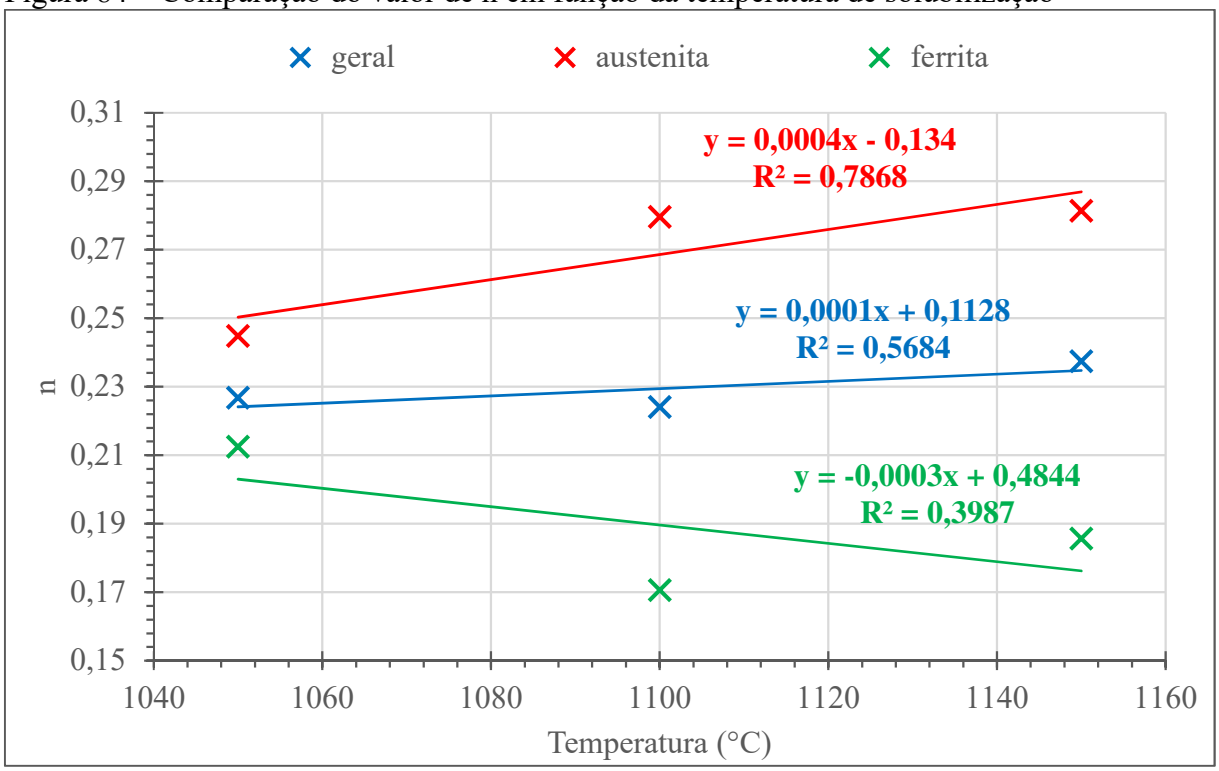
Figura 83 – Comparação do tamanho médio de intercepto global geral em função do tempo de solubilização a 1150°C



Fonte: Autor

Pela análise dos gráficos das Figuras 81, 82 e 83, verifica-se que o aumento do tamanho de grão austenítico e ferrítico é proporcional ao tempo e à temperatura de solubilização, sendo o efeito da variação de temperatura mais impactante. Comparando-se os mesmos gráficos, nota-se que, para o tempo mais curto de solubilização, o grão de ferrita cresce mais que o grão de austenita, enquanto que para o tratamento mais longo, o grão de austenita cresce mais que o grão de ferrita. Constata-se, portanto, que, para todas as temperaturas estudadas, há um ponto de transição onde a cinética de crescimento de grão da austenita se torna maior do que a da ferrita. Para 1050°C, a diferença entre as cinéticas de cada fase é pouco significativa, porém a partir de 1100°C, essa diferença se acentua, o que é comprovado pelos valores dos expoentes de crescimento de grão. À medida que se variou a temperatura, os valores de n são diferentes nas equações que descrevem a cinética de crescimento de grão da estrutura geral, austenita e ferrita, sendo a condição geral a que apresentou menor variação do expoente de crescimento de grão. Construiu-se o gráfico da Figura 84 com o intuito de verificar alguma tendência do valor de n em função da temperatura.

Figura 84 – Comparação do valor de n em função da temperatura de solubilização

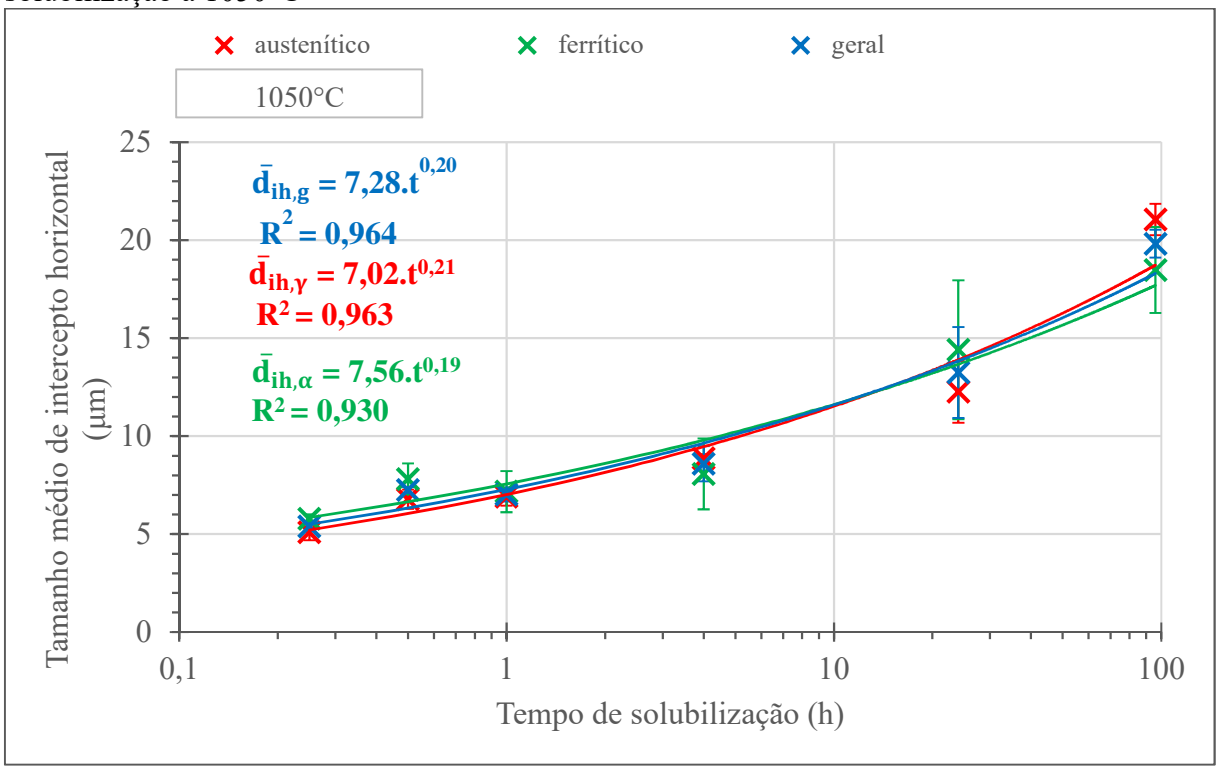


Fonte: Autor

Pela observação do gráfico da Figura 84, nota-se que o valor de n tende a aumentar para a austenita e diminuir para a ferrita, conforme eleva-se a temperatura de solubilização. Percebe-se ainda que os valores do expoente de crescimento de grão são diferentes entre as fases para uma mesma temperatura de tratamento, pois austenita e ferrita exibem comportamentos diferentes quanto ao crescimento de grão. Por apresentar maiores valores de n, a austenita possui maior facilidade de crescimento de grão do que a ferrita. Além disso, ao se comparar as equações de tamanho médio de intercepto com as equações de área de superfície (Sv), verifica-se que os valores de expoente de crescimento de grão determinados para descrever o tamanho médio de intercepto são diferentes dos obtidos para descrever a área de superfície (em módulo). Os valores em módulo de n nas equações de Sv que mais diferem dos valores de n nas equações de tamanho médio de intercepto são referentes a Sv,αα.

