

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALFENAS
***CAMPUS* POÇOS DE CALDAS**

ISABELA DAINEZI

**EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO NA
MICROESTRUTURA E NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO AÇO
INOXIDÁVEL DUPLEX**

Poços de Caldas/MG

2020

ISABELA DAINEZI

**EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO NA
MICROESTRUTURA E NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO AÇO
INOXIDÁVEL DUPLEX**

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais, da Universidade Federal de Alfenas. Área de Concentração: Caracterização e processamento de Materiais. Orientador(a): Prof(a). Dr(a). Neide Aparecida Mariano.

Poços de Caldas/MG

2020

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal de Alfenas
Biblioteca campus Poços de Caldas

Dainezi, Isabela.

D133e Efeito do tratamento térmico de envelhecimento na
microestrutura e na resistência à corrosão do aço inoxidável duplex
/ Isabela Dainezi . -- Poços de Caldas/MG, 2020.
139 f. --

Orientador(a): Neide Aparecida Mariano.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) –
Universidade Federal de Alfenas, campus Poços de Caldas, 2020.

Bibliografia.

1. Aço inoxidável. 2. Aço - Corrosão. 3. Aço - Tratamento
térmico. I. Mariano, Neide Aparecida. II. Título.

CDD – 620.11

ISABELA DAINEZI

**EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO NA
MICROESTRUTURA E NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO AÇO
INOXIDÁVEL DUPLEX**

A banca examinadora, abaixo-assinada, aprova a Dissertação apresentada como parte dos requisitos para o Título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais no Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Aprovada em: 18/02/2020

Banca Examinadora:



Prof.^a. Dr.^a. Neide Aparecida Mariano
Orientadora
Universidade Federal de Alfenas



Prof. Dr. Renato Chaves Souza
Instituto Federal de São Paulo



Prof. Dr. Osmar Roberto Bagnato
Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais

Poços de Caldas/MG
2020

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus pelas oportunidades concedidas em minha vida, por todo amparo, força, motivação e graças recebidas, as quais me fizeram atingir meus objetivos e conquistar meus sonhos.

Sem dúvida, cheguei até aqui graças a um grupo de pessoas que sou imensamente grata.

Gratidão aos meus pais por sempre me apoiarem, sempre tentarem facilitar e deixar minha caminhada, ou melhor, minha corrida mais leve, por toda preocupação, pelo aconchego, por sempre amenizarem meus choros e intensificarem meus risos.

Sou muito grata ao meu irmão, Thiago, que sempre me apoiou na minha vida, sempre esteve ao meu lado, buscando encontrar uma solução para cada desafio que encontrava, tanto na parte acadêmica quanto pessoal, desde sempre.

Agradeço muito à minha querida orientadora, Profa Neide Mariano, por sempre acreditar em mim. E muito mais que isso, agradeço pela amizade, paciência, conselhos, compreensão e conhecimento transmitido. Foi uma honra trabalhar contigo esses anos.

Agradeço meus colegas e amigos do grupo de metais da Unifal-MG que estiveram presentes durante essa pesquisa contribuindo com ela e tornando meus dias melhores.

Sou grata a Unifal-MG, pela oportunidade, assim como aos seus funcionários que sempre trabalharam ao meu lado em todos os momentos necessários. Ao DEMA/UFSCar e a Unifei pela disponibilização de seus laboratórios.

Por fim, agradeço à CAPES, FAPEMIG, CNPq e FINEP pelo suporte educacional e financeiro.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

RESUMO

Os aços inoxidáveis duplex são amplamente empregados na indústria química e petroquímica, nas quais há exigências de ótimas propriedades mecânicas, soldabilidade e elevada resistência à corrosão em ambientes altamente agressivos. O objetivo deste trabalho foi analisar o efeito da temperatura e do tempo do tratamento térmico de envelhecimento, na microestrutura do AID SAF 2205, além de verificar a influência da precipitação da fase alfa linha na resistência a corrosão. O AID SAF 2205 foi solubilizado a 1100°C por 30min e resfriado em água. Posteriormente foi realizado o tratamento térmico de envelhecimento nas temperaturas 450, 475, 500, 600, 800 e 850°C, por 1, 3 e 12h, com resfriamento em água. A caracterização microestrutural foi realizada por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia de energia dispersiva, difração de raios X, estereologia quantitativa, ferritoscopia, dureza e microdureza das fases. Nos ensaios de análise térmica foram observadas transformações ferromagnética-paramagnética da ferrita em torno de 520°C, além do consumo da ferrita por fases intermetálicas em torno de 860°C. A solubilização promoveu uma microestrutura homogênea, com matriz ferrítica e ilhas alongadas de austenita. Os tratamentos térmicos de envelhecimento, promoveram a dissolução da fase ferrita com o aumento do tempo e da temperatura. Nos tratamentos de envelhecimento a 450 e 500°C por 1h e 600°C por 12h, ocorreu a precipitação da fase alfa linha, pelo mecanismo de nucleação e crescimento, levando a um aumento da microdureza da fase ferrita. No envelhecimento a 475°C por 12h, também ocorreu a formação da fase alfa linha, porém, pelo mecanismo de decomposição espinodal da ferrita. Nos envelhecimentos a 800 e 850°C, durante os tempos de 1, 3 e 12h, ocorreu a precipitação da fase sigma, elevando a dureza do AID SAF 2205. Nos ensaios de corrosão por polarização potenciodinâmica cíclica, observou-se que o envelhecimento realizado a 450°C por 1h apresentou melhor desempenho dentre as condições ensaiadas. Nos ensaios de reativação potenciodinâmica cíclica, observou-se que o AID SAF 2205 nas condições estudadas não apresentaram o fenômeno de sensibilização.

Palavras chaves: Aço inoxidável duplex. Corrosão. Tratamento térmico de envelhecimento.

ABSTRACT

Duplex stainless steels are widely employed in the chemical and petrochemical industry, where optimal mechanical properties, weldability and high resistance to corrosion in highly aggressive environments are required. The purpose of this work was to analyse the effect of temperature and thermal aging treatment time on the microstructure of DSS SAF 2205, in addition to verifying the influence of the alpha prime phase precipitation in the resistance to corrosion. The DSS SAF 2205 was solubilized at 1100°C for 30 minutes and cooled in water. Afterwards, thermal aging treatment was undertaken at the temperatures of 450, 475, 500, 600, 800 and 850°C for 1, 3 and 12 hours, with cooling in water. The microstructural characterization was undertaken by optical microscopy, scanning electron microscope, energy-dispersive spectrometry, X-ray diffraction, quantitative stereology, ferritescope, hardness and microhardness of the phases. In the thermal analysis tests, ferromagnetic-paramagnetic transformations of the ferrite were observed at around 520°C, in addition to the consumption of the ferrite by intermetallic phases around 860°C. Solubilization fostered a homogenous microstructure, with a ferritic matrix and elongated austenite islands. The thermal aging treatments fostered the dissolution of the ferrite phase with an increase in the time and temperature. In the aging treatments at 450 and 500°C for 1 hour, and 600°C for 12 hours, precipitation of the alpha prime phase occurred through the nucleation and growth mechanism, leading to an increase in the microhardness of the ferrite phase. In the aging at 475°C for 12 hours, the forming of the alpha prime phase also occurred, but through spinodal decomposition, however. In the aging at 800 and 850°C, for 1, 3 and 12 hours, precipitation of the sigma phase occurred, increasing the hardness of the DSS SAF 2205. In tests for cyclic potentiodynamic polarization corrosion, it was observed that aging at 450°C for 1 hour presented better performance among the conditions tested. In the cyclic potentiodynamic reactivation tests, it was observed that the DSS SAF 2205, in the conditions studied, did not exhibit the sensitization phenomenon.

