

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE-FURG
ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

**ANÁLISE MECÂNICA E METALÚRGICA DA UNIÃO SOLDADA ENTRE UM AÇO
INOXIDÁVEL DUPLEX S32205 COM METAL DE ADIÇÃO DE AÇO INOXIDÁVEL
SUPERAUSTENÍTICO ER-385 -904L**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

ALESSANDRO DOS SANTOS ANDRADE

RIO GRANDE, RS

2020

ALESSANDRO DOS SANTOS ANDRADE

**ANÁLISE MECÂNICA E METALÚRGICA DA UNIÃO SOLDADA ENTRE UM AÇO
INOXIDÁVEL DUPLEX S32205 COM METAL DE ADIÇÃO DE AÇO INOXIDÁVEL
SUPERAUSTENÍTICO ER-385 -904L**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande-FURG como requisito para obtenção do título de “Mestre em Engenharia Mecânica” – Área de Concentração: Engenharia de Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Luciano Volcanoglo Biehl

RIO GRANDE, RS

2020

Ficha Catalográfica

A553a Andrade, Alessandro dos Santos.

Análise mecânica e metalúrgica da união soldada entre um aço inoxidável duplex S32205 com metal de adição de aço inoxidável superaustenítico ER-385 -904L / Alessandro dos Santos Andrade. – 2020.

107 f.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande – FURG, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Rio Grande/RS, 2020.

Orientador: Dr. Luciano Volcanoglo Biehl.

1. Aço Inoxidável Duplex 2. Aço Inoxidável Superaustenítico
3. Resistência a Corrosão 4. Soldagem Dissimilar 5. Precipitados Intermetálicos 6. Precipitados de Segunda Fase I. Biehl, Luciano Volcanoglo II. Título.

CDU 621



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE - FURG
ESCOLA DE ENGENHARIA
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
PPMec



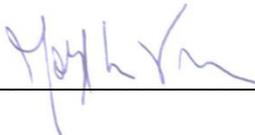
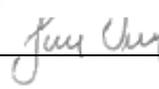
Ata n° **10/2020** da Defesa de Dissertação de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande - FURG. Aos vinte e oito dias do mês de agosto de dois mil e vinte, foi instalada a Banca de Defesa de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, às quatorze horas, via Videoconferência, a que se submeteu o mestrando **ALESSANDRO DOS SANTOS ANDRADE**, nacionalidade brasileira, dissertação ligada a Linha de Pesquisa Engenharia de Soldagem e Materiais do PPMec, com o seguinte título: **ANÁLISE MECÂNICA E METALÚRGICA DA UNIÃO SOLDADA ENTRE UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX S32205 COM METAL DE ADIÇÃO DE AÇO INOXIDÁVEL SUPERAUSTENÍTICO ER-385 -904L.**

Referendada pela Câmara Assessora do Curso, os seguintes Professores Doutores: Jorge Luis Braz Medeiros e José de Souza e presidência do Professor Luciano Volcanoglo Biehl. Analisando o trabalho, os Professores da Banca Examinadora o consideraram:

1. Luciano Volcanoglo Biehl: _____ **APROVADO**
2. Jorge Luis Braz Medeiros: _____ **APROVADO**
3. José de Souza: _____ **APROVADO**

Foi concedido um prazo de 30 dias, para o candidato efetuar as correções sugeridas pela Comissão Examinadora (anexo) e apresentar o trabalho em sua redação definitiva, sob pena de não expedição do Diploma. A ata foi lavrada e vai assinada pelos membros da Comissão.

Assinaturas:

1. _____ 
CPF: 575.195.100-00
2. _____ 
CPF: 588.871.210-87
3. _____ 
CPF: 914.626.140-00

ALESSANDRO DOS SANTOS ANDRADE: _____ 

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha esposa Camila e aos meus filhos Natan e Enzo pelo apoio e ajuda nas horas difíceis desta caminhada, sem este não haveria essa superação.

AGRADECIMENTOS

Inicialmente agradeço a meus pais e meu irmão por serem responsáveis pela formação de meu caráter e me proporcionarem toda base educacional necessária para a conclusão desta importante fase de minha vida.

Agradeço aos Professores Dr. Luciano Volcanoglo Biehl e Dr. Jorge Luiz Braz Medeiros, por todo conhecimento e ensinamento transmitido durante essa jornada, por toda a disponibilidade e orientação fornecidas para realização desse estudo, e a constante motivação e incentivo necessários para que esse trabalho fosse realizado.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande-FURG e docentes envolvidos nesse programa.

Ao Técnico do Laboratório da FURG Jorge Badin e Rudmar Krumreick, por toda a ajuda na realização dos experimentos e operacionalização dos equipamentos envolvidos.

Ao amigo Juliano Paulista e sua equipe pela ajuda na execução dos procedimentos de soldagem dos corpos de prova desse experimento.

Aos amigos do PPC em especial ao Pedro José Olendski, por toda ajuda e conhecimento que compartilhamos nesse período.

Aos familiares, amigos e incentivadores que indiretamente participaram dessa jornada, acreditando e motivando em todos os momentos.

E especialmente agradeço a minha esposa Camila e meus filhos Natan e Enzo, por toda paciência, compreensão, entendimento, por sempre acreditarem na minha capacidade e motivarem o meu crescimento intelectual que essa jornada me proporcionará, é a realização de um sonho que não seria alcançado sem a participação de deles.

RESUMO

Nos últimos anos os aços inoxidáveis duplex vêm ganhando maior espaço nas aplicações industriais, esse crescimento se dá devido à excelente combinação de alta resistência à corrosão, alta resistência mecânica, boa ductilidade e alto limite de escoamento. Essas características são provenientes do balanço de fases, ferrita e austenita, existentes em sua estrutura cristalina na temperatura ambiente.

Embora os aços inoxidáveis duplex possuam boa soldabilidade, estes podem apresentar mecanismos de degradação das propriedades mecânicas e anticorrosivas, devido à variação dos ciclos térmicos oriundos de parâmetros de soldagem inapropriados. Quando aplicado uma baixa energia de soldagem ao processo, este proporciona altas taxas de resfriamento, nesta condição há a formação majoritária da fase ferrítica na junta. Quando aplicado alta energia de soldagem à junta terá baixa taxa de resfriamento, nesta condição haverá maior formação da fase austenítica e em casos mais críticos, haverá a formação de precipitados deletérios à liga, que virão a comprometer a distribuição dos elementos de adição da liga e a formação de corrosão localizada.

O trabalho teve como objetivo avaliar as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão de uma junta dissimilar composta de aço inoxidável duplex S32205, como metal de base, e aço inoxidável superaustenítico como metal de adição. O processo de soldagem adotado foi o TIG com duas variações de parâmetros de soldagem, o primeiro aplicável a soldagem de aço inoxidável duplex e o segundo com parâmetros aplicáveis a soldagem de aço inoxidável superaustenítico, e subsequente extração de corpos de provas.

Os Corpos de prova foram submetidos à ensaios macrográficos, onde foi observado diferença na largura dos filetes e na profundidade da penetração dos cordões de soldagem, entretanto não houve variação visual da extensão das ZTA's. Nos ensaios micrográficos foi possível constatar a formação de constituintes de primeira fase, como a austenita de contorno de grãos (GBA), austenita de witmanstatten (WA), austenita intragranular (IGA) e austenita secundária (γ_2). Nos ensaios de microdureza Vickers, em ambos corpos de prova, foram obtidos valores de dureza acima da faixa referenciadas nas literaturas. Nos ensaios de corrosão em ambientes com cloretos oxidantes os dois corpos de prova sofreram corrosão por *pitting*, fato constatados pela grande perda de densidade apresentada em ambos os corpos de prova.

Palavras-chave

Aço inoxidável duplex, aço inoxidável superaustenítico, resistência a corrosão, soldagem dissimilar, precipitados intermetálicos, precipitados de segunda fase.

ABSTRACT

In recent years, duplex stainless steels have been gaining more space in industrial applications, this growth is due to the excellent combination of high corrosion resistance, high mechanical resistance, good ductility and high flow limit. These characteristics come from the phase balance, ferrite and austenite, existing in its crystalline structure at room temperature.

Although duplex stainless steels have good weldability, they can present mechanisms of degradation of mechanical and anti-corrosion properties, due to the variation of thermal cycles arising from inappropriate welding parameters. When a low welding energy is applied to the process, it provides high cooling rates, in this condition there is a major formation of the ferritic phase in the joint. When high welding energy is applied to the joint, it will have a low cooling rate, in this condition there will be greater formation of the austenitic phase and in more critical cases, there will be the formation of harmful precipitates to the alloy, which will compromise the distribution of the alloy addition elements and the formation of localized corrosion.

The objective of this work was to evaluate the mechanical properties and the corrosion resistance of a dissimilar joint made of S32205 duplex stainless steel, as base metal, and superaustenitic stainless steel as filler metal. The welding process adopted was the TIG with two variations of welding parameters, the first applicable to duplex stainless steel welding and the second with parameters applicable to superaustenitic stainless steel welding, and subsequent extraction of specimens.

The specimens were subjected to macrographic tests, where a difference was observed in the width of the fillets and in the depth of penetration of the weld beads, however there was no visual variation in the extension of the ZTA's. In micrographic tests it was possible to verify the formation of first phase constituents, such as grain boundary austenite (GBA), witmanstatten austenite (WA), intragranular austenite (IGA) and secondary austenite (γ_2). In the Vickers microhardness tests, in both specimens, hardness values above the range referenced in the literature were obtained. In the corrosion tests in environments with oxidizing chlorides, the two specimens suffered pitting corrosion, a fact verified by the great loss of density presented in both specimens.

Keywords:

Duplex stainless steel, Superaustenitic stainless steel, Corrosion resistance, Dissimilar welding, intermetallic precipitates, second phase precipitates.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1-1 - Formação da camada passiva de óxido de cromo.	21
Figura 2.1-2 - Diagrama de fase ternário (70% de Fe em peso) do sistema Fe-Cr-Ni.	24
Figura 2.1-3 - Diagrama pseudo diagrama binário (Fe-Cr-Ni)	26
Figura 2.2-1 - Diagrama TTT do aço inoxidável de composição aproximada 20% Cr, 25% Ni e 0.7% Nb.	30
Figura 2.2-2 - (a) Carbonetos M ₂₃ C ₆ e fase Sigma (s) (solubilização a 900 °C), (b) Carbonetos M ₆ C e fases Sigma (s) e Chi (c) (envelhecimento a 900 °C por 24h) e (c) Nitretos de cromo e fase Sigma (s) (envelhecimento a 900 °C por 168h) presentes em uma liga superaustenítica Fe-22Cr-21Ni-6Mo-(N) [25].	32
Figura 2.3-1 - Diagrama TTT esquemático de precipitação de segunda fase nos aços inoxidáveis duplex.	34
Figura 2.3.1-1 - Morfologias da Austenita	36
Figura 2.3.2.1-1 - Diagrama de precipitação isotérmica.	37
Figura 2.3.2.2-1 - Teor de nitrogênio calculado com Thermocalc na ferrita e austenita, na condição de equilíbrio, em função da temperatura para o AID 2304.	38
Figura 2.3.2.2-2 - Cr ₂ N no contorno de grão ferrita/austenita na ZTA simulada de um aço USN S32550.	39
Figura 3.1.1.1-1 - Morfologia da fase sigma correspondente às temperaturas de solubilização de: (a) 750°C; (b) 850°C.	41
Figura 3.1.1.2-1 - Imagens de MEV da fase σ e χ no aço inoxidável duplex envelhecido a 700 °C por 2 h, resfriado em água.	42
Figura 3.2.3-1 - Comparativo da resistência a CPT pelo ASTM G48 método A.	48
Figura 3.2.3-2 - Comparativo da resistência a CPT pelo ASTM G48 método B.	50
Figura 3.3-1 - Diagrama das mudanças ocorridas na junta soldada dos Aços Inoxidáveis Duplex.	52
Figura 3.3-2 - Microestrutura de interface de solda dissimilar com metal de base AISI 904L e consumível de soldagem ER2553 com processo PCGTA.	54
Figura 4-1 – Fluxograma das etapas da experimentação.	56
Figura 4.3-1 - Dimensões do corpo de prova de soldagem	59
Figura 4.3-2 - Croqui do chanfro adotado para os CP-01 e CP-02	59
Figura 4.4-1 - Sequência de passes CP-01 e CP-02.	62
Figura 4.4-2 - Demarcação e dimensionamento dos corpos de prova para testes.	63

Figura 4.6-1 – Ensaio de microdureza – Perfil de medição.....	68
Figura 4.8-1 – Representação dos corpos de prova CP-01 e CP-02, conforme ASTM G48-2015. a) CP-01 – Face da solda. b) CP-01 – Raiz da solda. c) CP-01 - Perfil da solda. d) CP-02 – Face da solda. e) CP-02 – Raiz da solda. f) CP-02 - Perfil da solda.	70
Figura 5.1-1 - Macrografia com ataque eletrolítico Oxálico, (a) representação do CP-01 e (b) representação CP-02.	71
Figura 5.1-2 - Macrografia com ataque Marble's (MB) + Eletrolítico Oxálico, (a) representação do CP-01 e (b) representação CP-02.	71
Figura 5.1-3 - Macrografia com ataque Lepito's, (a) representação do CP-01 e (b) representação CP-02.	72
Figura 5.1-4 - Macrografia com ataque Kalling, (a) representação do CP-01 e (b) representação CP-02.	72
Figura 5.2.1-1 – Amostra do perfil das juntas soldadas atacada com reagente Beraha. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.	73
Figura 5.2.1-2 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente Beraha. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.	74
Figura 5.2.1-3 – Formação de precipitado intermetálico, região proximo à face da solda atacada com reagente Beraha. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.....	75
Figura 5.2.1-4 – Formação de constituintes de primeira fase na região da ZTA do CP-01 atacada com reagente Beraha.	75
Figura 5.2.1-5 - Formação de constituintes de primeira fase na região da ZTA do CP-02 atacada com reagente Beraha.	76
Figura 5.2.2-1 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de base, atacada com reagente Murakami, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.	77
Figura 5.2.2-2 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de base, atacada com reagente Murakami, ampliação de 500X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.	77
Figura 5.2.2-3 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente Murakami, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.....	78
Figura 5.2.2-4 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente Murakami, ampliação de 500X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.....	78
Figura 5.2.3-1 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de base, atacada com reagente NaOH, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.	79
Figura 5.2.3-2 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de base, atacada com reagente NaOH, ampliação de 500X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.	80

Figura 5.2.3-3 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente NaOH, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.	80
Figura 5.2.3-4 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente NaOH, ampliação de 500X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.	81
Figura 5.2.4-1 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de base, atacada com reagente Oxálico, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.	82
Figura 5.2.4-2 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de base, atacada com reagente Oxálico, ampliação de 500X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.	82
Figura 5.2.4-3 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente Oxálico, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.	83
Figura 5.2.4-4 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente Oxálico, ampliação de 500X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02.	83
Figura 5.2.4-5 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de solda, atacada com reagente Oxálico, ampliação de 50X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02. (1).....	84
Figura 5.2.4-6 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de solda, atacada com reagente Oxálico, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02. (1) – Dendritos Primários (2) – Fases Interdentritica.	84
Figura 5.3-1 – Amostra do metal de base do CP-01, após soldagem com reagente Beraha. a) Imagem obtida por microscopia ótica. b) Imagem retrabalhada pelo software ImageJ.	86
Figura 5.3-2 – Amostra do metal de base do CP-02, após soldagem com reagente Beraha. a) Imagem obtida por microscopia ótica. b) Imagem retrabalhada pelo software ImageJ.	86
Figura 5.4-1 – Gráfico dos valores máximos, mínimos e médias das durezas mensuradas nos corpos de prova por regiões.	87
Figura 5.4-2 – Perfil de dureza CP-01 a profundidade de 1,5 mm.	88
Figura 5.4-3 - Perfil de dureza CP-01 a profundidade de 5,0 mm.	88
Figura 5.4-4 - Perfil de dureza CP-01 a profundidade de 8,5 mm.	89
Figura 5.4-5 - Perfil de dureza CP-02 a profundidade de 1,5 mm.	89
Figura 5.4-6 - Perfil de dureza CP-02 a profundidade de 5,0 mm.	90
Figura 5.4-7 - Perfil de dureza CP-02 a profundidade de 8,5 mm.	90
Figura 5.5-1 - Difratograma de raios X Identificação das fases do CP-01.....	91
Figura 5.5-2 - Difratograma de raios X Identificação das fases do CP-02.....	92
Figura 5.6-1 – Representação fotográfica do corpo de provas CP-01 após teste de corrosão ASTM G48 2015. a) Face da solda. b) Raiz da solda. c) Perfil da solda. d) Perfil da solda.	96

Figura 5.6-2 - Representação fotográfica do corpo de provas CP-02 após teste de corrosão ASTM G48 2015. a) Face da solda. b) Raiz da solda. c) Perfil da solda. d) Perfil da solda....96

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1.1 - Composição química dos principais aços superausteníticos.	22
Tabela 2.3.1 - Formação de fase intermetálica no aço inoxidável.	32
Tabela 2.3.1.1 - Tipo de austenita formada nos aços inoxidáveis duplex.	35
Tabela 4.1.1 - Composição química do metal de base.	57
Tabela 4.1.2 - Propriedades mecânicas do metal de base.	57
Tabela 4.2.1 - Composição química do metal de adição.	58
Tabela 4.4.1 - Parâmetros de soldagem da EPS para soldagem de aço inoxidável duplex.	60
Tabela 4.4.2 - Parâmetros de soldagem da EPS para soldagem de aço inoxidável austenítico.	60
Tabela 3.4.3 - Parâmetros da execução da soldagem do CP-01 com base na EPS de aço inoxidável duplex.	61
Tabela 4.4.4 - Parâmetros da execução da soldagem do CP-02 com base na EPS de aço inoxidável superaustenítico.	61
Tabela 4.5.2.1 - Reagentes para macrografia em aços inoxidáveis.	64
Tabela 4.5.3.1 - Reagentes para aços inoxidáveis.	66
Tabela 5.6.1 - Teste de corrosão ASTM G 48 - CP-01 Dados e resultados.	94
Tabela 5.6.2 - Teste de corrosão ASTM G 48 - CP-02 Dados e resultados.	94

LISTA DE ABREVIATURAS

AID	Aço Inoxidável Duplex
AISA	Aço Inoxidável Superaustenítico
AISI	American Iron and Steel Institute
AOD	Argon-Oxygen-Decarburization
API	American Petroleum Institute
CCC	Cúbico de Corpo Centralizado
CFC	Cúbico de Face Centrada
CPT	<i>Critical Pitting Temperature</i>
eq	Equivalente
GBA	Austenita de Contorno de Grãos
HC	Hexagonal Compacta
HCL	Ácido Clorídrico
HT-HAZ	<i>High temperature heat affected zone</i>
HT-HAZ	<i>High Temperature Heat Affected Zone</i>
IGA	Austenita Intergranular
LT-HAZ	<i>Low Temperature Heat Affected Zone</i>
LT-HAZ	<i>Low temperature heat affected zone.</i>
MA	Metal de adição.
MB	Metal de Base
PCGTA	Pulsed Current Gas Tungsten Arc Welding
<i>PREN</i>	<i>Pitting Resistance Equivalent</i>
PWHT	Post Weld Heat Treatment
SCC	Stress Cracking Corrosion
SSC	Sulfide Stress Cracking
TCC	Tetragonal de Corpo Centrado
TTT	Tempo Temperatura e Transformação
UNS	Unified Numbering System
WA	Austenita de <i>Witmanstatten</i>
WMZ	<i>Weld metal zone</i>
WMZ)	<i>Weld Metal Zone</i>
ZTA	Zona Termicamente Afetada

LISTA DE SÍMBOLOS

γ	Austenita
χ	Fase Chi
σ	Fase sigma
γ_2	Austenita Secundária
α	Ferrita
δ	Ferrita Delta
η	Fase Laves

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	16
1.1.	OBJETIVOS GERAIS.	19
1.2.	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.	19
2.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.	20
2.1.	ASPECTOS GERAIS SOBRE OS AÇOS INOXIDÁVEIS.	20
2.2.	REDUÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO ATRAVÉS DAS PRECIPITAÇÕES DE FASES NOS AÇOS INOXIDÁVEIS SUPERAUSTENÍTICOS.	29
2.3.	A REDUÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO ATRAVÉS DAS PRECIPITAÇÕES DE FASES NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX.	32
2.3.1.	FORMAÇÃO DA PRIMEIRA FASE AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX.	34
2.3.2.	FORMAÇÃO DA SEGUNDA FASE E SEUS IMPACTOS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E ANTICORROSIVAS NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX.	36
2.3.2.1.	CARBONETOS	36
2.3.2.2.	NITRETOS.....	38
2.3.3.	PRECIPITAÇÕES INTERMETÁLICAS E SEUS IMPACTOS NAS PROPRIEDADES DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX.	39
2.3.3.1.	PRECIPITAÇÃO DA FASE SIGMA (σ).	39
2.3.3.2.	PRECIPITAÇÃO DA FASE CHI (χ)	41
2.3.3.3.	PRECIPITAÇÃO DAS FASES α e α' (FRAGILIZAÇÃO À 475°C)	42
2.3.3.4.	PRECIPITAÇÃO DAS FASES R e π	43
2.4.	MECANISMOS DE DEGRADAÇÃO DAS PROPRIEDADES ANTICORROSIVAS NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX E SUPER.	44
2.4.1.	RELAÇÃO DA SENSITIZAÇÃO E CORROSÃO INTERGRANULAR.....	44
2.4.2.	FISSURAÇÃO RELACIONADA À AMBIENTES CORROSIVOS NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX.	45
2.4.3.	RELAÇÃO DA RESISTENCIA A CORROSÃO DOS AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX POR PITTING E O <i>PREM</i>	46
2.5.	INFLUENCIA DAS VARIÁVEIS DE SOLDAGEM DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX E SUPERAUSTENÍTICOS.	50
3.	MATERIAIS E MÉTODOS.....	56

3.1.	CARACTERIZAÇÃO DO METAL DE BASE.....	57
3.2.	CARACTERIZAÇÃO DO METAL DE ADIÇÃO.	58
3.3.	DEFINIÇÃO DOS CORPOS DE PROVA DE SOLDAGEM.....	58
3.4.	PROCESSO DE SOLDAGEM E PARÂMETROS DE SOLDAGEM.	59
3.5.	ANÁLISE METALOGRÁFICA.....	63
3.5.1.	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	63
3.5.2.	MACROGRAFIA.....	64
3.5.3.	MICROGRAFIA.....	65
3.6.	MICRODUREZA.....	67
3.7.	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX).....	68
3.8.	TESTE DE CORROSÃO.....	69
4.	ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	71
4.1.	MACROGRAFIA.....	71
4.2.	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	73
4.2.1.	REAGENTE BERHAHA.....	73
4.2.2.	REAGENTE MURAKAMI.....	76
4.2.3.	ATAQUE ELETROLÍTICO COM REAGENTE NaOH.....	79
4.2.4.	ATAQUE ELETROLÍTICO COM REAGENTE OXÁLICO.....	81
4.3.	QUANTIFICAÇÃO DO BALANÇO DAS FASES.....	85
4.4.	MICRODUREZA.....	86
4.5.	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX).....	91
4.6.	TESTE DE CORROSÃO.....	93
5.	CONCLUSÕES.....	98
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	101
7.	REFERÊNCIAS.....	102
7.1.	REFERÊNCIAS NOMINAIS.....	102
7.2.	REFERÊNCIAS POR ESTRATO.....	106
7.3.	REFERÊNCIAS POR QUALIS.....	106
7.4.	REFERÊNCIAS POR DATA DOS ARTIGOS.....	107

1. INTRODUÇÃO

A evolução da humanidade gera um constante crescimento da demanda de geração de energia. A competitividade econômica dos países gerada a partir da revolução industrial e a melhoria da qualidade de vida de seus cidadãos, são intensamente influenciadas pela energia (TOLMASQUIM et al, 2007). Segundo dados da Empresa de Pesquisa Energética (BRASIL, 2018), divulgados no plano decenal de expansão de energia do período de 2027, 31,9 % da matriz energética mundial corresponde à energia gerada por derivados do petróleo, no Brasil esse percentual corresponde à 36,4 % e, neste período o petróleo continuará sendo a principal fonte de energia, totalizando 39 % da matriz energética nacional.

Em busca da autossuficiência e das grandes dificuldades de se encontrar petróleo no Brasil, em volumes capazes de suprir a demanda nacional a indústria brasileira foi motivada a empreender esforços na exploração de petróleo em suas bacias sedimentares, com profundidades de lamina de água que podem variar de algumas dezenas ou centenas de metros, denominadas águas rasas, a lâminas de águas ultraprofundas com até 3.000 metros de profundidade. As altas concentrações de contaminantes tais como gás sulfídrico (H_2S) e o dióxido de carbono (CO_2), contida no petróleo provocam corrosão nos materiais e equipamentos destinados à extração dos hidrocarbonetos, podendo ser citados a corrosão por ácido carbônico, corrosão localizada por sulfetos, cloretos e oxigênio, corrosões em operações de acidificação, corrosão sob tensão e trincas por hidrogênio. Desta forma se faz necessário a obtenção de ligas metálicas, aços especiais e revestimentos anticorrosivos para a construção de equipamentos que resistam a esses agentes corrosivos (MORAIS, 2013).

Os aços inoxidáveis duplex têm sido amplamente empregados na indústria química, óleo e gás, petroquímica, indústria marítima, papel e celulose. Devido à sua excelente combinação de propriedade mecânica e resistência a corrosão, quando expostos à ambientes aquosos contendo cloreto (ZHANG et al, 2018). Esses materiais são comumente utilizados nas faixas de temperaturas intermediárias entre $-50\text{ }^{\circ}C$ à $250\text{ }^{\circ}C$, devido à formação de fases frágeis em temperaturas criogênicas (HIGA, 2015). Quando comparados ao aço inoxidável

austenítico possuem maior resistência ao *stress cracking corrosion* (SCC) e a corrosão por *pitting*, os aços inoxidáveis duplex também possuem maior resistência mecânica, sendo cerca de duas vezes maior a dos aços inoxidáveis austeníticos, o que proporciona a redução das espessuras dos componentes empregados na construção de equipamentos e tubulações utilizados nas plataformas de petróleo, contribuindo assim para a redução das espessuras de projeto, menor volume de soldagem e a redução dos pesos dessas construções (INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION, 2014). Nas plantas petroquímicas esse material é utilizado em ambientes úmidos e ácidos que contem H₂S e também pode conter hidrogênio, amônia, dióxido de carbono, cloretos, hidrocarbonetos, água contendo cloretos, com ou sem hidrocarbonetos e em ambientes com hidrocarbonetos com ácidos naftênicos a mais de 200 °C (400 °F) (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2011).

A microestrutura dos aços inoxidáveis duplex apresenta um balanceamento de fases entre austenita (γ) (cúbico de face centrada, CFC) e ferrita (α) (cúbico de corpo centrado, CCC) que beneficia suas propriedades mecânicas e anticorrosivas, onde a alta resistência mecânica e a resistência à corrosão vêm da fase ferrítica e o aumento da ductilidade e resistência à corrosão uniforme são oriundos da fase austenítica. (LLORCA et al, 2016). A adição de elementos formadores de austenita (γ) (Ni, N) e os formadores de ferrita (α) (Cr, Mo) resultam em diferentes composições químicas e propriedades anticorrosivas para as duas fases. (RECCAGNI et al, 2019)

Segundo Zhang (2018), a soldagem é um processo de fabricação amplamente utilizado na indústria. Devido à demanda por maior produtividade no setor mundial de construção, principalmente nos setores de óleo & gás, construção naval e etc., onde geralmente os projetos são dotados de grandes espessuras, o que proporciona maiores aportes térmicos (VERMA, 2017). Nesta situação o controle do ciclo térmico do processo de soldagem são fundamentais para a manutenção das propriedades dos aços inoxidáveis duplex (AID). A precipitação de constituintes deletérios aos aços inoxidáveis duplex, durante o processo de soldagem, são formados devido ao elevado aporte térmico e baixa taxa de resfriamento, nessa condição são formados os precipitados ricos em

cromo (Cr) e molibdênio (Mo). Esses constituintes são responsáveis pela redução da resistência a corrosão e tenacidade do material, em contrapartida o baixo aporte térmico e a elevada taxa de resfriamento levam a formação de nitretos, devido à baixa soldabilidade do nitrogênio (N) na ferrita (HIGA, 2015). A formação dos constituintes deletérios altera a composição química, o teor e a distribuição dos elementos de liga. O ciclo térmico aplicado no processo de soldagem também pode alterar balanço das fases iniciais da junta soldada, que sofrem modificações significativas nas zonas da solda, denominadas de metal de base (MB), metal de adição (MA) e a zona termicamente afetada (ZTA) (LUENGAS, 2017).

Desta forma, o presente trabalho tem como objetivo geral contribuir para o entendimento das propriedades mecânicas e anticorrosivas de uma união soldada, com a utilização de metal de base constituído de uma liga de aço inoxidável duplex S32205 e a aplicação de uma liga de aço inoxidável superaustenítico (AISA) ER-385 -904L, como metal de adição. Essa proposta, visa analisar uma possível alternativa para a união peças de aços inoxidáveis duplex, utilizando como metal de adição uma matriz austenítica, de forma a minimizar os problemas de redução das propriedades mecânica e anticorrosivas devido ao desbalanceamento das fases durante o processo de soldagem. Outra vantagem seria a redução dos custos de aquisição dos consumíveis de soldagem, tendo em vista a baixa demanda do uso dos aços inoxidáveis duplex, devido a resseção econômica existente no período da execução desse experimento, fazendo com que sua aquisição desse material, só seja possível através de importação, o que o torna mais oneroso em comparação com os consumíveis de aço inoxidável superaustenítico.

A metodologia desse trabalho visa avaliar os impactos das propriedades mecânicas e anticorrosivas da união soldada, considerando a variação da energia de soldagem aplicada no processo de soldagem. O entendimento dessas variações e a análise dos resultados podem contribuir para o desenvolvimento de novas alternativas para uniões soldadas, que visam atingir altos níveis de resistência à corrosão e que podem sofrer decréscimo desta propriedade devido ao desbalanceamento de fase das regiões da solda.

1.1. OBJETIVOS GERAIS.

O objetivo deste trabalho é avaliar as características mecânicas e anticorrosivas de uma junta soldada de aço inoxidável duplex S32205 utilizando metal de adição de aço inoxidável superaustenítico ER-385 -904L e avaliar o comportamento da junta soldada tendo como base uma matriz austenítica em sua composição.

1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.

- Analisar a influência do aporte térmico no perfil da solda, avaliando o sequenciamento da deposição dos cordões de solda e o dimensionamento da zona termicamente afetada;
- Analisar a influência do aporte térmico no perfil da solda, constituídas de aço inoxidável duplex no metal de base e ZTA e aço inoxidável superaustenítico no metal de adição, avaliando a morfologia microestrutural e balanceamento das fases ferrítica/austenita;
- Avaliar a formação de precipitados deletérios aos materiais, como a formação de constituintes de segunda fase e de constituintes intermetálicos;
- Avaliar as propriedades mecânicas (Microdureza Vickers) nas regiões do perfil de solda, correspondentes ao metal de adição, ZTA e metal de base da junta soldada, correlacionando com a suscetibilidade da junta soldada à corrosão por SSC;
- Avaliar as propriedades anticorrosivas das juntas soldadas, fazendo um comparativo entre os aportes térmicos.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Os aços inoxidáveis duplex vêm apresentando um expressivo crescimento de sua aplicação na indústria de produção de petróleo, esse crescimento se dá devido à combinação de economia ao longo prazo, alta resistência mecânica e boa resistência à corrosão (API 938C, 2011). Os ambientes ácidos encontrados nesse seguimento podem resultar em fragilizações causadas por sulfetos (SSC) em materiais sucessíveis a esse fenômeno, esse fenômeno ocorre geralmente em temperaturas ambientes ou ligeiramente elevadas. Além de apresentar boa resistência ao SSC, os aços inoxidáveis duplex apresentam boa resistência à corrosão por *pitting*, quando comparados aos aços inoxidáveis da série 300. (KARLSSON, 2012). Outro tipo de corrosão que os aços inoxidáveis duplex apresentam destaque, quando comparados aos aços inoxidáveis da série 300, são as corrosões por fissuração e fenda, devido aos aços inoxidáveis duplex possuem níveis mais altos de cromo (Cr), molibdênio (Mo) e nitrogênio (N) do que os aços inoxidáveis da série 300. (API 938C, 2011)

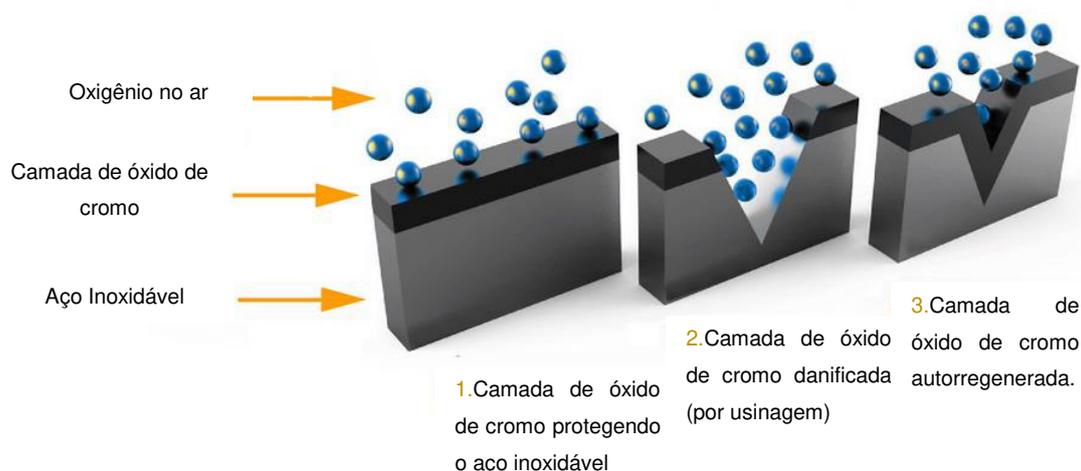
Nesse capítulo serão abordados temas que darão base teórica ao estudo de caso abordado nessa dissertação, sendo estes subdivididos em: 2.1 - Aspectos gerais sobre os aços inoxidáveis, 2.2 - Redução das propriedades mecânicas e da resistência à corrosão através das precipitações de fases nos aços inoxidáveis superausteníticos, 2.3 - A redução das propriedades mecânicas e da resistência à corrosão através das precipitações de fases nos aços inoxidáveis duplex, 2.4 - Mecanismos de degradação das propriedades anticorrosivas nos aços inoxidáveis duplex e superausteníticos e 2.5 - Influência das variáveis de soldagem dos aços inoxidáveis duplex e superausteníticos.

2.1. ASPECTOS GERAIS SOBRE OS AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis são ligas à base de ferro que contém um valor mínimo de Cr de aproximadamente 11 % em peso em sua composição. Essa quantidade de Cr é a mínima necessária para a formação do óxido de cromo (Cr_2O_3). Esse óxido é autoregenerante, isto é quando essa camada sofre algum dano mecânico que exponha a liga metálica ao oxigênio, os átomos de cromo se combinam novamente com o oxigênio reconstituindo assim a região da camada danificada.