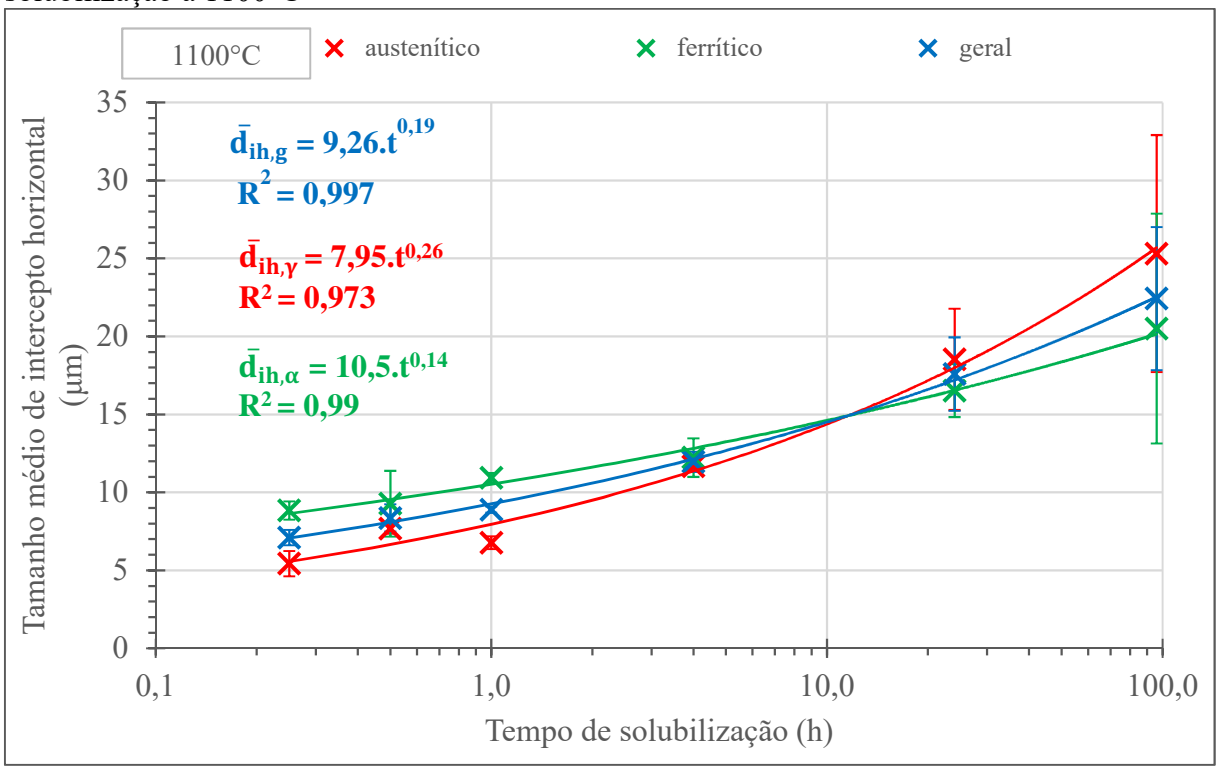
A análise do crescimento de grão das fases em diferentes direções pode ser realizada. Tratando-se de crescimento na direção horizontal, os gráficos das Figuras 85, 86 e 87 trazem a comparação do tamanho médio de intercepto horizontal austenítico com o tamanho médio de intercepto horizontal ferrítico, em função do tempo de solubilização a 1050°C, 1100°C e 1150°C, respectivamente.

Figura 85 – Comparação do tamanho médio de intercepto horizontal em função do tempo de solubilização a 1050°C



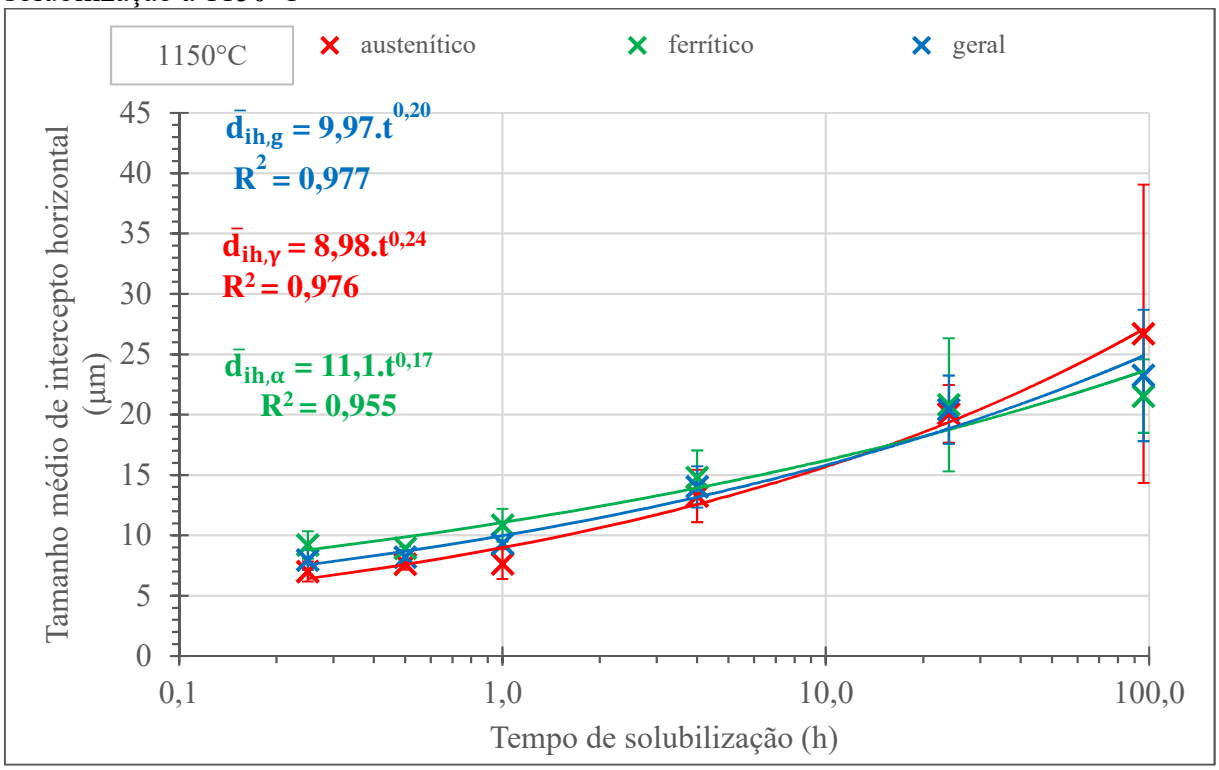
Fonte: Autor

Figura 86 – Comparação do tamanho médio de intercepto horizontal em função do tempo de solubilização a 1100°C