Keywords: Aging treatment. Corrosion. Duplex stainless steel.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Famílias dos aços inoxidáveis e suas respectivas composições e propriedades	24
Figura 2 - Diagrama de Schaeffler com a composição química associada aos diferentes grupos de aços inoxidáveis.....	25
Figura 3 - Microestrutura esquemática típica do AID, com ataque realizado com Behara	26
Figura 4 - Diagrama de fases pseudobinário Fe-Cr-Ni	29
Figura 5 - Formação da fase sigma.....	31
Figura 6 - Representação da formação da fase chi no AID SAF 2205	32
Figura 7 - Diagrama transformação-tempo-temperatura para precipitação da fase alfa linha.....	34
Figura 8 - Diagrama transformação-tempo-temperatura para o AID.....	36
Figura 9 - Microestruturas obtidas após tratamento térmico de solubilização, evidenciando a influência da temperatura no SAF 2205 tratado por 30min e resfriado em água. Ataque químico com Behara II	37
Figura 10 - Microestruturas obtidas após tratamento térmico de solubilização a 1100°C, evidenciando a influência do tempo de tratamento no SAF 2205. Ataque químico com Behara II	38
Figura 11 - Microestruturas obtidas após tratamento térmico de solubilização, evidenciando a influência da taxa de resfriamento no SAF 2205 tratado a 1100°C por 120 min. Ataque químico com Behara II	38
Figura 12 - Microestrutura típica da fase alfa linha dispersa em ferrita.(a) nucleação e crescimento; (b) decomposição espinodal da ferrita. Ataque químico com Behara II	40
Figura 13 - Micrografia do SAF2205 envelhecido á 850°C por 1h e resfriado em água. Ataque com KOH	41
Figura 14 - Diagrama de fases Fe-Cr evidenciando a formação da fase alfa linha de acordo com a composição da liga e temperatura	42
Figura 15 - Diagrama de fase esquemático.....	43
Figura 16 - Curva de energia livre de Gibbs na temperatura T1 de uma liga Xe com composição no espinodal químico.....	44

Figura 17 - Esquematização do perfil de composição química de uma liga resfriada dentro do espinodal químico	45
Figura 18 - Diagrama de fase esquemático.....	46
Figura 19 - Esquematização do perfil de composição química de uma liga resfriada fora do espinodal químico	48
Figura 20 - Representação esquemática da formação do pite	51
Figura 21 - Representação esquemática dos principais tipos de pite	51
Figura 22 - Curva de polarização anódica (I _a) e catódica (I _c) em função da densidade de corrente em escala logarítmica	53
Figura 23 - Curva de polarização esquemática para uma liga metálica com transição ativa-passiva	55
Figura 24 - Curva de polarização potenciodinâmica cíclica típica de um aço inoxidável duplex, SAF 2205	57
Figura 25 - Diagrama esquemático do gráfico gerado por ensaio de DL-EPR	58
Figura 26 - Diagrama de blocos da metodologia empregada no desenvolvimento do trabalho	60
Figura 27 - Aparatos utilizados nos ensaios de OCP e PPC	66
Figura 28 - Aparatos utilizados nos ensaios de DL-EPR	67
Figura 29 - Diagrama de Schaeffler e indicação do posicionamento da liga empregada em função do Creq e Nieq.....	68
Figura 30 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição como recebido. Ataque químico com Behara	69
Figura 31 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS, do AID SAF 2205 na condição como recebido.....	70
Figura 32 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado a 1100°C por 30min e resfriado em água. Ataque químico com Behara	71
Figura 33 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS, do AID SAF 2205 na condição solubilizado	72
Figura 34 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 450°C por 1h e resfriado em água. Ataque químico com Behara	73
Figura 35 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 450°C por 3h e resfriado em água. Ataque químico com Behara	74
Figura 36 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 450°C por 3h.....	74

Figura 37 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 450°C por 12h e resfriado em água. Ataque químico com Behara	75
Figura 38 - Espectro obtido na microanálise por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 450°C por 12h	75
Figura 39 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 475°C por 1h e resfriado em água. Ataque químico com Behara	77
Figura 40 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 475°C por 3h e resfriado em água. Ataque químico com Behara	77
Figura 41 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 475°C por 3h	78
Figura 42 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 475°C por 12h e resfriado em água. Ataque químico com Behara	78
Figura 43 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 475°C por 3h	79
Figura 44 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 500°C por 1h e resfriado em água. Ataque químico com Behara	80
Figura 45 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 500°C por 1h	81
Figura 46 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 500°C por 3h e resfriado em água. Ataque químico com Behara	82
Figura 47 - Espectro obtido na microanálise por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 500°C por 3h	82
Figura 48 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 500°C por 12h e resfriado em água. Ataque químico com Behara	83
Figura 49 - Espectro obtido na microanálise por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 500°C por 12h	83
Figura 50 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 600°C por 1h e resfriado em água. Ataque químico com Behara	84
Figura 51 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 600°C por 3h e resfriado em água. Ataque químico com Behara	85
Figura 52 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 600°C por 3h	85
Figura 53 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 600°C por 12h e resfriado em água. Ataque químico com Behara	86

Figura 54 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 600°C por 12h	86
Figura 55 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 800°C por 1h e resfriado em água. Ataque químico com Behara. Região escura corresponde à fase ferrita, cinza à austenita e clara à sigma.....	88
Figura 56 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 800°C por 3h e resfriado em água. Ataque químico com Behara. Região escura corresponde à fase ferrita, cinza à austenita e clara à sigma.....	88
Figura 57 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 800°C por 3h	89
Figura 58 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 800°C por 12h e resfriado em água. Ataque químico com Behara. Região escura corresponde à fase ferrita, cinza à austenita e clara à sigma	90
Figura 59 - Espectro obtido na microanálise por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 800°C por 12h	90
Figura 60 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 850°C por 1h e resfriado em água. Ataque químico com Behara. Região escura corresponde à fase ferrita, cinza à austenita e clara à sigma.....	92
Figura 61 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 850°C por 1h	93
Figura 62 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 850°C por 3h e resfriado em água. Ataque químico com Behara. Região escura corresponde à fase ferrita, cinza à austenita e clara à sigma.....	94
Figura 63 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 850°C por 12h e resfriado em água. Ataque químico com Behara. Região escura corresponde à fase ferrita, cinza à austenita e clara à sigma	94
Figura 64 - Espectros de difração de raios X do AID SAF 2205 nas condições como recebido e solubilizado	95
Figura 65 - Espectros de difração de raios X do AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido (sol. e env.), em diferentes condições de temperatura (T) e tempo (t).....	97

Figura 66 - Espectros de difração de raios X do AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido (sol. e env.), em diferentes condições de temperatura (T) e tempo (t).....	98
Figura 67 - Frações volumétricas da fase ferrita no AID SAF 2205	100
Figura 68 - Frações volumétricas da fase ferrita no AID SAF 2205	102
Figura 69 - Curvas de DSC para o AID SAF 2205 na condição como recebido realizadas com gás de arraste argônio e nitrogênio	104
Figura 70 - Resultados das medidas de dureza em (HRC) no SAF 2205.....	106
Figura 71 - Resultados de microdureza em (HV10) do AID-SAF 2205.....	112
Figura 72 - Evolução do potencial em circuito aberto do AID SAF 2205 nas condições como recebido, solubilizado, solubilizado e envelhecido em solução de cloreto de sódio 3,5%.....	114
Figura 73 - Curvas de polarização potenciodinâmica cíclicas do AID SAF 2205 em solução de cloreto de sódio 3,5%.....	115
Figura 74 - Micrografias obtidas por MEV do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 450°C por 1h. Ataque químico com Behara.....	118
Figura 75 - Micrografias obtidas por MEV do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 475°C por 12h. Ataque químico com Behara.....	118
Figura 76 - Micrografias obtidas por MEV do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 500°C por 1h. Ataque químico com Behara.....	119
Figura 77 - Micrografias obtidas por MEV do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 600°C por 12h. Ataque químico com Behara.....	119
Figura 78 - Evolução do potencial em circuito aberto do AID SAF 2205 em solução 0,5M H ₂ SO ₄ e 0,01M KSCN	121
Figura 79 - Curvas de reativação potenciodinâmica duplo ciclo do AID SAF 2205 em solução de 0,5M H ₂ SO ₄ e 0,01M KSCN.....	122