Desta forma é essencial para os aços inoxidáveis que os mesmos estejam na presença do oxigênio (Figura 2.1-1). Entretanto essa camada de óxido pode ser removida com a ação do ácido clorídrico (HCL). A passividade dos aços inoxidáveis pode ser influenciada devido à composição química da liga, condições de oxidação; suscetibilidade à corrosão localizada e a suscetibilidade à corrosão intergranular. (GOMES, 2018).

Figura 2.1-1 - Formação da camada passiva de óxido de cromo



Fonte: (Adaptado de GOMES, 2018)

Os aços inoxidáveis podem ser classificados em cinco famílias, quatro são agrupadas pela estrutura cristalina que apresentam à temperatura ambiente, sendo estas, ferrítica, martensítica, austenítica e duplex (austenítica e ferrítica). A quinta família agrupa os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação baseado no tratamento térmico utilizado. (FARIAS, CESAR, et al, 2019)

Considerado um dos primeiros aços inoxidáveis superausteníticos a liga B6 (AISI 904L) teve o seu surgimento na década de trinta, onde a procura de ligas para trabalho com ácidos sulfúricos demandou o desenvolvimento de ligas mais resistentes (NASCIMENTO, 2015). Projetada para ambientes muito agressivos, os aços inoxidáveis superausteníticos, também denominados aços inoxidáveis austeníticos de alta performance (ANDRADE, 2018). Essas ligas foram desenvolvidas partir dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 317, que tiveram os teores de Cr, Ni, Mo e N aumentados, passaram a apresentar elevada resistência à corrosão por *pitting* em meios agressivos, entretanto quando expostos a altas temperaturas podem apresentar uma redução na tenacidade devido a formação

de fase (σ) (SILVA, 2016). Na Tabela 2.1-1, traz como referência algumas composições químicas dos principais aços inoxidáveis superausteníticos (ANDRADE, 2018).

Tabela 2.1-1 - Composição química dos principais aços superausteníticos

Designação de aços internacional	Composição química típica (% em peso)					
	C	N	Cr	Ni	Mo	Outros
S31703 (317L)	0,02	0	18,2	13,7	3,1	-
S31726 (317LMN)	0,02	0,14	17,3	13,7	4,1	-
S31050 (-)	0,01	0,12	25	22,3	2,1	-
N08904 (904L)	0,01	0	20	25	4,3	1,5 Cu
S31254 (-)	0,01	0,2	20	18	6,1	1 Cu
N08926 (-)	0,01	0,2	20,5	24,8	6,5	1 Cu
S34565 (-)	0,02	0,45	24	17	4,5	5,5 Mn
S32654 (-)	0,01	0,5	24	22	7,3	3,5 Mn; 1 Cu

FONTE: (ANDRADE, 2018)

Nos aços inoxidáveis superausteníticos os elementos de liga, além de alterar a fase ou constituinte presente em equilíbrio, eles também influenciam na maneira com que as fases se formam, alterando a velocidade desta transformação e suas características. Os elementos de liga Ni, Mn, e Co, são elementos estabilizadores da austenita, quando adicionados em grandes quantidades, o Ni e o Mn formam a austenita em temperaturas ambientes. Com o aumento da concentração dos elementos de liga Si, Ti, Cr e Mo há a restrição do campo austenítico. O alto teor de Cr na liga, além favorece a formação de fases intermetálicas (carbonetos de cromo $M_{23}C_6$) também desestabilizar a austenita (SILVA, 2016).

Segundo Meira (2015) a liga AISI 904L UNS N08904, possui microestrutura austenítica estável, a sua classificação de superaustenítico se dá devido aos elevados teores de Cr, Ni e Mo. A estrutura austenítica proporciona boa resistência ao impacto, com valores na ordem de 80 J à temperatura de -60 °C e de 100 J à temperatura ambiente.

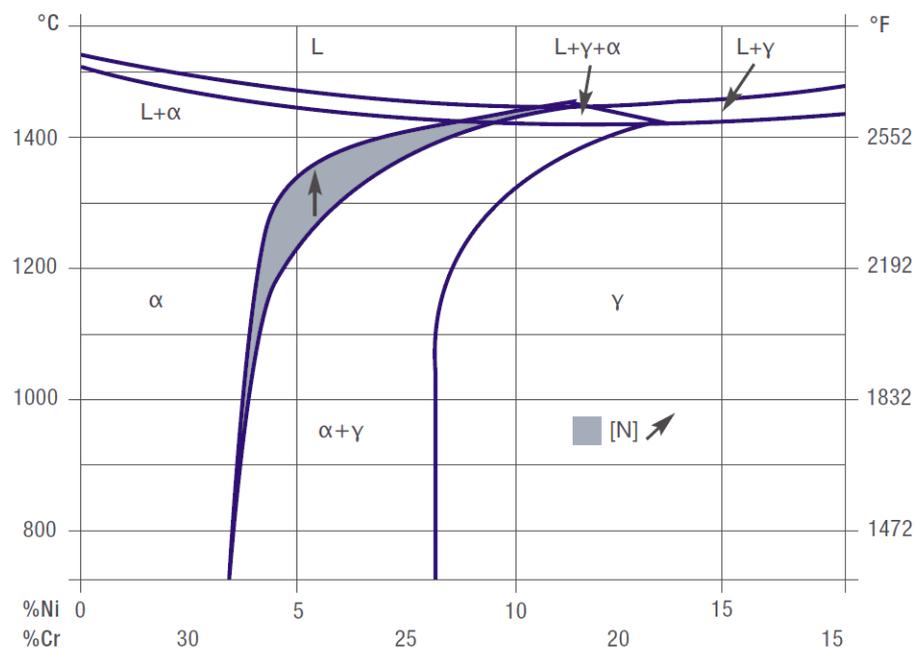
Os aços inoxidáveis duplex são aços que possuem em sua constituição o balanceamento das fases de ferrita (α) e austenita (γ) (HA, Heon-Young et al. 2014). A quantidade exata de cada fase é uma consequência da composição química e do tratamento térmico que a liga é submetida. A maioria das ligas é projetada para conter quantidades iguais de cada fase na condição de recozimento (LUENGAS, 2017). A alta resistência mecânica e resistência à corrosão são fornecidas pela fase da ferrita (α), enquanto a fase de austenita (γ) proporciona o aumento da ductilidade e da resistência à corrosão uniforme (LLORCA-ISERN, Núria et al. 2016).

As propriedades físicas do aço inoxidáveis duplex (densidade, calor específico, resistência elétrica e módulo de Young) são similares as dos aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos, a resistência à corrosão por *pitting* e corrosão por frestas, estão associadas ao teor de cromo, molibdênio, tungstênio e nitrogênio, podendo ser superior à dos aços inoxidáveis AISI 316. Os aços inoxidáveis duplex apresentam também boa resistência à corrosão sob tensão na presença de cloretos, muito superior à dos aços inoxidáveis austeníticos da série 300. Sua resistência mecânica é significativamente maior que a dos tipos austeníticos, sendo o limite de escoamento o dobro aos da série 300, além da boa ductilidade e tenacidade. Entretanto os aços inoxidáveis duplex são utilizados na faixa de temperatura intermediária, cerca de $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $250\text{ }^{\circ}\text{C}$, onde é necessária resistência a ácidos e cloretos aquosos. Fora dessa faixa os aços inoxidáveis austeníticos possuem um melhor desempenho, isso se deve ao comportamento frágil da ferrita a temperaturas abaixo de $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ e o mecanismo de fragilização por formação de precipitados de segunda fase e intermetálicos, responsáveis pela redução das propriedades mecânicas e anticorrosivas para temperaturas de trabalho acima de $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ (INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION. 2012; LUENGAS, 2017).

Durante o processo de solidificação o aço inoxidável duplex possui sua composição microestrutural constituída de 100 % de ferrita (α). Em altas temperaturas, na ordem de $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($2370\text{ }^{\circ}\text{F}$) a austenita (γ), por meio de nucleação, cresce primeiramente no contorno de grãos de ferrita, em seguida seu crescimento acompanha a direção cristalográfica dos grãos de ferrita. A difusão de

elementos de liga responsáveis pela estabilização das fases ocorre à medida que a ferrita se transforma em austenita (γ) ((GUERRA, 2017); VERMA; 2017). No diagrama de fase ternário Fe-Cr-Ni para um teor fixo de 70 % de ferro (Figura 2.1-2) na faixa dos percentuais entre aproximadamente 25 %Cr-4 %Ni e 28 %Cr-8 %Ni é possível observar a coexistência das fases (α) e (γ), essa região define a faixa de existência dos aços inoxidáveis duplex. (JUNIOR, 2018).

Figura 2.1-2 - Diagrama de fase ternário (70% de Fe em peso) do sistema Fe-Cr-Ni



FONTE: (LUENGAS, 2017)

Nos aços inoxidáveis duplex além da adição do Cromo (Cr) e do Níquel (Ni), são adicionados elementos de liga que são responsáveis pela estabilização das fases (α) e (γ), sendo estes o Molibdênio (Mo), Nitrogênio (N), Cobre (Cu), Silício (Si), Manganês (Mn) e o Tungstênio (W), sua classificação está associada à fase estabilizada, sendo os elementos ferritizantes (Cr, Mo, W) concentrados na ferrita e quantificados em função do Cr_{eq} , representados na Equação 2.1-1 e os elementos austenizantes (C, Ni, N, Cu) concentrados na austenita e quantificados em função da Ni_{eq} , representados na Equação 2.1-2. A extensão da transformação ferrita (α) em austenita (γ) não depende apenas do equilíbrio entre os elementos estabilizantes, mas também do tempo disponível para a difusão (HIGA, 2015).

Equação 2.1-1

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 0,7 \times \%Nb$$

Equação 2.1-2

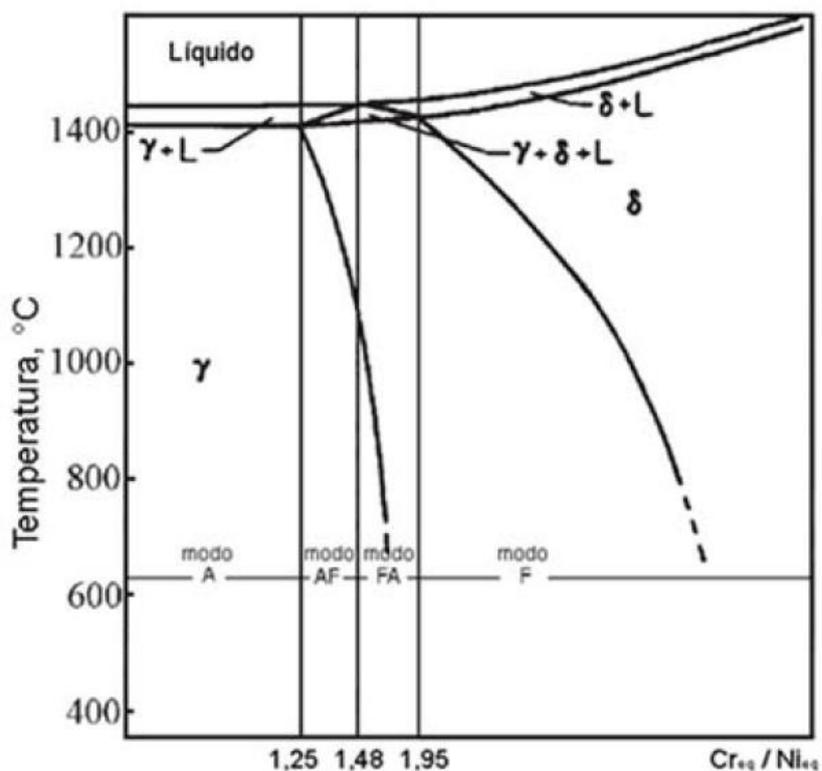
$$Ni_{eq} = \%Ni + 35 \times \%C + 20 \times \%N_{0,25} \times 0,25 \times \%Cu$$

Segundo Luengas (2017) através do diagrama de fase ternário Fe-Cr-Ni pode ser previsto os mecanismos de solidificação dos aços inoxidáveis, outra alternativa é a utilização do diagrama pseudo binário (Figura 2.1-3) que é baseado na razão entre o cromo e níquel equivalente (Cr_{eq} / Ni_{eq}). Esse diagrama é fundamental para que se possa prever o modo de solidificação dos aços inoxidáveis duplex. Durante a solidificação que ocorre no processo de soldagem, os aços inoxidáveis duplex solidificam totalmente na fase ferrítica, essa primeira fase nucleia diretamente acima da linha “liquid”, a austenita nucleia abaixo da temperatura da linha ferrita solvus (γ) (VERMA, 2017).

Se a razão Cr_{eq} / Ni_{eq} for menor que 1,95 a matriz do SS será totalmente ferrítica, razões entre o intervalo de 2,25 e 3,5 são obtidos os balanços de fase ferrítica e austenítica pertencentes aos aços inoxidáveis duplex, a razão de 2,25 obtemos o 2507 e para razão de 2,62 obtemos o 2205. (VERMA, 2017)

Para os aços inoxidáveis Superausteníticos o conceito regido pela relação (Cr_{eq} / Ni_{eq}) também é válido, tendo em vista a solidificação das ligas Fe-Cr-Ni ser regida pelo balanço dos elementos alfaagênicos e gamaagênicos, há a possibilidade da existência de estruturas ferríticas em sua composição, uma vez iniciada a solidificação, o ciclo térmico adotado irá determinar a distribuição dos elementos de liga e conseqüentemente a microestrutura. Nas ligas AISI 904L, para a obtenção de uma estrutura austenítica deve-se atender a condição de equilíbrio com a razão (Cr_{eq} / Ni_{eq}) calculada de 0,88, a medida que a relação (Cr_{eq} / Ni_{eq}) aumenta há a possibilidade do surgimento de estruturas descritas na Figura 2.1-3 (MEIRA, 2015).

Figura 2.1-3 - Diagrama pseudo diagrama binário (Fe-Cr-Ni)



Fonte: (LUENGAS, 2017)

A composição típica dos aços inoxidáveis duplex cai no campo da fase ($\alpha+\gamma$). Para a maioria das composições microestruturais dos aços inoxidáveis, a fase gama " γ " é expandida para que a fase ferrítica seja separada em ferrita de alta temperatura, denominada ferrita delta " δ " e a ferrita de baixa temperatura, denominada ferrita alfa " α ", proveniente da transformação da austenita. Nos aços inoxidáveis duplex esta ferrita existe continuamente a partir da fase de solidificação até a temperatura ambiente, desta forma toda ferrita é denominada como ferrita alfa " α " devido a constantes transformações com a mesma composição. (VERMA, 2017)

Os aços inoxidáveis duplex se destacam dos demais aços inoxidáveis, devido a sua alta resistência mecânica e alta resistência à corrosão, essas características são obtidas a partir da combinação das duas fases que compõe sua estrutura cristalina à temperatura ambiente. (LUENGAS, 2017)

O cromo é o elemento químico responsável pela formação da camada passivadora de óxido de cromo (Cr_2O_3) na superfície do material, adicionados em valores mínimos de 20 % em peso nos aços inoxidáveis duplex, esse elemento também é responsável pela estabilização da ferrita e aumento da resistência mecânica, sua presença contribui para a boa solubilidade de nitrogênio em solução sólida (GUERRA, 2017). O cromo também é responsável pelo aumento da resistência à oxidação em altas temperaturas, sua presença também influencia na formação e remoção dos chamados *heat tints*, camadas de óxidos resultantes do tratamento térmico e da soldagem (BETINI, 2019).

A adição do Mo juntamente com o Cr favorece a formação e a estabilização da ferrita, também sendo responsável pelo aumento da passividade em soluções neutras de cloreto (água do mar) e a resistência aos ácidos sulfídricos e sulfurosos a altas temperaturas e pressão, entretanto o elevado teor de Mo e Cr na liga favorecem o aumento do risco de formação de compostos intermetálicos, como a fase sigma (σ) e a fase chi (χ), essa formação se dá em altas temperaturas, contribuindo para o decréscimo de sua tenacidade (LUENGAS, 2017).

O tungstênio adicionado em quantidades máximas de até 2 % em peso ao aço inoxidável duplex, proporciona o aumento da resistência a corrosão por pites e por frestas, também sendo um elemento de liga que contribui para o aumento da probabilidade de formação de precipitados intermetálicos à uma faixa de temperatura de 700 °C a 1000 °C, entretanto foi observado que sua presença em teores de 1 % a 3 % em peso, restringiu a formação da fase intermetálica sigma (σ) nos contornos de grãos, precipitando-se intragranularmente. Essa restrição se dá devido ao tamanho dos átomos de tungstênio serem grandes, nessa condição há dificuldade da difusão desses átomos para o contorno de grãos (PEREIRA, 2019).

Seguindo o cromo em importância está o níquel, elemento gamagênico formador e estabilizador da austenita, sua adição proporciona a mudança da estrutura cristalina dos aços inoxidáveis de CCC (ferrítica), para CFC (austenítica), os aços inoxidáveis duplex possuem de baixa à média concentração em peso, em torno de 1,5 % a 7 %, para valores excessivos de níquel em solução na liga há a diminuição das quantidades de ferrita na microestrutura (BETINI, 2019). Esse

aumento desestabiliza o equilíbrio das fases para valores acima de 50 % de austenita, enriquecendo assim a ferrita com elementos como o Cr e Mo, que favorecerão a precipitação de fases intermetálicas, como fase (σ) e fase (α) a temperaturas entre 600 °C e 1000 °C (PEREIRA, 2019).

A adição do nitrogênio melhora a resistência à corrosão por pite, corrosão por frestas e melhora sua soldabilidade. Sua adição em solução sólida aumenta substancialmente a resistência mecânica da liga, tornando-a mais efetiva para essa função (PEREIRA, 2019). O nitrogênio é um elemento austenitizante responsável pela estabilização da austenita em altas temperaturas (GUERRA, 2017), impedindo assim a formação de nitretos e austenita secundária (γ_2) na soldagem (MARIA, 2019).

O Manganês é responsável pelo aumento da faixa de temperatura na qual a precipitação da fase intermetálica sigma (σ) se forma. Considerado para os aços inoxidáveis austeníticos, um elemento austenitizante e para os aços inoxidável duplex, responsável por promover a estabilização tanto da ferrita quanto da austenita, esse elemento químico não é considerado nas equações de Cr_{eq} (Equação 2.1-1) e Ni_{eq} (Equação 2.1-2). A adição do Mn também tem como objetivo o aumento da solubilidade do nitrogênio na austenita, permitindo assim um aumento do percentual em peso deste elemento na liga. O Mn também é responsável pelo aumento da resistência mecânica sem o comprometimento da ductilidade, aumento da resistência à abrasão e ao desgaste. (PEREIRA, 2019).

A adição de cobre proporciona melhorias na resistência à corrosão do aço inoxidável duplex em meios redutores, entretanto por ser considerado como elementos gamagênicos não possuem boas qualidades na formação de austenita. Em geral sua adição se limita ao teor de 2,0 % em peso, pois acima desse valor há a redução dos valores de ductilidade à quente devido a formação da fase ϵ (PEREIRA, 2019).

O carbono adicionado ao aço inoxidável duplex possui um efeito austenizante que aumenta a resistência mecânica e a dureza do aço (GOMES, 2018), entretanto sua presença como elemento de liga é limitado a no máximo 0,03% em peso, devido a sua maior afinidade de ligação com o cromo. Esse

elemento forma o efeito da sensitização nos aços inoxidáveis, formando carbonetos (Cr_{23}C_6) e carbonetos de cromo (Cr_7C_3), o que afeta negativamente a resistência à corrosão e a tenacidades (BETINI, 2019).

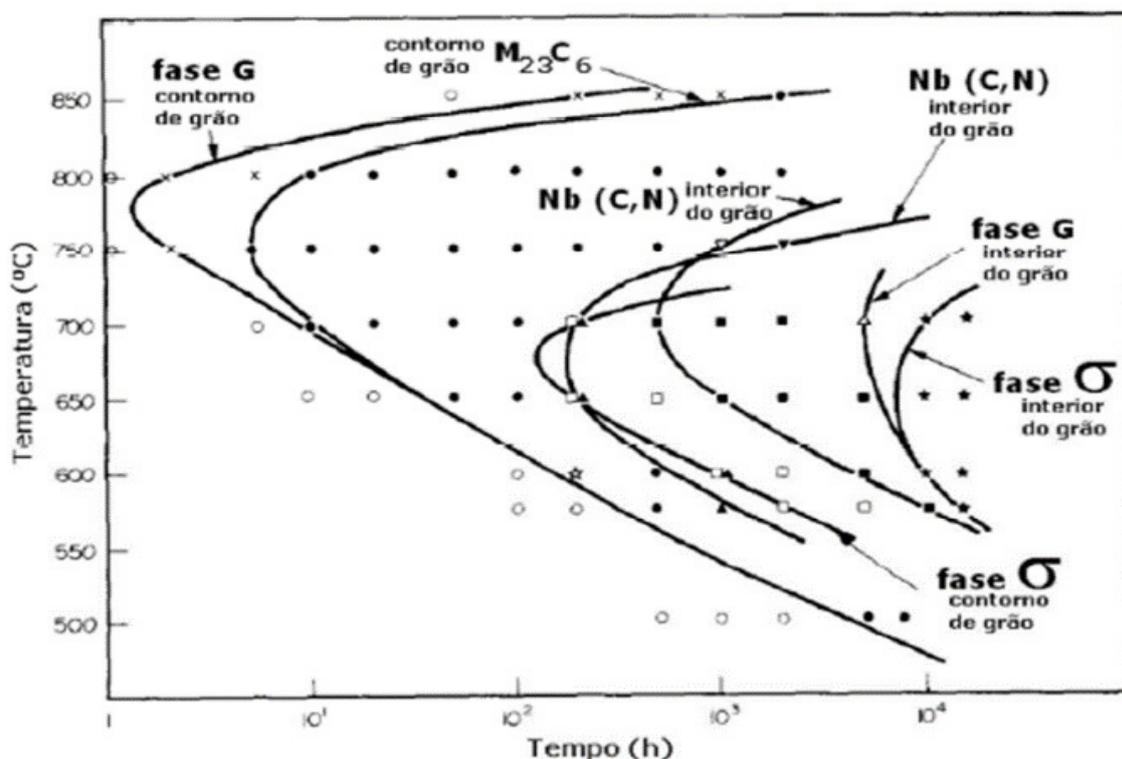
2.2. REDUÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO ATRAVÉS DAS PRECIPITAÇÕES DE FASES NOS AÇOS INOXIDÁVEIS SUPERAUSTENÍTICOS

Os aços inoxidáveis superausteníticos são ligas a base de ferro com altos teores de elementos de adição como o Cr, Ni, Mo e o N. Para produzir além de excelente resistência à corrosão por *pitting* e frestas, proporciona a melhoria das propriedades mecânica em altas temperaturas e em ambientes marítimos. Entretanto quando exposto a altas temperaturas por um longo período de tempo, grandes quantidades de precipitados, incluindo carbonetos, nitretos e fases intermetálicas são formadas nesse material, podendo reduzir consideravelmente as propriedades mecânicas, a tenacidade e a resistência à corrosão localizada desta liga. Os tipos de precipitações estão associados ao ciclo térmico (tempo de patamar e temperatura) a que o material será submetido. Temperaturas entre 650 °C a 950 °C há a formação dos carbonetos, com o aumento do patamar a essa faixa de temperatura esse carbonetos passam a se precipitar na forma de precipitados intermetálicos (σ , χ e *Laves* (η)). Na fase σ o carbono possui baixa solubilidade, enquanto na matriz austenítica, devido à alta solubilidade tende a favorecer a formação das fases χ e *Laves* (η). O aumento da porcentagem de Mo favorece a precipitação de intermetálicos de altas temperaturas. Altas concentrações de N (0,5 % em peso) previnem a formação da fase *Laves* (η) (SATHIYA, P et al, 2012). Uma vez formados na liga, a diluição desses precipitados se dá através do tratamento térmico de solubilização, que diluirá os precipitados formados durante a solidificação. Na Figura 2.2-1 traz um resumo dos principais precipitados formados no aço inoxidável superaustenítico. (SILVA, 2016).

Na Figura 2.2-1 é apresentado um gráfico TTT de fases intermetálicas plotado a partir de um aço de composição química típica de 20 % de Cr e 25 % Ni, valores similares aos existentes na liga AISI 904L estabilizado com nióbio, neste pode ser observado as principais fases formadas nessa liga, outro ponto

importante é a precipitação da fase Sigma (σ) formada no contorno de grão com o tempo de exposição em torno de 100 horas e, no interior do grão em torno de 10.000 horas. Carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ precipitam no contorno de grão com menos de 10 horas de exposição à temperatura em torno de 750 °C (MEIRA, 2015).

Figura 2.2-1 - Diagrama TTT do aço inoxidável de composição aproximada 20% Cr, 25% Ni e 0.7% Nb



FONTE: (MEIRA, 2015)

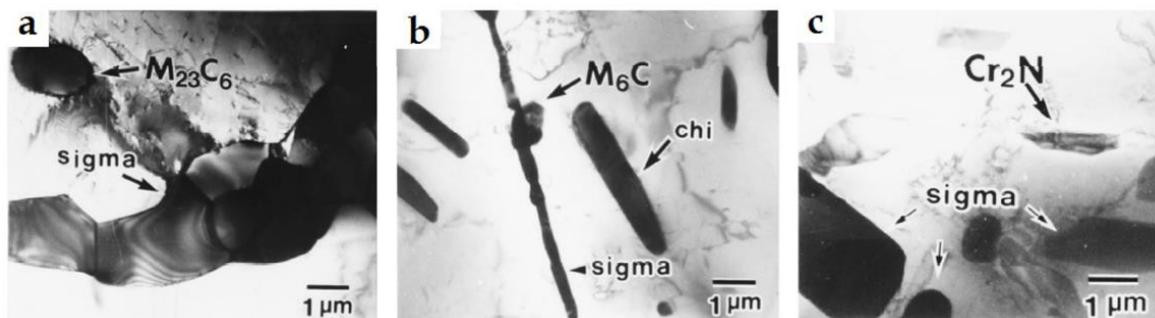
Segundo Meira (2015) a fase Chi (χ) e a Sigma (σ) são similares entre si, exceto pelo maior teor de Mo contido na fase Chi (χ) e menores teores em sua estrutura cúbica, essa fase se forma na mesma temperatura, podendo coexistir na liga, entretanto devido a maior estabilidade termodinâmica a fase Chi (χ) é substituída pela fase Sigma (σ). A fase sigma é uma fase rica em elementos estabilizadores da ferrita (Cr, Mo, Si), característico por apresentar em sua formação uma cinética lenta no sistema ferro-cromo, possui estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC), sua formação inicia nos contornos de grãos ou nas regiões de interface e é intensificada pela exposição a altas temperaturas (SILVA,

2016). Sua precipitação se dá preferencialmente nas linhas de ferrita delta (δ) presente na austenita, possui maior incidência na sua formação em ligas que possuem os teores de Cr entre 25 a 30 % em peso, sua formação se dá preferencialmente nas ilhas de ferrita delta, mas também podem surgir nos contornos de grãos, nas estruturas sem a presença de ferrita delta (δ) a sua precipitação se dá a partir da austenita (MEIRA, 2015).

A precipitação da fase Chi (χ), sendo mais estreita do que a fase sigma (σ), está relacionada ao teor de Mo na liga, quando o material é submetido a deformação à frio os precipitados da fase chi (χ) precipita-se em concordância com a matriz, maclas, discordâncias e contornos de grãos. Capaz de dissolver com facilidade o carbono, a fase chi (χ) possui fácil nucleação, desta forma precipita antes da fase sigma em condições específicas. A precipitação da fase *Laves* (η) é mais comumente observada nos aços inoxidáveis superausteníticos, possui estequiometria basicamente formada por dois elementos químicos do tipo A_2B . A denominação dos elementos químicos A e B, são elementos de transição da tabela periódica, sendo o A pobre em elétrons da camada "d" e estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC), de modo geral apresenta maior raio atômico que o segundo elemento e preferência por sítios com menor número de coordenação. O elemento B é rico em elétrons "d" apresenta estrutura cristalina de face centrada (CFC) e hexagonal compacta (HC). Em determinados teores de Mo, Nb e Ti, a fase *Laves* (η) apresenta estabilidade abaixo da 815 °C (SILVA, 2016).

Segundo Meira (2015), O Cr é um forte formador de carbonetos nos aços inoxidáveis duplex, tais como $Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3 e Cr_3C_2 . Em muitos casos se tem a formação do carboneto misto $M_{23}C_6$ ou $(FeCr)_{23}C_6$, nos aços estabilizados os constituintes $M_{23}C_6$ e MC são frequentemente observados. Na Figura 2.2-2 podem ser observadas as fases intermetálicas mais comuns.

Figura 2.2-2 - (a) Carbonetos $M_{23}C_6$ e fase Sigma (s) (solubilização a 900 °C), (b) Carbonetos M_6C e fases Sigma (s) e Chi (c) (envelhecimento a 900 °C por 24h) e (c) Nitretos de cromo e fase Sigma (s) (envelhecimento a 900 °C por 168h) presentes em uma liga superaustenítica Fe-22Cr-21Ni-6Mo-(N) [25]



FONTE: (MEIRA, 2015)

2.3. A REDUÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO ATRAVÉS DAS PRECIPITAÇÕES DE FASES NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

A exposição prolongada dos aços inoxidáveis duplex às altas temperaturas entre 300 °C a 1000 °C, proveniente de condições de serviço, ciclos térmicos de soldagem ou tratamento térmicos inadequados, pode levar à formação de diferentes morfologias, essas morfologias são subdivididas em primeira fase com a formação da austenita, segunda fase, grupo que compõe os carbonetos (CrC_3 , $Cr_{23}C_6$) e nitretos (CrN , Cr_2N) e a formação de constituintes intermetálicos com a formação das fase sigma (σ), chi (χ), fase (τ), fase (R) e fase π . Onde nestas duas últimas há a formação de constituinte deletério à liga. Um resumo destas fases é dado na Tabela 2.3-1, assim como as faixas de temperatura de precipitação, os parâmetros de rede e estruturas cristalinas (VERMA, 2017).

Tabela 2.3-1 - Formação de fase intermetálica no aço inoxidável

Tipo de precipitado	Formula química	Célula	Temperatura de formação em AID [°C]	Grupo espacial	Parâmetros de rede, [nm]	Propriedades
Ferrita (δ)	(Fe, Cr, Ni, Mo)	CCC	Todas as temperaturas	$Im\bar{3}m$	$a=0,286 - 0,288$	Boa resistência à corrosão
Austenita γ/γ_2	(Fe, Cr, Ni, Mo, N)	CFC	700 - 900	$Fm\bar{3}m$	$a=0,358 - 0,362$	Boas propriedades mecânicas, γ_2 pode ter morfologia eutética.

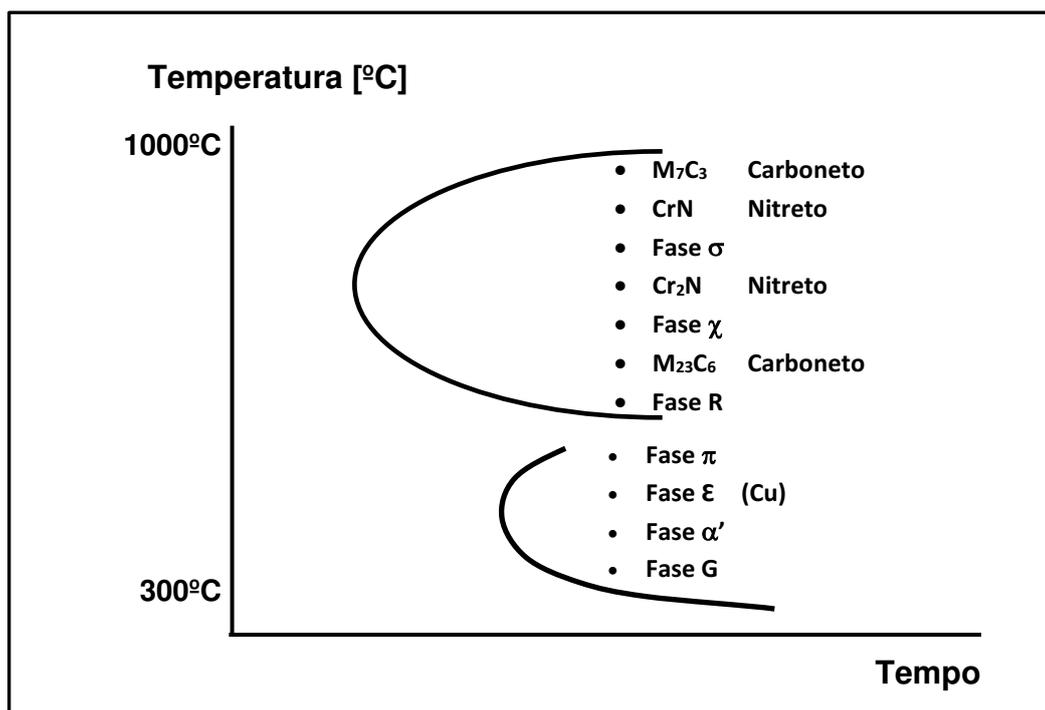
Tipo de precipitado	Formula química	Célula	Temperatura de formação em AID [°C]	Grupo espacial	Parâmetros de rede, [nm]	Propriedades
σ	$(Fe,Ni)_x(Cr,Mo)_y$	Tetragonal	600 – 1000	$P4_2/mnm$	a=0,879 c=0,454	Prejudicial para as propriedades mecânicas e corrosão
ϵ Nitreto de cromo	Cr_2N	Hexagonal Trigonal	700 – 900	$P31m$	a=0,480 c=0,447	Prejudicial para a resistência à corrosão
Nitreto de Cromo	CrN	Cúbico	-	$Fm\bar{3}m$	a=0,413 – 0,447	-
χ	$Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$ $(Fe,Ni)_{36}Cr_{16}Mo_4$	Cúbico	700 – 900	$I\bar{4}m$	a=0,892	Semelhante a fase σ , mas o teor de molibdênio é maior ($\approx 20\%$ em peso)
R		Romboédrico	550 – 650	$R3$	a=1,090 c=1,934	Fase rica em molibdênio (40% em peso), prejudicial para a tenacidade e a resistência à corrosão por <i>pitting</i> .
π	$Fe_7Mo_{13}N_4$	Cúbico	≈ 600	$P4_132$	a=0,647	Prejudicial para a tenacidade e a resistência à corrosão por <i>pittings</i> .
τ	Não determinado	Ortorrômbico	550 – 650	$Fmnm$	a=0,405 b=0,484 c=0,286	-
α'			300 - 525	$I4/m32/m$	a=2,86 – 2,88	Endurecimento e fragilização a 475°C
Carbonetos	$M_{23}C_6$ $(Cr, Fe, Mo)_{23}C_6$ $(Cr_{16}, Fe_5, Mo_2)C_6$	Cúbico	600 – 950	$Fm\bar{3}m$	a=1,056 – 1,065	É menos importante do que as outras fases devido ao baixo teor de carbono M7C3 nos AIDs.
	M_7C_3 $(Cr, Fe)_7C_3$	Ortorrômbico	950 - 1050	$Pnma$	a=0,452 b=0,699 c=1,211	

FONTE: (VERMA, 2017)

Considerado como sistema termodinamicamente metaestável, isso é fora de equilíbrio termodinâmico, os aços inoxidáveis quando solubilizados e resfriados em água, passam de uma estrutura estável em altas temperaturas para uma estrutura metaestável em temperatura ambiente. O material tende a se reestruturar para uma condição de equilíbrio, quando recebe energia na forma de calor, provenientes do processo de fabricação, essa condição de equilíbrio mais estável resulta na formação das fases deletérias. Existem três faixas críticas a

serem consideradas para os aços inoxidáveis duplex no que diz respeito a formação de fases deletérias, sendo estas: faixa acima de 1050 °C, o intervalo de 1050 °C a 600 °C e o intervalo de 600 °C a 300 °C, onde no diagrama TTT esquemático de precipitação de segunda fase nos aços inoxidáveis duplex (Figura 2.1-1) há uma representação destas fases (SOUZA, 2019).