Fonte: Autor

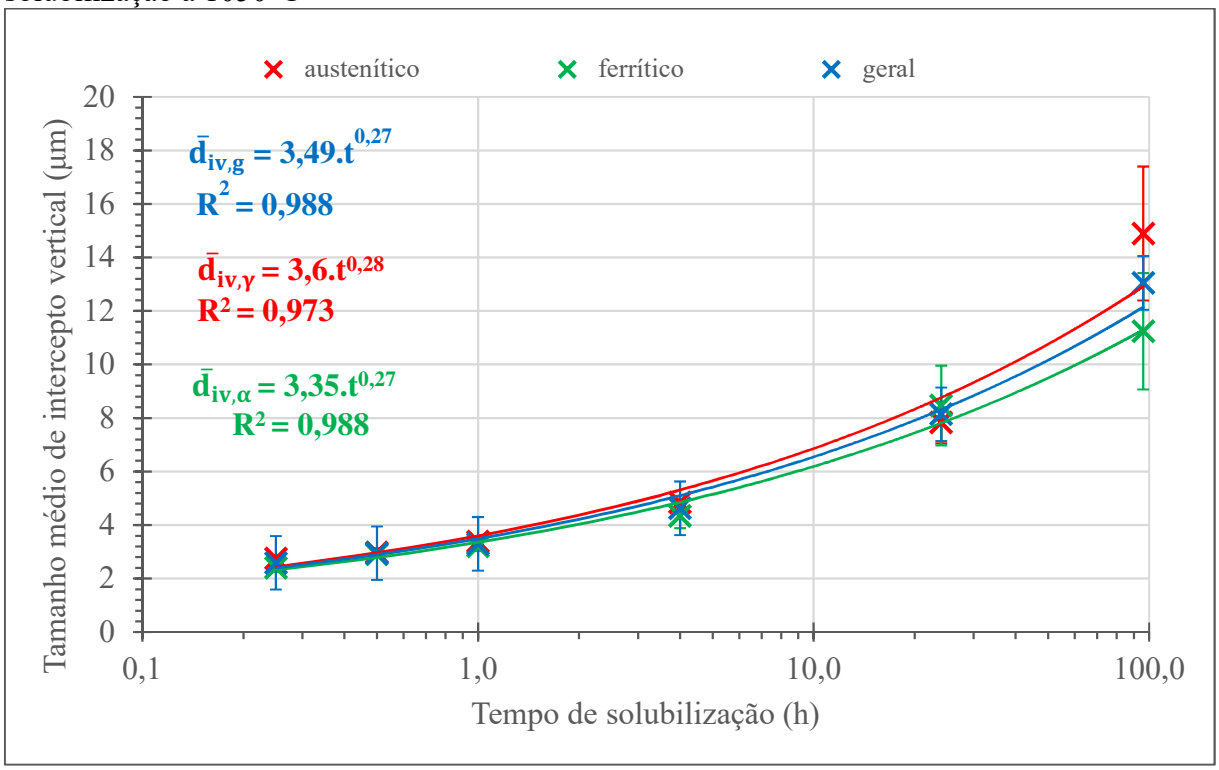
Figura 87 – Comparação do tamanho médio de intercepto horizontal em função do tempo de solubilização a 1150°C



Fonte: Autor

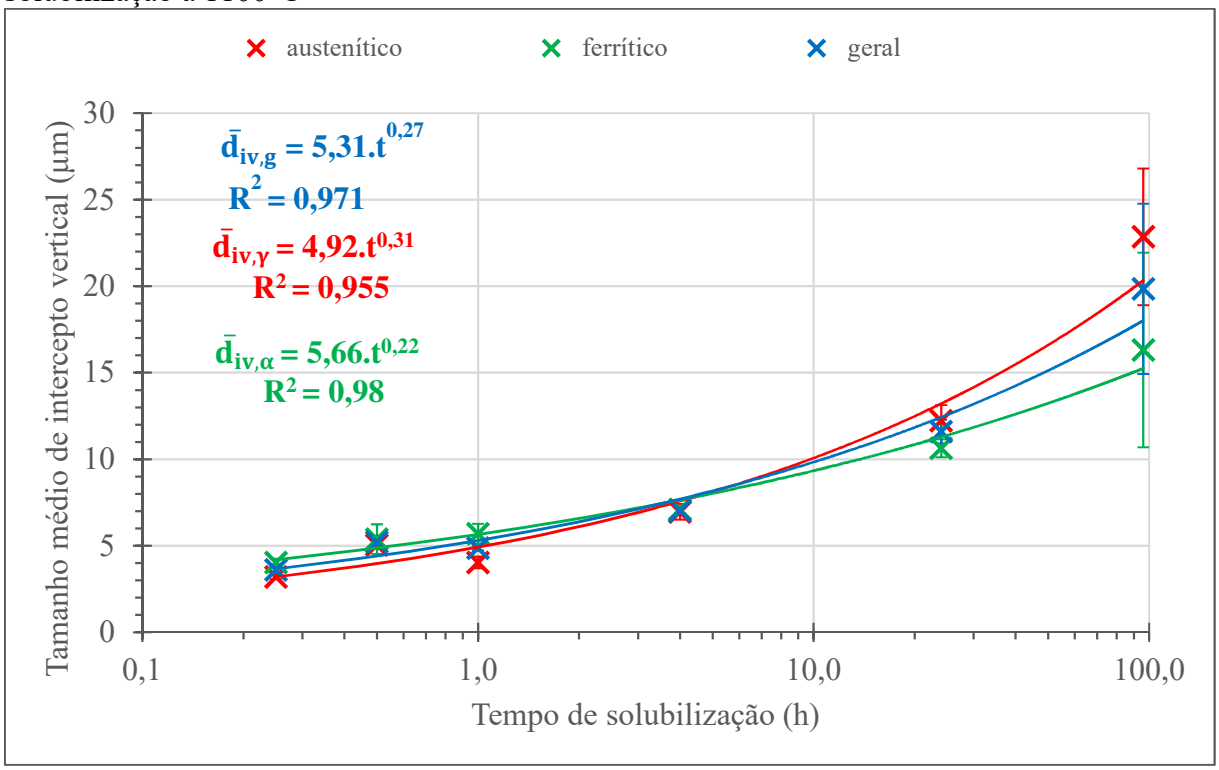
Tendo como foco de estudo o crescimento de grão na direção vertical, construi-se os gráficos comparativos das Figuras 88, 89 e 90, que demostram a comparação do tamanho médio de intercepto vertical austenítico com o tamanho médio de intercepto vertical ferrítico, em função do tempo de solubilização a 1050°C, 1100°C e 1150°C, respectivamente.

Figura 88 – Comparação do tamanho médio de intercepto vertical em função do tempo de solubilização a 1050°C



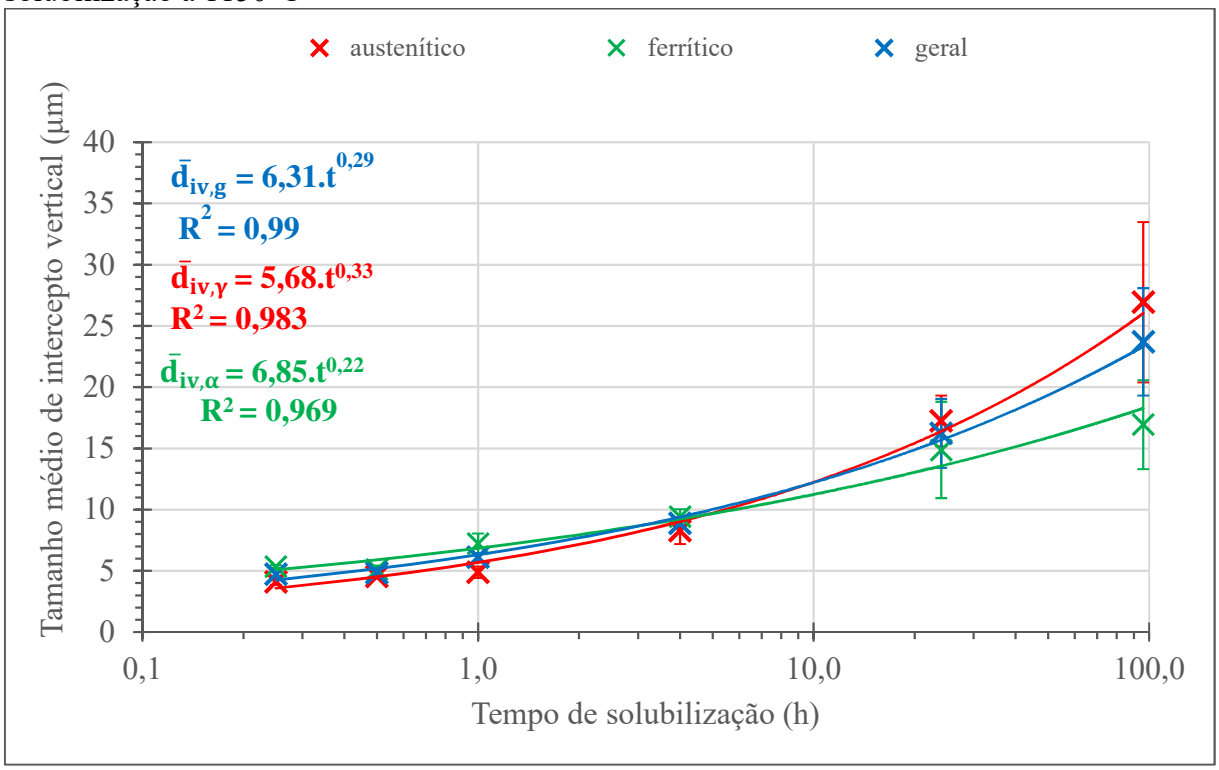
Fonte: Autor

Figura 89 – Comparação do tamanho médio de intercepto vertical em função do tempo de solubilização a 1100°C