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Fases que podem ser precipitadas no AID e seus detalhes estruturais destas	30
Tabela 2 - Composição química (% massa) do AID SAF 2205	68
Tabela 3 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de como recebido (em %massa)	70
Tabela 4 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição solubilizado (em %massa).....	72
Tabela 5 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 450°C por 3h (em %massa)	74
Tabela 6 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 450°C por 12h (em %massa)	75
Tabela 7 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 475°C por 3h (em %massa)	78
Tabela 8 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 475°C por 12h (em %massa)	79
Tabela 9 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 500°C por 1h (em %massa)	81
Tabela 10 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 500°C por 3h (em %massa)	82
Tabela 11 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 500°C por 12h (em %massa)	83
Tabela 12 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 600°C por 3h (em %massa)	85
Tabela 13 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 600°C por 12h (em %massa)	87
Tabela 14 - Microanálises semi-quantitativas por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 800°C por 3h (em %massa)	89
Tabela 15 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 800°C por 12h (em %massa)	90
Tabela 16 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 850°C por 1h (em %massa)	93

Tabela 17 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 450°C	99
Tabela 18 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 475°C	99
Tabela 19 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 500°C	99
Tabela 20 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 600°C	99
Tabela 21 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 800°C	99
Tabela 22 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 850°C	100
Tabela 23 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 450°C	101
Tabela 24 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 475°C	101
Tabela 25 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 500°C	101
Tabela 26 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 600°C	102
Tabela 27 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 800°C	102
Tabela 28 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 850°C	102
Tabela 29 - Resultados de dureza em (HRC) do SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 450°C	105
Tabela 30 - Resultados de dureza em (HRC) do SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 475°C	105
Tabela 31 - Resultados de dureza em (HRC) do SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 500°C	105
Tabela 32 - Resultados de dureza em (HRC) do SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 600°C	105
Tabela 33 - Resultados de dureza em (HRC) do SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 800°C	105

Tabela 34 - Resultados de dureza em (HRC) do SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 850°C	106
Tabela 35 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita e austenita do AID SAF 2205 na condição como recebido	109
Tabela 36 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita e austenita do AID SAF 2205 na condição solubilizado.....	109
Tabela 37 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita e austenita do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 450°C	109
Tabela 38 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita e austenita do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 475°C	110
Tabela 39 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita e austenita do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 500°C	110
Tabela 40 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita e austenita do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 600°C	110
Tabela 41 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita, austenita e sigma do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 800°C	111
Tabela 42 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita, austenita e sigma do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 850°C	111
Tabela 43 - Potencial em circuito aberto do AID SAF 2205 em solução de cloreto de sódio 3,5%	114
Tabela 44 - Parâmetros eletroquímicos do AID SAF 2205 em solução de cloreto de sódio 3,5%	115
Tabela 45 - Tipo de pite na superfície do AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido	120
Tabela 46 - Potencial em circuito aberto do AID SAF 2205 em solução 0,5M H ₂ SO ₄ e 0,01M KSNC	122
Tabela 47 - Grau de sensibilização do AID SAF 2205 em solução de 0,5M H ₂ SO ₄ e 0,01M KSNC	123

LISTA DE SÍMBOLOS, ABREVIATURAS E SIGLAS

%	- porcentagem
°C	- grau celsius
°F	- grau fahrenheit
μm	- micrômetro
α	- fase ferrita
α'	- fase alfa linha
α''	- coeficiente de transferência de carga
β	- constante de Tafel
γ	- fase austenita
γ_2	- fase austenita secundária
ΔG^*	- barreira de energia livre de Gibbs
ΔG_{def}	- energia livre excedente
ΔG_v	- potencial termodinâmico para nucleação
ΔG	- variação da energia livre de Gibbs
ΔH	- calor absorvido ou liberado
ΔS	- variação de entropia
ε	- fase epsilon
θ	- ângulo da radiação incidente
ξ	- energia de superfície associada às interfaces
π	- fase pi
σ	- fase sigma
τ	- fase tau
χ	- fase chi
A	- ampère
AID	- aço inoxidável duplex
Al	- alumínio
ASTM	- American Society for Testing and Materials
at	- atômico
C	- carbono
CCC	- estrutura cúbica de corpo centrado
CFC	- estrutura cúbica de face centrada

cm	- centímetro
Co	- cobalto
CR	- como recebido
Cr	- cromo
Cr ₂ N	- nitreto dicrômico
Cr ₂ O ₃	- óxido de cromo
Cr _{eq}	- cromo equivalente
CrN	- nitreto de cromo
Cu	- cobre
Diagrama TTT	- diagrama tempo – temperatura – transformação
DL-EPR	- reativação potenciodinâmica duplo ciclo (“ <i>Double loop – Electrochemical reactivation</i> ”)
DRX	- difração de raios X
DSC	- calorimetria diferencial de varredura
DSS	- <i>duplex stainless steel</i>
E	- diferença de potencial
E'	- deslocamento do potencial elétrico de cada eletrodo
E _{corr}	- potencial de corrosão
EDS	- espectroscopia por energia dispersiva
Env.	- envelhecido
E _{pite}	- potencial de pite
E _{pp} ou E _{prot}	- potencial de passivação
EPR	- reativação potenciodinâmica (“ <i>Electrochemical reactivation</i> ”)
ER	- eletrodo de referência
ET	- eletrodo de trabalho
F	- constante de Faraday (96485C/mol)
Fe	- ferro
G	- energia livre de Gibbs
G	- fase G
GDS	- grau de sensibilização
GPa	- Gigapascal
h	- hora
HRC	- dureza Rockwell C

HV	- dureza Vickers
I	- densidade de corrente resultante da polarização anódica ou catódica
i	- intensidade de corrente
I_0	- densidade de corrente de troca do sistema
I_a	- corrente de ativação
i_a	- intensidade corrente anódica
i_c	- intensidade corrente catódica
I_{corr}	- densidade de corrente de corrosão
$I_{crítica}$	- densidade de corrente crítica
I_{pass}	- densidade corrente de passivação
I_r	- corrente de reativação
$K_2S_2O_5$	- metabissulfito de potássio
$M_{23}C_8$	- carbeto
MEV	- microscopia eletrônica de varredura
min	- minuto
Mn	- manganês
MO	- microscopia ótica
Mo	- molibdênio
mV	- milivolt
N	- nitrogênio
n	- número de elétrons participantes da reação eletrolítica
Nb	- nióbio
Ni	- níquel
Ni_{eq}	- níquel equivalente
nm	- nanômetro
O	- oxigênio
OCP	- potencial de circuito aberto (" <i>open circuit potential</i> ")
P	- fósforo
Pite-C	- pite cristalográfico
Pite-H	- pite hemisférico
Pite-I	- pite irregular
PPC	- polarização potenciodinâmica cíclica

R	- fase R ou fase de Laves
R	- resistência dos condutores
R'	- constante universal dos gases
r^*	- raio crítico
S	- enxofre
SCE	- contra-eletrodo saturado de calomelano
Se	- selênio
Si	- silício
SL-EPR	- reativação potenciodinâmica ciclo simples (“ <i>single loop – Electrochemical reactivation</i> ”)
Sol.	- solubilizado
t	- período de tempo
T	- temperatura
Ta	- tântalo
Ti	- titânio
UNIFAL	- Universidade Federal de Alfenas
UNS	- <i>Unified Numbering System</i>
v_a	- velocidade de reação anódica
v_c	- velocidade de reação catódica
W	- tungstênio
Wd	- widmanstätten
X	- composição química

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	22
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	23
2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS	23
2.2 MICROESTRUTURA DE AÇOS INOXIDÁVEIS	24
2.3 O AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX	25
2.4 EFEITOS DOS ELEMENTOS DE LIGA	27
2.5 TRANSFORMAÇÕES DE FASES	28
2.6 FASES PRESENTES NO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX.....	30
2.6.1 Sigma (σ).....	31
2.6.2 Chi (χ)	32
2.6.3 Alfa linha (α')	33
2.6.4 Austenita secundária (γ_2)	34
2.6.5 Carbetos e nitretos de cromo	35
2.7 TRATAMENTOS TÉRMICOS	36
2.7.1 Solubilização	37
2.7.2 Envelhecimento	38
2.7.2.1 Precipitação da fase α' a 475°C: fragilização	41
2.7.2.2.1 <u>MECANISMOS DE FORMAÇÃO DA FASE ALFA LINHA</u>	42
2.8 CORROSÃO EM LIGAS METÁLICAS	48
2.8.1 Polarização	52
2.8.2 Passivação	53
2.8.4 Avaliação dos processos corrosivos	55
3 MATERIAIS E MÉTODOS	60
3.1 TRATAMENTO TÉRMICO	61
3.2 ANÁLISE QUÍMICA.....	61
3.3 MÓDULO DE ELASTICIDADE	61
3.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	61