Figura 2.3-1 - Diagrama TTT esquemático de precipitação de segunda fase nos aços inoxidáveis duplex



Fonte: (Adaptado de SOUZA, 2019)

2.3.1. FORMAÇÃO DA PRIMEIRA FASE AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

A formação da primeira fase se dá através da nucleação da austenita primária a partir da matriz ferrítica, na faixa de temperatura de resfriamento de 1350 °C até 800 °C. Essa nucleação forma uma rede cristalina contínua definida como contorno de grãos “*alloyed morphs*” ou austenita de contorno de grãos “*grain boundary austenite*” (GBA), além disso nesta faixa de temperatura há também a formação dos grãos de austenita de *witmanstatten* (WA) vindos da GBA, a austenita de *witmanstatten* quando comparados à matriz ferrita possuem um enriquecimento do Ni e possui menor quantidade de Cr, Mo e N, quando comparados ao GBA. Em sequência, com o efeito da taxa de resfriamento, há a

formação da austenita intergranular “*intragranular austenite*” (IGA), na qual requer maior energia de transformação e precipita mais tarde em temperaturas mais baixas, essa formação é mais propensa à corrosão por *pitting* por possuir elementos de liga como o Cr e o Mo inferiores que a GBA (VERMA, 2017).

A formação da austenita secundária (γ_2) se dá a partir do reaquecimento do aço inoxidável duplex, durante processos de soldagem a temperaturas abaixo da linha solvus ($\alpha/\alpha + \gamma$), do diagrama de fase ternário (Figura 2.1-3). Existem dois tipos de austenita secundária (γ_2), uma que se forma na faixa de temperatura de 800°C a 900°C nas interfaces ferrita delta / austenita, e a outra que se forma na faixa de temperatura de 800 °C a 1000 °C. No interior da ferrita delta, formam finas partículas aciculares, sua nucleação intragranular ocorre a partir das discordâncias e nas inclusões presentes na liga. Possui baixa concentração de Cr, e N, quando comparados à austenita primária, devido à precipitação do Cr_2N e $Cr_{23}C_6$. O crescimento lamelar da austenita secundária (γ_2) acompanhado do $Cr_{23}C_6$ retira o cromo da ferrita delta (δ) tornando-a empobrecida de Cr proporcionando uma redução na resistência a corrosão localizada na liga. Sua formação é comumente observada nas regiões de solda, como o MA e a ZTA. Os mecanismos de formação da austenita estão resumidos na tabela de tipos de austenita formada nos aços inoxidáveis duplex (Tabela 2.3.1-1) (HIGA, 2015; PEREIRA, 2019).

Tabela 2.3.1-1 - Tipo de austenita formada nos aços inoxidáveis duplex

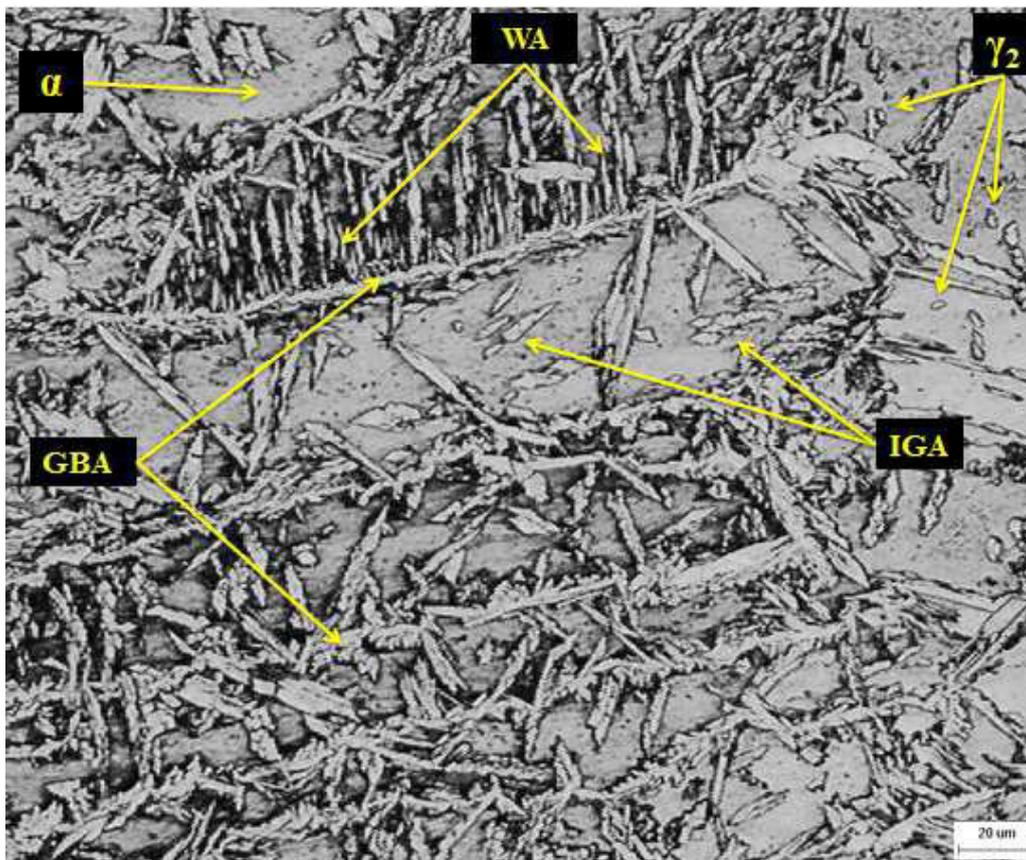
TIPO	FORMAÇÃO
Primária (γ_1)	Durante a solidificação: $L \rightarrow \delta + \gamma_1$
Secundária (γ_2)	Precipitação a partir da ferrita: $\delta \rightarrow \delta + \gamma_2$
Secundária (γ_2)	Reação eutetóide: $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$
Secundária (γ_2)	Reação eutetóide: $\delta \rightarrow Cr_{23}C_6 + \gamma_2$

FONTE: (HIGA, 2015)

Em seu trabalho, Souza (2019), a partir de seus experimentos de avaliação da soldabilidade dos aços inoxidáveis duplex pelo processo MIG/MAG, onde a partir da utilização de cinco diferentes energias de soldagem entre 0,5 kJ/mm e

0,7 kJ/mm, registrou a presença das quatro morfologias da austenita no metal de solda em todos os corpos de provas soldados, na Tabela 2.3.1-1 podem ser observados a austenita de contorno de grãos (GBA), austenita de witmanstatten (WA), austenita intragranular (IGA) e austenita secundária (γ_2), que pode ser intragranular ou intergranular, com crescimento a partir da austenita primária.

Figura 2.3.1-1 - Morfologias da Austenita



FONTE: (SOUZA, 2019)

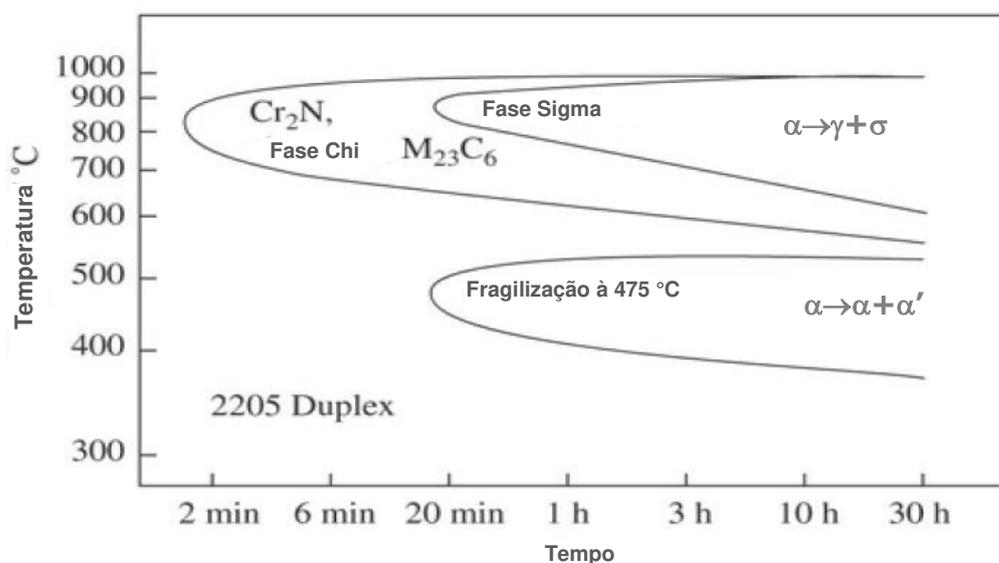
2.3.2. FORMAÇÃO DA SEGUNDA FASE E SEUS IMPACTOS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E ANTICORROSIVAS NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

2.3.2.1. CARBONETOS

Os Carbonetos de cromo ($Cr_{23}C_6$) e (Cr_7C_3) são metais duros que se precipitam primeiramente nas regiões de alta energia, como nos contornos de grãos, devido o decréscimo da solubilidade do carbono e nitrogênio na austenita a

precipitação desse metal, nos contornos de grãos, podem produzir a corrosão intergranular (VERMA, 2017). Nos aços inoxidáveis duplex a precipitação dos carbonetos (Cr_7C_3) se dá na faixa de temperatura de 950 °C à 1050 °C, enquanto a precipitação do (Cr_{23}C_6) ocorre em intervalos de temperaturas entre 500 °C até 950 °C. Tratamentos térmicos de recozimento da liga realizados na faixa de temperatura entre 900 °C a 700 °C são considerados mais críticos para o surgimento desse constituinte, tendo em vista o posicionamento da curva de transformação no diagrama de precipitação isotérmica (Figura 2.3.2.1-1), por estar localizado mais à esquerda, o que aumenta a velocidade de sua formação. Os dois carbonetos (Cr_7C_3 e Cr_{23}C_6) se precipitam predominantemente nos contornos de fase δ / γ , e menos frequentemente nos contornos δ / δ e γ / γ (HIGA, 2015; INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION, 2012).

Figura 2.3.2.1-1 - Diagrama de precipitação isotérmica



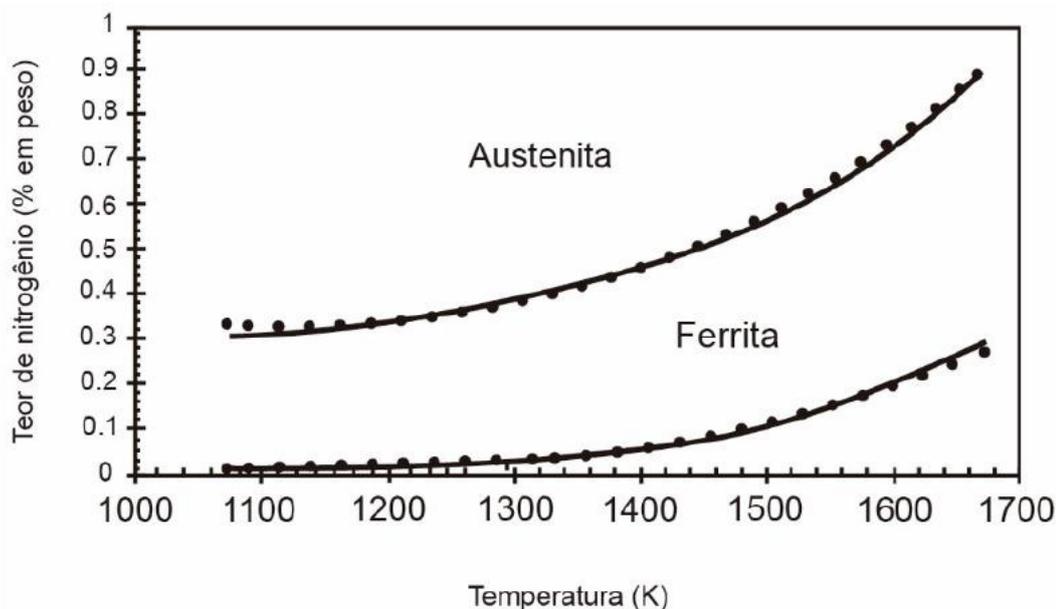
FONTE: (Adaptado de AZEVEDO, 2018)

Existem maneiras para mitigar a formação desses precipitados sendo elas a redução dos teores de carbono na liga a limites de 0,010 % a 0,020 % e, a adição de elementos formadores de carbonetos como o titânio e o nióbio, formando assim, preferencialmente, os carbonetos de titânio e carbonetos de nióbio ao invés dos Cr_{23}C_6 evitando assim a sensitização da liga. (GOMES, 2018).

2.3.2.2. NITRETOS

A adição de nitrogênio como elemento de liga nos aços inoxidáveis duplex tem como objetivo melhorar certas propriedades, dentre elas a resistência à corrosão por pite, corrosão por frestas e soldabilidade, além desses benefícios a inclusão do nitrogênio estabiliza a fase de austenita, nesta fase sua solubilidade é maior quando comparados a fase ferrítica, mesmo em altas temperaturas. Na Figura 2.3.2.2-1 há a representação do limite de solubilidade no N nas respectivas fases e o seu decaimento à redução de temperatura, à temperatura de 1000 K sua solubilidade é próxima de zero. (JUNIOR, 2018)

Figura 2.3.2.2-1 - Teor de nitrogênio calculado com Thermocalc na ferrita e austenita, na condição de equilíbrio, em função da temperatura para o AID 2304

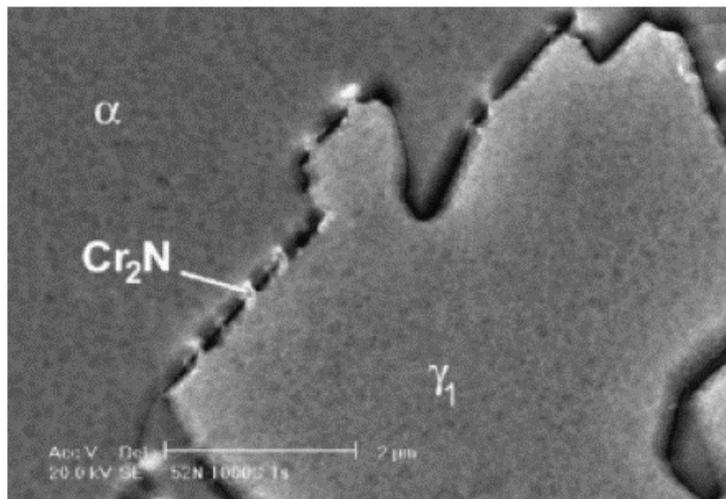


FONTE: (JUNIOR, 2018)

A formação dos nitretos de cromo (CrN , Cr_2N) se dá em temperaturas entre 900 °C até 700 °C, durante a formação da austenita pelo mecanismo de difusão, em uma condição de alta taxa de resfriamento da junta soldada, devido à baixa energia de soldagem aplicada pelo processo, esta condição resulta em altas quantidade de ferrita (70 %vol) na solda. A precipitação do nitretos de cromo ocorre na matriz ferrítica devido à baixa solubilidade do nitrogênio nesta matriz. A precipitação de Cr_2N e o alto teor de ferrita diminuem a resistência à baixa temperatura (VERMA, 2017). Os nitretos de cromo precipitados nos aços

inoxidáveis duplex podem levar a diminuição da resistência à corrosão, quando sua precipitação se dá nos contornos de grãos da ferrita delta / austenita (Figura 2.3.2.2-2) leva a formação da austenita secundária empobrecida de cromo (PEREIRA, 2019; JUNIOR, 2018).

Figura 2.3.2.2-2 - Cr_2N no contorno de grão ferrita/austenita na ZTA simulada de um aço USN S32550



FONTE: (JUNIOR, 2018)

2.3.3. PRECIPITAÇÕES INTERMETÁLICAS E SEUS IMPACTOS NAS PROPRIEDADES DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

2.3.3.1. PRECIPITAÇÃO DA FASE SIGMA (σ)

A precipitação da fase sigma (σ), por ter o potencial de se formar em quantidades significativas (até cerca de 30 % em volume) nos aços inoxidáveis duplex, é considerada a fase mais prejudicial para esse material. Existem três mecanismos de formação da fase sigma (σ) nos aços inoxidáveis duplex, sendo estes a nucleação e crescimento a partir da ferrita, a decomposição eutóide da ferrita gerando ferrita empobrecida em cromo e molibdênio e o crescimento a partir da austenita após o total consumo de ferrita (SANTOS, 2010).

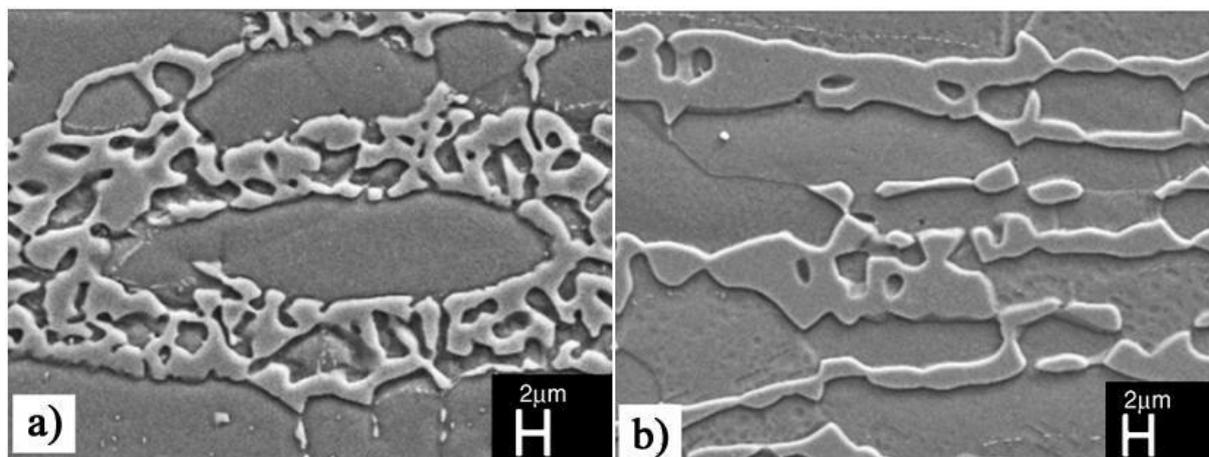
A fase sigma (σ) é uma fase intermetálica não magnética, frágil e dura, sendo responsável por reduzir a tenacidade e a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex, possui estrutura cristalina tetragonal complexa, com células

unitárias grande com $30^3 - 32^{54}$ átomos por unidade de célula (LUENGAS, 2017). Pode também alterara o tipo de fratura transgranular para intergranular conforme a quantidade de sigma (σ) aumenta (LLORCA-ISERN, Núria et al. 2016). Enriquecido com Cr, Mo e Si, este composto é mais deletério que os constituintes de segunda fase, sua formação se dá na faixa de temperaturas entre 1000 °C até 600 °C. Sua formação pode ser controlada através da modificação da temperatura de recozimento (VERMA, 2017).

A formação da fase σ se dá nas interfaces (δ / γ_2) e (δ / δ). Sua precipitação ocorre pela decomposição da ferrita (δ), através da reação eutetóide ($\delta \rightarrow \gamma_2 + \sigma$), a taxa de nucleação da fase sigma (σ) é diretamente proporcional à temperatura e inversamente proporcional ao tamanho de grão da ferrita. A exposição dos aços inoxidáveis duplex à um elevado aporte térmico, proveniente dos processos de soldagem e tratamentos térmicos, seguido de resfriamento lento leva à formação da fase sigma, esse fenômeno está correlacionado aos efeitos da temperatura na difusibilidade do Cr e do Mo (HIGA, 2015).

Segundo Santos (2010) à 750 °C um aço UNS S31803 a fase sigma apresenta uma estrutura descontínua denominada “coral” (*coral-structure*) (Figura 2.3.3.1-1.a), podendo ser confundida com a estrutura lamelar de decomposição eutetóide da ferrita, essa estrutura se forma devido ao alto número de núcleos no início da formação e a baixa difusão, causando supersaturação local e tendência à alta taxa de nucleação. À temperatura de 850 °C devido à menor taxa de nucleação e à alta taxa de difusão a temperaturas elevadas o mesmo material apresenta morfologia de sigma mais compacta (Figura 2.3.3.1-1.b).

Figura 2.3.3.1-1 - Morfologia da fase sigma correspondente às temperaturas de solubilização de:
(a) 750°C; (b) 850°C



FONTE: (SANTOS, 2010)

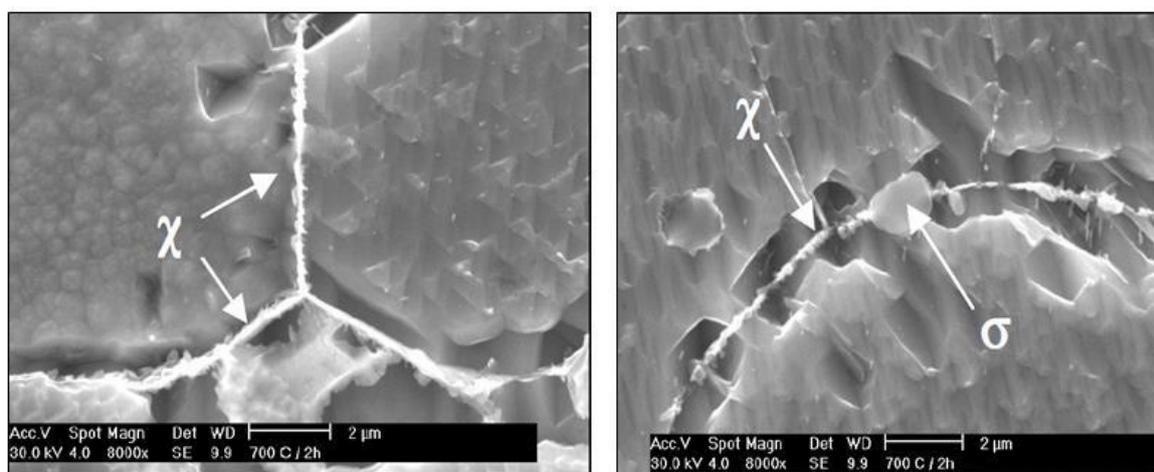
Segundo Azevedo (2018), a redução drástica da tenacidade e da resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex se dá devido a formação da fase sigma, que consome a maior parte da fase ferrítica da liga. Seus efeitos prejudiciais foram avaliados por testes de corrosão geral, potencial de corrosão, corrosão por frestas, corrosão intergranular e ensaio de corrosão por tensão. Azevedo (2018) explica também que a lamela de austenita separadas, denominada de austenita terciária, formadas na interface das fases ferrítica e austenítica, durante a decomposição eutectoide da ferrita na microestrutura duplex está livre de Mo e apresenta menor teor de Cr que a fase de austenita original. Essa formação é mais suscetível à decomposição do filme passivo. A aplicação de tratamentos térmicos de recozimento nos componentes na faixa de temperatura das duas fases, ferrítica e austenítica, realizados antes da nucleação das trincas e corrosão localizada por *pitting*, podem dissolver a fase sigma e a reconstituição das propriedades mecânicas e de corrosão dos aços inoxidáveis duplex.

2.3.3.2. PRECIPITAÇÃO DA FASE CHI (χ)

A fase Chi (χ) se precipita no sistema ternário Fe-Cr-Mo e nos sistemas quaternários Fe-Cr-Ni-Mo e Fe-Cr-Ni-Ti. Sua formação está relacionada a presença de Mo na liga em concentrações mínimas de 2 % em peso (HIGA, 2015), enquanto a fase sigma se precipita no sistema binário Fe-Cr. (JUNIOR,

2018). Por se tratar de uma fase rica em Mo e empobrecida em Cr a fase Chi (χ) é estável em baixas temperaturas. Na faixa de 600 °C à 900 °C se transforma em fase sigma (σ), em função do tempo, ou seja a fase Chi (χ) precipita antes da fase sigma (σ), passa a coexistir com a fase sigma (σ), e à medida que se aumenta o tempo de envelhecimento ela se transforma completamente na fase sigma (σ) (HIGA, 2015; SOUZA, 2019). A nucleação da fase Chi (χ) tem início nas interfaces (δ / γ_2) e (δ / δ) como pode ser observado na Figura 2.3.3.2-1.

Figura 2.3.3.2-1 - Imagens de MEV da fase σ e χ no aço inoxidável duplex envelhecido a 700 °C por 2 h, resfriado em água



FONTE: (HIGA, 2015)

Segundo LLORCA-ISERN, Núria et al. (2016) a fase Chi (χ) e a fase sigma (σ) geralmente são encontradas simultaneamente, portanto é difícil estudar seu efeito individual nas propriedades de impacto e na resistência à corrosão. A nucleação da fase Chi (χ) ocorre primeiramente nos limites dos contornos de grãos e depois nos limites gêmeos incoerentes e finalmente intragranularmente. Assim como a fase sigma (σ) os trabalhos a frio também aceleram a formação da fase Chi (χ).

2.3.3.3. PRECIPITAÇÃO DAS FASES α E α' (FRAGILIZAÇÃO À 475°C)

A fase α' precipita a partir da decomposição espinodal da ferrita, que se separa em duas composições diferentes da mesma fase, tornando-se ferrita rica em ferro (δ) e ferrita rica em cromo (α') (GOMES, 2018), a fase rica em Cr possui a faixa de temperatura de formação entre 300 °C e 550 °C, onde seu ponto mais

crítico de formação, através de envelhecimento térmico, é mais intenso na temperatura de 475 °C (Azevedo, 2018).

A decomposição espinodal é uma reação onde duas fases de diferentes composições químicas e propriedades de mesmas estruturas cristalinas se formam, no sistema Fe-Cr, devido à existência de um “*gap*” de miscibilidade nesse sistema, ocorrendo mediante a difusão e não havendo nucleação (SOUZA, 2019). Estando relacionado com o fenômeno de fragilização à 475 °C, a fase (α') pode elevar a dureza do material e provocar a diminuição de sua tenacidade (GOMES, 2018). O envelhecimento de aços inoxidáveis duplex entre as temperaturas de 280 °C e 500 °C resulta em significativa deterioração das propriedades mecânica do aço, sua dissolução pode ser alcançada com a aplicação de tratamento térmico, conhecido como reversão, onde o aquecimento à uma temperatura de 550 °C, no campo da fase ferrítica, por um tempo de patamar de aproximadamente 120 minutos. (Azevedo, 2018).

2.3.3.4. PRECIPITAÇÃO DAS FASES R E π

Segundo Verma (2017) a fase Laves (R) e fase (π), são fases também observadas nos aços inoxidáveis duplex, entretanto com menor frequência (VERMA, 2017). A fase Laves (R) precipita quando exposto por muito tempo a temperaturas entre 550 °C e 700 °C, podendo ocorrer tanto intragranular como intergranular, sendo esta última forma mais prejudicial à resistência à corrosão por *pitting* e a tenacidade. A fase (R) por possuir em torno de 40 % de molibdênio em sua composição causa o decaimento do percentual desse elemento na matriz ferrítica do aço inoxidável duplex (GOMES, 2018).

A fase π é responsável pela fragilização do material, reduzindo a resistência à corrosão e a tenacidade da liga, essa fase se precipita isotermicamente por volta dos 600 °C de forma intragranular, assim como a fase (R), possui estrutura cúbica e é rica em cromo e molibdênio (GOMES, 2018).

2.4. MECANISMOS DE DEGRADAÇÃO DAS PROPRIEDADES ANTICORROSIVAS NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX E SUPERAUSTENÍTICOS

Segundo TAN (2009) a alta concentração dos três elementos de liga (Cr, Mo, N) são importantes para a resistência à corrosão nos aços inoxidáveis duplex. Existe diferentes concentrações desses elementos de liga nas duas fases, onde o cromo e o molibdênio melhoram a fase da ferrita, e o nitrogênio a fase austenítica, resultando em diferentes níveis de resistências a corrosão entre eles. Além da composição química os tratamentos térmicos de recozimento, são importantes fatores que influenciam na resistência a corrosão localizada nos aços inoxidáveis duplex.

Dado uma composição química, a variação da temperatura de tratamento térmico de recozimento pode mudar a proporção das fases de ferrita e da austenita e ajustar à redistribuição dos elementos de liga nas duas fases, trazendo assim a variação da resistência à corrosão das fases. Outra questão importante são as execuções de soldagem e de tratamentos térmicos em temperaturas inapropriadas, onde estes também podem formar precipitados ricos em Cr, deletérios aos aços inoxidáveis, tais como os carbonetos (em ligas com $C > 0,03$ %), nitretos de cromo e fases intermetálicas (σ , χ , α' , R e π), que resultam na sensitização da liga. A sensitização é o processo de decaimento localizado da resistência à corrosão devido ao empobrecimento do percentual de Cr nas regiões próximas a formação desses precipitados (TAN, 2009).

Segundo Souza 2019, existem quatro formas localizadas de corrosão que podem atingir os aços inoxidáveis duplex, sendo estes a Corrosão por *pitting*, corrosão por frestas, corrosão intergranular e corrosão sob tensão.

2.4.1. RELAÇÃO DA SENSITIZAÇÃO E CORROSÃO INTERGRANULAR

Segundo Higa (2015) a formação da corrosão intergranular ocorre devido à sensitização de regiões no aço inoxidável duplex, devido à formação de precipitados deletérios ricos em Cr nos contornos de grãos, essas regiões adjacentes aos precipitados reduzem a capacidade do aço inoxidável duplex a resistirem ao meio corrosivo. Na estrutura bifásica do aço inoxidável duplex a fase

austenítica é mais sucessível ao ataque intergranular, os precipitados nucleiam preferencialmente nos contornos da interface δ/γ , uma vez que o coeficiente de difusão do Cr na austenita é menor que na ferrita.

A corrosão intergranular ocorre nos aços inoxidáveis superausteníticos devido a formação de carbonetos de cromo nos contornos de grãos, com o empobrecimento localizado nessa região, a liga tem sua propriedade anticorrosiva deteriorada permitindo assim a corrosão intergranular. Desta forma quanto maior o teor de carbono do material, maior também será a suscetibilidade de formação de carbonetos e maiores quantidades de cromo poderão ser removidos da solução sólida, que pode ocorrer nas juntas soldadas através de três mecanismos metalúrgicos distintos: sensitização, dissolução de precipitados e microsegregação de fósforo (MEIRA, 2015).

2.4.2. FISSURAÇÃO RELACIONADA À AMBIENTES CORROSIVOS NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

Corrosão sob tensão, *stress corrosion cracking* (SCC) é um termo genérico que descreve a iniciação e propagação de trincas em materiais sob a ação combinada de tensões de tração (aplicadas e/ou residuais) e um ambiente corrosivo. A multiplicidade de mecanismos levou à evolução de uma nomenclatura simplificada que descreve o SCC em termos dos ambientes que o causam, desta forma, os termos como, *chloride SCC*, *caustic SCC*, *polythionic acid SCC* e *sulfide SCC*, são geralmente utilizados para escrever o SCC dos aços inoxidáveis duplex em seus tipos de ambientes (BEN RHOUMA, A. et al. 2017).

Na indústria de óleo e gás, devido à presença de H_2S , ocorre o tipo de SCC mais comum desse seguimento, a fragilização por hidrogênio. A fragilização por hidrogênio nos aços inoxidáveis duplex foi observado em ambientes de sulfetos alcalinos, proteção catódica como a tubulação de DSS na água do mar, a principal razão para a fragilização por hidrogênio é a presença da fase ferrítica (CCC) na microestrutura dos aços inoxidáveis duplex. A austenita FCC menos sucessível à fragilização por hidrogênio (FARIAS, 2019).

O aço inoxidável, sob condições de carga de hidrogênio e na presença de estresse residual ou aplicado, pode ser suscetível a trincas por estresse induzidas

por hidrogênio e trincas por corrosão por estresse por fragilização por hidrogênio. A trinca nucleia e cresce preferencialmente na fase ferrítica, que é mais suscetível à fragilização por hidrogênio, propagando trincas quebradiças transgranulares nesta fase. A fase de austenita da microestrutura duplex pode falhar por rompimento dúctil, dependendo da quantidade de hidrogênio na rede, atuando como uma barreira física para a propagação adicional da fissura quebradiça dentro da fase de ferrita (FARIAS, 2019).

2.4.3. RELAÇÃO DA RESISTENCIA A CORROSÃO DOS AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX POR PITTING E O *PREM*

O fenômeno de corrosão por *pitting* é uma corrosão localizada que se inicia a partir da quebra do filme passivo devido ao ataque de íons de cloreto em solução aquosa, essa corrosão se caracteriza pela produção de cavidades angulosa com profundidade normalmente maior que o seu diâmetro (HA, 2014). Os pittings nucleiam em regiões intergranulares empobrecidas em Cr provenientes a formação de precipitados deletérios (carbonetos, nitretos e precipitados intermetálicos) (HIGA, 2015).

A corrosão por *pitting* é caracterizada como uma reação anódica, o efeito galvânico produz a diferença de potencial entre anodo e catodo acentuando a dissolução anódica, que é originando a alta densidade de corrente. A produção excessiva de cargas positivas ocorre devido à rápida dissolução do metal, proporcionando a migração de íons de cloreto para manter a neutralidade elétrica do processo. A formação de grandes quantidades de cloreto metálico se dá devido a elevada presença de íons de cloreto no interior da região de corrosão. O aumento da concentração de íons de H^+ , resultante da hidrólise do cloreto metálico, produz o aumento da acidez localizada, aumentando a dissolução do metal com o tempo. A diminuição de solubilidade do oxigênio (O_2) se dá devido a redução do pH dentro do *pitting*, passando a ocorrer nas regiões adjacentes, tendendo então a suprir a corrosão nestas áreas (PEREIRA, 2019).

Segundo Gomes (2018) as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex são diretamente relacionadas à microestrutura e ao balanço de fases que este apresenta, sendo a fase (α)

responsável pela resistência mecânica e a fase (γ) responsável pela resistência à corrosão, desta forma há uma relação direta do percentual de elementos químicos adicionados à liga e os ciclos térmicos aplicados, responsáveis pelo balanço das fases. Os elementos químicos responsáveis pela resistência à nucleação de *pitting* na fase (α) são o Cr e Mo e na fase (γ) o Ni.