Fonte: Autor

Figura 90 – Comparação do tamanho médio de intercepto vertical em função do tempo de solubilização a 1150°C



Fonte: Autor

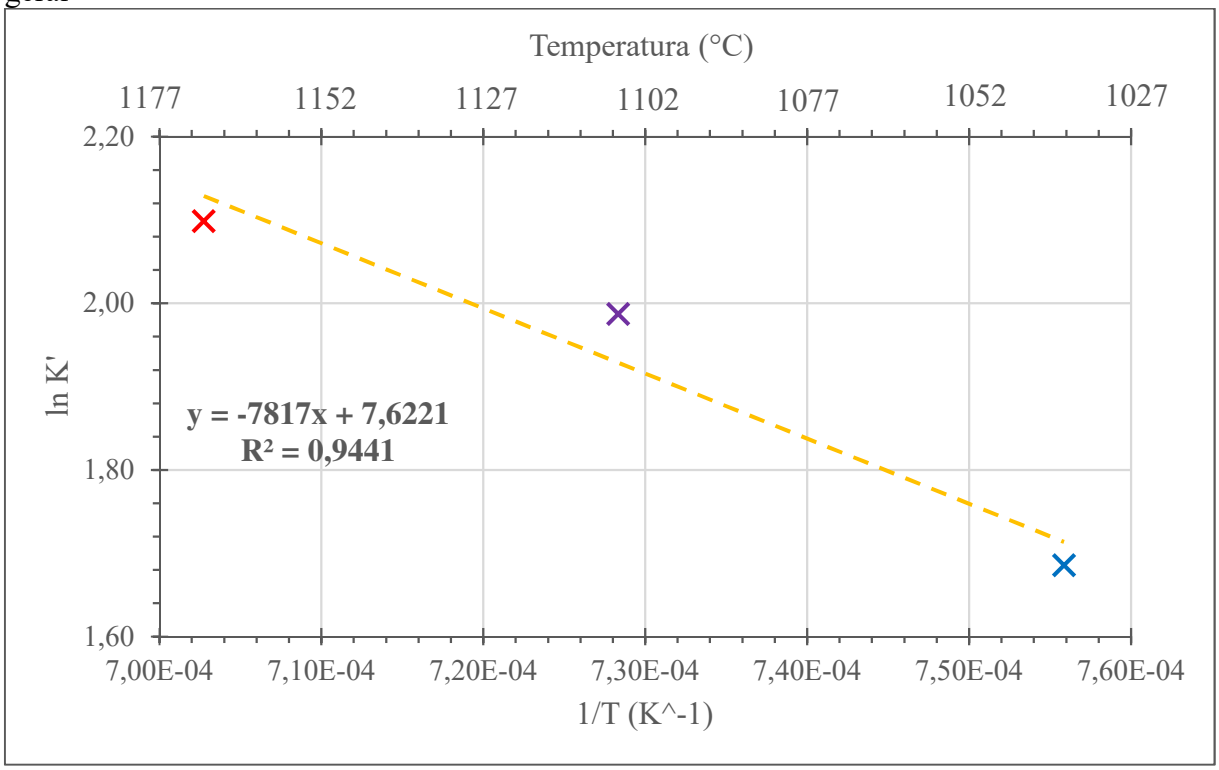
Os gráficos das Figuras 85 a 90 mostram que o crescimento do grão austenítico e ferrítico nas direções horizontal e vertical é proporcional ao aumento de temperatura e do tempo de tratamento térmico. Comparando-se os gráficos dessas figuras, percebe-se o mesmo comportamento descrito para o crescimento de grão global, ou seja, o crescimento de grão ferrítico é maior para os tempos de tratamento mais curtos, enquanto que o crescimento de grão austenítco é maior para tempos mais longos de solubilização. A diferença de cinética de crescimento de grão entre as fases passa a ser mais significativa a partir do tratamento a 1100°C, pois o valor de n para a austenita é maior do que para a ferrita. Mais uma vez, a constante de proporcionalidade K' aumenta com a temperatura e possui valores maiores para a ferrita, com exceção do crescimento de grão vertical no tratamento a 1050°C.

6.2 ENERGIA DE ATIVAÇÃO PARA CRESCIMENTO DE GRÃO

Neste tópico, os gráficos para a determinação das energias de ativação em diferentes condições foram construídos a partir dos de dados K' da equação (2) (constante de proporcionalidade), obtidos dos gráficos de tamanho de intercepto em função da temperatura. A fundamentação teórica está na equação (1) rearranjada, obtendo-se ln (K') em função do inverso da temperatura (1/T). A partir das equações que melhor descrevem o comportamento dos pontos experimentais (apresentadas nas Figuras 91 a 97), pode-se obter o coeficiente angular que, nesse caso, representa a razão –Q/R. Dessa forma, podem ser obtidas as energias de ativação Q para crescimento de grãos das fases individuais e para o tamanho de grão médio global das amostras.

O gráfico da Figura 91 foi construído para se obter a energia de ativação para o crescimento de grão global geral.

Figura 91 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento global geral



Fonte: Autor

Através do gráfico da Figura 91, obtém-se a energia de ativação Q. Considerando-se que:

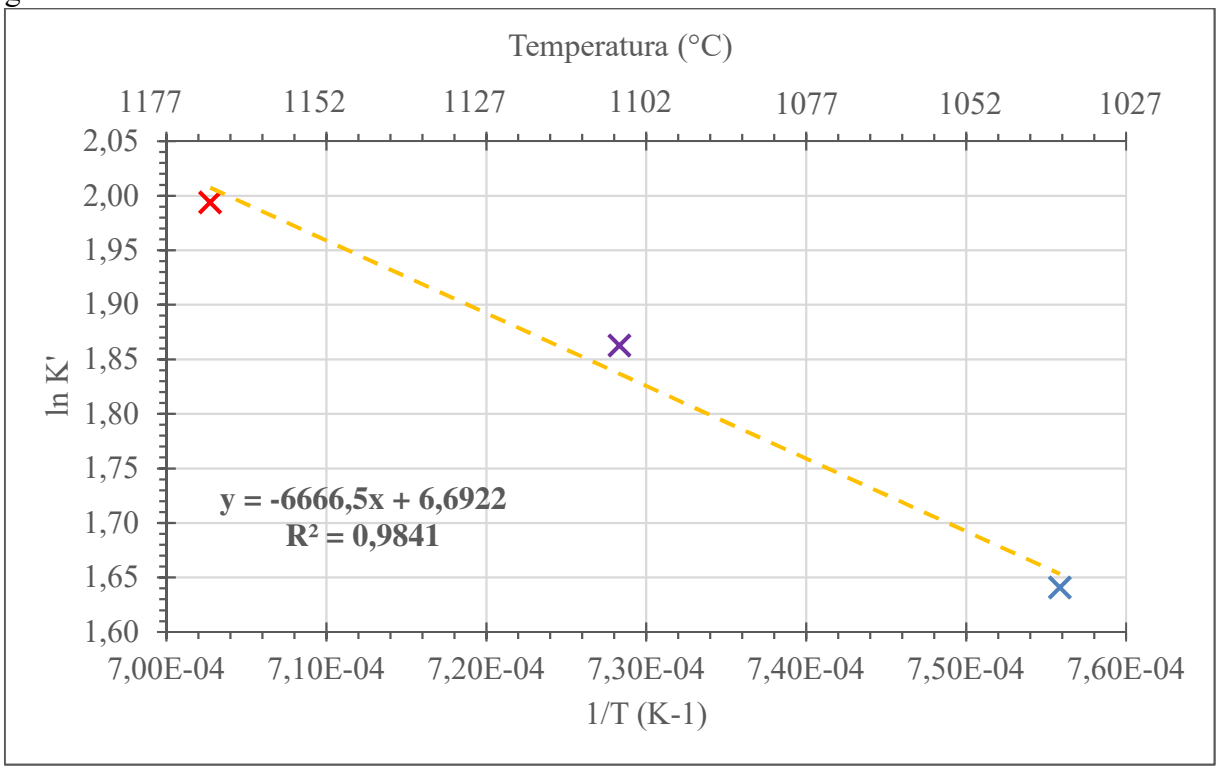
$R = 8{,}31\ \frac{J}{mol.K}$ e que $-\frac{Q}{R} = -7817$, tem-se que:

$Q = 64994{,}1\ \frac{J}{mol}$ ou $65\ \frac{kJ}{mol}$ $(15{,}5\ \frac{kcal}{mol})$.

A partir da análise do gráfico da Figura 91, verifica-se que a constante de proporcionalidade K' é diretamente proporcional à temperatura de tratamento térmico.

O gráfico da Figura 92 foi construído para se obter a energia de ativação para o crescimento de grão global austenítico.

Figura 92 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento de grão da austenita



Fonte: Autor

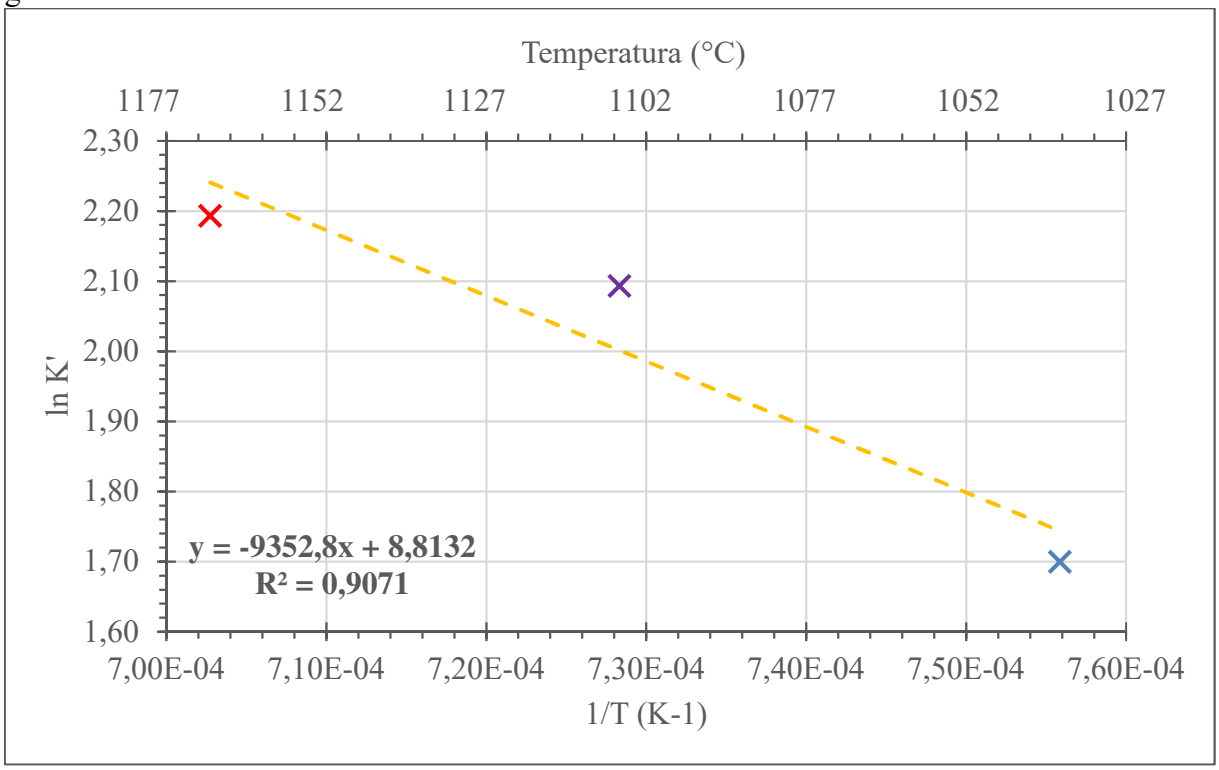
Pelo gráfico da Figura 92, obtém-se a energia de ativação Q. Considerando-se que:

$R = 8{,}31\ \frac{J}{mol.K}$ e que $-\frac{Q}{R} = -6666{,}5$, tem-se que:

$Q_\gamma = 55428{,}36\ \frac{J}{mol}$ ou $55{,}4\ \frac{kJ}{mol}$ $(13{,}2\ \frac{kcal}{mol})$.

O gráfico da Figura 93 foi construído para se obter a energia de ativação para o crescimento de grão global ferrítico.

Figura 93 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento de grão da ferrita



Fonte: Autor

Com base no gráfico da Figura 93, obtém-se a energia de ativação Q. Considerando-se que:

$R = 8{,}31\ \frac{J}{mol.K}$ e que $-\frac{Q}{R} = -9352{,}8$, tem-se que:

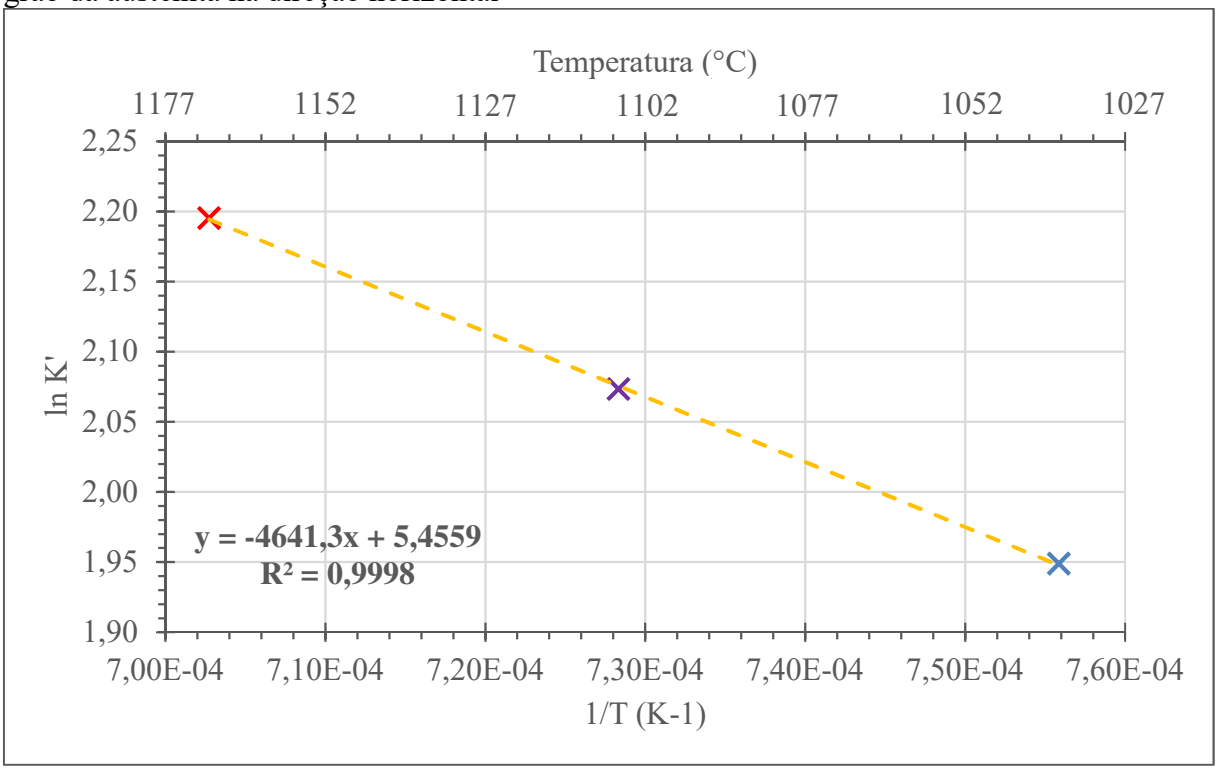
$Q_\alpha = 77763{,}5\ \frac{J}{mol}$ ou $77{,}8\ \frac{kJ}{mol}$ $(18{,}6\ \frac{kcal}{mol})$.