3.4.1	Preparação de amostras para microscopia	61
3.4.2	Microscopia óptica	62
3.4.3	Microscopia eletrônica de varredura	62
3.4.4	Difração de raios-X	62
3.4.5	Estereologia quantitativa	63
3.4.6	Ferritoscopia	63
3.5	ANÁLISE TÉRMICA	63
3.6	MEDIDAS DE DUREZA	64
3.7	MEDIDAS DE MICRODUREZA	64
3.8	ENSAIOS DE CORROSÃO	64
3.8.1	Preparação de amostras	64
3.8.2	Potencial de circuito aberto e polarização potenciodinâmica cíclica	65
3.8.3	Reativação potenciodinâmica duplo ciclo	66
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	68
4.1	COMPOSIÇÃO QUÍMICA	68
4.2	MÓDULO DE ELASTICIDADE	69
4.3	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	69
4.3.1	Microscopia óptica e eletrônica de varredura	69
4.3.1.1	AID SAF 2205 na condição como recebido	69
4.3.1.2	AID SAF 2205 na condição solubilizado	71
4.3.1.3	AID SAF 2205 na condição de envelhecimento a 450°	73
4.3.1.4	AID SAF 2205 na condição de envelhecimento a 475°C	76
4.3.1.5	AID SAF 2205 na condição de envelhecimento a 500°C	80
4.3.1.6	AID SAF 2205 na condição de envelhecimento a 600°C	84
4.3.1.7	AID SAF 2205 na condição de envelhecimento a 800°C	88
4.3.1.8	AID SAF 2205 na condição de envelhecimento a 850°C	92
4.3.2	Difração de raios-X	95

4.3.3 Estereologia quantitativa.....	98
4.3.4 Ferritoscopia	101
4.4 ANÁLISE TÉRMICA - CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA	103
4.5 MEDIDAS DE DUREZA E MICRODUREZA.....	104
4.5.1 MEDIDAS DE DUREZA.....	104
4.5.2 MEDIDAS DE MICRODUREZA	109
4.6 ENSAIOS DE CORROSÃO	113
4.6.1 Potencial de circuito aberto e polarização potenciodinâmica cíclica	113
4.6.2 Potencial de circuito aberto e reativação potenciodinâmica duplo ciclo	120
5 CONCLUSÃO.....	125
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	127
REFERÊNCIAS	128
APÊNDICE A – Produções bibliográficas	138

1 INTRODUÇÃO

As produções industriais demandam de materiais específicos relacionados à utilização, condições operacionais e o fator custo benefício, a fim de entregar ao consumidor um produto de boa qualidade a um preço competitivo. Neste contexto, fazem-se necessários o estudo e a pesquisa de composições de materiais, técnicas de processamentos e tratamentos térmicos e ou de superfície que atendam os propósitos de melhorar o desempenho.

Além disso, na escolha do material deve-se considerar o meio de operação, a aplicação e a forma de desgaste e corrosão. Neste cenário os aços inoxidáveis, apresentam elevada resistência à corrosão devida, principalmente, à ação apassivadora de elementos como cromo, molibdênio, cobre, silício e alumínio, que são capazes de formar um filme passivo na superfície e proteger o material.

Dentre os aços inoxidáveis, destaca-se o duplex (SAF 2205), objeto de pesquisa deste trabalho, que busca atender às necessidades de indústrias químicas e petroquímicas, como alta resistência à corrosão, alta resistência mecânica e tenacidade e boa soldabilidade (WENG; CHEN; YANG, 2004).

Essas propriedades são atingidas devido à microestrutura do aço, que apresenta as fases ferrita e austenita combinadas em frações volumétricas aproximadamente iguais, mas dependendo das frações volumétricas dessas fases poderá ocorrer alteração nas propriedades (LI *et al.*, 2018).

Todavia, a microestrutura desta liga e suas propriedades são dependentes das condições dos tratamentos térmicos empregados (LO; SHEK; LAI, 2009). Dessa forma, o presente trabalho visa caracterizar e avaliar as transformações de fases decorrentes do aço inoxidável duplex (AID) SAF 2205, resultante dos tratamentos térmicos: solubilização a 1100°C por 30min e envelhecimento a 450, 475, 500, 600, 800 e 850°C, variando o tempo de encharque em 1, 3 e 12h. E foram empregadas as técnicas: difração de raios X (DRX), microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise semi quantitativa por espectrometria de energia dispersiva (EDS), esterilogia quantitativa, microdureza das fases, dureza do aço, calorimetria exploratória diferencial (DSC). Além disso, estudou-se a influência da presença da fase alfa linha (α'), quanto às propriedades de corrosão, empregando ensaios de potencial de circuito aberto, polarização potenciodinâmica cíclica e reativação potenciodinâmica de duplo ciclo.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS

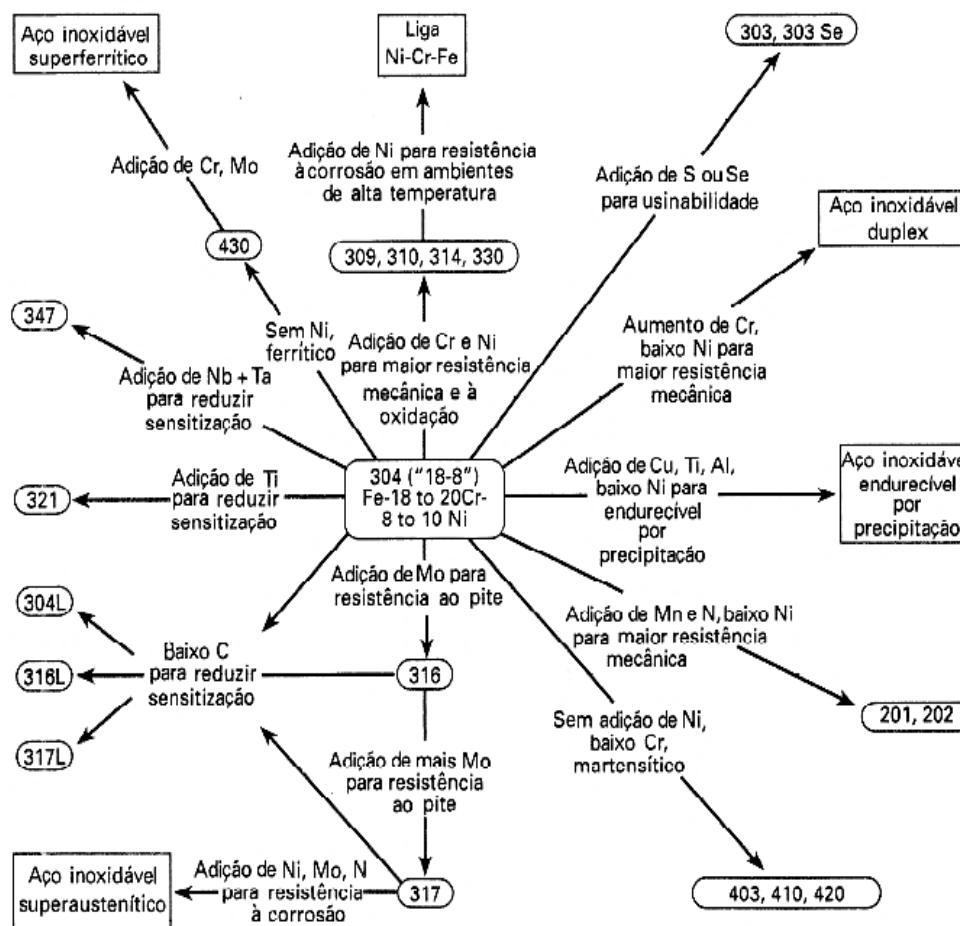
O termo aço inoxidável faz referência às ligas metálicas caracterizadas pela elevada resistência à corrosão e pela habilidade de formar uma camada passivadora, fina e aderente de óxido de cromo (Cr_2O_3), com características que variam de acordo com os elementos de liga, como o cromo e o molibdênio. E quando o aço é exposto a um ambiente rico em oxigênio, formar a camada passivadora, a fim de proteger e evitar que o processo de corrosão evolua (ASM INTERNATIONAL, 2000).