Para a determinação da extensão da resistência a corrosão por *pitting* nos aços inoxidáveis é utilizado o conceito do (*PREN*) *pitting resistance equivalent*, esse conceito utiliza as porcentagens em peso de elementos que afetam a resistência da liga à corrosão por *pitting*, sendo estes o cromo, molibdênio e o nitrogênio, a Equação 2.4.3-1 é a mais utilizada para o cálculo do *PREN* dos aços inoxidáveis duplex, enquanto a Equação 2.4.3-2 com pequena variação nos percentuais de Ni é mais aplicável ao aço inoxidável superaustenítico. Devido os aços inoxidáveis duplex possuírem o particionamento dos elementos de liga entre as duas fases, as mesmas irão apresentar valores de *PREN* diferentes entre si. Os aços inoxidáveis duplex podem ser classificados por seus valores de *PREN* que podem variar de 24 para a classe 2304 a 40 para a classe “super” duplex, o valor de *PREN* 40 é frequentemente usado para definir o grau do superduplex (API, 2011). Segundo TAN (2009) comparados aos demais aços inoxidáveis duplex a classe superduplex apresenta elevada resistência mecânica e melhor resistência a corrosão, especialmente em corrosão localizada por *pitting* e SSC em ambiente de alta concentração de cloretos.

Equação 2.4.3-1 - Pitting resistance equivalent para aços inoxidáveis Duplex.

$$PREN = \%Cr + 3,3(\%Mo) + 16(\%N)$$

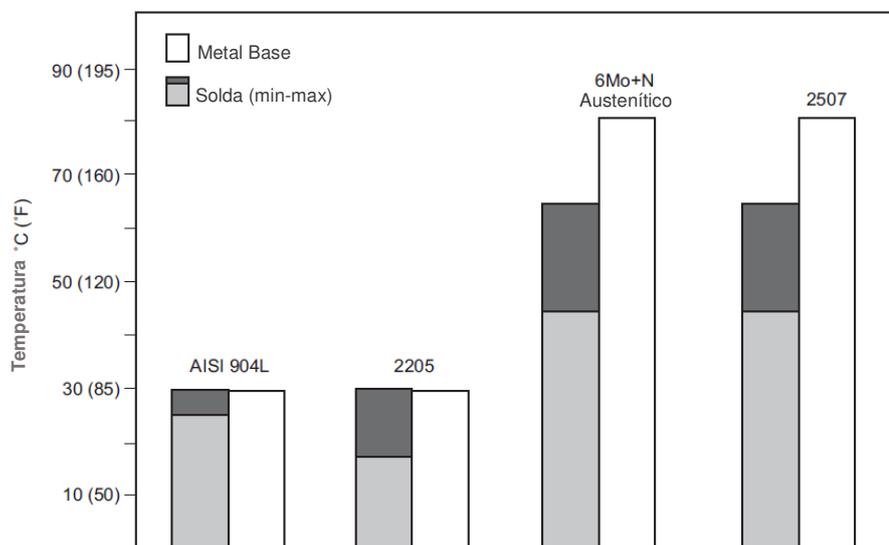
Equação 2.4.3-2 - Pitting resistance equivalent para aços inoxidáveis Superaustenítico.

$$PREN = \%Cr + 3,3(\%Mo) + 30(\%N)$$

A CPT (*critical pitting temperature*) é outra ferramenta comumente utilizada para a determinação da resistência a corrosão por *pitting*, os fatores de serviço que afetam a agressividade do ambiente incluem a temperatura, a concentração de cloreto, concentrações de oxigênio, outros constituintes oxidantes e pH. A ASTM G48 método A apresenta a metodologia mais comum para a determinação

do CPT (API, 2011). A Figura 2.4.3-1 traz um comparativo dos resultados dos testes aplicados em aços inoxidáveis austeníticos e aços inoxidáveis duplex.

Figura 2.4.3-1 - Comparativo da resistência a CPT pelo ASTM G48 método A



FONTE: (Adaptado de API, 2011)

Segundo Ha (2014) em seu trabalho de análise da relação entre a fração de ferrita e a resistência à corrosão por *pitting* em aços inoxidáveis duplex 2205, onde corpos de prova padronizados de aço inoxidável duplex 2205 (UNS S32205) foram submetidos à 5 temperaturas de recozimento distintas (1050 °C, 1090 °C, 1130 °C, 1165 °C e 1195 °C em patamar de 1 hora), baseadas no diagrama de equilíbrio obtidas através do *software Thermo-Calc*, os diferentes tratamentos térmicos de recozimento resultaram em diferentes frações volumétricas da fase (α) (44 %, 48 %, 50 %, 57 %, 63 %) respectivamente. A partir dessas frações volumétricas da fase (α), foram calculados os valores de PREN de cada fase para cada tratamento térmico de recozimento.

Para o cálculo da fase α ($PREN_{\alpha}$) foi utilizado a Equação 2.4.3-3.

Equação 2.4.3-3

$$PREN_{\alpha} = [Cr] + 3,3[Mo]$$

Para o cálculo da fase γ ($PREN_{\gamma}$) foram utilizados os valores os coeficientes 16[N] Equação 2.4.3-4 e o coeficiente 30[N] Equação 2.4.3-5.

Equação 2.4.3-4

$$PREN_{\gamma 16} = Cr + 3,3[Mo] + 16[N] - [Mn]$$

Equação 2.4.3-5

$$PREN_{\gamma 30} = Cr + 3,3[Mo] + 30[N] - [Mn]$$

Como resultado foi observado que, conforme a fração volumétrica da fase (α) variava de 44 % a 63 % seu valor de ($PREN_{\alpha}$) reduzia de 39 a 36, conseqüentemente os valores de ($PREN_{\gamma}$) aumentava.

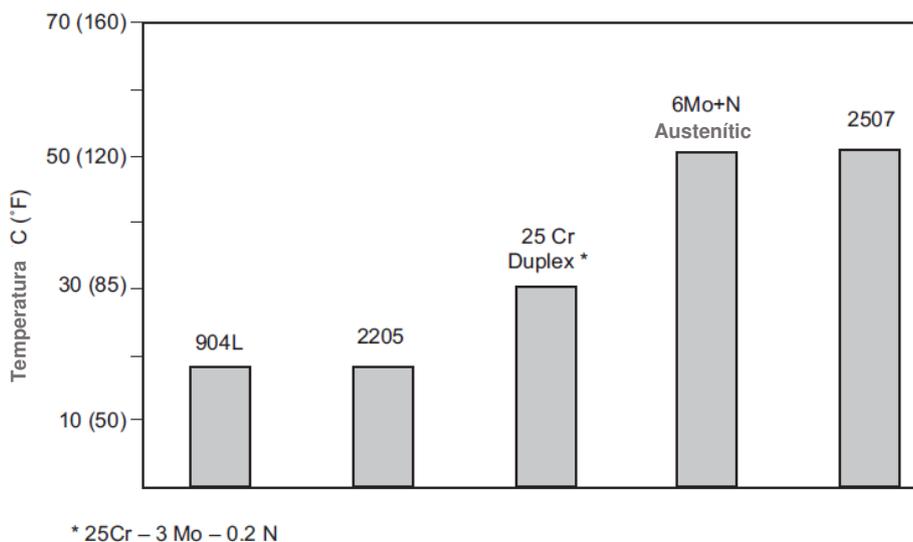
$$PREN_{\gamma 16} \quad (32,3 \text{ para } 36,0)$$

$$PREN_{\gamma 30} \quad (35,9 \text{ para } 39,2).$$

Ha (2014) concluiu que os teores de Cr e Mo na fase α foram reduzidos com o aumento da fração α , enquanto a concentração de N na fase γ aumentou com o aumento da fração α , desta forma foi observado no teste de polarização potenciodinâmica a diminuição significativa da resistencia a corrosão na amostra com fração α de 63 % de volume.

Segundo Gomes (2018) a resistência a corrosão por frestas está bastante relacionada à corrosão por *pitting*. A temperatura crítica de corrosão por fresta é uma metodologia similar à apresentada pelo CPT e é determinada pela norma ASTM G48 Test método B, esse método fornece resultados de temperatura mais baixa na qual indica ser um teste mais severo, na Figura 2.4.3-2 apresenta um comparativo do teste ASTM G48 Test método B, para alguns aços inoxidáveis austeníticos e aços inoxidáveis duplex. (API, 2011).

Figura 2.4.3-2 - Comparativo da resistência a CPT pelo ASTM G48 método B



FONTE: (Adaptado de API, 2011)

2.5. INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS DE SOLDAGEM DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX E SUPERAUSTENÍTICOS

Segundo KARLSSON (2012) os aços inoxidáveis vêm desempenhando um importante papel nos setores industriais, atualmente há uma ampla gama de classes de ligas que oferecem atraentes combinações de alta resistência mecânica e boa resistência à corrosão, graças à combinação de fases em sua microestrutura, podendo variar entre as classes *Lean* até as classes superduplex de alta liga e também classes hyperduplex para aplicações mais exigentes. Um marco importante na vida dos aços inoxidáveis duplex foi a *International Conference on duplex Stainless steel* realizada em Beaune 1991, que marcou uma mudança radical em sua imagem, onde antes visto como um material exótico, raramente utilizado e difícil de soldar, passou a ser visto como uma liga moderna e, a partir daí passou a ser considerado por muitos como uma alternativa realista e interessante aos aços inoxidáveis consagrados. Neste evento foram apresentadas novas concentrações de elementos químicos e aumento nos percentuais de nitrogênio, como consequência foram alcançadas melhorias na soldabilidade e resistência à corrosão, não apenas na classe 2205, mas também nos aços inoxidáveis superduplex, que foram reprojatados para melhor resistência à corrosão, a soldabilidade e diminuir a tendência à formação de fases deletérias.

Na engenharia, a soldagem é um processo de fabricação geralmente utilizado na manufatura de equipamento, entretanto durante a fusão da soldagem, os componentes envolvidos no processo (metal de base e metal de adição) são submetidos a ciclos térmicos de soldagem, ao qual irão variar o balanço de fases δ/γ e conduzir a precipitação de fases deletérias da liga, conseqüentemente contribuirão para o decréscimo das propriedades mecânicas, propriedades anticorrosivas e o aumentando à suscetibilidade de corrosão localizada (GENG, 2015). Um dos fatores que devem ser considerados na soldagem dos aços inoxidáveis duplex para minimizar os efeitos dos ciclos térmicos é o controle da energia de soldagem, que devem estar entre o intervalo de 0,5 a 1,5 kJ/mm (TURIBUS, 2014).

A intensidade de calor entregue por unidade de comprimento durante a soldagem é representada pela energia de soldagem (E), expressa em (J/mm). Através da Equação 2.5-1 ela relaciona a potência de uma fonte de energia em watts (J/s), essa potencia é definida pelo produto entre a tensão (V) e a corrente elétrica (I), com a velocidade de deslocamento da fonte de calor (v), dada em (mm/s) (POLINSKI, 2017). Tendo em vista que durante o processo de soldagem parte da energia gerada pelo arco elétrico é transmitida para o metal de base e parte dela é dissipada por radiação e por convecção para o meio circundante (η) representa a eficiência térmica do processo de soldagem, para o processo de soldagem TIG, utilizado nesta pesquisa, está entre 0,4 e 0,8 (TURIBUS, 2014).

Equação 2.5-1

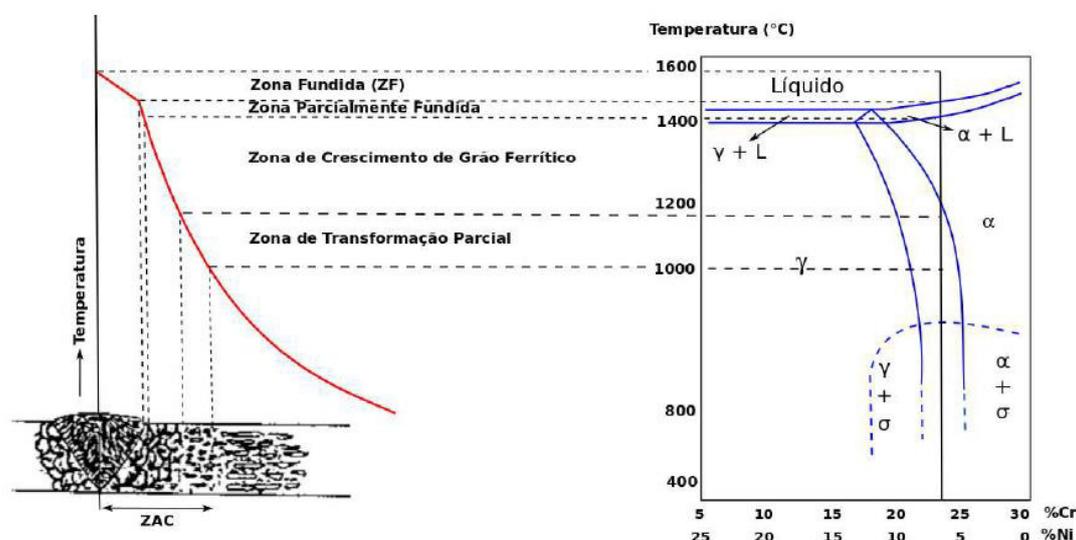
$$E[kJ/mm] = \eta \times \frac{V[V] \times I[A] \times 0,006}{v[cm/min]}$$

Segundo Polinski (2017) durante a soldagem a formação excessiva de uma estrutura ferrítica, nos aços inoxidáveis duplex, se dá devido à aplicação de uma baixa energia de soldagem, onde há o aumento da taxa de resfriamento da junta, essa estrutura predominantemente ferrítica possibilita a formação de nitretos de cromo no interior de seus grãos, essa condição pode prejudicar as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão da liga, por outro lado a aplicação de uma alta energia de soldagem diminui a taxa de resfriamento da junta, facilitando a

formação da austenita e aumentando as chances de formação da fase sigma e outras fases intermetálicas, além disso há a formação de grão mais grosseiros na região da solda e um aumento da extensão da ZTA.

A Figura 2.5-1 mostra as principais zonas de transformação introduzidas pelo calor no processo de soldagem, nessas zonas as microestruturas podem variar a partir da poça de fusão até a ZTA (TURIBUS, 2014).

Figura 2.5-1 - Diagrama das mudanças ocorridas na junta soldada dos Aços Inoxidáveis Duplex



FONTE: (TURIBUS, 2014)

Segundo Geng (2015) durante o processo de soldagem há a formação de diferentes microestruturas ao longo da junta soldada, essa variação se dá devido à distribuição não uniforme da temperatura dos ciclos térmicos da solda, ao qual indica que toda zona diferente da solda possui diferentes propriedades mecânicas e resistência à corrosão. Em geral a junta soldada pode ser dividida em três principais zonas de transformação sendo estas, o metal de solda (WMZ) *weld metal zone*, ZTA de alta temperatura (HT-HAZ) *high temperature heat affected zone* e ZTA de baixa temperatura (LT-HAZ) *low temperature heat affected zone*. Onde a subdivisão da ZTA, em duas zonas, se dá pela delimitação da temperatura da linha *solvus*, linha de solubilidade no estado sólido da ferrita onde o aço está completamente ferritizado, A HT-HAZ é obtida a partir do limite superior da

temperatura *solvus* da ferrita e para a LT-HAZ esta é formada no limite inferior desta temperatura (TURIBUS, 2014).

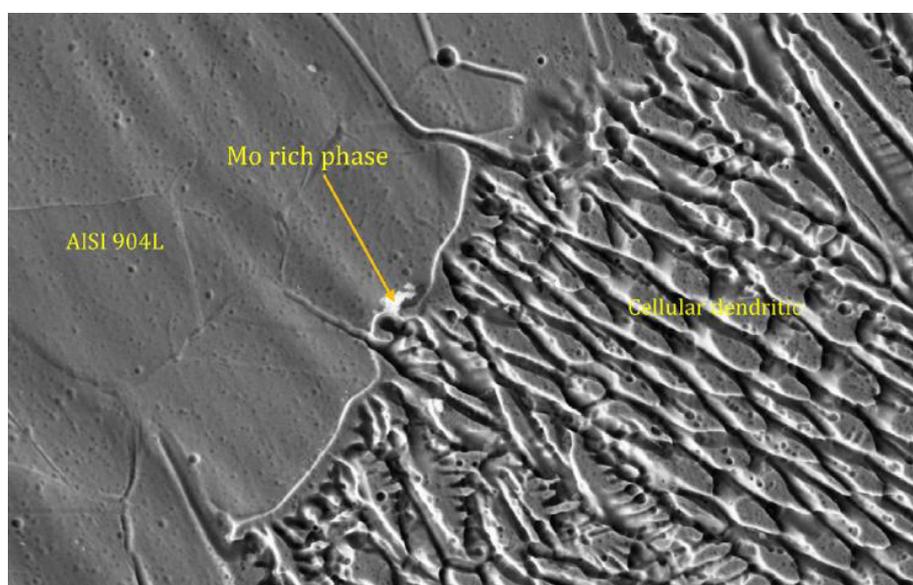
Os parâmetros de soldagem, a geometria da junta e composição química do aço inoxidável duplex, determina a extensão da região submetida à temperatura elevadas. Na zona fundida a solidificação ocorre com a ferrita em temperaturas de 1450 °C, durante o resfriamento a estrutura ferrítica se mantém até a temperatura de *solvus* da ferrita, a precipitação da fase austenítica, a partir da fase ferrítica na zona fundida, é promovida pela composição química desta região e pelo controle do ciclo térmico a que a junta soldada é submetida. (TURIBUS, 2014).

ZHANG (2012), em seu estudo concluiu que o comportamento das propriedades mecânicas e resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex, na zona fundida e da ZTA, quando soldados pelo processo TIG, estão claramente associados à razão das fases δ/γ fortemente equilibrada e a distribuição homogênea dos elementos de adição (Cr, Mo, Ni) em ambas as fases. Outro ponto observado pelo autor foi que a ferrita, formada na zona fundida é mais suscetível a sofrer ataques de corrosão por *pitting* do que a austenita formada na mesma região, devido à distribuição média de Cr e Mo nas duas fases e o baixo teor de N na ferrita. Após o PWHT as precipitações de nitretos são novamente dissolvidas na matriz e a evolução da microestrutura, na zona fundida e na ZTA são controladas principalmente pela difusão incompleta dos elementos de liga até o aparecimento do estado de equilíbrio. Outro ponto observado foi que a fração volumétrica de ferrita na zona fundida e na ZTA diminui com o aumento da temperatura de PWHT até 1080°C, acima desse valor há o aumento desta fração, o estado de equilíbrio é alcançado a 1080°C.

A soldagem dos aços inoxidáveis superausteníticos, produz uma estrutura austenítica estável devido ao elevado teor de elementos gamagênicos. A formação da fase austenítica é obtida durante a solidificação do cordão de solda por solidificação primária da austenita (MEIRA, 2015). Devido ao alto teor de Mo, juntamente com os elementos de liga Cr, N e Cu, em percentuais elevados, proporcionam a essa liga excelente resistência a corrosão por *pitting* e corrosão sobtensão por cloretos. Durante a soldagem os aços inoxidáveis superausteníticos

podem apresentar problemas que degradam essas propriedades, destes o principal é a microsegregação de Mo nas regiões interdendríticas na zona de fusão, devido a sua baixa solubilidade na fase γ . Essa microsegregação proporciona a redução do teor de Mo a níveis quase nulos, nas regiões interdendríticas da zona de fusão, reduzindo drasticamente as propriedades mecânicas e a resistência ao ataque de corrosão localizada (DAGUR, 2017), na Figura 2.5-2 pode ser observado as estruturas das fases ricas em Mo e as células dendríticas de uma junta dissimilar entre AISI 904L e ER 2553.

Figura 2.5-2 - Microestrutura de interface de solda dissimilar com metal de base AISI 904L e consumível de soldagem ER2553 com processo PCGTA



FONTE: (DAGUR, 2017)

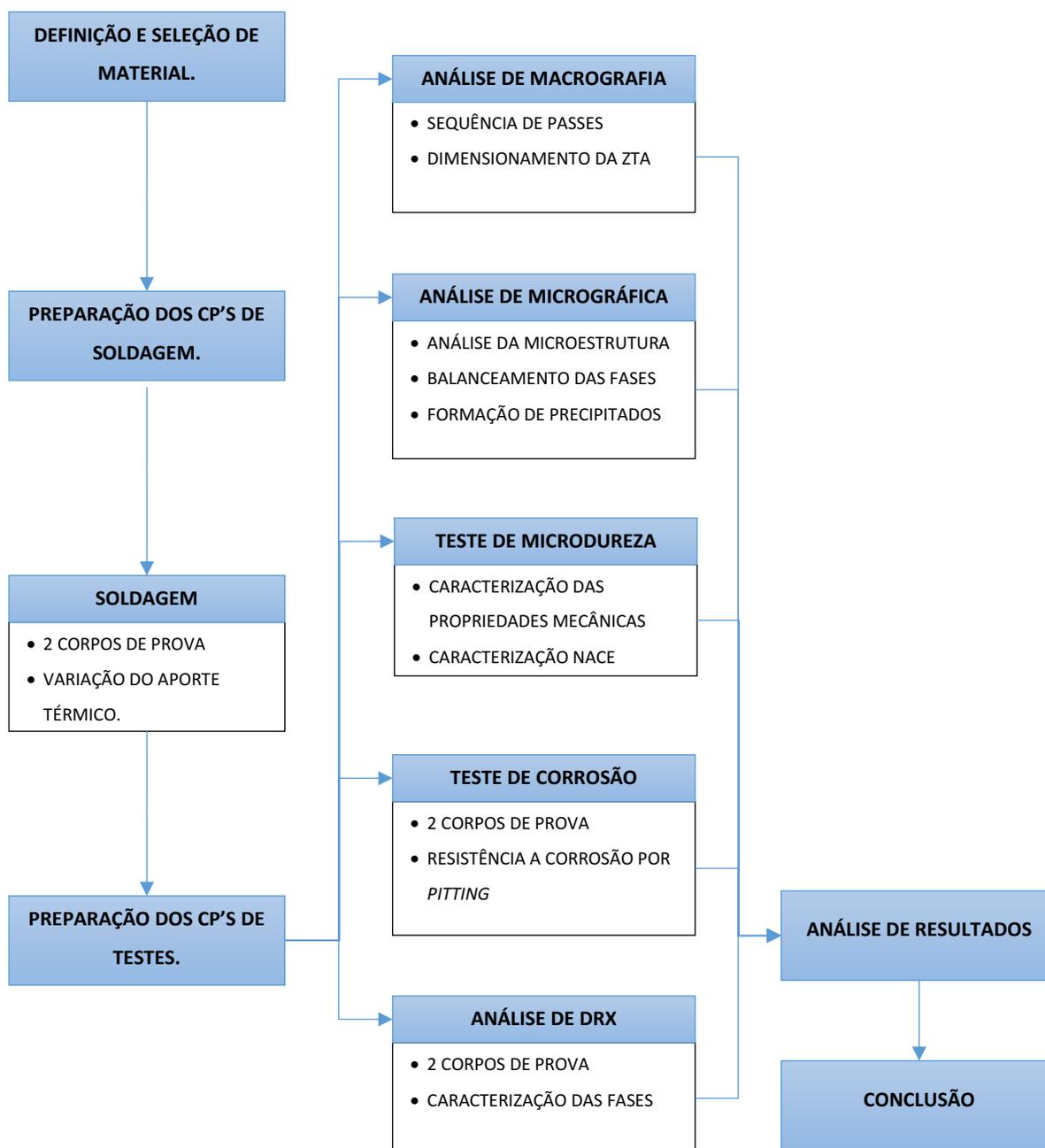
Outro o fenômeno recorrente na soldagem dos aços inoxidáveis superausteníticos é a formação da trinca de solidificação, esse fenômeno ocorre quando há a segregação de elementos de baixo ponto de fusão (Pb, S, Si) provocando a formação compostos de baixo ponto de fusão no metal de solda, essas trincas se formam devido à combinação desses compostos e as tensão de contração durante a solidificação do metal de solda. Uma forma de dirimir a perda da resistência a corrosão, devido a formação de precipitados de fases deletérias e pela segregação de elementos de baixo ponto de fusão, é a utilização de consumíveis de soldagem com maiores teores de Mo, desta forma mesmo que esses mecanismos se formem durante a soldagem a solda manterá o teor de Mo

dissolvido na matriz austenítica necessário para garantir as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão (MEIRA, 2015).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo tem como objetivo descrever as atividades relacionadas ao desenvolvimento desse estudo assim como o planejamento das etapas, seleção de material, obtenção dos corpos de prova, definição de testes, ensaios e equipamentos envolvidos nas atividades. Na Figura 3-1 representa o fluxograma das atividades de experimentação adotado para o trabalho.

Figura 3-1 – Fluxograma das etapas da experimentação



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

3.1. CARACTERIZAÇÃO DO METAL DE BASE

O metal de base utilizado no experimento foi uma chapa de aço inoxidável duplex UNS S31803/UNS S32205 nº de corrida 41182, fabricada atendendo as especificações da ASTM A240M-18 a e ASTM A480M-18, nas dimensões de 10mm de espessura, 200mm de largura e 450mm de comprimento, submetida a tratamento térmico de solubilização a uma temperatura de patamar de 1100 °C seguido de resfriamento rápido em água.

Na Tabela 3.1-1 abaixo representa a transcrição da composição química do da chapa informado no certificado de qualidade nº 407215R00 fornecida pela usina OUTOKUMPU. A composição química informada no certificado está de acordo com os valores especificados na norma ASTM A480M-18.

Tabela 3.1-1 - Composição química do metal de base

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N
MIN	0,000	0,00	0,00	0,000	0,000	22,0	4,50	3,00	0,14
MAX	0,030	1,0	2,0	0,030	0,020	23,0	6,50	3,50	0,20
41182	0,018	0,43	0,87	0,021	0,001	22,6	5,95	3,25	0,16

FONTE: (OUTOKUMPU, 2015)

Na Tabela 3.1-2 abaixo representa a transcrição da os valores de resistência mecânica apresentados no certificado de qualidade nº 407215R00 fornecida pela usina OUTOKUMPU.

Tabela 3.1-2 - Propriedades mecânicas do metal de base

	RP N/mm²	RM N/mm²	A50 %	HRC
MIN	450	655	25	
MAX				31
4101	545	783	37	21

FONTE: (OUTOKUMPU, 2015)

3.2. CARACTERIZAÇÃO DO METAL DE ADIÇÃO

O material de adição selecionado para a execução da soldagem foi a vareta sólida de aços inoxidável superaustenítico ER 385 904L UNS N08904, com diâmetro de 3,2mm, fabricado atendendo as especificações da norma AWS A5.9/A5.9: ER 385 ASME SFA-A5.9: ER 385.

Na Tabela 3.2-1 abaixo representa a transcrição da composição química da vareta sólida, informado no certificado de qualidade nº 105751 fornecida pela empresa Novametal. A composição química informada no certificado está de acordo com os valores especificados na norma AWS A5.9/A5.9: ER 385 ASME SFA-A5.9: ER 385.

Tabela 3.2-1 - Composição química do metal de adição

	C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	N
MIN						23,0	19,00	4,0	
MAX	0,020	2,00	1,00	0,035	0,045	28,0	23,00	5,0	0,1
58802	0,009	1,56	0,3	0,0005	0,015	25,01	19,9	4,28	0,05

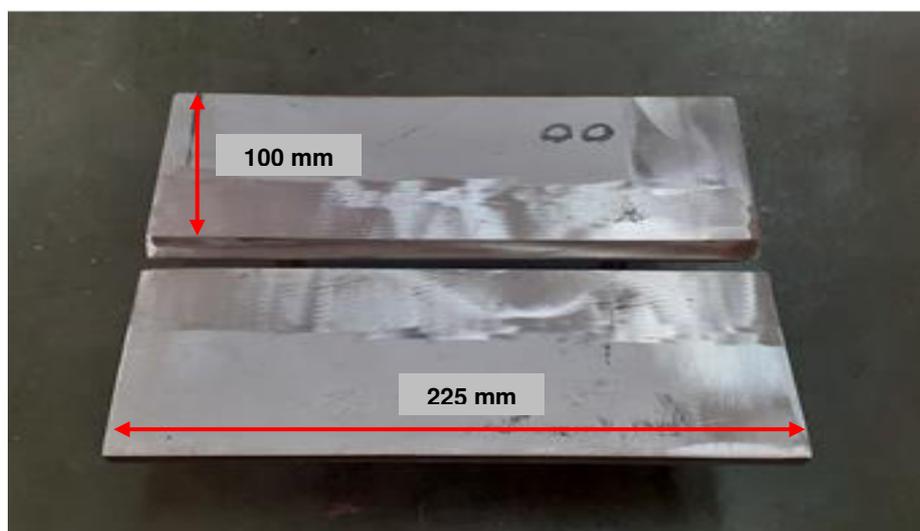
FONTE: (NOVAMETAL, 2018)

3.3. DEFINIÇÃO DOS CORPOS DE PROVA DE SOLDAGEM

Para o experimento foi adotado como premissa a soldagem de 2 corpos de provas com a variação dos parâmetros de soldagem. As parametrizações das variáveis de soldagem foram definidas com base em duas especificações de procedimentos de soldagem (EPS), qualificados com base nos critérios da ASME IX, o CP-01 foi adotado os parâmetros aplicáveis à soldagem de aço inoxidável duplex e o CP-02 os parâmetros aplicáveis para à soldagem de aço inoxidável austenítico.

A definição das dimensões dos corpos de prova de soldagem foi realizada atendendo os requisitos especificados nas duas EPS, com espessura de 10 mm; 225 mm de comprimento e 100 mm de largura. Na Figura 3.3-1 é apresentado o croqui do corpo de prova antes e após a soldagem.

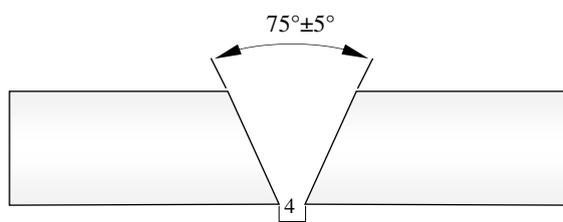
Figura 3.3-1 - Dimensões do corpo de prova de soldagem



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Na Figura 3.3-2 representa o croqui dos chanfros adotado para a execução da soldagem dos CP-01 e CP-02, essa configuração atende aos parâmetros especificados nas EPS's adotadas para esse estudo.

Figura 3.3-2 - Croqui do chanfro adotado para os CP-01 e CP-02

**NOTA:**

FACE DA RAIZ: 0 mm
ESPESSURA DA PEÇA: 12 mm

FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

3.4. PROCESSO DE SOLDAGEM E PARÂMETROS DE SOLDAGEM

O processo de soldagem manual TIG (*Tungsten Inert Gas*) foi escolhido para a execução do corpo de prova tendo em vista o baixo aporte térmico que este processo introduz à soldagem quando comparados aos processos de soldagem convencionais (SMAW, SAW, GMAW e FCAW), outro fator é o maior controle da

poça de fusão e excelente acabamento do cordão de solda que esse processo proporciona. O tipo de corrente utilizado no processo foi a corrente contínua (cc) com a polaridade direta (-). Para a realização da soldagem foi utilizado a máquina de solda Miller CST 280, com fonte Inversora. A soldagem foi realizada na posição plana (1G), para a proteção da poça de fusão foi utilizado o gás argônio com 99,9% de pureza e a vazão foi controlada entre 10 – 15 l/min para atender os parâmetros estabelecidos nas EPS.

O experimento consiste na soldagem de dois corpos de prova (CP-01 e CP-02), o CP-01 foi soldado utilizando os parâmetros de soldagem aplicados ao aço inoxidável duplex descrito na Tabela 3.4-1.

Tabela 3.4-1 - Parâmetros de soldagem da EPS para soldagem de aço inoxidável duplex

PASSE	CAMADA	METAL DE ADIÇÃO		CORRENTE		TENSÃO (V)	TEMPO (S)	VELOCIDADE (mm/min)	ENERGIA DE SOLDAGEM (KJ/mm)
		CLASSF.	Ø (mm)	TIPO	VALOR (A)				
RAIZ	RAIZ	ER 2594	3,2	CC-	90-160	10-15	135	120	0,80-1,2
ENCH.	ENCH.	ER 2594	3,2	CC-	90-160	10-15	135	120	0,80-1,2
ACAB.	ACAB.	ER 2594	3,2	CC-	90-160	10-15	135	120	0,80-1,2

FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

O CP-02 foi soldado utilizando os parâmetros de soldagem aplicados ao aço inoxidável austenítico descrito na Tabela 3.4-2.

Tabela 3.4-2 - Parâmetros de soldagem da EPS para soldagem de aço inoxidável austenítico

PASSE	CAMADA	METAL DE ADIÇÃO		CORRENTE		TENSÃO (V)	TEMPO (S)	VELOCIDADE (mm/min)	ENERGIA DE SOLDAGEM (KJ/mm)
		CLASSF.	Ø (mm)	TIPO	VALOR (A)				
RAIZ	RAIZ	ER	3,2	CC-	73-75	09-10	N/A	N/A	N/A
ENCH.	ENCH.	ER	3,2	CC-	90-92	09-10	N/A	N/A	N/A
ACAB.	ACAB.	ER	3,2	CC-	84-87	09-10	N/A	N/A	N/A

FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

A soldagem foi realizada no site de uma empresa de construção e montagem sediada no município de Rio Grande, de forma a minimizar os problemas de defeitos oriundos de habilidade manual do soldador, foi utilizado profissional qualificado para a execução das duas EPS, os parâmetros de execução da soldagem obtidos no CP-01 e CP-02 são representados na Tabela 3.4-3 e Tabela 3.4-4 respectivamente.

Tabela 3.4-3 - Parâmetros da execução da soldagem do CP-01 com base na EPS de aço inoxidável duplex

PASSE	CAMADA	METAL DE ADIÇÃO		CORRENTE		TENSÃO (V)	TEMPO (min)	VELOCIDADE (cm/min)	ENERGIA DE SOLDAGEM (KJ/mm)
		CLASSF.	Ø (mm)	TIPO	VALOR (A)				
1	1	ER 385	3,2	CC-	196	9,4	5,38	4,18	2,12
2	2	ER 385	3,2	CC-	90,6	10,3	2,00	11,25	0,40
3	3	ER 385	3,2	CC-	90,7	10,5	2,23	10,07	0,45
4	4	ER 385	3,2	CC-	192	10,2	1,80	12,50	0,75
5	4	ER 385	3,2	CC-	195	10,3	1,88	11,95	0,81
6	5	ER 385	3,2	CC-	165	10,5	2,25	10,00	0,83
7	5	ER 385	3,2	CC-	167	10,4	2,37	9,51	0,88
8	6	ER 385	3,2	CC-	130	10,3	1,50	15,00	0,43
9	6	ER 385	3,2	CC-	128	10,5	1,47	15,34	0,42
10	7	ER 385	3,2	CC-	129	10,3	1,48	15,17	0,42
11	7	ER 385	3,2	CC-	130	10,3	1,78	12,62	0,51
12	8	ER 385	3,2	CC-	130	10,5	2,68	8,39	0,78
13	9	ER 385	3,2	CC-	127	10,7	2,52	8,94	0,73
14	10	ER 385	3,2	CC-	129	11,5	1,37	16,46	0,43
15	10	ER 385	3,2	CC-	128	11,2	1,33	16,88	0,41

NOTA:
Temperatura de pré-aquecimento de 19°C, temperatura de interpasse 120°C.

FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Tabela 3.4-4 - Parâmetros da execução da soldagem do CP-02 com base na EPS de aço inoxidável superaustenítico

PASSE	CAMADA	METAL DE ADIÇÃO		CORRENTE		TENSÃO (V)	TEMPO (min)	VELOCIDADE (cm/min)	ENERGIA DE SOLDAGEM (KJ/mm)
		CLASSF.	Ø (mm)	TIPO	VALOR (A)				
1	1	ER 904L	3,2	CC-	100	9,9	4,48	5,02	0,95
2	2	ER 904L	3,2	CC-	101	9,7	4,25	5,29	0,89
3	3	ER 904L	3,2	CC-	101	8,7	4,85	4,64	0,91
4	4	ER 904L	3,2	CC-	102	9,1	4,52	4,98	0,89
5	4	ER 904L	3,2	CC-	101	9	5,23	4,30	1,01
6	5	ER 904L	3,2	CC-	96,8	8,7	4,43	5,08	0,80
7	5	ER 904L	3,2	CC-	98	9,2	3,08	7,30	0,59
8	5	ER 904L	3,2	CC-	97,5	9,3	2,75	8,18	0,53
9	6	ER 904L	3,2	CC-	102	9,2	3,47	6,49	0,69
10	6	ER 904L	3,2	CC-	102	9,3	4,45	5,06	0,90
11	6	ER 904L	3,2	CC-	101	9,7	3,58	6,28	0,75
12	7	ER 904L	3,2	CC-	96	9,9	3,15	7,14	0,64
13	7	ER 904L	3,2	CC-	96	9,7	3,08	7,30	0,61
14	7	ER 904L	3,2	CC-	96	9,8	3,15	7,14	0,63
15	8	ER 904L	3,2	CC-	95	9,7	2,97	7,58	0,58
16	9	ER 904L	3,2	CC-	95	9,8	2,73	8,23	0,54

17	9	ER 904L	3,2	CC-	96	9,7	2,72	8,28	0,54
NOTA:									
Temperatura de pré-aquecimento de 19°C, temperatura de interpasse 50°C.									

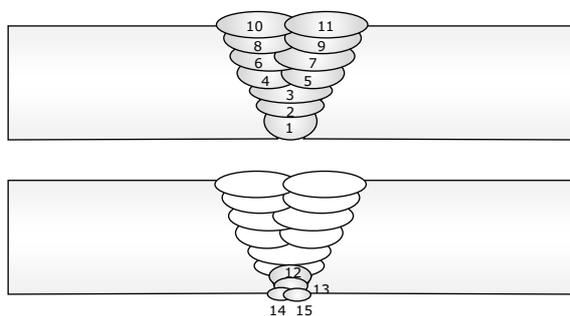
FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Os corpos de prova após soldagem apresentaram distinções no aspecto visual e no perfil da sequência de soldagem, sendo denominado CP-01 a junta que apresentou dois filetes no acabamento da face da solda e CP-02 para a junta que apresentou 3 filetes no acabamento da face da solda. Outro fator observado durante a soldagem foi que devido a metodologia da pesquisa o CP-02 foi soldado com valores de tensão (V) e a corrente elétrica (I) inferiores aos do CP-01, o que acarretou na diminuição da velocidade de progressão da solda, proporcionando uma maior energia de soldagem nessa junta soldada.

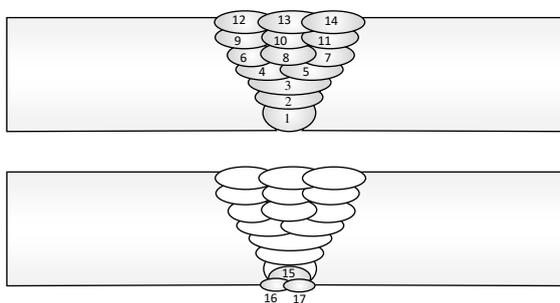
Na Figura 3.4-1 representa a sequência de passes obtidos na soldagem dos corpos de prova a serem comprovados no ensaio de macrografia. Durante a execução da soldagem dos corpos de prova houve a necessidade de se realizar a contra solda na raiz, pois devido à ineficiência do dispositivo de purga não foi possível alcançar um bom grau de integridade da raiz.

Figura 3.4-1 - Sequência de passes CP-01 e CP-02

CROQUI DA SEQUÊNCIA DE PASSES CP-01



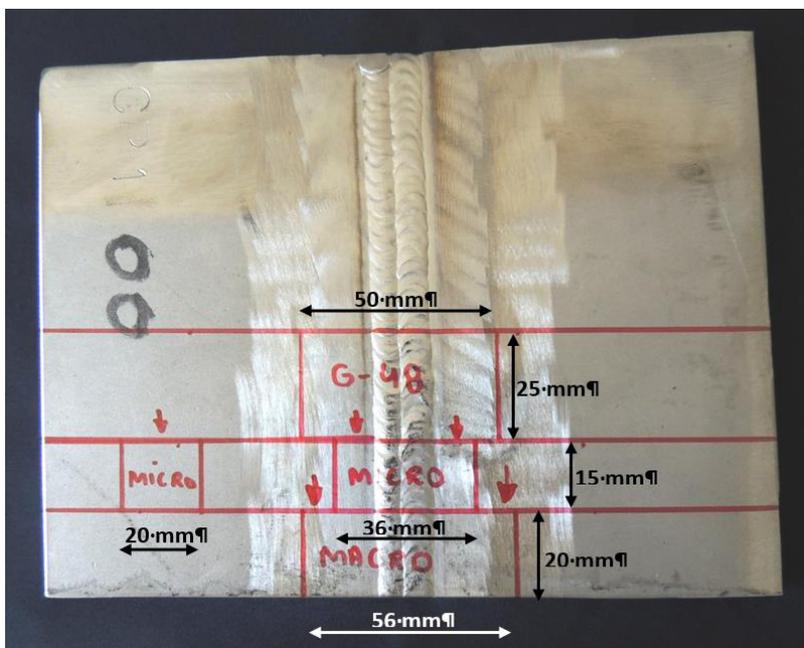
CROQUI DA SEQUÊNCIA DE PASSES CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Após finalização da soldagem a junta foi submetida a ensaio visual para verificação de defeitos superficiais e demarcação para retirada dos corpos de prova a serem aplicado nos testes (Figura 3.4-2).

Figura 3.4-2 - Demarcação e dimensionamento dos corpos de prova para testes



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

3.5. ANÁLISE METALGRÁFICA

3.5.1. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Segundo VANDER VOORT (2004) o procedimento para preparação dos aços inoxidáveis para macrografia e micrografia são similares aos executados nos aços carbonos, o corte das peças pode ser realizado por meio de serra de fita ou serra elétrica, entretanto essa técnica pode gerar deformação substancial na peça. Outra técnica de corte que é preferencialmente utilizada é a utilização de discos de corte abrasiva, minimizando assim as deformações de cisalhamento nos planos a serem observados no ensaio. Para a execução dos cortes dos CP-01 e CP-02, foi utilizado o corte por disco abrasivo com refrigeração líquida, o objetivo da refrigeração é minimizar os efeitos do calor produzido durante a execução dos cortes, desta forma não alterar as microestruturas a serem observadas nos ensaios de micrografia e macrografia.

O lixamento manual da superfície a ser observada deve ser realizado, sequencialmente pelas lixas de granulação 120, 240, 320, 400, 600 e 1200 (P120, P240, P320, P400, P600 e P1200), refrigeradas por água, as peças devem ser rotacionadas a um ângulo de 45° a 90° entre cada mudança de granulação do lixamento. A etapa de polimento manual deve ser realizada ao término da etapa de lixamento, onde em um disco de polimento rotativo é depositado um abrasivo com granulometria de 1 µm, esse abrasivo pode ser com pó de diamante ou pó de alumina, a peça deve ser girada no sentido oposto ao de rotação do disco enquanto se move a peça do centro do disco para a borda (VANDER VOORT. 2004). Para a preparação dos CP's foi adotado o procedimento descrito acima, entretanto foi incluído na fase de lixamento a utilização de lixa com granulação de 2500 e a fase de polimento a utilização de pó de alumina (AL₂O₃) nas granulometrias de 1 µm e 0,5 µm, com a utilização de água como via úmida.

3.5.2. MACROGRAFIA

A macrografia é um ensaio que tem como objetivo, através de ataque químico, a revelação da geometria da solda, sequência dos passes de soldagem, sequência de deposição e dimensionamento das camadas e filetes de solda, assim como a definição do dimensionamento da ZTA da junta soldada, segundo VANDER VOORT (2004), a Tabela 3.5.2-1 apresenta os reagentes padrões para a macrografia em aços inoxidáveis.

Tabela 3.5.2-1 - Reagentes para macrografia em aços inoxidáveis

COMPOSIÇÃO DO REAGENTE	COMENTÁRIOS
50 mL HCl, 10 g CuSO ₄ (copper sulfate) 50 mL H ₂ O(a)	Reagente Marble. Uso geral, ensaio macrográficos, Pode ser aquecido.
50 mL HCl, 50 mL H ₂ O, 20 mL 30% H ₂ O ₂	Mistura HCl e H ₂ O, Aquecido a 70 °C–75 °C (160 °F–170 °F). Mergulhe a amostra e adicione H ₂ O ₂ em etapas até a espuma parar; não misture.
(a) 15 g (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ (ammonium per sulfate) and 75 mL H ₂ O (b) 250 g FeCl ₃ and 100 mL H ₂ O (c) 30 mL HNO ₃	Lepito's N° 1. Combine (a) e (b), então adicione (c); mergulhe a amostra em temperatura ambiente; usar fresco.
1 part HCl and 1 part H ₂ O	Use a 70–80 ° C (160–180 ° F), 15–45 min;

	desmutar por imersão em solução aquosa de HNO ₃ a 20% quente para produzir uma superfície brilhante.
10–40 mL HNO ₃ , 3–10 mL 48% HF, 25–50 mL H ₂ O	Use a 70–80 ° C (160–180 ° F); mergulhe até que o grau de contraste desejado seja obtido.
50 mL HCl and 25 mL saturated CuSO ₄ in H ₂ O	Use a 75 ° C (170 ° F); mergulhe até que o grau de contraste desejado seja obtido.
CuCl ₂ + 100ml HCl + 100ml + C ₂ H ₆ O	Kalling - sem água, imersão ou fricção

FONTE: (Adaptado de VANDER VOORT, 2004)

Para o experimento foram utilizados os seguintes reagentes:

- Eletrolíticos 8V Oxálico (100 ml H₂O + 10g ácido oxálico) com tempo de reação de 1 minuto.
- Marble's (MB) + Oxálico (MS) (50 ml H₂O + 50 ml HCl + 10g CuSO₄) com tempo de reação de 2 dois minutos.
- Lepito's (175 ml H₂O + 30 ml HNO₃ + 15g (NH₄)₂S₂O₈), com tempo de ataque de 1 minuto de imersão.
- Kalling (CuCl₂ + 100ml HCl + 100ml + C₂H₆O), com tempo de ataque de 2 minutos de imersão.

3.5.3. MICROGRAFIA

A análise microestrutural dos aços foi realizada por microscopia ótica utilizando o Microscópio Óptico Olympus GX51S em conjunto com o sistema de aquisição de imagens Olympus Soft Imaging Solution GmbH. Os corpos de prova foram preparados e atacados com reagentes descritos na Tabela 3.5.3-1. Os principais objetivos desta análise foram analisar a morfologias das estruturas cristalinas, quantificar o balanço das fases ferrita / austenita, após a soldagem, verificar a existência de formação de precipitados de segunda fase e intermetálicos.

A quantificação do balanço das fases ferrita / austenita, foi realizada através de análise de imagens obtidas da microscopia ótica, com base na norma ASTM E 1382-97 (Reapproved 2010) e o auxílio do *software ImageJ*, responsável pelo processamento das imagens e elaboração dos cálculos das proporções de fases.

Essa análise consiste na conversão da imagem original em uma imagem em escala binária de contraste, em seguida são calculadas as áreas ocupadas pelas duas escalas binárias, quanto melhor for o contraste da imagem original mais confiável será o cálculo feito pelo *software* (SOUZA, 2019).

A Tabela 3.5.3-1 traz os reagentes para ensaios de micrografia aplicáveis aos aços inoxidáveis, estes são dissolvidos em água, metanol, etanol, glicerina ou mistura desses solventes, os reagentes que promovem melhor uniformidade das imagens são os à base de álcool e glicerol, as superfícies dos aços inoxidáveis formam camadas passivadoras, portanto condições redutoras são preferidas às condições oxidantes que promovem passividade, reagentes para aços inoxidáveis geralmente contem ácidos clorídricos clorídrico (HCl), sulfúrico (H₂SO₄) ou fluorídrico (HF), embora o ácido nítrico (HNO₃) possa ser usado sozinho ou misturado com HCl para produzir água régia ou um água régia modificado, o ataque por reagentes eletrolíticos são comumente utilizados por produzir uma gravação uniforme e controlada. (VANDER VOORT. 2004).

Tabela 3.5.3-1 - Reagentes para aços inoxidáveis

COMPOSIÇÃO DO REAGENTE	COMENTÁRIOS
30 g KMnO₄, 30 g NaOH, 100 mL H₂O	Reagente de Groesbeck modificado. Use de 90 °C–100 ° C (195–210 ° F) por 20 segundos à 10 minutos para colorir a ferrita escura em ligas duplex. Austenita não afetada.
200 mL HCl and 1000 mL H₂O	Beraha, Gravura de colorida para graus austeníticos, duplex e endurecíveis por precipitação. Adicione 0,5–1,0 g de K ₂ S ₂ O ₅ por 100 ml de solução (se o condicionamento for muito rápido, use uma solução aquosa de HCl a 10 %). Mergulhe em temperatura ambiente (nunca esfregue) por 30-120 s até a superfície ficar avermelhada. Cor de austenita, carbonetos não corados. A imersão mais longa colore levemente a ferrita. Se a coloração for inadequada, adicione 24 g de NH ₄ F HF (bifluoreto de amônio) ao reagente de estoque à esquerda.
20 g picric acid and 100 mL HCl	Ataque por imersão. Desenvolve contornos de grão em austenita e δ-ferrita em ligas duplex.
10 g K₃Fe (CN)₆, 10 g KOH or NaOH, 100 mL	Reagente de Murakami. Use em temperatura ambiente a 60 s para revelar

H2O	carbonetos; fase σ revelada fracamente por corrosão a 3 min. Use a 80 ° C (175 ° F) para ferver por até 60 min para escurecer carbonetos. Sigma pode ser colorido de azul, ferrita amarela a amarelo-marrom, austenita não atacada.
30 g KOH (or NaOH), 30 g K₃Fe(CN)₆, 100 mL H₂O;	Reagente de Murakami. Use a 95 ° C (205 ° F). A segunda modificação é mais rápida do que a primeira modificação e mais rápida do que a camada 14. Cores σ fase marrom-avermelhada, ferrita cinza-escuro, austenita não atacada, carboneto preto.
20 g KOH (or NaOH), 20 g K₃Fe(CN)₆, 100 mL H₂O	Reagente de Murakami. Use a 95 ° C (205 ° F). A segunda modificação é mais rápida do que a primeira modificação e mais rápida do que a camada 14. Cores σ fase marrom-avermelhada, ferrita cinza-escuro, austenita não atacada, carboneto preto.
15 mL HCl, 85 mL ethanol	Mergulhe por 15–45 min para revelar todos os limites de fase / grão em aço inoxidável duplex.

FONTE: (Adaptado de VANDER VOORT, 2004)

Para a realização dos testes os corpos de provas foram submetidos aos ataques dos reagentes:

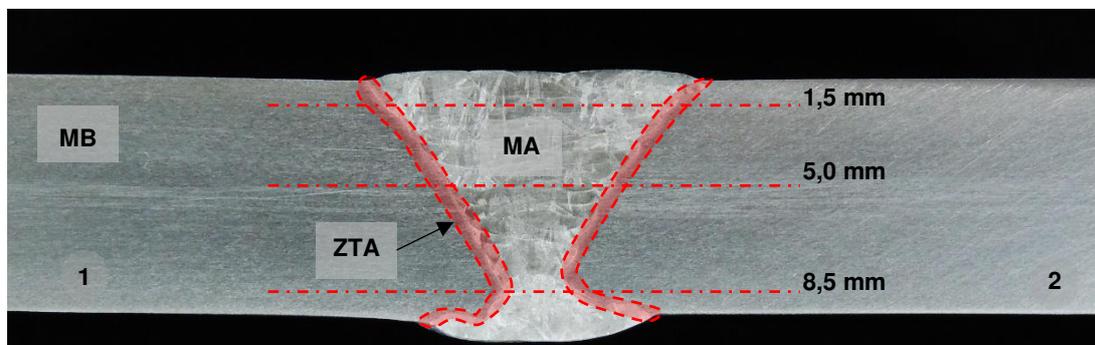
- Beraha's (1000 ml H₂O + 200 ml HCl + 0,3g (K₂S₂O₅)) com tempo de reação de 30 segundos.
- Murakami's (100 ml H₂O + 10g K₃Fe (CN)₆ + 10g NaOH) com tempo de imersão de 3 minutos à 80°C.
- Ataques eletrolíticos NaOH 2,5V (100 ml H₂O + 40g NaOH) com tempo de reação de 20 segundos
- Ataque eletrolítico oxálico 3V com tempo de 80 segundos.

3.6. MICRODUREZA

Para o experimento foi adotada o mapeamento da dureza da seção transversal da peça teste subdividida em três profundidades pré-definidas, sendo estas a face da solda com 1,5 mm de profundidade, centro da solda à 5 mm de profundidade e raiz da solda com 8,5 mm profundidade, nestas profundidades foram realizada dois pontos de 2 pontos de impressão de microdureza Vickers nas regiões do metal de base, metal de adição e ZTA, totalizando 36 pontos de

verificação do perfil soldado (Figura 3.6-1). As medições foram obtidas com o microdurômetro Vickers Shimadzu HMV 2T, utilizado a carga HV 0,3 (300 g) com tempo de 10 segundos.

Figura 3.6-1 – Ensaio de microdureza – Perfil de medição



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

A realização dos testes de microdureza no metal de base, ZTA e metal de adição têm como objetivo analisar a suscetibilidade da junta soldada à corrosão por SSC, através dos valores de dureza é possível estimar a formação de fases intermetálicas, essas fases possuem dureza superior às fases ferrítica e austenítica, diminuindo assim a resistência à corrosão do material devido ao empobrecimento localizado de elementos de liga. A norma NACE MR0175 / ISO 15156, fornece valores de dureza máximos para esses materiais. Para as conversões de valores de dureza foi utilizada a norma ASTM E 140 12B.

3.7. DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

O objetivo deste teste é realizar a identificação das microestruturas obtidas nos processos de soldagem, inclusive verificar se houve a formação de componentes de segunda fase e precipitados intermetálicos, a caracterização das estruturas se dá devido ao princípio fundamental que cada elemento possui uma estrutura atômica única de modo que os raios X são característicos desta estrutura que identifica cada elemento.

A preparação dos corpos de provas foi realizada através do lixamento para se alcançar o perfil de preparação de teste macrogáfico com a progressão de lixamento com lixa d'água de 80 até 600 sem a utilização de ataques químicos.

Para essa análise foi utilizado um difratômetro de raio X da marca MRL, modelo Philips, X'PERT MPD, os ensaios foram realizados em um intervalo angular de varredura em de $35^\circ < 2\theta < 120^\circ$, as medidas foram realizadas em temperatura ambiente em modo contínuo de varredura, com passo angular de $0,02^\circ$ e tempo de contagem de 3 segundos. As análises dos resultados foram realizadas com o software High Score Plus e Origins.

3.8. TESTE DE CORROSÃO

Para a análise da resistência a corrosão por *pitting* (CPT) das juntas soldadas foi adotado o teste ASTM G48 método - A, este método determina a resistência relativa aos *pittings* em aços inoxidáveis (HIGA, 2015). Este ensaio consiste na imersão do material a ser testado em um ambiente com cloretos oxidantes, proporcionado uma solução de cloreto férrico hexahidratado ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), essa solução é altamente corrosiva, onde simula condições enfrentadas em ambientes marítimos, ambientes que contenham cloretos e ambientes com baixo pH (POLINSKI, 2017).

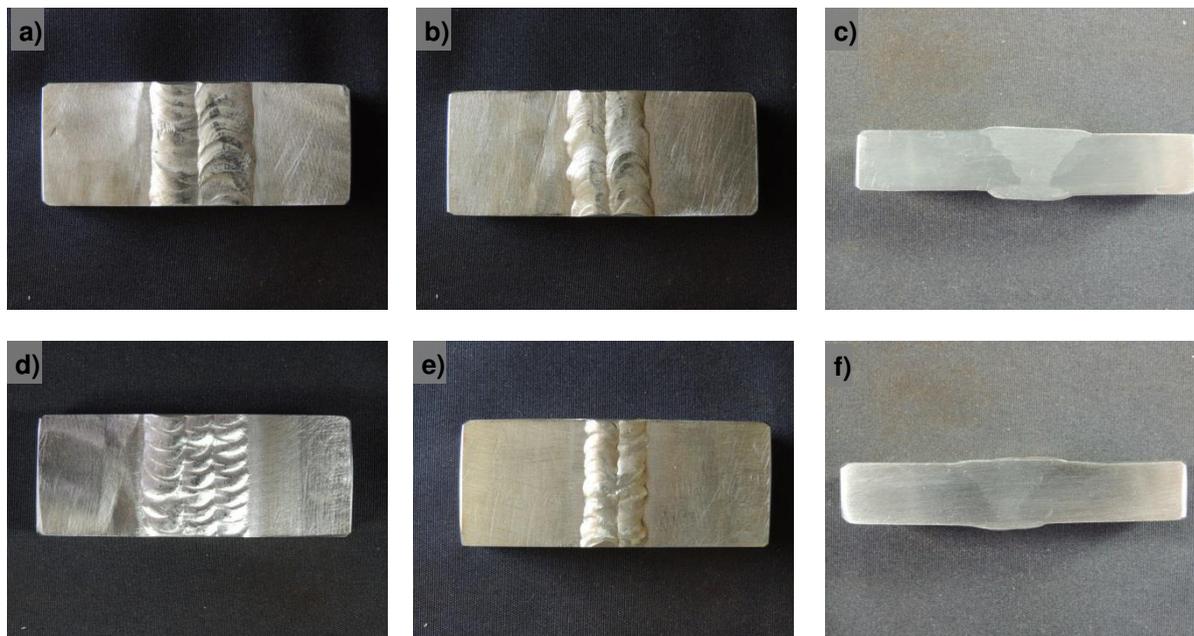
O objetivo deste teste foi comparar o desempenho das duas juntas soldadas quando exposto a ambientes oxidantes de cloretos, tendo em vista a variação de aporte térmico introduzidos durante a soldagem. No teste de imersão em ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), de acordo com a norma ASTM G48 (teste A), o corpo de prova é submetido a uma solução ácida a temperaturas entre 22°C e 55°C . Esse ensaio identifica a presença de fases intermetálicas, nitretos e carbonetos, além de inclusões que levam a formação de pites (HIGA, 2015).

Os corpos de prova foram submetidos à limpeza por imersão a uma solução composta de 20% HNO_3 + 5% HF à 60°C por 5 minutos. Para homogeneização da camada passivadora as peças testes foram expostas por um período de 24 horas ao ar. Os testes foram executados através de imersão dos corpos de prova em uma solução de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Solução= 100g / 900ml H_2O) à temperatura de $40^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ por um tempo de 24 horas.

O dimensionamento dos corpos de prova foi realizado em atendimento à norma ASTM G48 2015, com respectivos 50 mm de comprimento, 25 mm de largura, essa peça teste foi retirada dos corpos de prova de soldagem de forma a

conter as regiões da solda (MS, MB, ZTA) para análise, conforme pode ser evidenciado na Figura 3.8-1.

Figura 3.8-1 – Representação dos corpos de prova CP-01 e CP-02, conforme ASTM G48-2015. a) CP-01 – Face da solda. b) CP-01 – Raiz da solda. c) CP-01 - Perfil da solda. d) CP-02 – Face da solda. e) CP-02 – Raiz da solda. f) CP-02 - Perfil da solda



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

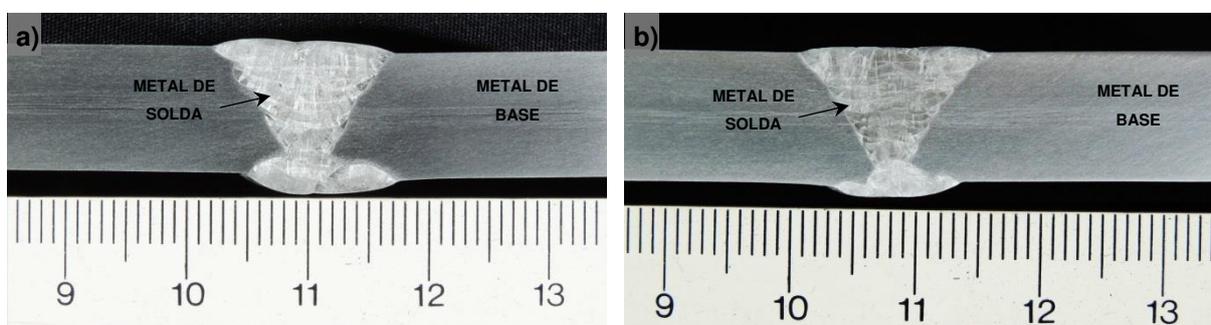
4. ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Esse capítulo abordará a análise dos resultados obtidos nos testes propostos no capítulo 3, para o desenvolvimento desse trabalho de pesquisa.

4.1. MACROGRAFIA

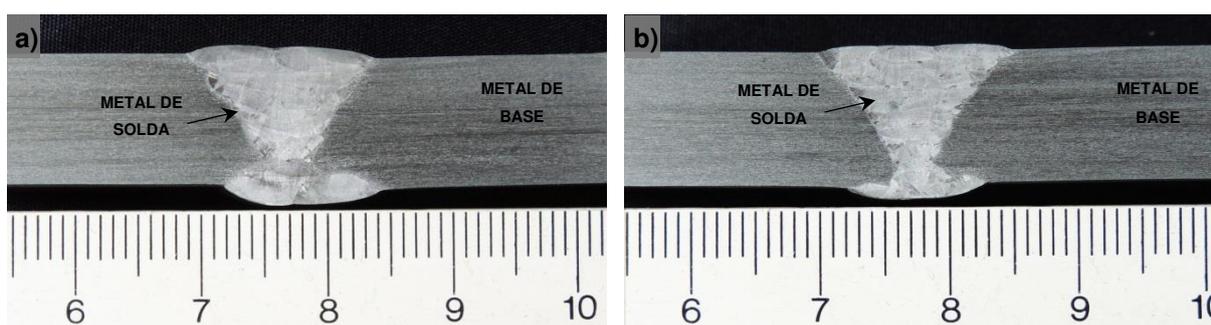
Os corpos de prova foram submetidos à 4 ataques químicos para macrografia, sendo estes o Eletrolítico Oxálico (Figura 4.1-1), Marble's (MB) + Oxálico (MS) (Figura 4.1-2), Lepito's, (Figura 4.1-3) e Kalling (Figura 4.1-4).

Figura 4.1-1 - Macrografia com ataque eletrolítico Oxálico, (a) representação do CP-01 e (b) representação CP-02



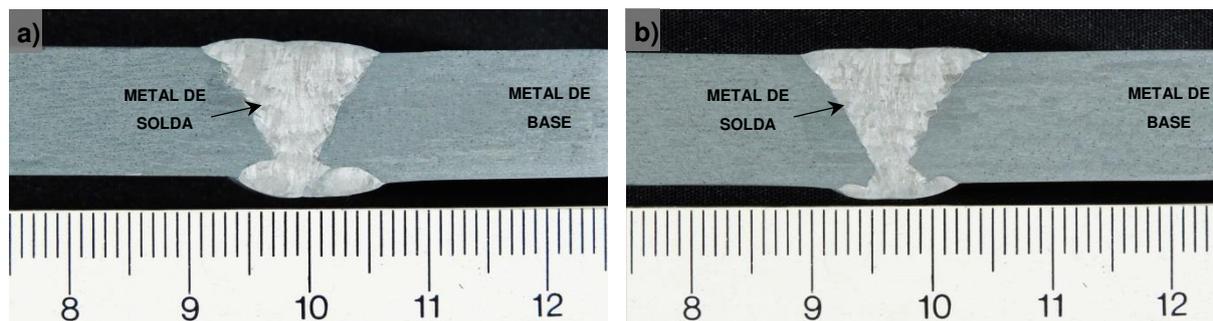
FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.1-2 - Macrografia com ataque Marble's (MB) + Eletrolítico Oxálico, (a) representação do CP-01 e (b) representação CP-02



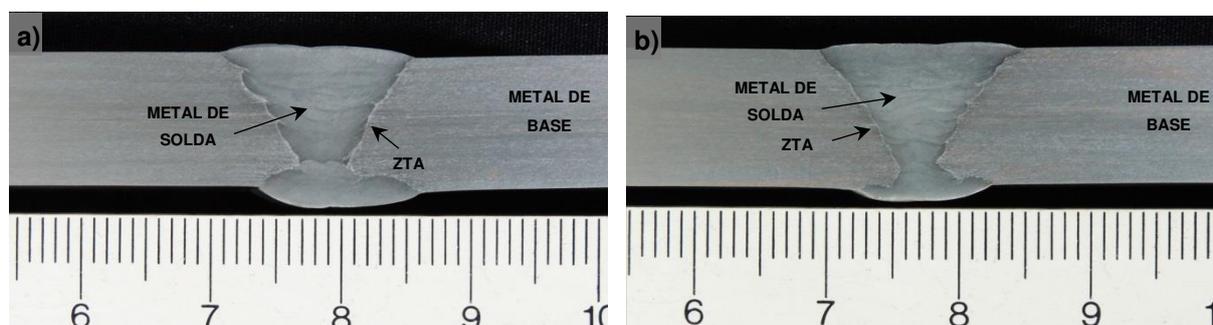
FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.1-3 - Macrografia com ataque Lepito's, (a) representação do CP-01 e (b) representação CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.1-4 - Macrografia com ataque Kalling, (a) representação do CP-01 e (b) representação CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Nos quatro ataques realizados pode ser observada com clareza a definição do metal de solda e do metal de base, visualmente é possível identificar o perfil da contra solda executada na superfície oposta a face da solda. No entanto os ataques não alcançaram uma boa definição da geometria dos cordões de solda, sequência de passes e números de camadas depositadas na soldagem, com exceção do reagente Kalling, que apresentou melhor definição quando comparados com os demais. O reagente Kalling também apresentou melhor desempenho na revelação da ZAT da junta.

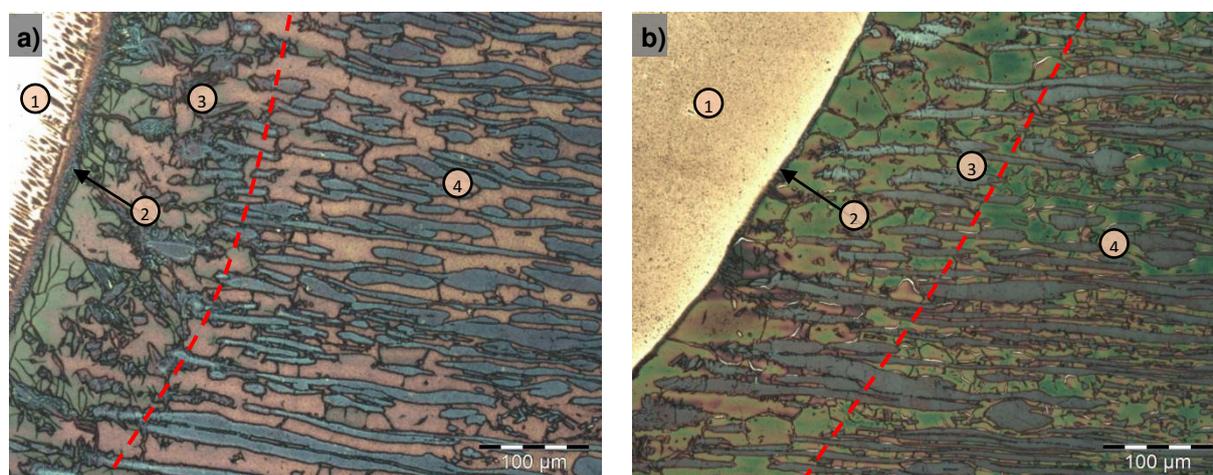
4.2. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

4.2.1. REAGENTE BERAHA

O reagente Beraha é amplamente utilizado na revelação de fases dos aços inoxidáveis duplex, esse reagente ataca preferencialmente a fase ferrítica, onde durante o ataque a fase α (ferrita) será revelada com coloração escura e a fase δ (austenita) será revelada com a coloração mais clara, esse reagente também desempenha um papel importante para a identificação de fases intermetálicas como fase σ e fase χ , onde estas permanecerão sem ataque devido aos altos teores de Cr e Mo (Santos, 2013).

Na Figura 4.2.1-1 pode ser observado o perfil das juntas soldadas atacada com o reagente Beraha. Na figura (a) é referente ao CP-01 e figura (b) referente ao CP-02. Nesta é possível identificar as respectivas regiões da solda, a região 1 representa o metal de adição, região 2 a zona de ligação, região 3 ZTA e a região 4 o metal de base.