Considerando-se os gráficos das Figuras 91, 92 e 93, constata-se que a fase que governa o fenômeno de crescimento de grão global da estrutura bifásica é a ferrita, pois através dos cálculos realizados, a energia de ativação requisitada para o crescimento de grão ferrítico é de 77,8 kJ/mol, maior que a energia de ativação requisitada para o crescimento de grão austenítico de 55,4 kJ/mol. O valor de K' está parcialmente associado à difusão, que é função da estrutura cristalina de cada fase, pois a austenita possui estrutura CFC, com número de coordenação igual a 12, enquanto que a ferrita se configura numa estrutura CCC, com número de coordenação igual a 8. Entretanto, a difusão não é o fator preponderante para o controle do crescimento de

grão, pois se o fosse, o grão ferrítico cresceria mais rápido e a energia de ativação necessária para essa fase, portanto, seria menor do que a requisitada para o crescimento de grão austenítico. Um dos fatores fundamentais para o fenômeno de crescimento de grão é a migração de interfaces entre as fases, e, sabendo-se disso, a dificuldade na migração das interfaces que contém ferrita (αα e/ou αγ) pode ter influenciado na maior energia de ativação para o crescimento de grão ferrítico do que para o austenítico.

Os gráficos das Figuras 94 e 95 foram construídos para se determinar a energia de ativação necessária para o crescimento de grão austenítico e ferrítico na direção horizontal, respectivamente.

Figura 94 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento de grão da austenita na direção horizontal



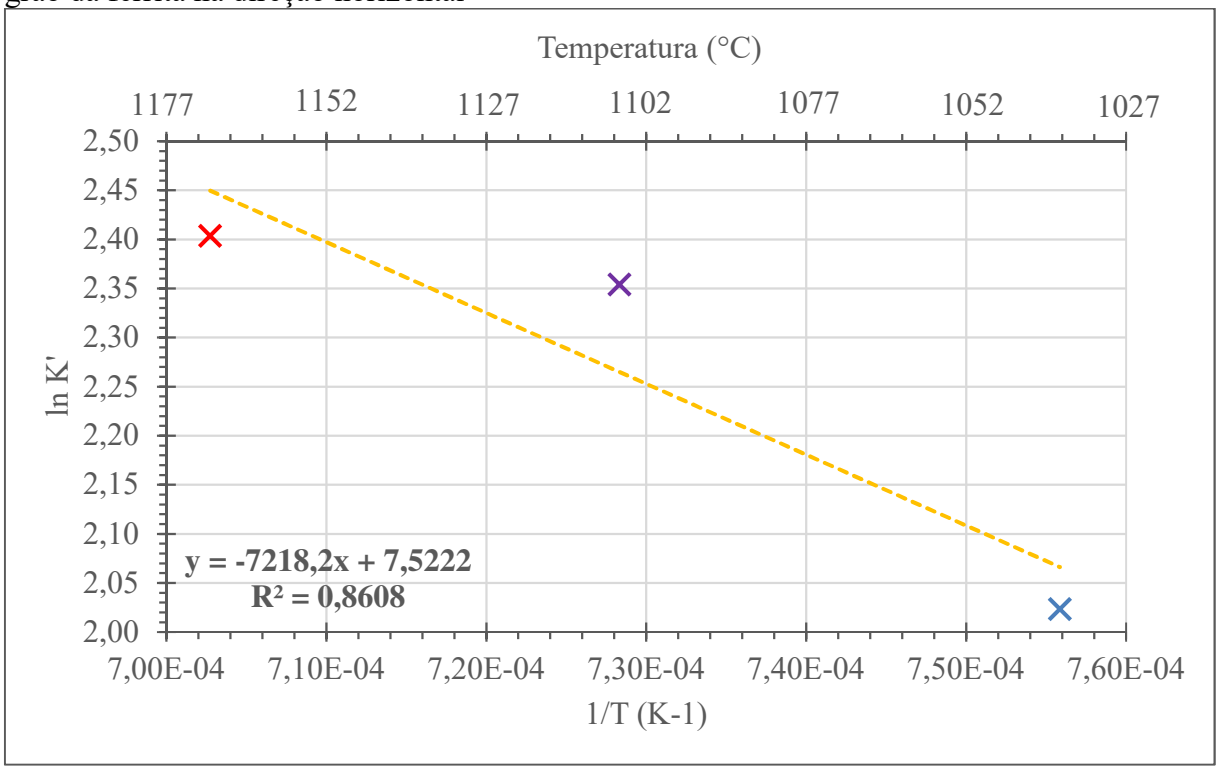
Fonte: Autor

Com base no gráfico da Figura 94, obtém-se a energia de ativação Q. Considerando-se que:

$R = 8{,}31\ \frac{J}{mol.K}$ e que $-\frac{Q}{R} = -4641{,}3$, tem-se que:

$Qh_{\gamma} = 38589{,}91\ \frac{J}{mol}$ ou $38{,}6\ \frac{kJ}{mol}$ $(9{,}2\ \frac{kcal}{mol})$.

Figura 95 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento de grão da ferrita na direção horizontal



Fonte: Autor

Através do gráfico da Figura 95, obtém-se a energia de ativação Q. Considerando-se que:

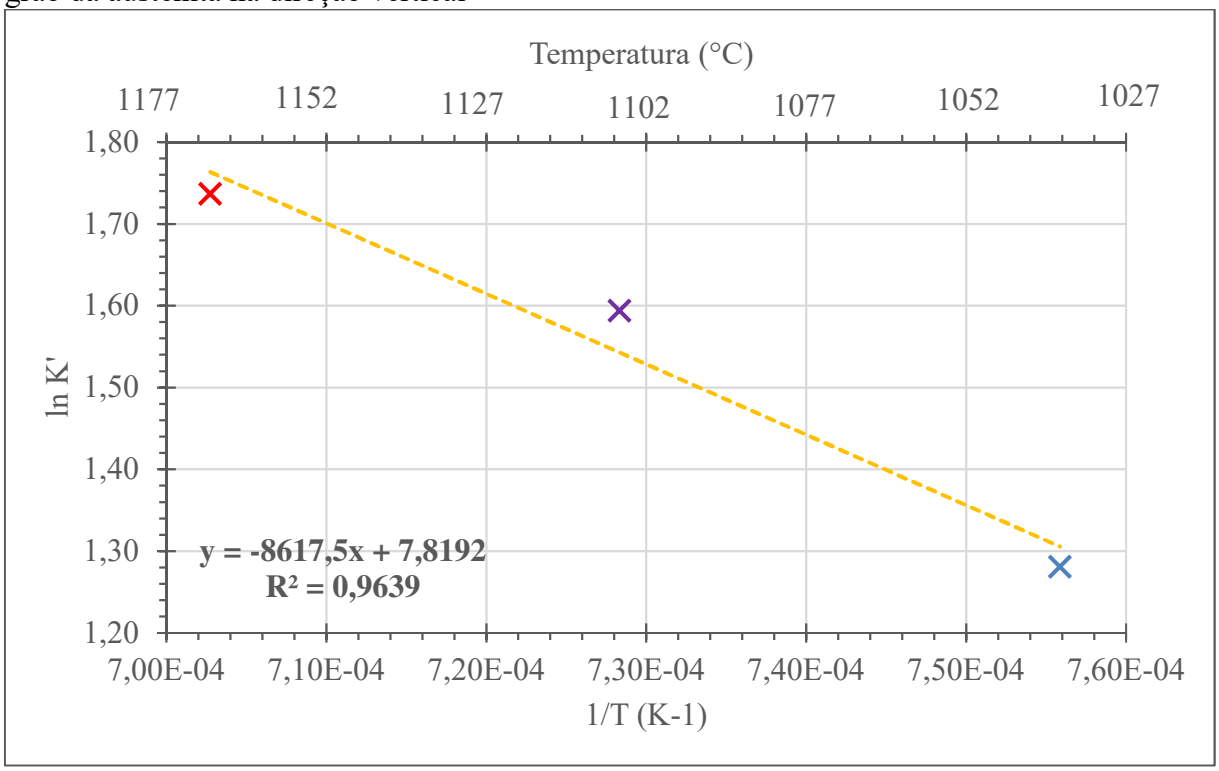
$R = 8{,}31\ \frac{J}{mol.K}$ e que $-\frac{Q}{R} = -7218{,}2$, tem-se que:

$Qh_{\alpha} = 60015{,}45\ \frac{J}{mol}$ ou $60\ \frac{kJ}{mol}$ $(14{,}3\ \frac{kcal}{mol})$.

Percebe-se, através da análise dos gráficos das Figuras 94 e 95, que o grão ferrítico é o que demanda maior energia de ativação para crescimento na direção horizontal. Logo, quem governa o processo de crescimento de grão nessa direção é a fase ferrita.

Os gráficos das Figuras 96 e 97 foram construídos para se determinar a energia de ativação necessária para o crescimento de grão austenítico e ferrítico na direção vertical, respectivamente.

Figura 96 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento de grão da austenita na direção vertical



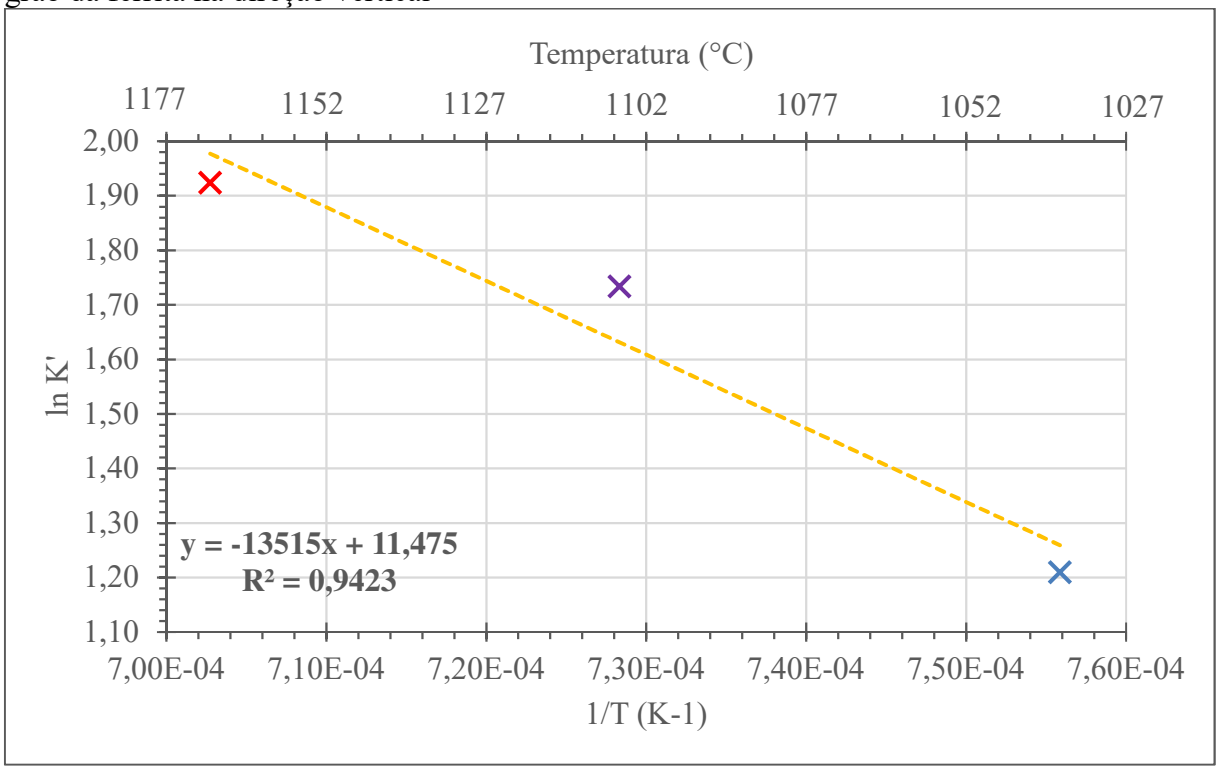
Fonte: Autor

Pelo gráfico da Figura 96, obtém-se a energia de ativação Q. Considerando-se que:

$R = 8{,}31\ \frac{J}{mol.K}$ e que $-\frac{Q}{R} = -8617{,}5$, tem-se que:

$Qv_{\gamma} = 71649{,}88\ \frac{J}{mol}$ ou $71{,}6\ \frac{kJ}{mol}$ $(17{,}1\ \frac{kcal}{mol})$.

Figura 97 - ln K' em função do inverso da temperatura, considerando-se o crescimento de grão da ferrita na direção vertical



Fonte: Autor

Pelo gráfico da Figura 97, obtém-se a energia de ativação Q. Considerando-se que: $R = 8{,}31\ \frac{J}{mol.K}$ e que $-\frac{Q}{R} = -13515$, tem-se que:

$Qv_{\alpha} = 112370\ \frac{J}{mol}$ ou $112{,}3\ \frac{kJ}{mol}$ $(26{,}9\ \frac{kcal}{mol})$.

Observando-se os gráficos das Figuras 96 e 97, nota-se que é o grão ferrítico que requer maior energia de ativação para crescer na direção vertical. Assim como na direção horizontal, a ferrita será a fase que comandará o processo de crescimento de grão nessa direção.

Avaliando-se o crescimento de grão nas direções horizontal e vertical, quando se faz a análise dos gráficos das Figuras 94 a 97, pode-se calcular a energia de ativação necessária para o crescimento de grão de cada fase nessas direções. A partir dos resultados de energia de ativação obtidos, verifica-se que a energia de ativação para o crescimento de grão de ambas as fases na direção vertical é sempre maior do que a necessária para o crescimento de grão das fases na direção horizontal. Logo, é mais fácil crescer o grão da estrutura na direção horizontal do que na vertical. Outra constatação importante é que o crescimento do grão de ferrita na direção vertical é o que exige a maior energia de ativação (112,3 kJ/mol), e, com isso, o menor crescimento que se espera encontrar é o do grão ferrítico na direção vertical. Além disso,

sabendo-se que a razão de aspecto original é aproximadamente 2,5, e que essa foi aumentada pelo trabalho mecânico ao qual o material foi submetido, espera-se que, após passar por tratamento de solubilização, o crescimento dos grãos componentes da estrutura do aço que buscam a equiaxialidade, tenha maior potencial termodinâmico na direção horizontal, demandando, portanto, menor energia de ativação nessa direção. Nota-se que a ferrita é a fase que governa o crescimento nas direções horizontal e vertical, por essa fase requerer maiores energias de ativação do que a austenita.