Quanto à composição química, a adição de cromo no aço, eleva a resistência à corrosão, devido à formação do filme de Cr_2O_3 . Os elementos níquel, molibdênio, cobre, titânio, alumínio, silício, nióbio, nitrogênio, enxofre e selênio podem ser adicionados, para induzir formações de microestruturas ferrítica e austenítica, garantindo propriedades adequadas para meios específicos. Quanto ao teor de carbono presente, seu teor varia de 0,015-1,2% em massa (KASHIWAR *et al.*, 2012).

Segundo Simões, Castro e Andrade (2010), os aços inoxidáveis podem ser separados em cinco famílias: ferríticos, martensíticos, austeníticos, duplex (ferríticos + austeníticos) e endurecidos por precipitação, sendo as quatro primeiras baseadas na microestrutura cristalina enquanto que a última é baseada no tipo de tratamento térmico utilizado.

As principais famílias dos aços inoxidáveis estão mostradas pela Figura 1, juntamente com suas respectivas adições de elementos de liga e as propriedades a eles relacionadas (ISHIDA, 2009).

Figura 1 - Famílias dos aços inoxidáveis e suas respectivas composições e propriedades



Fonte: ISHIDA (2009, p.8).

2.2 MICROESTRUTURA DE AÇOS INOXIDÁVEIS

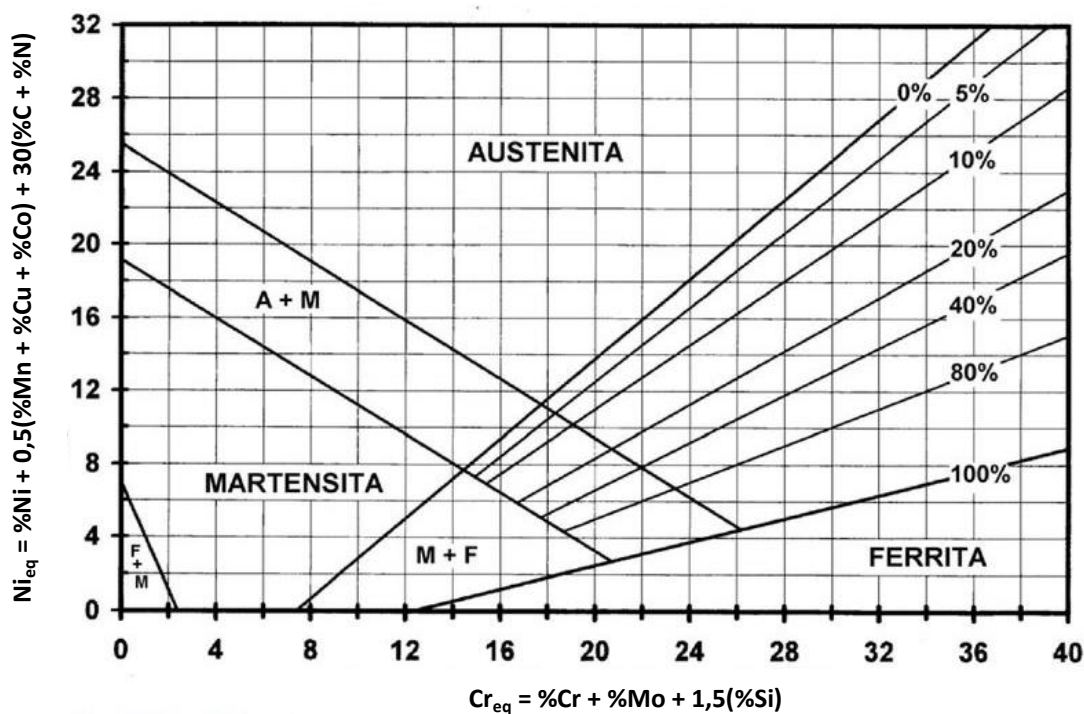
A microestrutura é influenciada diretamente pela composição química e forma de resfriamento, pois ocorrem difusões no estado sólido, originando as fases e conseqüentemente a microestrutura (ASM, 1992).

Para se determinar a microestrutura presente de forma simplificada alguns modelos foram desenvolvidos, como é o caso do diagrama de Schaeffler, Figura 2, que correlaciona à composição química por meio de cromo e níquel equivalente, apresentado pelas Eqs. (1) e (2), já que tais elementos são estabilizadores das fases ferrita e austenita, respectivamente (SIEWERT; MCCOWANN; OLSON, 1988).

$$Nieq = \% Ni + 0,5(\% Mn + \% Cu + \% Co) + 30(\% C + \% N) \quad (1)$$

$$Creq = \% Cr + \% Mo + 1,5(\% Si) \quad (2)$$

Figura 2 - Diagrama de Schaeffler com a composição química associada aos diferentes grupos de aços inoxidáveis



Fonte: Adaptado de COLPAERT (2008).

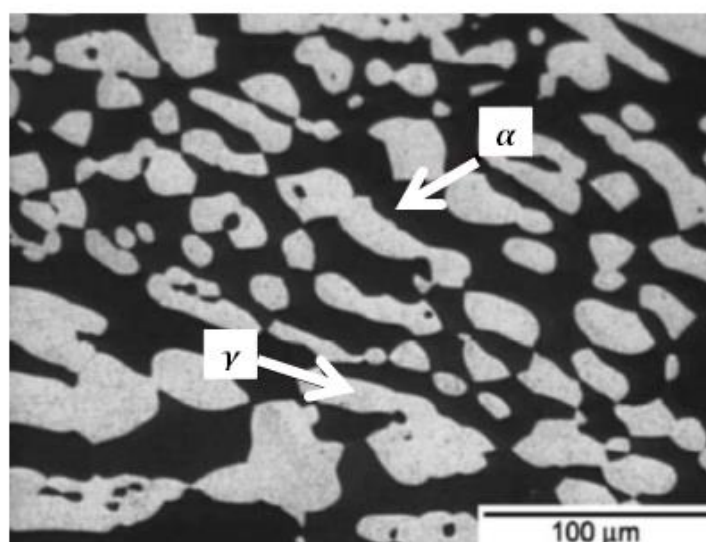
Através da Figura 2, é possível identificar a microestrutura de cada aço inoxidável considerando suas frações de cromo e níquel equivalente, porém, não permite definir com exatidão, pois não leva em consideração a velocidade de resfriamento e os tratamentos térmicos que o material é submetido (PADILHA, PLAUT, 2009).

2.3 O AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX

O aço inoxidável duplex é uma liga que possui uma microestrutura bifásica composta, normalmente em quantidades próximas, de fase ferrita e fase austenita, como pode ser visualizado na Figura 3 (BRANDI, 2010).

Esta configuração é alcançada pelo balanceamento dos elementos de liga estabilizadores de austenita (gamagênicos): carbono, níquel, nitrogênio, cobre e manganês. Além dos elementos de liga estabilizadores de ferrita (alfagênicos): cromo, molibdênio, tungstênio, nióbio, titânio e silício (MARTINS, 2005).

Figura 3 - Microestrutura esquemática típica do AID, com ataque realizado com Behara



Fonte: Adaptado de DELLA ROVERE *et al.* (2013).

Porém, segundo Bonollo (2009), adições excessivas dos elementos de liga podem comprometer a microestrutura do material, deixando-a instável e favorecendo a formação de fases intermetálicas como a sigma, chi, Cr_2N , austenita secundária e carbeto, quando expostos a temperaturas de 300 a 1000°C. Caso isso ocorra, suas propriedades mecânicas e a elevada resistência à corrosão são afetadas devido à distribuição diferenciada dos elementos de liga (PADILHA, 2009).