Figura 4.2.1-1 – Amostra do perfil das juntas soldadas atacada com reagente Beraha. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02



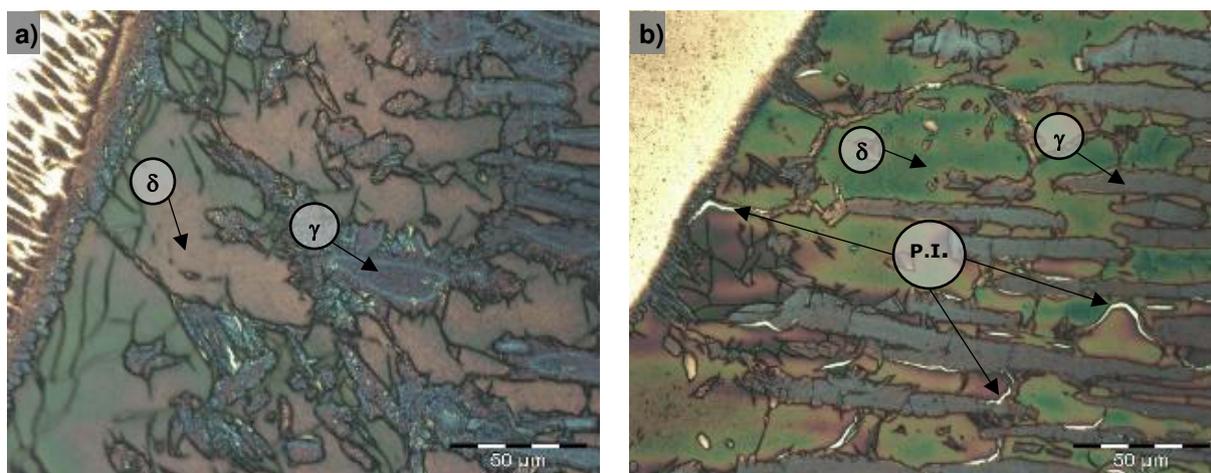
FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Nas amostras podem ser observados que o metal de adição não sofreu ataque do reagente. Devido à dissimilaridade dos materiais, o metal de adição possui uma matriz totalmente austenítica e o metal de base possui aproximadamente 50 % de ferrita, é possível distinguir com clareza a zona de

ligação da solda. Nas amostras é possível identificar as fases do metal de base e da ZTA, a ferrita se apresenta nas colorações esverdeadas e avermelhadas enquanto a austenita se apresenta nas cores azuladas. Há uma diferenciação nítida da formação morfológica da região do metal de base e da região da ZTA, no metal de base, podem ser observados os grãos de austenita alongados, enquanto na ZTA pode ser observado o crescimento dos grãos (PEREIRA, 2019).

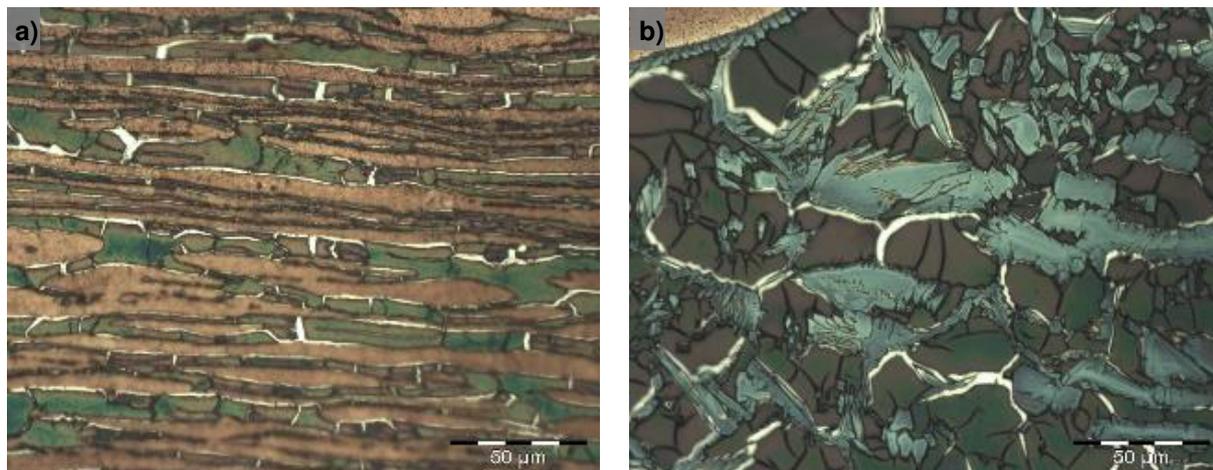
Na Figura 4.2.1-2 e Figura 4.2.1-3, com base na literatura podem ser observadas a possível formação de precipitados intermetálicos (PI), essas estruturas caracterizam possível precipitação de fases intermetálicas (fase σ e a fase χ). Esses precipitados tiveram maior incidência no CP-02, um fator que pode ter contribuído para essa formação foi velocidade de soldagem menor que a utilizada no CP-01, o que proporcionou maior aporte térmico no processo.

Figura 4.2.1-2 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente Beraha. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

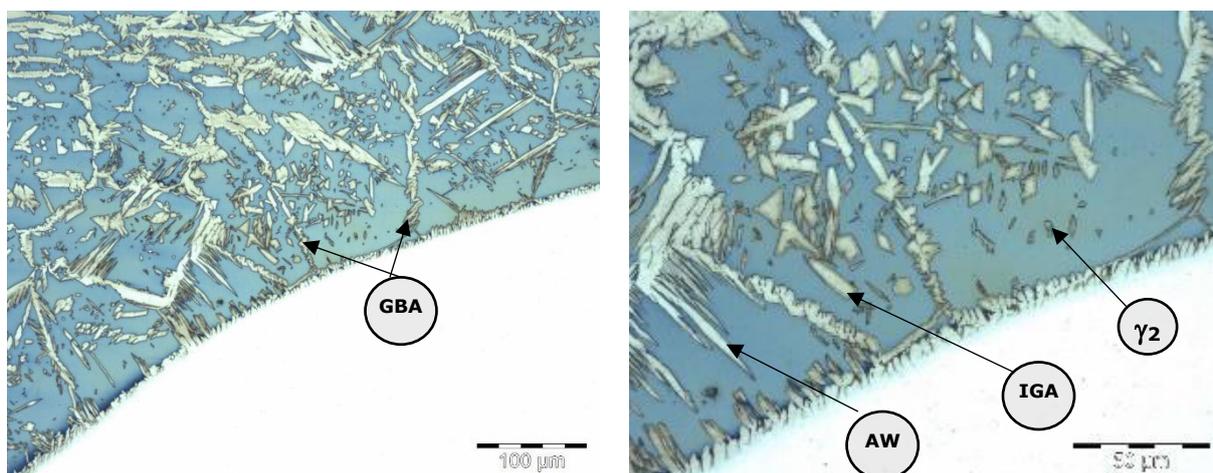
Figura 4.2.1-3 – Formação de precipitado intermetálico, região próximo à face da solda atacada com reagente Beraha. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

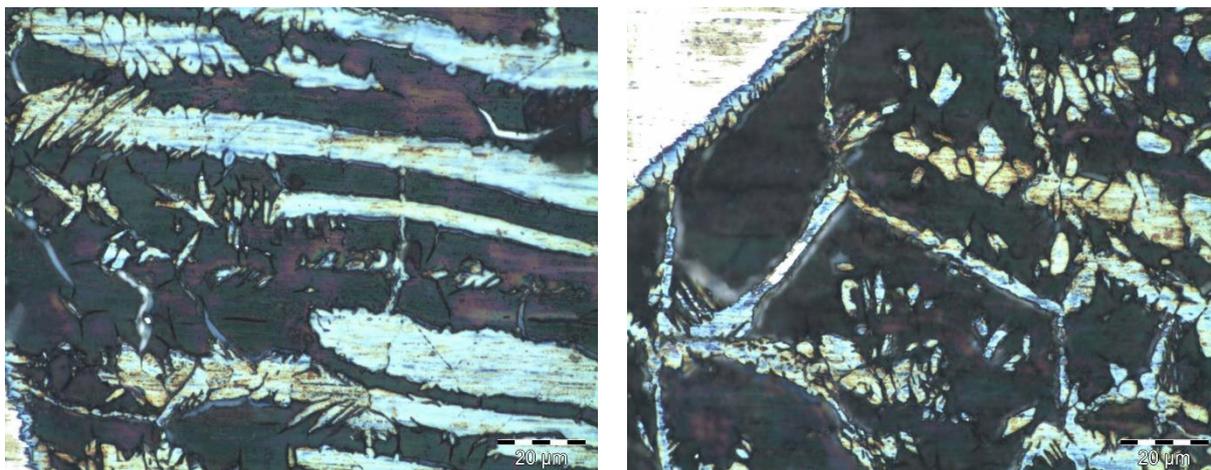
Na Figura 4.2.1-4 e Figura 4.2.1-5 podem ser observadas a formação de constituinte de primeira fase como, a austenita de contorno de grãos (GBA), austenita de *witmanstatten* (WA), austenita intragranular (IGA) e austenita secundária (γ_2). (SOUZA, 2019)

Figura 4.2.1-4 – Formação de constituintes de primeira fase na região da ZTA do CP-01 atacada com reagente Beraha



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.2.1-5 - Formação de constituintes de primeira fase na região da ZTA do CP-02 atacada com reagente Beraha



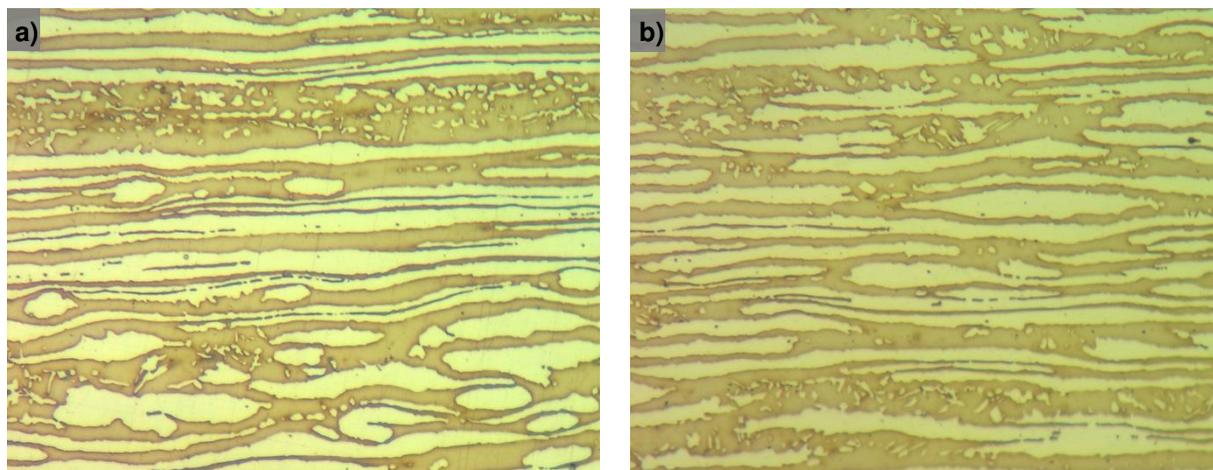
FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

4.2.2. REAGENTE MURAKAMI

O reagente Murakami é um reagente de aplicação usual para os aços inoxidáveis duplex, esse reagente revela as fases ricas em Cr, variando seu contraste conforme a concentração desse elemento na fase, desta forma o reagente revela a ferrita em tons mais escuros que a austenita, justamente associada ao maior teor de Cr nesta fase, como as fases intermetálicas (fase σ e a fase χ) possuem uma concentração de Cr superior ao da fase ferrítica estes são reveladas com tonalidades mais escuras que as apresentadas na fase ferrítica (VANDER VOORT. 2004).

Na Figura 4.2.2-1 representa as amostras dos corpos de prova CP-01 e CP-02 na região do metal de base, com o ataque do reagente Murakami e ampliação de 200 vezes, nesta é possível observar a morfologia das fases, onde a ferrita se apresenta na coloração mais escura em comparação a fase austenítica.

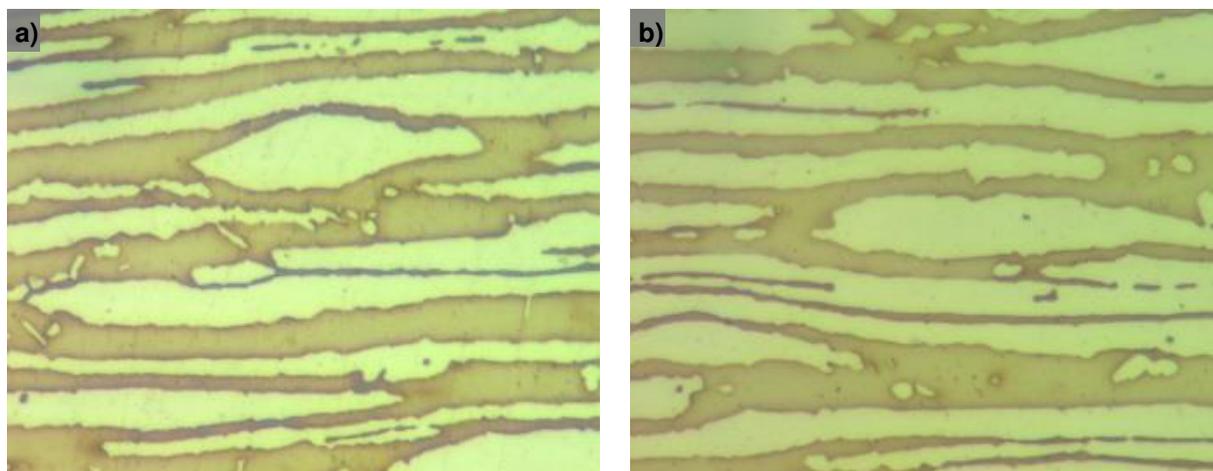
Figura 4.2.2-1 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de base, atacada com reagente Murakami, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Na Figura 4.2.2-2 com ampliação de 500 vezes é possível constatar que na região do metal de base não houve a precipitação de fases intermetálicas.

Figura 4.2.2-2 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de base, atacada com reagente Murakami, ampliação de 500X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02

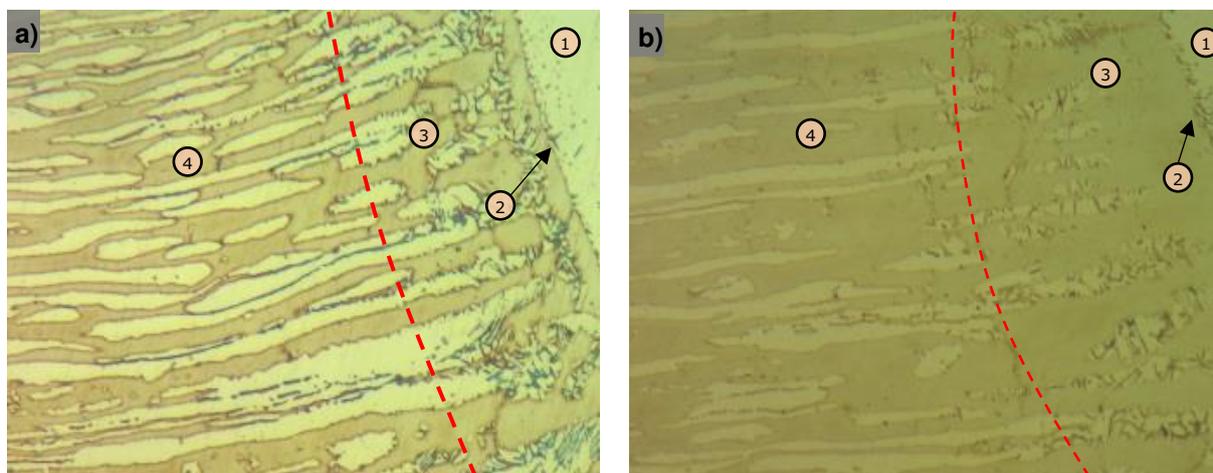


FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Na Figura 4.2.2-3 representa as amostras dos corpos de prova CP-01 e CP-02 na região da ZTA com o ataque do reagente Murakami e ampliação de 200 vezes, a região 1 representa o metal de adição, região 2 a zona de ligação, região 3 ZTA e a região 4 o metal de base, nestas além da morfologia das fases ferrítica e austenítica é possível identificar de forma clara a região da ZTA e a região do

metal de adição. Conforme observado no reagente Beraha, o reagente Murakami também não teve um bom desempenho na revelação do metal de solda.

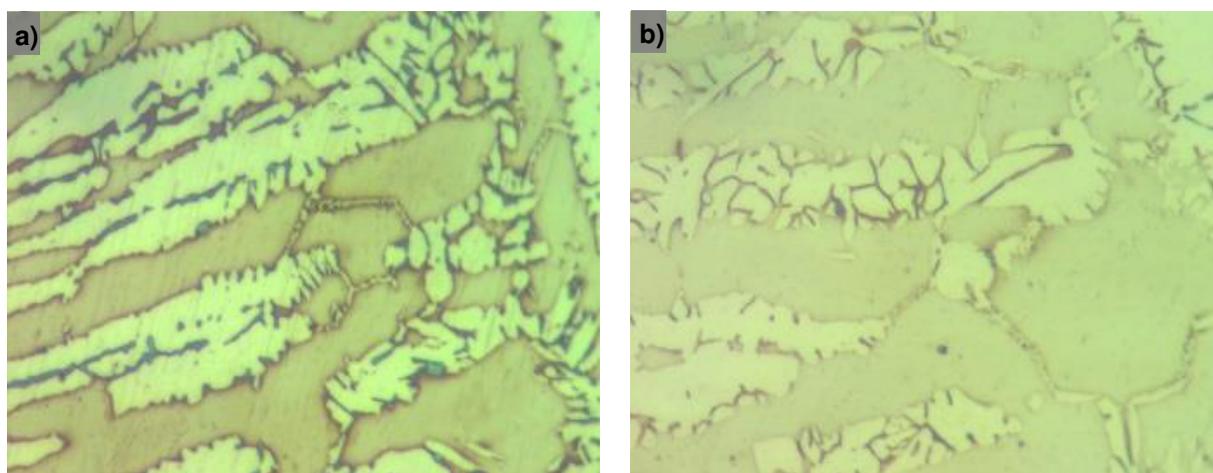
Figura 4.2.2-3 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente Murakami, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Na Figura 4.2.2-4 representa a amostra dos corpos de prova CP-01 e CP-02 na região da ZTA com ampliação de 500 vezes, onde é possível observar a formação de estruturas de coloração mais escura as apresentadas na fase ferrítica, no interior dos grãos austeníticos.

Figura 4.2.2-4 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente Murakami, ampliação de 500X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02



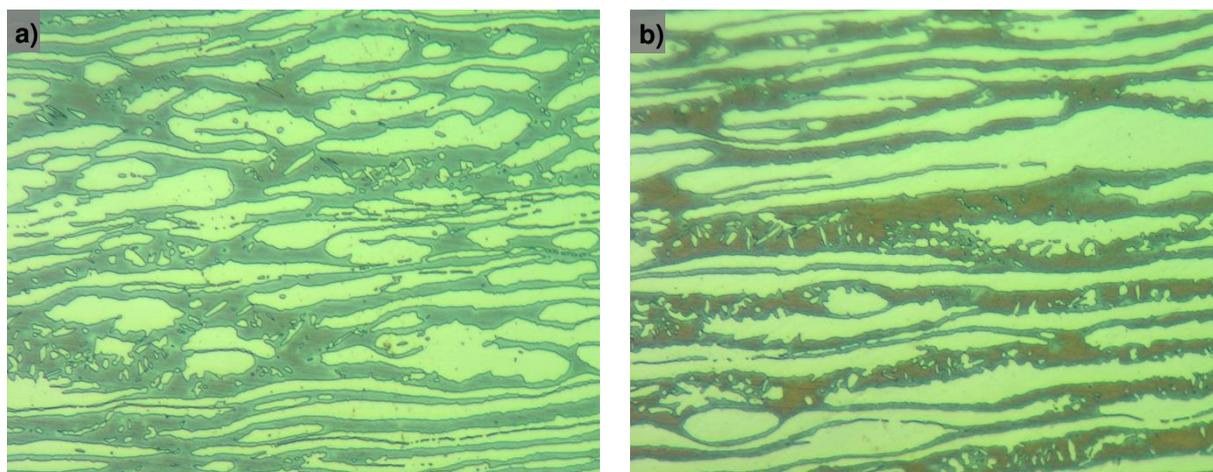
FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

4.2.3. ATAQUE ELETROLÍTICO COM REAGENTE NaOH

Segundo Chen e Yang (2001), o ataque eletrolítico de hidróxido de sódio (NaOH), assim como os reagentes anteriormente referenciados, também tem como característica ataques às fases ricas em cromo. Esse reagente possui bom contraste entre as fases ferrítica e austenítica, onde a fase ferrítica possui uma coloração mais escura que a fase austenítica, desta forma a revelação dos precipitados de segunda fase e precipitados intermetálicos terão a sua coloração mais escura quando comparados às fases ferrítica. Mesmo que o contraste entre as duas fases seja um pouco menor em relação ao reativo de Beraha, ainda assim é possível distinguir as fases presentes na amostra. Uma desvantagem observada nesse reagente é que o delineamento das fases pode ficar comprometido devido à corrosão localizada produzida pelo ataque.

Na Figura 4.2.3-1 é possível constatar a revelação das fases ferrítica com a tonalidade verde escurecida e a austenita com tonalidades mais claras, é possível também evidenciar regiões mais escuras na fase ferrítica possivelmente devido a oxidação provocada pelo reagente.

Figura 4.2.3-1 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de base, atacada com reagente NaOH, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02

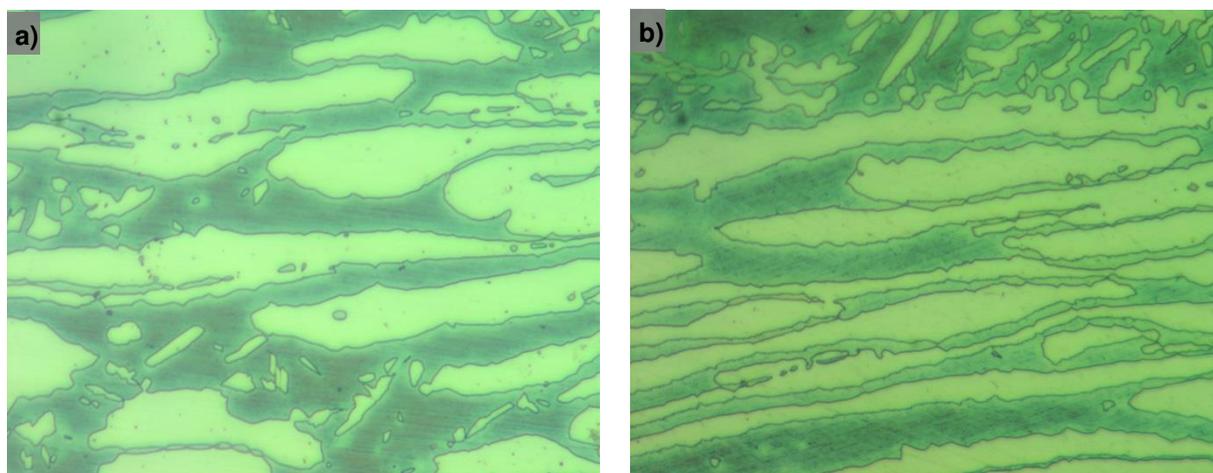


FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Na Figura 4.2.3-2 representa as amostras referentes ao CP-01 e CP-02 na região do metal de base com ampliação de 500 vezes, nestas é possível, a partir do bom contraste do reagente identificar as fases da liga, é possível identificar

também que nessa região não houve possíveis indícios de precipitação de fases deletérias na junta soldada.

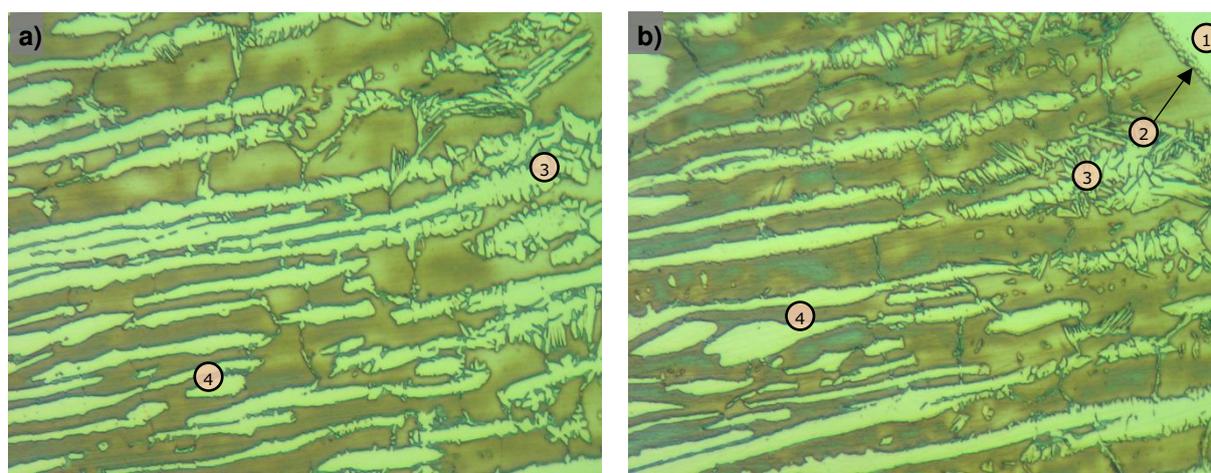
Figura 4.2.3-2 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de base, atacada com reagente NaOH, ampliação de 500X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Na Figura 4.2.3-3 representa a amostra dos corpos de prova CP-01 e CP-02 na região da ZTA com ampliação de 200 vezes, nesta é possível identificar as regiões da solda, a região 1 representa o metal de adição, região 2 a zona de ligação, região 3 a ZTA e a região 4 o metal de base.

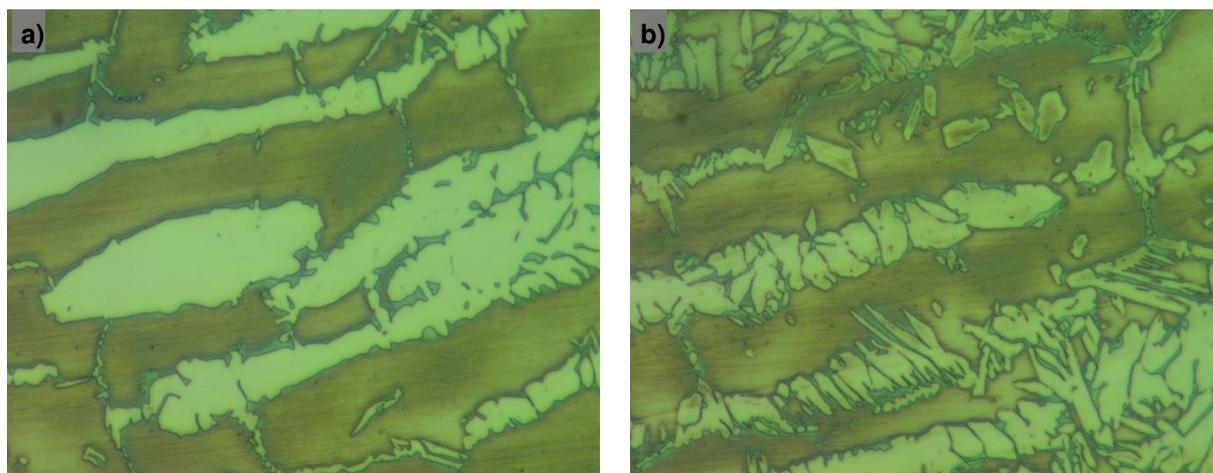
Figura 4.2.3-3 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente NaOH, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Na Figura 4.2.3-4 pode ser observado à formação de constituinte de primeira fase como, a austenita de contorno de grãos (GBA), austenita de *witmanstätten* (WA), austenita intragranular (IGA) e austenita secundária (γ_2). (SOUZA, 2019), entretanto não há indícios de formação de segunda fase nesta região da soldagem, para esse reagente.

Figura 4.2.3-4 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente NaOH, ampliação de 500X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02



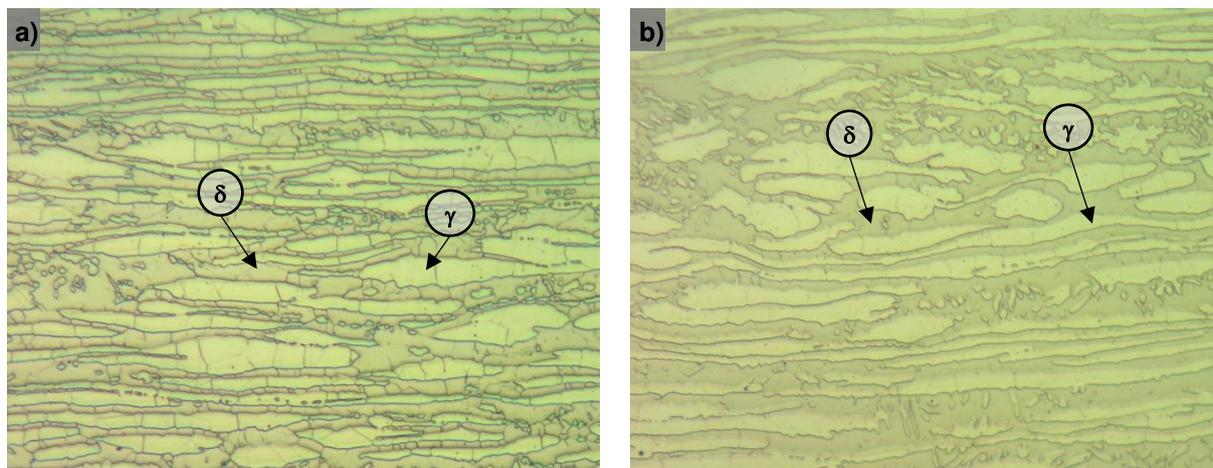
FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

4.2.4. ATAQUE ELETROLÍTICO COM REAGENTE OXÁLICO

O ataque eletrolítico com reagente Oxálico atua no ataque dos contornos de grãos possibilitando a identificação das fases ferrítica e austenítica, fazendo assim a distinção dos mesmos, entretanto não produz boa distinção de contraste, impossibilitando assim o seu uso para a quantificação das fases (BRAMFITT e BENSCOTER, 2002).

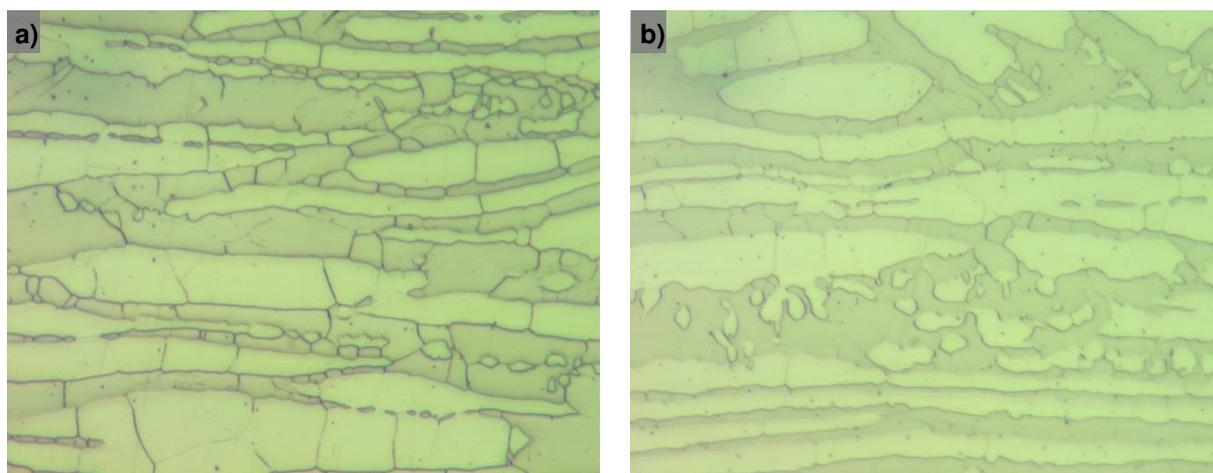
Na Figura 4.2.4-1 e Figura 4.2.4-2 representa os corpos de prova CP-01 e CP-02 na região do metal base, com ampliação de 200 vezes e 500 vezes respectivamente, nesta é possível visualizar as fases ferrítica e austenítica da liga, entretanto não há a diferenciação das mesmas através do contraste, essa identificação é possível devido a formação dos contornos de grãos de cada fase.

Figura 4.2.4-1 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de base, atacada com reagente Oxálico, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

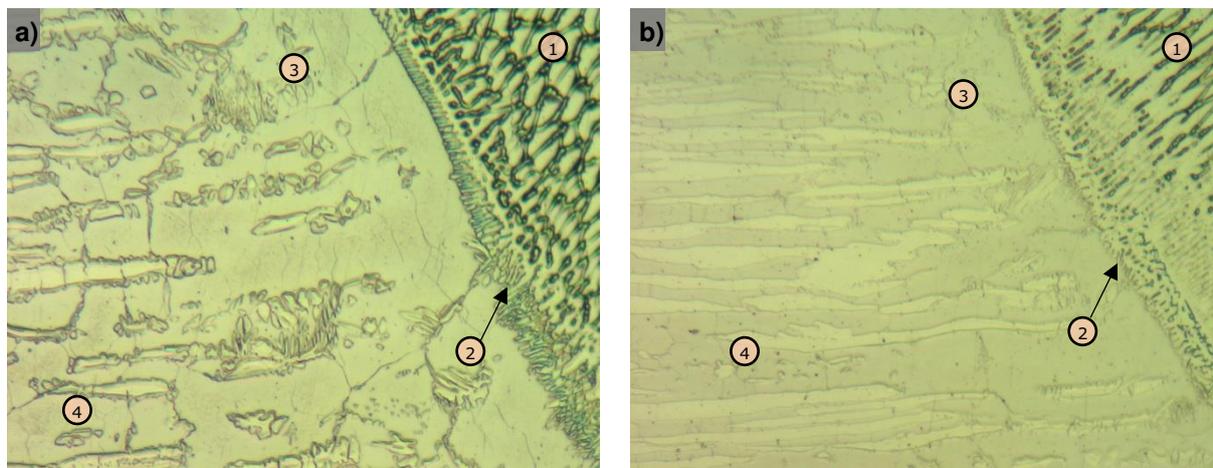
Figura 4.2.4-2 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de base, atacada com reagente Oxálico, ampliação de 500X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

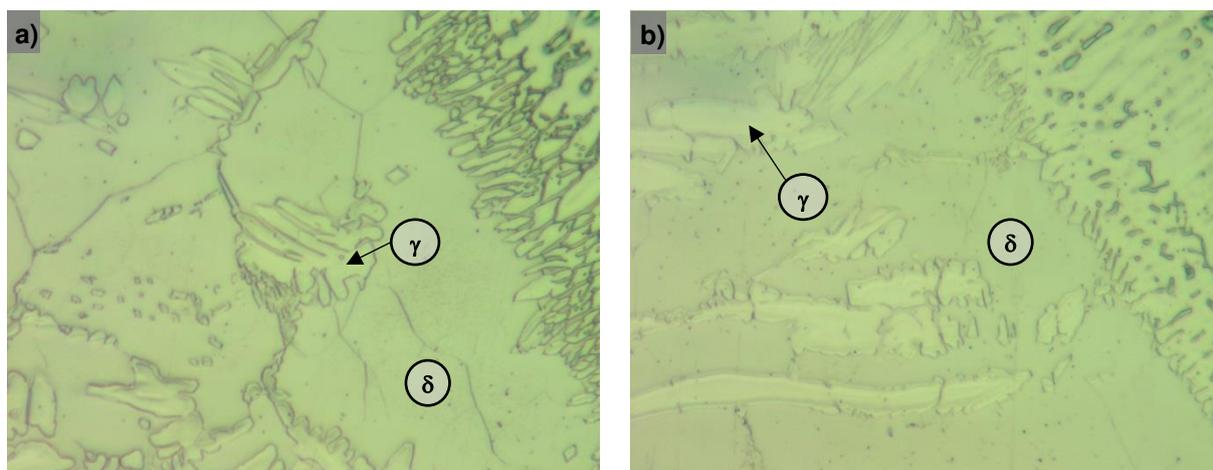
Na Figura 4.2.4-3 e Figura 4.2.4-4 representam os corpos de prova CP-01 e CP-02 na região da ZTA com ampliação de 200 vezes. Nesta é possível distinguir as regiões da solda devido à morfologia das mesmas através da revelação de seus contornos de grãos, onde a região 1 representa o metal de adição, região 2 a zona de ligação, região 3 ZTA e a região 4 o metal de base. O reagente Oxálico não permitiu a observação de precipitação de segunda fase.