7 CONCLUSÕES

a) Nos menores tempos e temperaturas de solubilização, o tamanho de grão está estabelecido e a razão de aspecto das amostras tratadas é menor que a da estrutura original, sendo semelhante ao da amostra antes da deformação. Portanto, todos os tempos e temperaturas utilizadas levaram aos processos de recuperação e recristalização, motivo pelo qual o crescimento de grãos na solubilização do aço dúplex em questão foi estudado;
b) Houve crescimento de grão da estrutura dúplex, conforme se aumentou o tempo e a temperatura de solubilização;
c) O valor do expoente de crescimento de grão exibiu tendência de aumento para a austenita e de diminuição para a ferrita, ao passo que se elevou a temperatura de tratamento térmico;
d) A constante K' foi diretamente proporcional à temperatura de solubilização;
e) O aumento da temperatura e do tempo de solubilização gerou mudança na morfologia da microestrutura do material, fazendo com que esses deixassem de ter formato alongado e passassem a ter um formato mais próximo do equiaxial;
f) A austenita exibiu maior equiaxialidade do que a ferrita quando o aço dúplex foi submetido a longos tempos de tratamento térmico;
g) Em todas as temperaturas estudadas, houve um ponto de transição onde a cinética de crescimento de grão da austenita se tornou maior do que a da ferrita, sendo a diferença de cinética entre as fases mais significativa a partir do tratamento a 1100°C;
h) A ferrita foi a fase que governou o processo de crescimento de grão global da estrutura bifásica, pois a energia de ativação requisitada para o crescimento do grão ferrítico foi maior do que a necessária para o crescimento de grão austenítico;
i) O crescimento de grão nas direções horizontal e vertical foi controlado pela ferrita, já que o crescimento do grão ferrítico nessas direções demandou maior energia de ativação do que a exigida para o crescimento do grão austenítico;
j) O grão da estrutura dúplex exibiu tendência de crescimento com maior facilidade na direção horizontal do que na vertical, pois a energia de ativação para o crescimento de grão das duas fases na horizontal é menor do que para o crescimento na vertical;
k) O menor crescimento encontrado foi o do grão de ferrita na direção vertical, devido à maior energia de ativação requerida dentre todas as outras condições.

7.1 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

a) Estudo da cinética de crescimento de grão por outra técnica de estereologia quantitativa, como por exemplo, medição do tamanho de grão das fases pelo método planimétrico;
b) Estudo da acurácia dos padrões estabelecidos pelos softwares para a medição de tamanho de grão. Avaliação da eficiência de padrões como “circles”, “cross and circles”, “lines”, entre outros disponibilizados pelos softwares, verificando qual ou quais são mais adequados para uma boa caracterização do tamanho e da morfologia dos grãos de um material dúplex;
c) Avaliação das texturas inicial e deformada na cinética de crescimento de grãos.

REFERÊNCIAS

CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de materiais:** uma introdução. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

DAN SATHIARAJ, G.; BHATTACHARJEE, P. P. Analysis of microstructure and microtexture during grain growth in low stacking fault energy equiatomic CoCrFeMnNi high entropy and Ni–60 wt.%Co alloys. **Journal of Alloys and Compounds,** v. 637, p. 267–276, 15 Jul. 2015. Disponível em: < http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925838815006362>. Acesso em: 17 jun. 2015.

DE LACERDA, J. C.; 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, May 2015. Disponível em: <doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2014.12.015>. Acesso em: 13 jun. 2015.

ECKENROD, J. J.; PINNOW, K. E**. Effects of chemical composition and thermal history on the properties of alloy 2205 duplex stainless steel.** In: New developments in stainless steel technology. Detroit, 1984, p.77-87.

FAN, G. W. et al. Hot ductility and microstructure in casted 2205 duplex stainless steel**. Materials Science and Engineering A**, v. 515, n. 1-2, p. 108-112, 25 July 2009. Disponível em: < http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509309001804>. Acesso em: 13 jun. 2015.

GUNN, R. N. **Duplex stainless steels:** microstructure, properties and applications**.** Cambridge [England]: Woodhead, 2003.

HERBSLEB, G.; SCHWAAB, P. Precipitation of intermetallic compounds, nitrides and carbides in a AF 22 duplex stainless steel and their influence on corrosion behavior in acids. In: ASM Metals Congress, 1982, St. Louis, Mo., **Anais eletrônicos...** Metals Park, Ohio: ASM, 1982, p. 15-40.

HOCHMANN, J. et al. Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys, **NACE-5**, pp. 956, 1977.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. 2. ed. [S.l.]: Elsevier, 2004. Disponível em: < http://www.sciencedirect.com/science/book/9780080441641>. Acesso em: 15 jun. 2015.

LEANDRO, R.; MAGNABOSCO, R. Influência do tempo e da temperatura de solubilização no tamanho de grão austenítico e ferrítico, e na fração de ferrita de um aço inoxidável dúplex UNS S31803. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM - INTERNACIONAL, 69, 2014, São Paulo. **Anais…** São Paulo: ABM, 2014. p. 668-677.

LI, S. et al. Effects of microstructure changes on the superplasticity of 2205 duplex stainless steel. **Materials & Design,** v. 55, p. 146-151, Mar. 2014. Disponível em:

<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0261306913008947>. Acesso em: 15 jun. 2015.

MARTIN, J. W.; DOHERTY, R. D.; CANTOR, B. **Stability of microstructure in metallic systems.** 2. ed. Cambridge, UK: Cambridge University Press, 1997.

NILSSON, J. O. Super duplex stainless steels**. Materials science and technology**, v. 8, p. 685-700, Aug. 1992.
OLSON, D. L. Prediction of Austenitic Weld Metal Microstructure and Properties. **Welding Journal**, p. 281-295, Oct. 1985.

PADILHA, A. F.; AMBROZIO FILHO, F. **Técnicas de análise microestrutural.** São Paulo: Hemus, 1985.

_____. **Materiais de engenharia:** microestrutura e propriedades. São Paulo: Hemus, 1997.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. **Phase transformations in metals and alloys.** 2. ed. New York: Taylor & Francis, 1992.

POTGIETER, J. H. CORTIE, M. B. Determination of the microstructure and alloy element distribution in experimental duplex stainless steels**. Materials characterization,** v. 26, p. 155-65, 1991.

_____.; PREMACHANDRA, K.; JACKSON, E. M. L. E. M.; NANA, S. Duplex: complex or simplex. **FWP journal**, v. 31, p. 17-29, Jan. 1991.

RAYNOR, G. V.; RIVLIN, V. G. Phase equilibria in iron ternary alloys. : London, 1985, p. 316-32.

REED-HILL, R. E.; ABBASCHIAN, R. **Physical metallurgy principles.** 3. ed. Boston: PWS, 1994.

REICK, W.; POHL, M.; PADILHA, A. F. Recrystallization – transformation combined reactions during annealing of a cold rolled ferritic-austenitic duplex stainless steel. **ISIJ International,** v. 38, p. 567-571. 1998.

SAUCEDO, J.; GURAYA, T.; URCOLA, J. J. Mechanical properties of bimetallic tubes of duplex 2205 bonded to a low alloy steel. **Pract. Metallography,** v. 9, n. 30, p. 452-68, 1993.

SEDRIKS, A. J. New stainless steels for seawater service**. Corrosion**, v. 45, n. 6, p. 510-18, jun. 1989.

_____. **Corrosion of stainless steels.** 2. ed. New York: John Wiley, 1996.

SOLOMON, H. D.; DEVINE Jr., T. M. Duplex stainless steels – a tale of two phases. In: ASM Metals Congress, 1982, St. Louis, Mo., **Proceedings...** Metals Park, Ohio: ASM, 1982, p. 693-756.

Thermo-Calc Software. Version 2016a. Stockholm, 2016. 1 Software.

THORVALDSSON, T. [et al.]. Influence of microstructure on mechanical properties of a duplex stainless steel. In: Stainless Steels' 84 Conference, 1984, **Proceedings....** London: The Institute of Metals, 1985. p. 101-105.

ZOU, D. et al. Phase transformation and its effects on mechanical properties and pitting corrosion resistance of 2205 duplex stainless steel. **Journal of Iron and Steel Research, International,** v. 17, n. 11, p. 67-72, Nov. 2010. Disponível em: < http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1006706X10601720>. Acesso em: 13 jun. 2015.