Além disso, o AID possui baixo teor de carbono que, somado ao fato de apresentar as duas fases citadas anteriormente, mostra ótimas propriedades mecânicas como alta tenacidade e resistência mecânica, alta soldabilidade e também elevada resistência à corrosão, a qual por sua vez está relacionada com a presença de molibdênio e níquel que proporcionam a formação de um filme de óxido contínuo, aderente e estável na superfície, protegendo-o de ambientes corrosivos (HIGA, 2015).

Os AID podem ser classificados em três grupos, de acordo com o teor dos elementos de liga, cromo, níquel, nitrogênio e molibdênio (CALLISTER, 2012). Os aços inoxidáveis duplex de baixa liga são aqueles que contêm aproximadamente 23% Cr, 4% Ni, 0,10% N (% em massa) e não possuem molibdênio, são os mais econômicos e podem substituir os aços inoxidáveis austeníticos 326 e 314 (ASKELAND; PHULÉ, 2008). Um exemplo deste grupo é o SAF 2304.

O segundo grupo composto pelos aços inoxidáveis duplex de média liga, é o mais empregado, além de ser o mais resistente à corrosão por pite que o de baixa liga em ambientes agressivos. É composto por cerca de 22% Cr, 5% Ni, 3% Mo e 0,17% N (% em massa). Um exemplo é o SAF 2205 (UNS S31803) (MESSER; OPRE; WRIGHT, 2007).

Por fim, têm-se os aços inoxidáveis duplex de alta liga, como o SAF 2507, também conhecidos como superduplex e amplamente empregados na indústria marítima, química e petrolífera, nas quais há operação em ambientes altamente agressivos. Os elementos de liga presentes estão em teores próximos de 25% Cr, 6,8% Ni, 3,7% Mo, 0,27% N (% em massa) e além desses, pode conter tungstênio (W) e cobre (Cu) (CHAIL; KANGAS, 2016).

O AID SAF 2205 tem sua aplicação justificada pelas propriedades apresentadas, como por exemplo, a elevada resistência mecânica e à corrosão, tenacidade e boa soldabilidade (SENATORE; FINZETTO; PEREA, 2007). Em aplicações que demandam resistência mecânica atrelada à resistência a corrosão pode-se citar o uso deste AID em vasos de pressão e tubulações em geral, principalmente em indústrias nucleares, farmacêuticas, alimentícias, petroquímicas, química, de papel e celulose, em plantas de dessalinização e também, em trocadores de calor industriais (LI *et al.*, 2011).

Os aços inoxidáveis austeníticos são substituídos pelos AID em projetos em que há grande solicitação mecânica, devido ao elevado limite de escoamento, promovendo um produto de menor espessura e conseqüentemente menor custo operacional do processo (GIRALDO, 2001).

Outros casos que ilustram as aplicações do SAF 2205 são em indústrias químicas e petroquímicas, cujas quantidades de produtos e soluções corrosivas envolvidas são altas, exigindo materiais com elevada resistência à corrosão, o que reduz tempo de manutenção e eventuais paradas na produção para a troca de equipamentos e tubulações (VERMA; TAIWADE, 2017).

2.4 EFEITOS DOS ELEMENTOS DE LIGA

Com o objetivo de manter a microestrutura mais estável e para agregar melhores propriedades ao AID SAF 2205, adicionam-se elementos de liga (SEDRIKS, 1996), como cromo, molibdênio, níquel, nitrogênio, cobre e tungstênio.

O cromo é um elemento de liga estabilizador da fase ferrita e responsável pela formação da camada passivadora, quando exposto a uma atmosfera com oxigênio, formando um filme de óxido de cromo (Cr_2O_3) na superfície do aço, impedindo seu contato com o meio e protegendo-o de ações corrosivas (GUNN, 2003).

O molibdênio, também, é um estabilizador da fase de ferrita e responsável pelo aumento das propriedades mecânicas e de resistência à corrosão por frestas em meio de cloretos (TOTTEN, 2006). Porém, a adição de molibdênio deixa o AID mais susceptível à formação das fases chi e sigma.

O níquel é um forte estabilizador da fase austenita e sua adição aumenta a tenacidade e ductilidade do aço (WASHKO; AGGEN, 1998). Quando este elemento está associado ao cromo, ocorre um aumento da resistência à corrosão, todavia, um elevado teor de níquel acarreta um aumento de austenita no AID SAF 2205, gerando um enriquecimento de cromo e molibdênio na ferrita o que possibilita a precipitação de fases secundárias de forma exacerbada (SEDRIS, 1996).

Assim como o níquel, o nitrogênio também é um estabilizador da fase austenita que ajuda a melhorar a resistência à corrosão do AID. Além disso, ele aumenta a resistência mecânica e retarda a precipitação da fase sigma. No entanto, teores elevados deste elemento são prejudiciais à liga, pois favorecem a formação de nitretos de cromo (GUNN, 2003).

A adição de cobre no aço inoxidável duplex aumenta a resistência à corrosão em meios com ácido sulfúrico e/ou ácido clorídrico em sua composição. Normalmente, o cobre é limitado a 2% (em massa) para evitar que ocorra a diminuição da ductilidade a quente e o favorecimento da precipitação de fases ricas em cobre (WASHKO; AGGEN, 1998).

A fim de se elevar a resistência à corrosão por pite e por frestas em meio contendo íons de cloro, pode-se adicionar tungstênio à liga em uma proporção de até 2% (em massa), pois em tratamentos térmicos realizados de 700 a 1050°C podem precipitar compostos intermetálicos ricos em tungstênio (GUNN, 2003).

2.5 TRANSFORMAÇÕES DE FASES

As transformações de fases no AID SAF 2205 ocorrem durante a solidificação devido ao mecanismo de difusão, sendo que o coeficiente de partição depende da

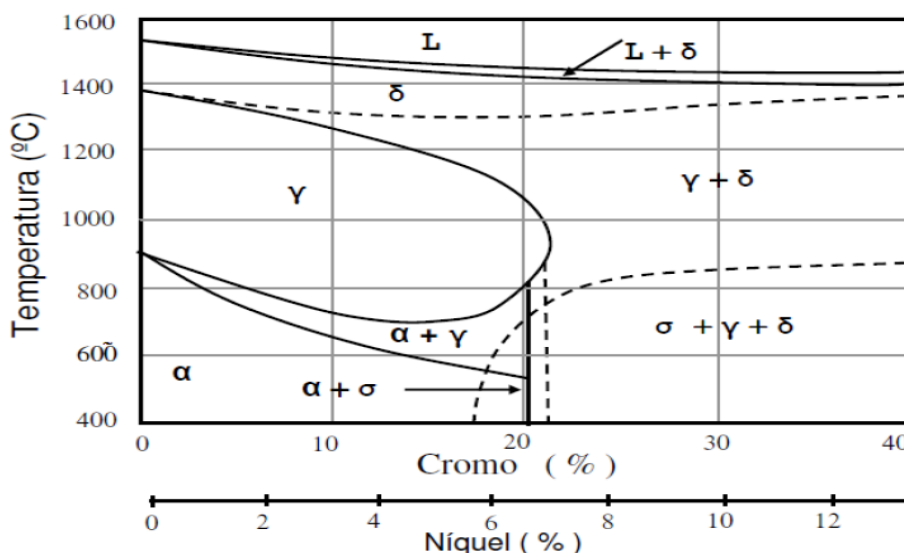
taxa de resfriamento, a qual pode ser baixa e favorecer, portanto a partição dos elementos entre as duas fases ou então alta, e inibir tal partição.

Segundo Bonollo (2009), tem-se que partindo de uma microestrutura composta apenas por ferrita, precipita-se austenita, portanto, se o resfriamento for rápido, ocorre à retenção da ferrita.

A transformação pode ser observada na Figura 4, através do diagrama de fases pseudobinário do sistema Fe-Cr-Ni, e é possível evidenciar que a formação da austenita acontece entre 650-1200°C por nucleação e crescimento, segundo Padilha (2009).