Figura 4.2.4-3 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente Oxálico, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.2.4-4 - Amostra do perfil das juntas soldadas região da ZTA, atacada com reagente Oxálico, ampliação de 500X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02

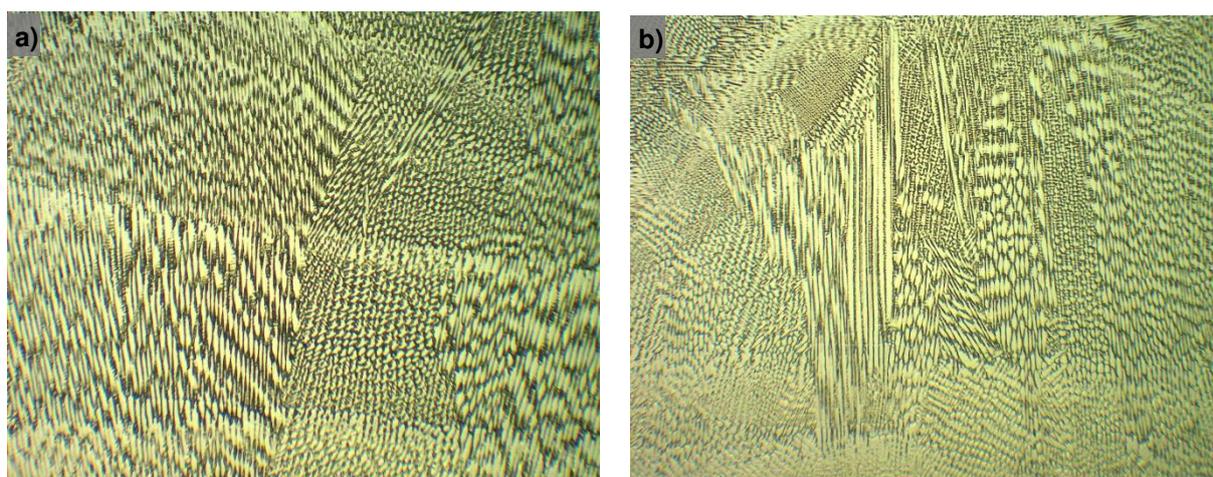


FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

A Figura 4.2.4-5 e Figura 4.2.4-6 representam os corpos de prova CP-01 e CP-02 na região do metal de solda com ampliação de 50 vezes e 200 vezes respectivamente, revelada com o reagente Oxálico, onde é possível observar a morfologia do aço inoxidável superaustenítico, nestas observa-se estruturas dendríticas colunar totalmente longa, com braços primários bem desenvolvidos e braços secundários curtos, essa morfologia, segundo Sathita, P et al (2012), é o resultado do comportamento de solidificação e subsequente transformação da fase sólida, que são controladas pela composição química e pelas taxas de

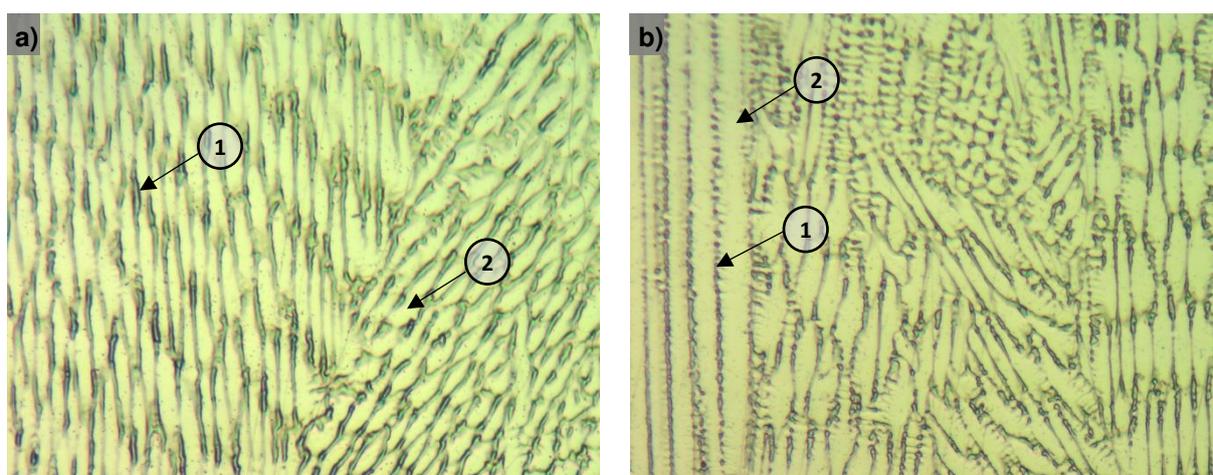
resfriamento da solda. Nos dendritos primários (fase mais escura) os elementos estabilizadores austeníticos como Ni, N e C são particionados, esse comportamento leva os elementos estabilizadores de ferrita, como Cr, Mo, Si, juntamente com as impurezas a serem particionados na fase líquida e passa a fazer parte de fases interdendríticas (mais clara).

Figura 4.2.4-5 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de solda, atacada com reagente Oxálico, ampliação de 50X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02. (1)



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.2.4-6 - Amostra do perfil das juntas soldadas região do metal de solda, atacada com reagente Oxálico, ampliação de 200X. a) Perfil do CP-01. b) Perfil do CP-02. (1) – Dendritos Primários (2) – Fases Interdendrítica



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Para o aço inoxidável duplex os quatro reagentes apresentaram características específicas no desempenho de suas revelações, com relação ao contraste o reagente Beraha apresentou melhores níveis de definição das fases ferrítica e austenítica e a revelação de possíveis formações de precipitados intermetálicos, os reagentes Murakami's e eletrolíticos NaOH, apresentaram desempenho similar na revelação e nível de contraste das fases δ/γ , com o reagente eletrolítico oxálico foi possível identificar, através da morfologia e contornos de grãos, as fases da liga. Na região da ZTA todos tiveram bons desempenhos da revelação das regiões da junta soldada.

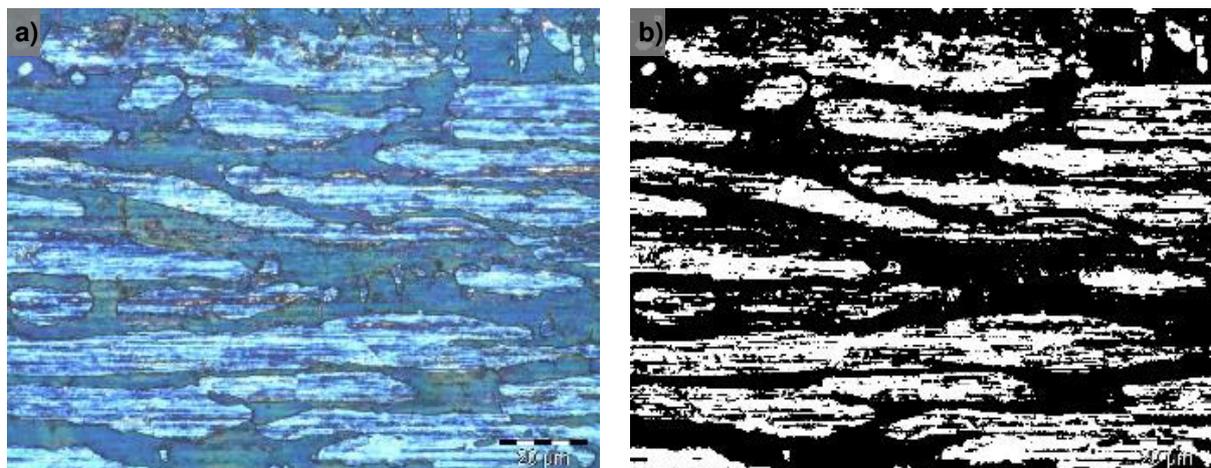
Para os aços inoxidáveis superausteníticos, dos reagentes propostos apenas o reagente Oxálico obteve um bom rendimento na revelação da morfologia das estruturas cristalinas do metal de solda, sendo possível distinguir com clareza as estruturas primárias dendríticas e secundárias interdendríticas.

4.3. QUANTIFICAÇÃO DO BALANÇO DAS FASES

O bom desempenho do reagente Beraha, na revelação dos microconstituintes do metal de base de ambos os corpos de prova, forneceu bons níveis de contraste que possibilitou o *software ImageJ* realizasse com êxito o cálculo das frações dos balanços de fase.

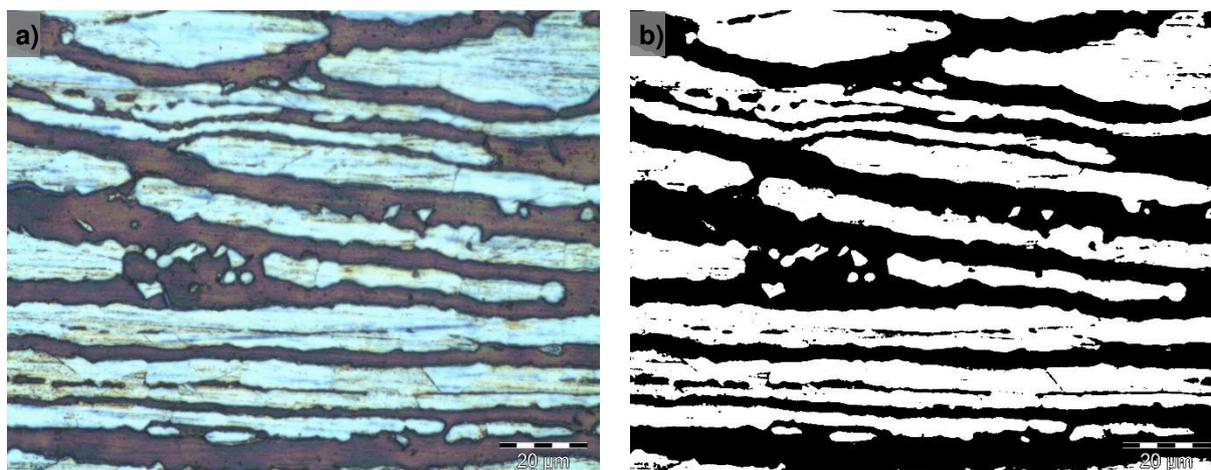
A Figura 4.3-1 e Figura 4.3-2 representam as frações do balanço de fases dos corpos de prova CP-01 e CP-02 na região do metal de base, a média obtida na medição de 5 pontos distribuídos nessa região de cada corpo de prova ficou em 54,78 % de ferrita e 44,32 % de ferrita respectivamente.

Figura 4.3-1 – Amostra do metal de base do CP-01, após soldagem com reagente Beraha. a) Imagem obtida por microscopia ótica. b) Imagem retrabalhada pelo software ImageJ



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.3-2 – Amostra do metal de base do CP-02, após soldagem com reagente Beraha. a) Imagem obtida por microscopia ótica. b) Imagem retrabalhada pelo software ImageJ



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Os valores obtidos nos balanços de fase após a soldagem foram considerados satisfatórios, tendo em vista os valores especificados na NORMA A NACE MR0175 / ISO 15156 que estipula para a qualificação de procedimentos de soldagem o percentual de ferrita de 35 % a 65 % do volume.

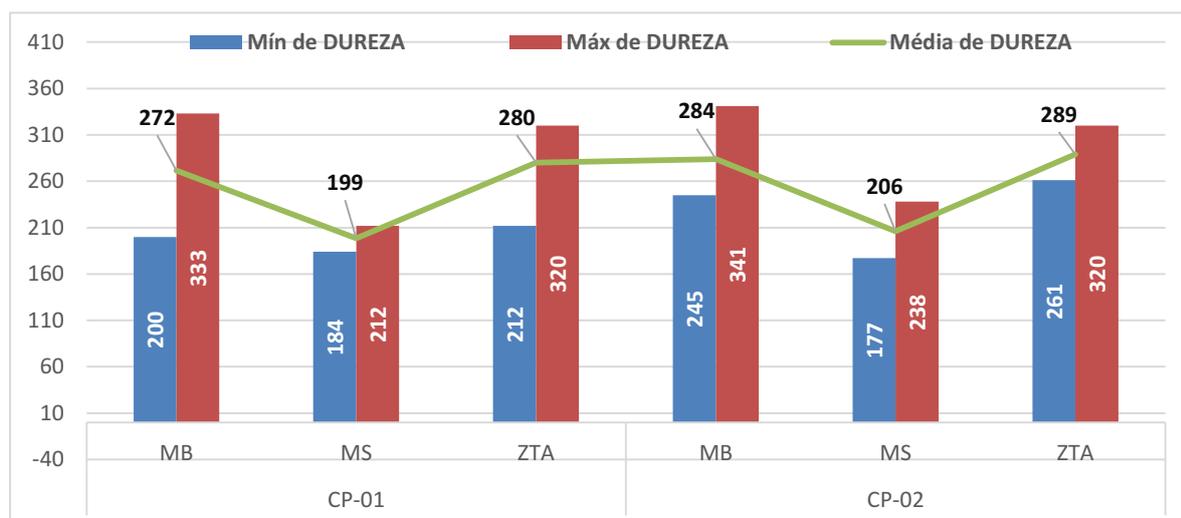
4.4. MICRODUREZA

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado na seção transversal das juntas soldadas dos corpos de provas CP-01 e CP-02, com os valores obtidos

foram elaborados os perfis de dureza das regiões da solda nas profundidades pré-definidas, de 1,5 mm, 5 mm e 8,5 mm respectivamente face da solda, centro da solda e raiz da solda.

No gráfico da Figura 4.4-1 são representados os valores máximos, mínimos e o valores médios das durezas mensuradas nos corpos de prova CP-01 e CP-02, agrupados pelas zonas dos perfis de soldagem (MB, MS e ZTA). De acordo com a norma NACE MR0175 / ISO 15156, os valores máximos de dureza estabelecidos para aços inoxidáveis duplex é de 28 HRC (286 HV) e para aços inoxidáveis superausteníticos 6.5 HRC (180 HV), como pode ser observado no gráfico todas as regiões do perfil de soldagem apresentaram valores máximos acima do especificado, e valores médios bem próximos aos valores estabelecidos na norma.

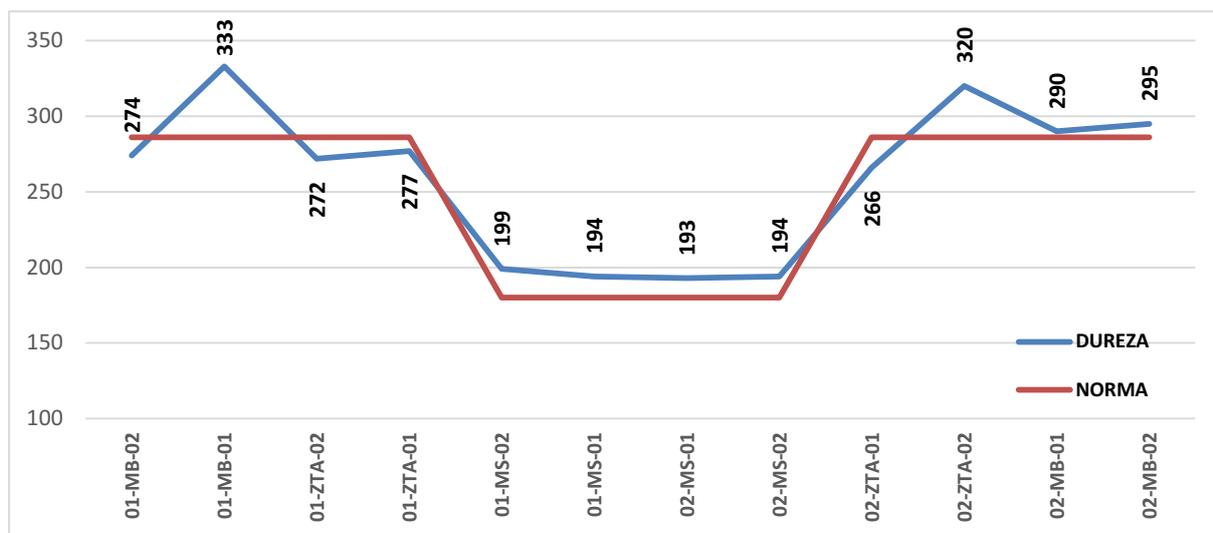
Figura 4.4-1 – Gráfico dos valores máximos, mínimos e médias das durezas mensuradas nos corpos de prova por regiões



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

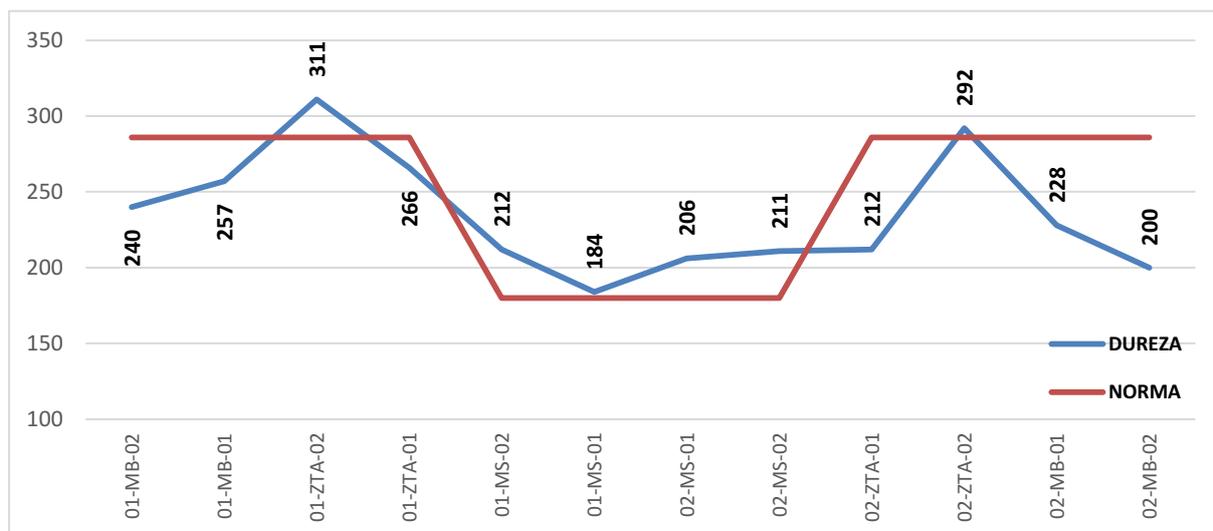
As figuras (Figura 4.4-2, Figura 4.4-3 e Figura 4.4-4) representam o perfil de dureza dos CP-01, já as figuras (Figura 4.4-5, Figura 4.4-6 e Figura 4.4-7) representam o perfil de dureza do CP-02.

Figura 4.4-2 – Perfil de dureza CP-01 a profundidade de 1,5 mm



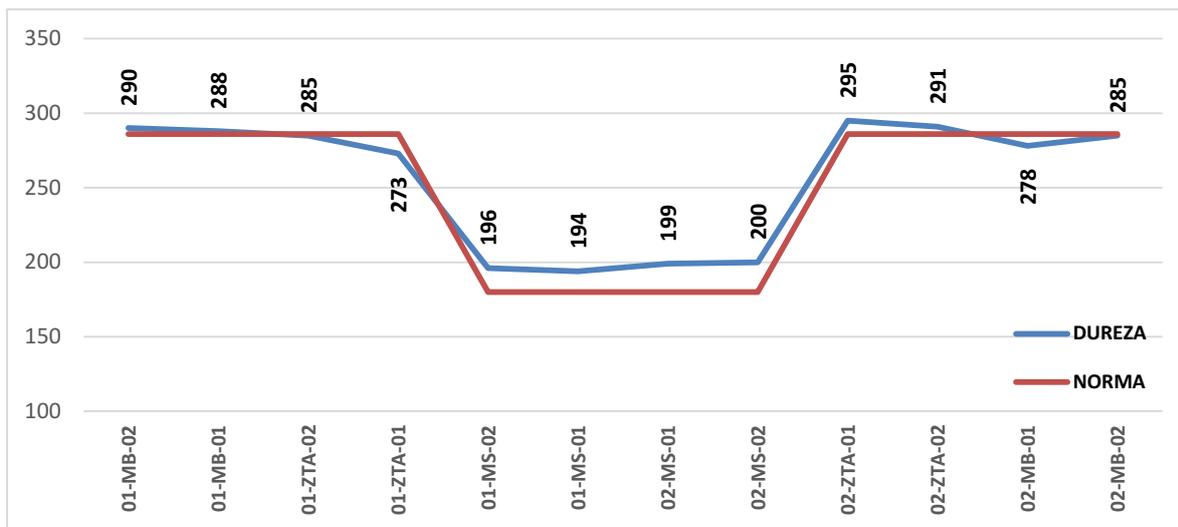
FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.4-3 - Perfil de dureza CP-01 a profundidade de 5,0 mm



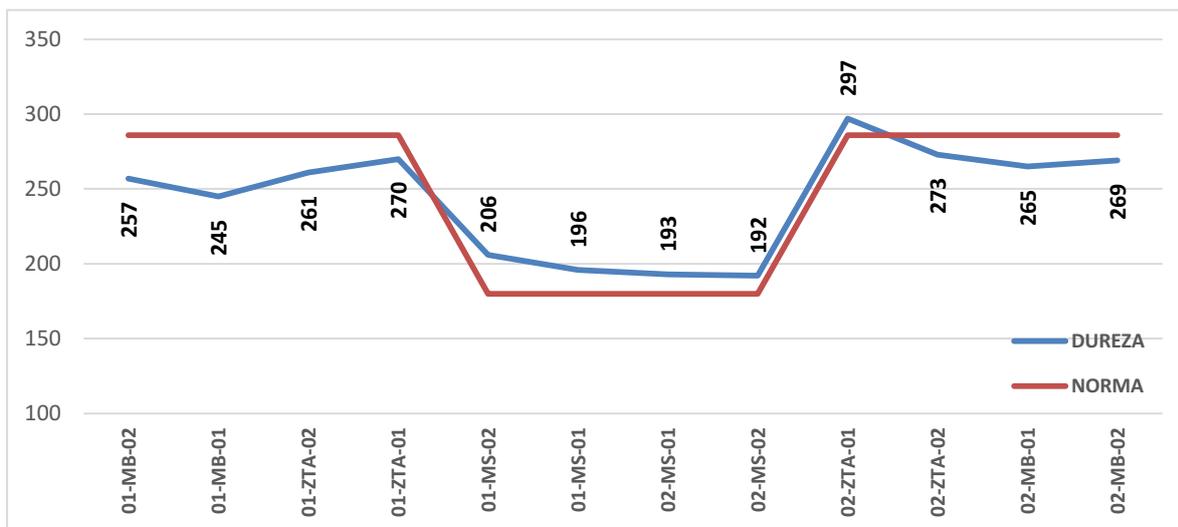
FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.4-4 - Perfil de dureza CP-01 a profundidade de 8,5 mm



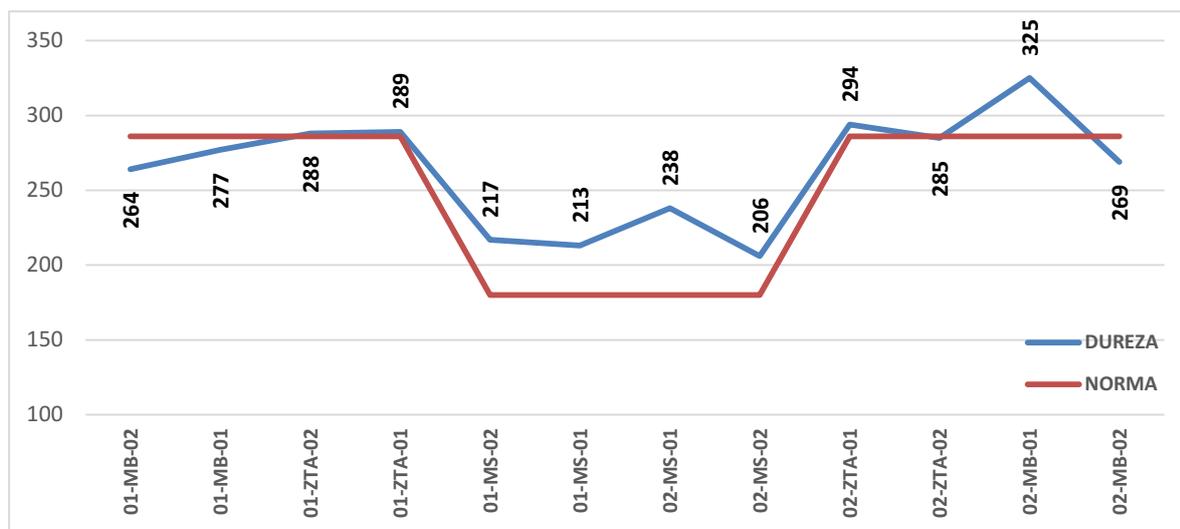
FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.4-5 - Perfil de dureza CP-02 a profundidade de 1,5 mm



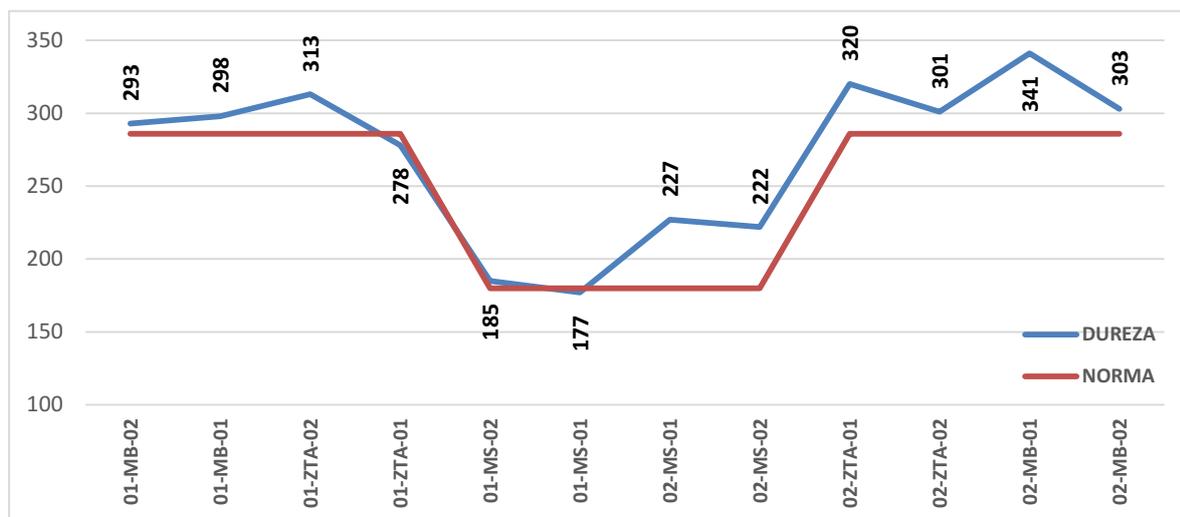
FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.4-6 - Perfil de dureza CP-02 a profundidade de 5,0 mm



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.4-7 - Perfil de dureza CP-02 a profundidade de 8,5 mm



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

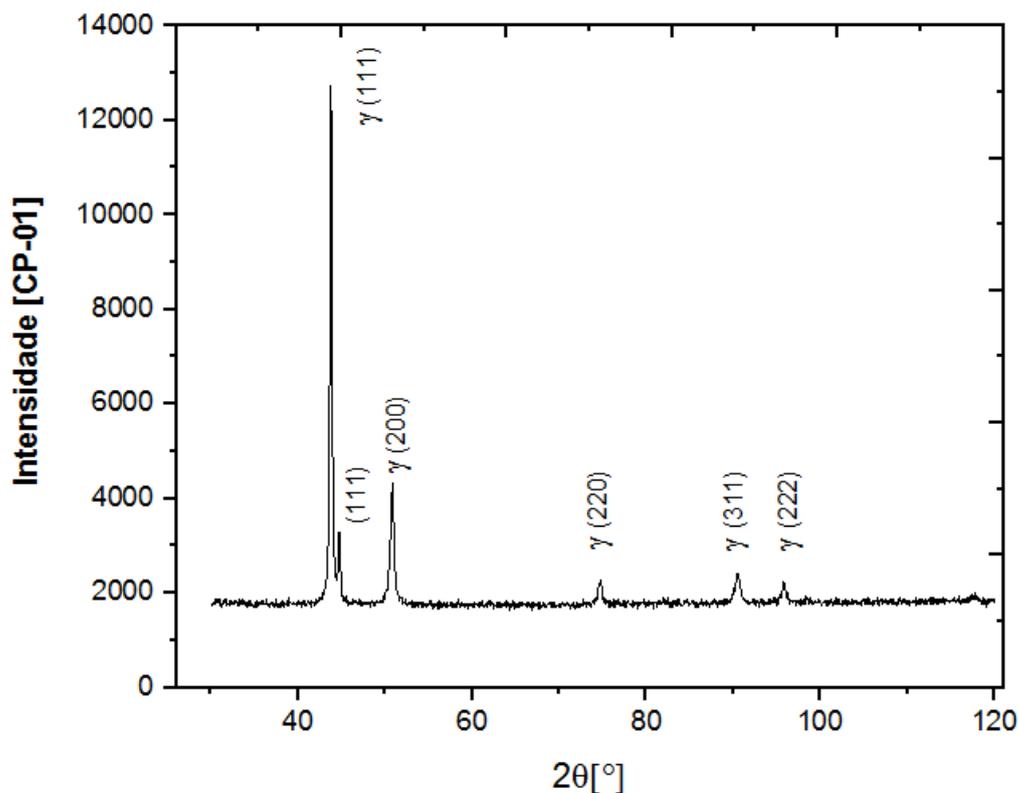
Embora as regiões do metal de base e metal de solda terem apresentado alguns desvios nos valores de dureza, quando comparados aos valores máximos permissíveis é no metal de solda que é possível observar quase que total incidência de valores acima do valor máximo especificado. Segundo Souza (2019) pode haver uma relação direta do aumento da dureza localizada nas regiões da ZTA e do metal de base com a formação de fases intermetálicas com dureza superior à liga, devido ao ciclo térmico recebido pela junta durante a soldagem. Outro fator que pode elevar a microdureza dos aços inoxidáveis duplex é o

aumento da quantidade de ferrita, a ferrita possui maior dureza quando comparada à austenita, entretanto essa condição estaria presente no metal de base, ZTA e zona de ligação. Outro fato que pode ser observado nos perfis de dureza são os valores alcançados pelo metal de adição, por conterem uma matriz totalmente austenítica seus valores formam inferiores aos encontrados nos aços inoxidáveis duplex.

4.5. DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

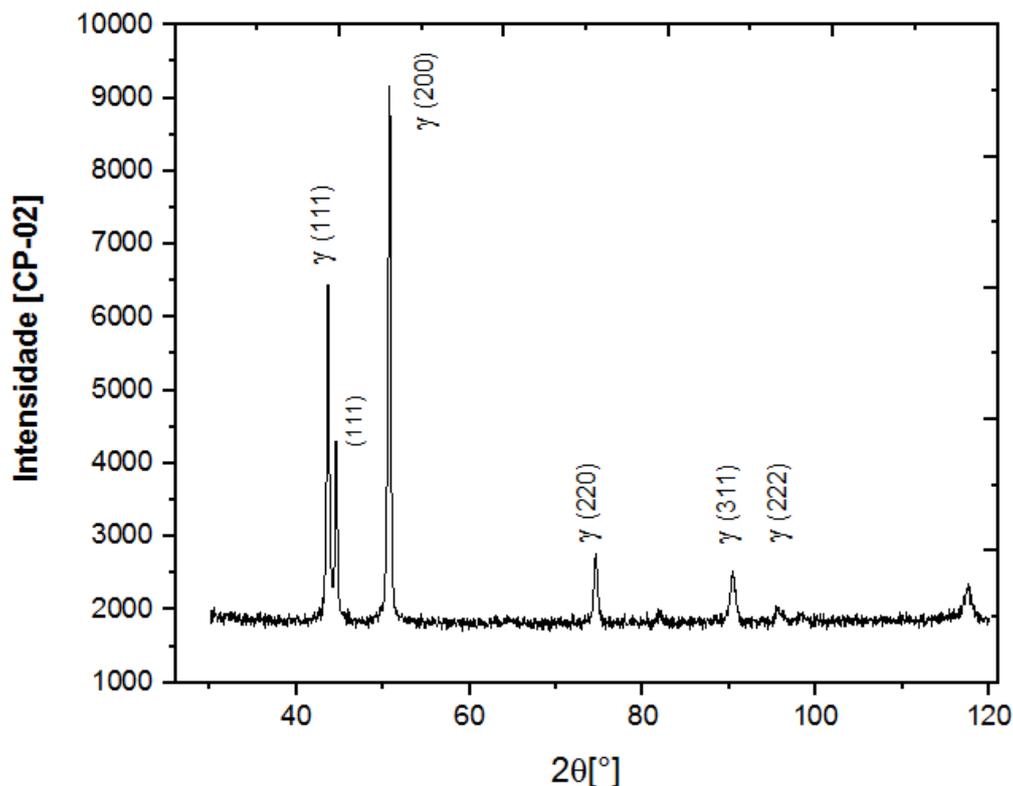
O ensaio de difração de Raios-X foi realizado nos corpos de prova de soldagem em sua seção transversal, o ensaio foi realizado em um intervalo angular de varredura entre $35^\circ < 2\theta < 120^\circ$, onde foi possível obter os picos máximos de intensidade das fases existentes nos perfis soldados, como resultado desse ensaio foram obtidos os espectros de difração representados na Figura 4.5-1 referente ao CP-01 e Figura 4.5-2, referente ao CP-02.

Figura 4.5-1 - Difratograma de raios X Identificação das fases do CP-01



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.5-2 - Difratoograma de raios X Identificação das fases do CP-02



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Na análise qualitativa de identificação de fases, em ambos os corpos de prova foi possível detectar, através da ficha JCPDS 00-033-0397, uma estrutura austenítica típica, nestas foram possíveis a identificação das reflexões $\gamma(111)$, $\gamma(200)$, $\gamma(220)$, $\gamma(311)$, $\gamma(222)$. Entretanto não foi possível detectar, nos difratogramas, a fase ferrítica típica dos aços inoxidáveis duplex, geralmente caracterizada pelas reflexões $\alpha(110)$, $\alpha(200)$, $\alpha(211)$ e $\alpha(220)$, nos difratogramas também foi possível observar a presença da reflexão (111) em 44,60°, comparando aos padrões das fichas cristalográficas disponíveis essa reflexão correspondeu a uma solução sólida de FCC (Fe, Ni) (JCPDS No. 00-003-1044), entretanto essa estrutura não é tipicamente encontrada isolada nos aços inoxidáveis, em conjunto com o Cr e o Mo esse composto constitui a fase σ ($\sigma(\text{bct})$ - (Fe, Ni)_x(Cr, Mo)_y). Nos difratogramas também não foi possível identificar as reflexões correspondentes às formações de precipitações de segunda fase e fases intermetálicas.