Assim, para a formação da austenita, tem-se que primeiramente ela se dá nos contornos de grão de ferrita, e em seguida tem-se o crescimento com morfologia Widmanstätten, dentro dos grãos e posteriormente estes são precipitados na forma de ilhas de lamelas intragranulares (WANG; MA; LI, 2011).

Figura 4 - Diagrama de fases pseudobinário Fe-Cr-Ni



Fonte: Adaptado de FOLKHARD (1988).

Portanto, tem-se que a composição química, a estrutura cristalina, as fases constituintes e o processamento deste aço influenciam diretamente em seu desempenho, proporcionando-lhe elevada resistência mecânica e à corrosão, além de tenacidade e soldabilidade (PADILHA, 2009).

2.6 FASES PRESENTES NO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX

Além das fases citadas anteriormente, conforme representado pela Figura 4, pode ocorrer a precipitação de outras fases, chamadas de secundárias e são estas: austenita secundária, nitretos, fase chi, fase sigma, carbeto e alfa linha (OLIVEIRA; LUZ, 2013).

Segundo Bonollo (2009), as formações dessas fases podem ocorrer devido à adição de elementos de liga que proporcionam uma instabilidade microestrutural no AID ou ainda nas etapas de solidificação, tratamentos térmicos aplicados posteriormente, soldagem, processos de deformação plástica e também envelhecimento da liga.

Normalmente, a precipitação das fases secundárias não é desejável, já que esse fato leva ao empobrecimento de cromo e assim influencia diretamente em suas propriedades mecânicas e resistência à corrosão (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2007). A Tabela 1 contém as fases mais comuns de serem precipitadas e suas principais informações.

Tabela 1 - Fases que podem ser precipitadas no AID e seus detalhes estruturais destas

Fase	Composição química	Estrutura	Faixa de temperatura de formação (° C)	Parâmetros de rede (mm)
α	(Fe, Cr, Ni, Mo)	CCC	-	0,286 - 0,288
γ	(Fe, Cr, Ni, Mo)	CFC	-	0,358 - 0,362
α'	(Fe, Cr, Ni, Mo)	CCC	300 - 525	0,286 - 0,288
σ	(Fe, Ni) _x (Cr, Mo) _y	Tetragonal	600 - 1000	a = 0,879; c = 0,454
χ	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀ ; (Fe, Ni) ₃₆ Cr ₁₈ Mo ₄	CCC	700 - 900	0,892
R	(Fe, Cr, Mo)	Trigonal	550 - 650	a = 1,0903; c = 1,934
π	Fe ₇ Mo ₁₃ N ₄	Cúbica	550 - 600	0,647
τ		Ortorrômbica	550 - 650	a = 0,405; b = 0,484; c = 0,286
G	Ti ₅ Ni ₁₂ Si ₁₀	CFC	<500	1,14
Cr ₂ N	Cr ₂ N		700 - 900	a = 0,4795; c = 0,4469
CrN	CrN	Cúbica		0,413 - 0,447
M ₂₃ C ₈		CFC	600 - 900	1,056 - 1,065

Fonte: Adaptado de ARMAS; MOREUIL (2009); SMUK (2004).

Cada fase agrega ao AID uma série de propriedades que podem ser desejáveis ou não, de acordo com sua aplicação (GHOSH; MONDAL, 2008; POHL; STORZ; GLOGOWSKI, 2007).

2.6.1 Sigma (σ)

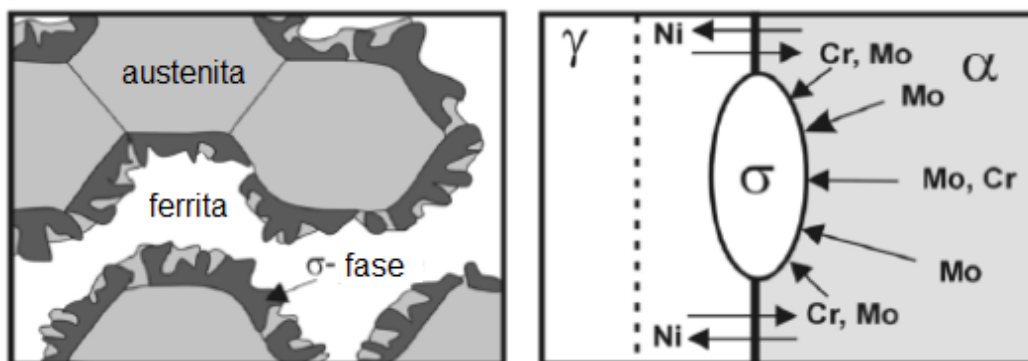
A fase sigma possui estrutura tetragonal, é endurecedora do aço, não magnética e sua presença pode levar a fragilização do AID, deixando-o menos dúctil e com menor tenacidade à fratura (HIGA, 2015).

Além disso, é uma fase rica em cromo, molibdênio e silício, com isso, durante sua precipitação, as regiões adjacentes tornam-se empobrecidas destes elementos, deixando o AID com menor resistência à corrosão. Adicionalmente, esta fase possui cinética máxima em 850°C (MAGNABOSCO, 2009).

Segundo Ghosh e Mondal (2008), a formação da fase sigma é decorrente de uma reação no eutetóide, de forma que a ferrita é decomposta em sigma e austenita secundária.

A formação dessa fase intermetálica é iniciada na interface entre ferrita e austenita ou ainda nos contornos entre grãos de ferrita e cresce progressivamente em direção à ferrita de forma a consumi-la, como mostrado pela Figura 5 (LO; SHEK; LAI, 2009).

Figura 5 - Formação da fase sigma



Fonte: Adaptado de STRADOMSKI; DYJA (2004).

Conforme Alvarez e Moreuil (2009), a cinética de formação da fase sigma é diretamente influenciada pelo tamanho do grão de ferrita e a composição química do AID SAF 2205. Assim, tem-se que quanto maior for o grão da ferrita, menor é a densidade volumétrica de contornos de grão e conseqüentemente maior será o tempo de exposição à determinada temperatura necessária.

Além disso, a presença de elevados teores dos elementos cromo e molibdênio favorecem a precipitação desta fase, reduzindo o tempo de exposição (MAGNABOSCO, 2001).

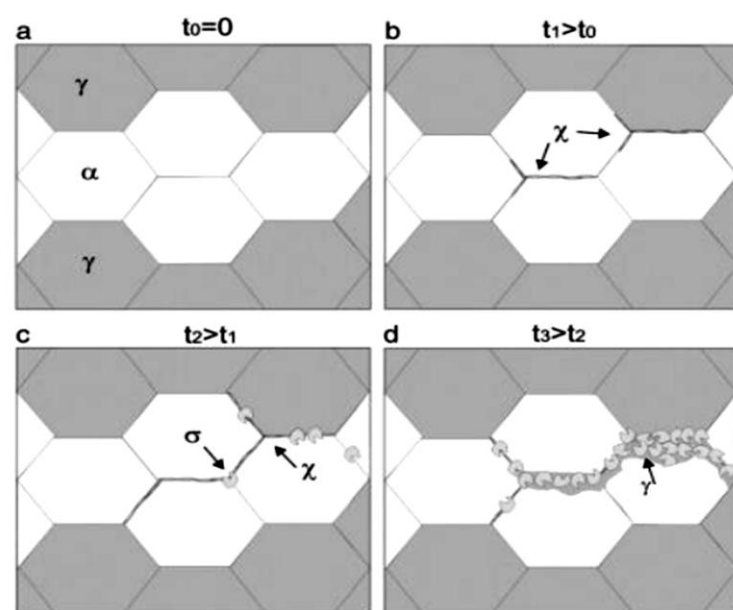
2.6.2 Chi (χ)

A fase chi é caracterizada por fragilizar o AID e consequentemente compromete sua tenacidade e resistência à corrosão, bem como a fase sigma, sendo, portanto indesejável na microestrutura do AID SAF 2205 (CALLIARI; ZANESCO; RAMOUS, 2006).

Além disso, esta fase é rica em molibdênio e pobre em cromo, é termodinamicamente instável e nucleia-se na interface ferrita/austenita e nos contornos de grão ferrita/ferrita (PAULRAJ; GARG, 2015).