4.6. TESTE DE CORROSÃO

Analisando os valores de *PREN* com base na Equação 2.4.3-1, foram calculados os respectivos valores dos metais de base (Equação 4.6-1) e metal de solda (Equação 4.6-2), utilizando como base a composição química descrita nas tabelas Tabela 3.1-1 e Tabela 3.2-1, referente ao aço inoxidável duplex (MB) e o aço inoxidável superaustenítico (MS), respectivamente.

Equação 4.6-1 - Cálculo do *PREN* para o aço inoxidável duplex

$$PREN = \%Cr + 3,3(\%Mo) + 16(\%N)$$

$$PREN = 22,6\%Cr + 3,3(3,25\%Mo) + 16(0,16\%N)$$

$$PREN = 22,6 + 10,72 + 2,56$$

$$PREN = 35,88$$

Equação 4.6-2 - Cálculo do *PREN* para o aço inoxidável superaustenítico

$$PREN = \%Cr + 3,3(\%Mo) + 16(\%N)$$

$$PREN = 19,9\%Cr + 3,3(4,28\%Mo) + 16(0,05\%N)$$

$$PREN = 19,9 + 14,12 + 0,8$$

$$PREN = 34,82$$

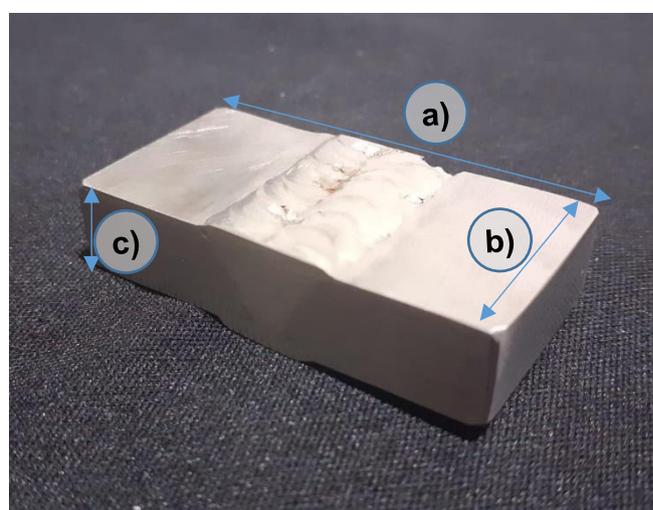
O resultado dos cálculos dos valores de *PREN* dos materiais envolvidos no experimento apresentaram valores de 35,88 para o aço inoxidável duplex (MB) e de 34,82 para o aço inoxidável superaustenítico (MS), os valores obtidos foram considerados aceitáveis quando comparados aos requisitos da norma NACE MR0175 / ISO 15156, onde para o aço inoxidável duplex (UNS S31803) a faixa aceitável é de 31 a 38 e o aço inoxidável superausteníticos (UNS N08904) a faixa aceitável é de 32 a 40.

Para a realização do teste de corrosão as peças teste foram submetidas à pesagem inicial, antes do teste e pesagem final após as 24 horas de teste, essas pesagens foram obtidas através da média de três medições do mesmo corpo de

provas, para esta pesagem a norma exige a utilização de uma balança com precisão mínima de 0,0001 g.

O teste de corrosão foi realizado à uma temperatura de 40 °C por um tempo de 24 horas. Após as 24 horas as peças teste foram submetidas à nova pesagem para avaliação da perda de massa total das amostras. Segundo a ASTM G 48 2011, as taxas de corrosão por perda de massa maior ou igual a 0,0001 g/cm², podem ser indicativos de corrosão por *pitting*.

Tabela 4.6-1 - Teste de corrosão ASTM G 48 - CP-01 Dados e resultados

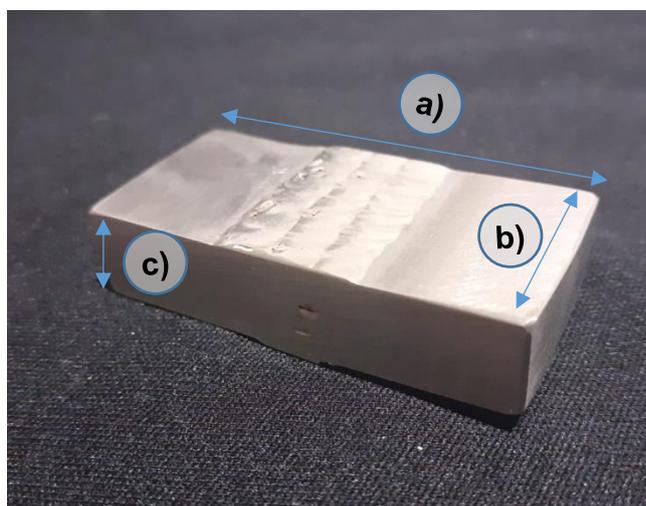


Peso inicial (g)		
106,529	106,526	106,525
Média		106,527
Peso Final (g)		
105,475	105,473	105,475
Média		105,474
Perda de massa (g)		1,052
Dimensões do CP (mm)		
A 49,4	B 24,9	C 10,8
Área m ²		40,65
Perda de densidade obtida (g/cm ²)		0,025888

CRITERIO DE ACEITAÇÃO ASTM G 48 - Perda de massa máxima: 0,0001g/cm²

FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Tabela 4.6-2 - Teste de corrosão ASTM G 48 - CP-02 Dados e resultados



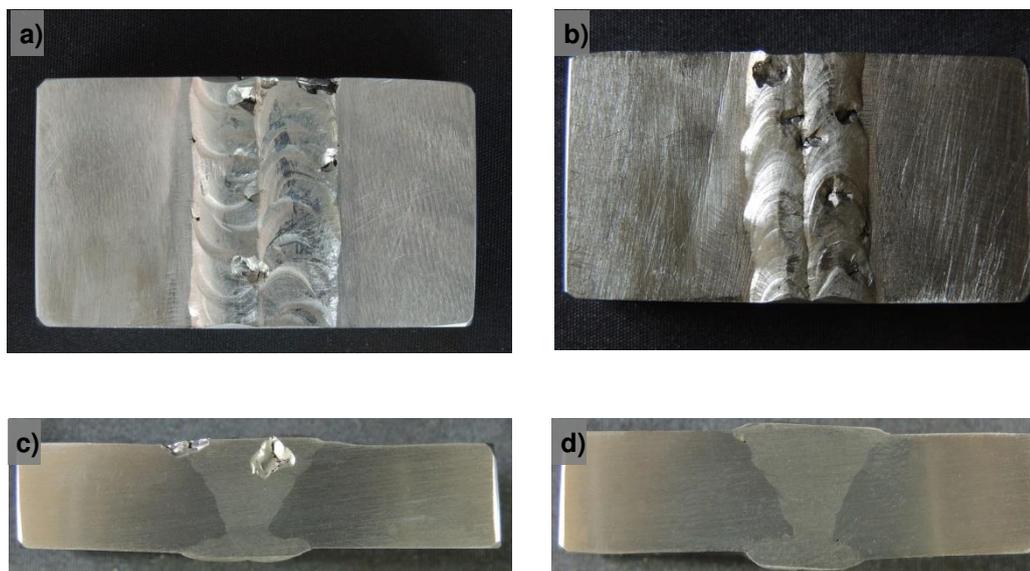
Peso inicial (g)		
104,885	104,886	104,89
Média		104,887
Peso Final (g)		
103,845	103,849	103,848
Média		103,847
Perda de massa (g)		1,040
Dimensões do CP (mm)		
A 49,4	B 25,1	C 10,8
Área m ²		40,89
Perda de densidade obtida (g/cm ²)		0,025425

CRITERIO DE ACEITAÇÃO ASTM G 48 - Perda de densidade máxima: 0,0001g/cm²

FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

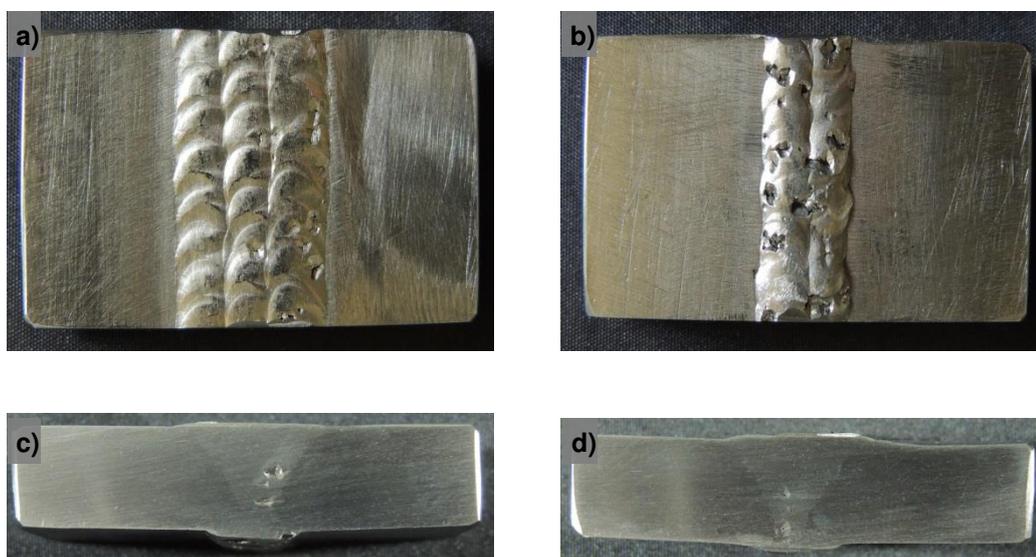
A Figura 4.6-1 e Figura 4.6-2 representam os corpos de provas referentes ao CP-01 e CP-02 respectivamente, nestas pode ser constatado que a região do metal de adição, composto de aço inoxidável superaustenítico ER-385 -904L, das duas peças não apresentaram bons desempenhos quanto a resistência a corrosão. No ensaio visual podem ser observados *pittings* severos nessa região com significativa perda de material. Entretanto o metal de base composto de aço inoxidável duplex S32205, não apresentou indicações visuais de corrosão por *pittings*.

Figura 4.6-1 – Representação fotográfica do corpo de provas CP-01 após teste de corrosão ASTM G48 2015. a) Face da solda. b) Raiz da solda. c) Perfil da solda. d) Perfil da solda



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Figura 4.6-2 - Representação fotográfica do corpo de provas CP-02 após teste de corrosão ASTM G48 2015. a) Face da solda. b) Raiz da solda. c) Perfil da solda. d) Perfil da solda



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

Com base nos dados obtidos nos testes de corrosão, podemos constatar que o desempenho das juntas soldadas com relação à resistência à corrosão foi insatisfatório, os valores das perdas de massas destas juntas soldadas foram muito superiores ao valor máximo aceitável pela norma que é de $0,0001 \text{ g/cm}^2$, o

CP-01 obteve uma perda de massa de $0,0259 \text{ g/cm}^2$ e o CP-02 obteve o valor de $0,0253 \text{ g/cm}^2$. A perda de massa dos dois corpos de prova se concentraram no aço inoxidável superaustenítico na região do metal de solda.

5. CONCLUSÕES

No presente trabalho de pesquisa as juntas dissimilares soldadas, compostas de aço inoxidável duplex como metal de base e aço inoxidável superaustenítico como metal de adição foram submetidas aos experimentos detalhados no capítulo 3 e 4 desta dissertação, pode ser concluído que:

No que se refere à avaliação do sequenciamento dos passes e a dimensão dos cordões de solda, pode-se observar que a variação dos parâmetros de soldagem proporcionou, no CP-01, cordões de solda com aspectos mais largos e com maior penetração quando comparados aos cordões que compõe o perfil da solda do CP-02. Esse aspecto é observado devido à redução dos valores de tensão (V) e corrente elétrica (I) utilizados na soldagem do CP-01 para a soldagem do CP-02, essa redução de energia proporcionou uma menor taxa de fusão do processo e redução da velocidade de progressão da soldagem no CP-02. Na Tabela 3.4-1 e Tabela 3.4-2 podem ser observados um aumento médio de aproximadamente 18,5 % dos valores de aporte térmico no CP-02 quando comparados aos valores obtidos no CP-01, essas variações podem ser atribuídas à diminuição da velocidade de soldagem obtida no CP-02.

Embora tenha havido a variação dos parâmetros de soldagem utilizados nos dois corpos de prova não foi observado visualmente, nos ensaios macrográficos, uma significativa variação nas dimensões das ZTA's. Entre os reagentes utilizados Eletrolítico Oxálico, Marble's e Kalling o reagente Kalling foi o que melhor revelou o perfil do corpo de prova soldado, sendo possível identificar as camadas de deposição da solda e o dimensionamento das ZTA's.

Nos ensaios de micrografia, os corpos de prova foram submetidos aos ataques, Beraha, Murakami, ataques eletrolíticos NaOH e ataque eletrolítico oxálico, onde os citados reagentes tiveram um bom desempenho na revelação da morfologia da estrutura cristalina e na definição das fases δ/γ nas regiões do metal de base e ZTA. As variações dos parâmetros de soldagem nos corpos de prova não apresentaram variação na morfologia da estrutura cristalina. Em ambos corpos de prova foi possível observar, através do crescimento de grãos da

austenita, a definição da região da ZTA, que visualmente não houve variação de sua extensão entre os corpos de prova.

Na região da ZTA também foi possível constatar a formação de constituintes de primeira fase como a austenita de contorno de grãos (GBA), austenita de witmanstatten (WA), austenita intragranular (IGA) e austenita secundária (γ_2).

Na região do metal de base também foi possível realizar a quantificação das fases ferríticas e austeníticas, os valores alcançados se mantiveram nas proporções estabelecidas pela literatura, nas imagens pode ser observado a distinção da fração de austenita formada nas ilhas de ferrita com granulação alongada características dos aços inoxidáveis duplex.

Na região do metal de solda o reagente Oxálico foi único que apresentou bom desempenho na revelação da morfologia das estruturas cristalinas do aço inoxidável superaustenítico, a morfologia observada foi condizente à morfologias previstas nas literaturas, onde foi possível observar estruturas dendríticas colunar totalmente longa, com braços primários bem desenvolvidos e braços secundários curtos, a formação de dendritos primários revelados com contrastes mais escuras e fases interdendríticas reveladas com contraste mais claros na matriz austenítica.

Através do software ImageJ foi possível constatar que a variação do aporte térmico não influenciou na manutenção do balanço das frações das fases δ/γ no metal de base, onde foi constatado o percentual de em 54,78% de ferrita e 44,32% de ferrita, nos corpos de prova CP-01 e CP-02 respectivamente, onde os valores aceitáveis são de 35 a 65 % do volume previsto na literatura de referência desta dissertação.

Nas amostras reveladas com o reagente Beraha foram observadas possíveis formações de precipitados intermetálicos, entretanto não houve indícios desses precipitados revelados com os demais reagentes utilizados nesse experimento, desta forma faz-se necessário a complementação dos testes com métodos capazes de definir a composição química desses componentes, para a confirmação dessas estruturas.

Nos ensaios de difração de raios X, que teve como objetivo a avaliação qualitativa das fases dos corpos de prova, foi possível através da análise de seus difratograma, a identificação da fase austenítica através das reflexões $\gamma(111)$, $\gamma(200)$, $\gamma(220)$, $\gamma(311)$, $\gamma(222)$. Entretanto a fase ferrítica prevista no aço inoxidável duplex não foi identificada no difratograma. Uma possibilidade seria a execução da varredura da difração de raios X ter sido realizada no centro do corpo de prova constituído de uma fase 100% austenítica. Nos difratogramas não houve a incidência de reflexões condizentes à formação de precipitações segunda fase e fases intermetálicas.

Com o objetivo de verificar os impactos da variação dos aportes térmicos nos valores de dureza e a suscetibilidade da junta soldada à corrosão por SSC, os corpos de prova foram submetidos a testes de microdureza Vickers. Como resultado, os corpos de prova apresentaram valores de dureza acima aos especificados nas literaturas de referência, na qual destacam-se os valores obtidos na região metal de solda, que em sua totalidade obtiveram valores médios de 10,2 % no CP-01 e 14,4 % no CP-02 acima dos valores especificados de 6.5 HRC (180 HV) para os aços inoxidáveis superausteníticos. Essas variações dos resultados corroboram para o baixo desempenho da junta soldada no teste de corrosão, principalmente na região do metal de solda.

Nos testes de corrosão em ambiente com cloretos oxidantes, realizado para a análise da resistência a corrosão por *pitting* (CPT), a variação dos aportes térmicos não apresentou benefícios ao desempenho dos corpos de prova. Como resultado do teste obteve-se uma expressiva perda de densidade que pode ser observada visualmente na região do metal de solda composta de aço inoxidável superaustenítico. Na região do metal de base e ZTA constituído pelo aço inoxidável duplex não foi possível observar visualmente efeitos deletérios a esse material, proveniente à exposição do teste de corrosão, desta forma o desempenho da junta soldada na condição do experimento foi considerado insatisfatório.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para trabalhos futuros é sugerido:

- ✚ Realização da soldagem com a manutenção dos materiais e processo de soldagem, proposto nessa dissertação, com a utilização de novos parâmetros de soldagem e a variação de processos de soldagem.
- ✚ Realização da soldagem com a variação de materiais que possuam os números de *PREN* similares aos do aço inoxidável duplex e a variação dos aportes térmicos para a execução da soldagem.
- ✚ Realização da análise da experimentação com a utilização de técnicas mais modernas de simulação de aporte térmicos de soldagem como o *software Thermo-Calc* e a utilização de técnicas de caracterização de estrutura como o MEV.

6. REFERÊNCIAS

6.1. REFERÊNCIAS NOMINAIS

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. API 938-C: Use of Duplex Stainless Steels in the Oil Refining Industry: Washington. 2011.

ASTM E1382-97. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis. 2015.

ASTM, G. 48-11. **Standard test methods for pitting and crevice corrosion resistance of stainless steels and related alloys by use of ferric chloride solution.** West Conshohocken, PA, United States, 2011. (Reapproved 2015).

ANDRADE, Gabriel Giampietro de. **Soldagem a laser Nd: YAG pulsado no aço superaustenítico AISI 904L.** 2018. Dissertação de Mestrado

BEN RHOUMA, A. et al. **Correlation between microstructure and intergranular corrosion behavior of low delta-ferrite content AISI 316L aged in the range 550e700 C.** Journal of Alloys and Compounds, Percentil Scopus: 91%, v. 70, p 871 – 886. 2017. DIO: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.02.020>

BETINI, Evandro Giuseppe. **Avaliação das propriedades estruturais e térmicas de soldas realizadas em aço inoxidável duplex para aplicação em embalado para o transporte de substâncias radioativas.** 2019. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo. DOI: <https://doi.org/10.11606/T.85.2019.tde-04112019-113030>

BRAMFITT, Bruce L.; BENSOTER, Arlan O. Metallographer's guide. **Practices and Procedures for Irons and Steels, ASM International, Materials Park, OH, USA,** v. 87, n. 3, 2002.

BRASIL, Ministério de Minas e Energia. **Plano decenal de expansão de energia 2027. Brasília, DF, Brasil: Ministério das Minas e Energia (MME), Empresa de Pesquisa Energética (EPE),** v. 2, 2018. Disponível em: <http://epe.gov.br/pt/publicacoes-dados-abertos/publicacoes/plano-decenal-de-expansao-de-energia-2027>. Acesso em: 19 nov. 2019.

CHEN, T. H.; YANG, J. R. **Effects of solution treatment and continuous cooling on σ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel.** Materials Science and Engineering: A, Percentil Scopus: 94%, v. 311, p.28-41, Dezembro 2001. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)00911-X](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)00911-X)

DAGUR, Akash Harendra et al. **Microstructure, mechanical properties and biocorrosion behavior of dissimilar welds of AISI 904L and UNS S32750.** Journal of Manufacturing Processes, Percentil Scopus: 89%: v. 30, p. 27-40, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2017.09.001>

FARIAS Azevedo de, Cesar Roberto et al. **An overview of the recurrent failures of duplex stainless steels**. Engineering Failure Analysis, Percentil Scopus: 87%, v. 97, p. 161-188, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2018.12.009>

GENG, Shaoning et al. **Evolution of microstructure and corrosion behavior in 2205 duplex stainless steel GTA-welding joint**. Journal of Manufacturing Processes, Percentil Scopus: 94%. v. 19, p. 32-37, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2015.03.009>

GOMES, Ana Paula Silva. **Efeito da Adição de N₂ no Gás de Proteção para Soldagem Autógena de Aços Inoxidáveis Duplex e Com Metal de Adição Contendo Ni**. 2018. Tese de Doutorado. PUC-Rio.

GUERRA, Thiago. **Modelagem do ciclo térmico do processo GMAW em aços inoxidáveis duplex pelo método de elementos finitos**. 2017. Tese de Doutorado. PUC-Rio.

HA, Heon-Young et al. **Interpretation of the relation between ferrite fraction and pitting corrosion resistance of commercial 2205 duplex stainless steel**. Corrosion Science, Percentil Scopus: 95%, v. 89, p. 154-162, 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2014.08.021>

HIGA, Silvia Midori. **Avaliação da resistência à corrosão e das propriedades mecânicas da junta soldada de aço inoxidável duplex**. 2015. Tese de Doutorado.

INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION et al. **Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels**. London, UK, p. 1-64, 2014. ISBN 978-1-907470-00-4

JUNIOR, Ronaldo Cardoso. **Avaliação da influência da energia de soldagem e da adição de arame frio em soldas SAW com arames geminados em aços inoxidáveis lean duplex UNS S32304**. 2018. Tese de Doutorado.

KARLSSON, L. **Welding duplex stainless steels-A review of current recommendations**. Weld in the World, Percentil Scopus: 72%, v. 56, n. 5, p. 6, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF03321351>

LUENGAS, Lilia Olaya. **Simulação Física e Caracterização Microestrutural e Mecânica da Zona Termicamente Afetada (ZTA) em Aços Inoxidáveis Duplex**. 2017. Tese de Doutorado. PUC-Rio.

LLORCA-ISERN, Núria et al. **Identification of sigma and chi phases in duplex stainless steels**. Materials Characterization, Percentil Scopus: 89%, v. 112, p. 20-29, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.12.004>

MARIA, Grazielle Gianini Braga. **Avaliação da transformação martensítica induzida por deformação, e sua transformação reversa e sua influência**

nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex 2304. 2019. Tese de Doutorado.

MEIRA, Orlando Guerreiro. **Avaliação de desempenho da liga AISI 904L como material de revestimento de equipamento na indústria de óleo e gás.** 2015. Dissertação de Mestrado.

MORAIS, José Mauro de. **Petróleo em águas profundas: uma história tecnológica da Petrobras na exploração e produção offshore.** 2013. ISBN: 978-85-7811-159-5.

NASCIMENTO, Cristiane do. **Corrosão de aço superaustenítico, aços duplex e liga de níquel hastelloy em glicerina acidificada da indústria de biodiesel.** 2015. Dissertação de Mestrado.

PEREIRA, Gustavo Balderramas Hulpan. **Correlação entre porcentagem de fases, taxa de resfriamento e corrosão em aços inoxidáveis duplex.** 2019. Dissertação de Mestrado.

POLINSKI, Everton Luís. **Influência da energia de soldagem na resistência à corrosão por pites do aço inoxidável duplex SAF 2205.** 2017. Tese de Doutorado.

RECCAGNI, P. et al. **Reduction of austenite-ferrite galvanic activity in the heat-affected zone of a Gleeble-simulated grade 2205 duplex stainless steel weld.** Corrosion Science, Percentil Scopus: 95%, p. 108198, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.108198>

SANTOS, D. C. **Estudo da formação de sigma e sua influência no potencial de pite em solução 0,6M cloreto de sódio do aço UNS S31803 envelhecido a 850 e 900°C.** 2010. Dissertação de Mestrado.

SANTOS, Daniella Caluscio dos; MAGNABOSCO, Rodrigo; DE MOURA-NETO, Carlos. **Influence of sigma phase formation on pitting corrosion of an aged UNS S31803 duplex stainless steel.** Corrosion, Percentil Scopus: 95%, v. 69, n. 9, p. 900-911, 2013. DOI: <https://doi.org/10.5006/0768>

SATHIYA, P.; MISHRA, Mahendra Kumar; SHANMUGARAJAN, B. **Effect of shielding gases on microstructure and mechanical properties of super austenitic stainless steel by hybrid welding.** Materials & Design, Percentil Scopus: 96%, v. 33, p. 203-212, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.06.065>

SILVA, Maria do Socorro da. **Estudo da influência da fase sigma na fragilização do aço inoxidável superaustenítico ASTM A744 Gr. CN3MN: microdureza e resistência à corrosão localizada.** 2016. Dissertação de Mestrado.

SOUZA, Daniel Dominices Baía Gomes de et al. **Avaliação da soldabilidade do aço inoxidável duplex UNS S31803 pelo processo MIG/MAG curto-circuito convencional.** 2019. Tese de Doutorado.

TURIBUS, Sergio Nolêto. **Análise por difração de raios x do estado das tensões residuais em chapas de aço inoxidável duplex após soldagem.** 2014. Tese de Doutorado.

TOLMASQUIM, Mauricio T.; GUERREIRO, Amilcar; GORINI, Ricardo. **Matriz energética brasileira: uma prospectiva.** Novos estudos CEBRAP, n. 79, p. 47-69, 2007. ISSN 1980-5403.

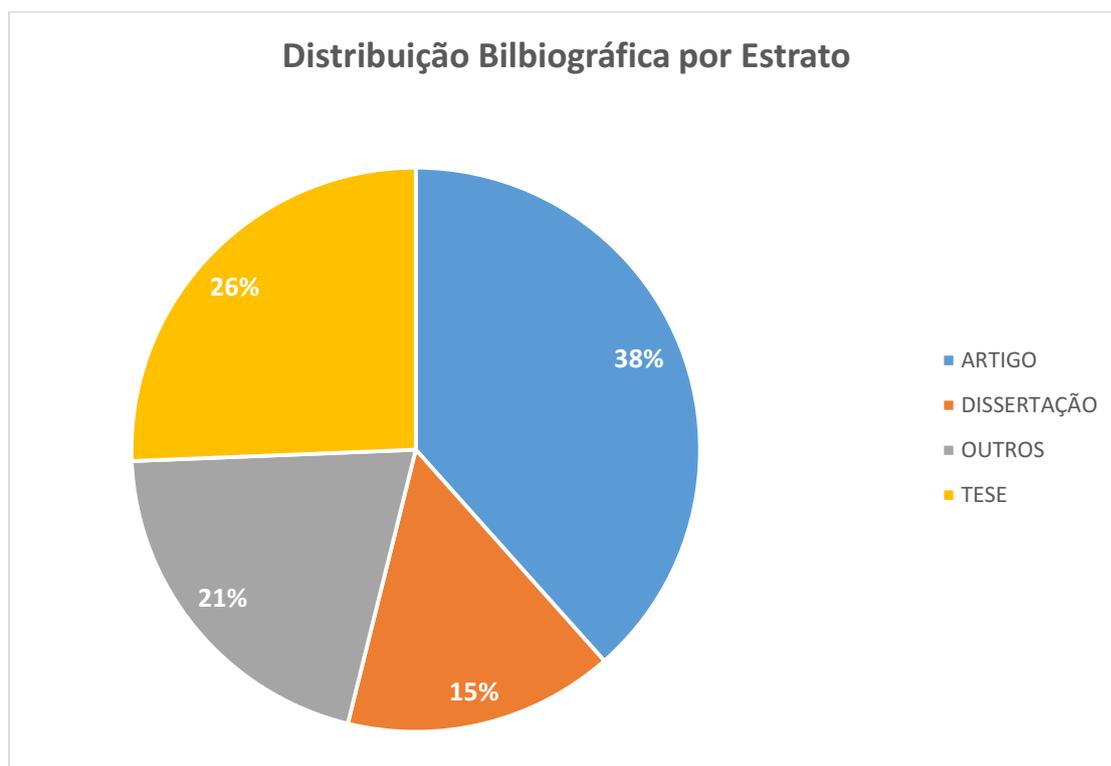
VANDER VOORT, George F. et al. ASM handbook. **Metallography and microstructures**, v. 9, p. 1582-0002, 2004.

VERMA, Jagesvar. et al. **Effect of welding processes and conditions on the microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of duplex stainless steel weldments—A review.** Journal of Manufacturing Processes, Percentil Scopus: 89%. 25 (2017): 134-152. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2016.11.003>

ZHANG, Ziying et al. **Microstructure evolution and mechanical properties of briefly heat-treated SAF 2507 super duplex stainless steel welds.** Construction & Building Materials, Percentil Scopus: 95%, v. 168, p. 338-345, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.02.143>

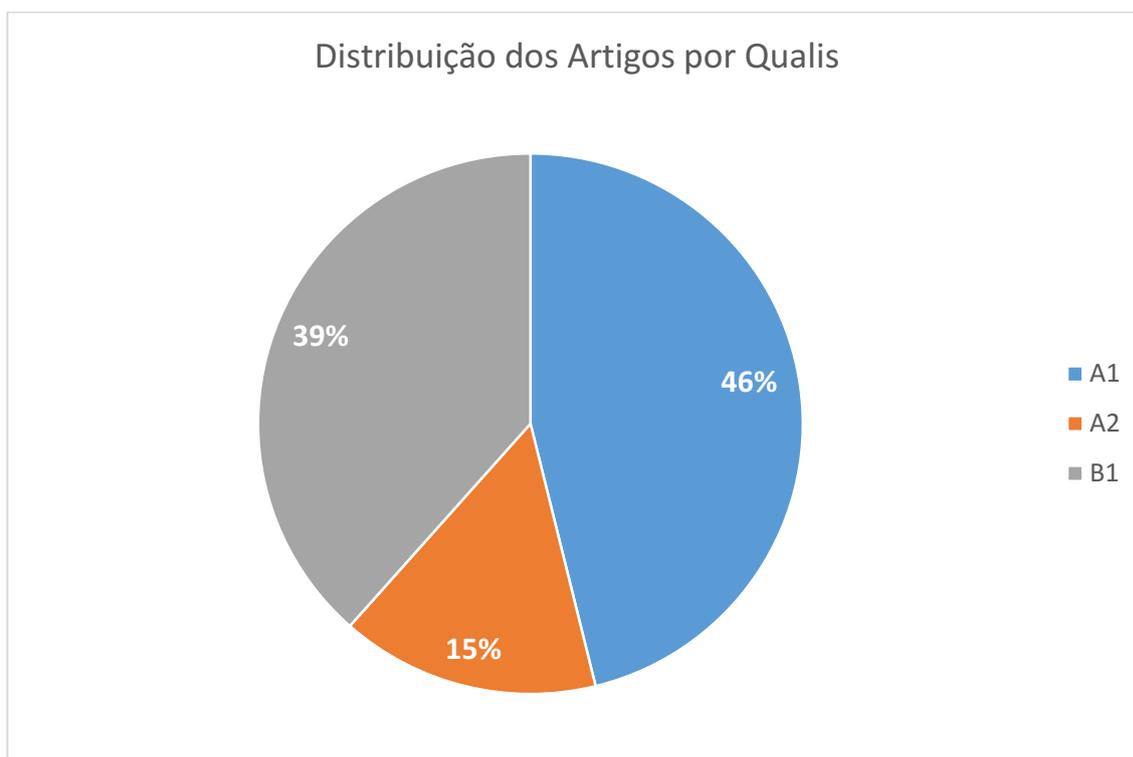
ZHANG, Ziying et al. **Effect of post-weld heat treatment on microstructure evolution and pitting corrosion behavior of UNS S31803 duplex stainless steel welds.** Corrosion Science, Percentil Scopus: 95%, v. 62, p. 42-50, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2012.04.047>

6.2. REFERÊNCIAS POR ESTRATO



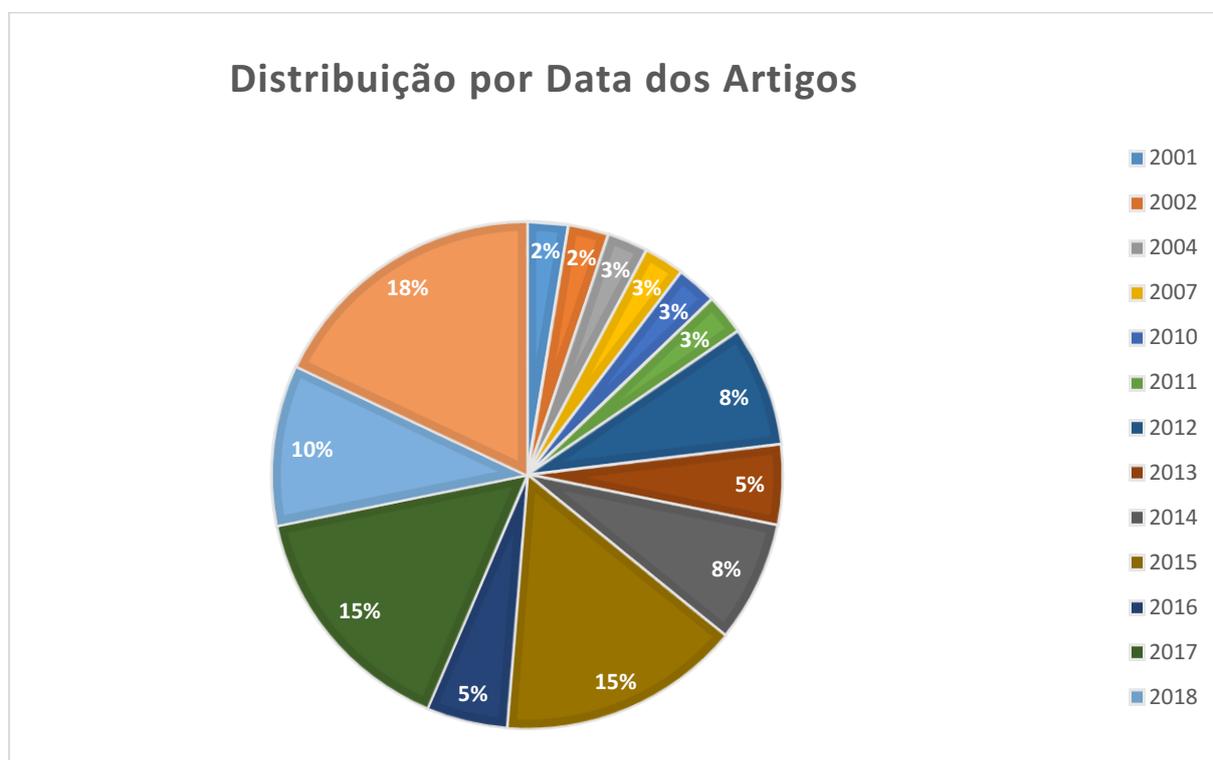
FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

6.3. REFERÊNCIAS POR QUALIS



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)

6.4. REFERÊNCIAS POR DATA DOS ARTIGOS



FONTE: (PRÓPRIO AUTOR, 2020)