Segundo Pardal (2012), a fase chi geralmente está presente junto com a fase sigma, mas em teores menores, e ela também é consumida para a formação da fase sigma entre as temperaturas 600 e 900°C, conforme a Figura 6.

Figura 6 - Representação da formação da fase chi no AID SAF 2205



Fonte: Adaptado de ESCRIBA *et al.* (2009).

2.6.3 Alfa linha (α')

A fase alfa linha possui estrutura cúbica de corpo centrado e é composta principalmente por cromo e ferro, sendo que o primeiro elemento é encontrado em maior quantidade e é responsável pela fragilização dos aços inoxidáveis ferríticos e duplex. Esta fase está finamente dispersa na fase ferrita já que ela apresenta maior teor de cromo e maior velocidade de difusão que a austenita (CALONNE *et al.*, 2004; SAHU *et al.*, 2009).

A formação desta fase leva a um aumento no limite de escoamento, aumento da dureza da liga, aumento do limite de resistência, diminuição da resistência à corrosão, diminuição da tenacidade e diminuição do alongamento (CÍCERO; SETIÉN; GORROCHATEGUI, 2009).

As alterações nas propriedades mecânicas descritas anteriormente são decorrentes à diminuição da mobilidade das discordâncias, pela criação de micro espaços próximos aos precipitados ricos em cromo da alfa linha na matriz de ferrita e criação de regiões empobrecidas em cromo ao redor destes e com isso, o AID SAF 2205 se torna mais susceptível à corrosão localizada por ser sensível à dissolução ativa e contribui para a degradação da estabilidade do filme passivo (MARTINS *et al.*, 2007; YAMADA; OKANO; KUWANO, 2006).

Segundo Paulraj e Garg (2015), a fase de ferrita é decomposta em ferrita rica em Fe (α) e uma fase rica em Cr (α') em uma faixa de temperatura de 280 a 500°C em um fenômeno denominado fragilização, sendo de cinética máxima em 475°C. Com isso, a ferrita fragilizada, pela formação da α' , sofre uma fratura frágil do tipo clivagem, através da propagação das trincas em interfaces e contornos de grão, geralmente, mesmo em temperatura ambiente.

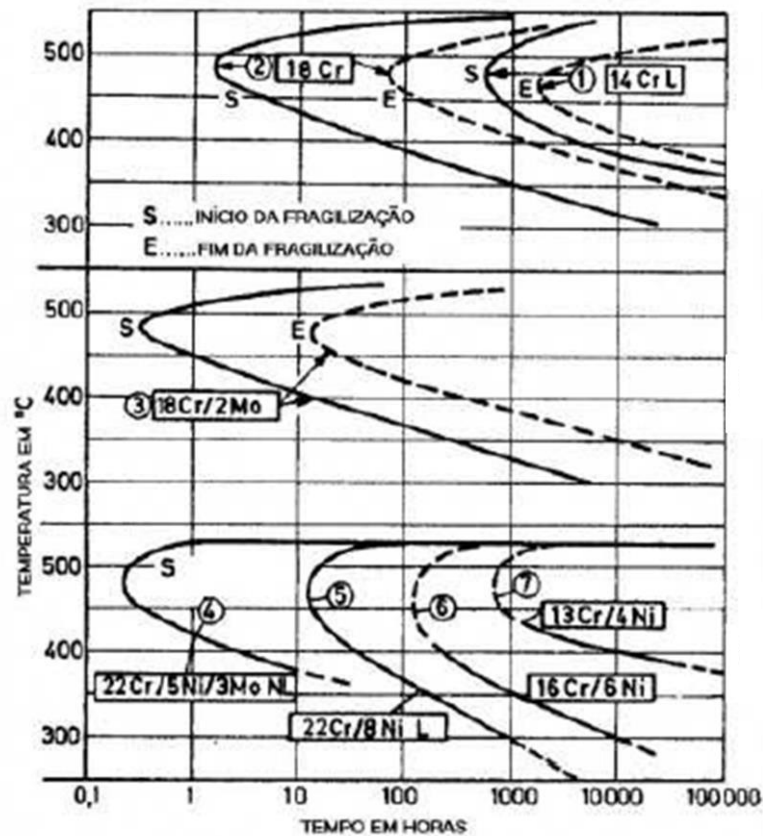
Essa fratura ocorre devido a presença da α' limitar a movimentação das discordâncias e restringe o escorregamento a poucos planos (LO; SHEK; LAI, 2009).

A precipitação da alfa linha acontece por difusão e sua taxa pode ser reduzida através da substituição parcial do molibdênio pelo tungstênio, pois sua velocidade de difusão é de até 100 vezes menor que a do molibdênio em ligas de ferro, contribuindo também para dificultar a difusão de outros elementos durante o tratamento térmico de envelhecimento e retardando assim a fragilização do AID (NIFFENEGGER; LEBER, 2009). Essa substituição, segundo Park, Ahn e Kwon

(2006) também é capaz de reduzir a formação da fase sigma e melhorar a resistência à corrosão localizada.

A formação da alfa linha pode ser mostrada pela Figura 7, sendo que em todos os teores de cromo, independente do tempo de exposição, a cinética é máxima em 475°C. Além disso, nota-se que o tempo de tratamento é menor à medida que o teor de cromo presente no aço aumenta (TERADA, 2003).

Figura 7 - Diagrama transformação-tempo-temperatura para precipitação da fase alfa linha



Fonte: Adaptado de TERADA (2003).

2.6.4 Austenita secundária (γ_2)

A fase austenita secundária causa um desbalanceamento entre as fases ferrita e austenita do AID e o deixa mais susceptível à corrosão seletiva, pois ela é pobre em cromo e molibdênio, quando comparada com a fase austenita (GUNN, 2003).

Esta fase pode ser formada a partir de um líquido residual enriquecido por elementos gamagênicos ou ainda por decomposição da ferrita (PAULRAJ; GARG, 2015).

Conforme Pardal (2009), a precipitação desta fase está relacionada com a temperatura, caso ela seja inferior a 650°C, ocorre a precipitação da fase chi isotermicamente e com características similares à formação da martensita e com composição semelhante à ferrita.

Porém, caso a temperatura esteja entre 650 e 800°C esta fase adquire uma morfologia de Widmanstätten. Segundo Magnabosco (2009), de 700 a 900°C acontece a precipitação da fase sigma e com isso pode-se formar a fase austenita secundária através de uma reação do tipo eutetóide, já que as regiões adjacentes à sigma tornam-se pobres de cromo e molibdênio.

2.6.5 Carbetos e nitretos de cromo

O carbono possui elevada mobilidade, dessa forma, no AID, é possível que ocorra a precipitação de até 0,5% de carbeto $M_{23}C_6$, sendo M um elemento metálico, mesmo que o teor de carbono seja menor que 0,03% em massa (GUNN, 2003). Esta precipitação ocorre preferencialmente na interface ferrita/austenita conforme a Eq. (3) e pode acontecer em períodos curtos de exposição do SAF 2205 de 700 a 900°C ou em períodos longos de 550 a 700°C (GARZÓN; RAMIREZ, 2006).



Por outro lado, o nitrogênio possui baixa solubilidade na ferrita durante o resfriamento, causando a precipitação intergranular de Cr_2N (GUNN, 2003). Segundo Verma e Taiwade (2017), durante o resfriamento, a partir da temperatura de solubilização, o nitrogênio tem sua solubilidade diminuída de forma que a ferrita fique saturada deste e com isso tem-se a precipitação do Cr_2N e esta pode acontecer de 700 a 1000°C de forma descontínua.

A formação de nitretos é iniciada na interface ferrita/austenita, sendo que primeiramente ocorre a nucleação heterogênea dos nitretos nesta interface (LO; SHEK; LAI, 2009).

Posteriormente, os nitretos formados dentro da ferrita crescem e tornam-a supersaturada de nitrogênio, também ocorre a difusão de elementos alfa-gênicos,

tais como o cromo e molibdênio, contribuindo assim para a precipitação de nitretos. Com isso, os elementos gamagênicos são rejeitados para a ferrita e assim, a formação da austenita é favorecida (RAMIREZ; LIPPOLD; BRANDI, 2003).

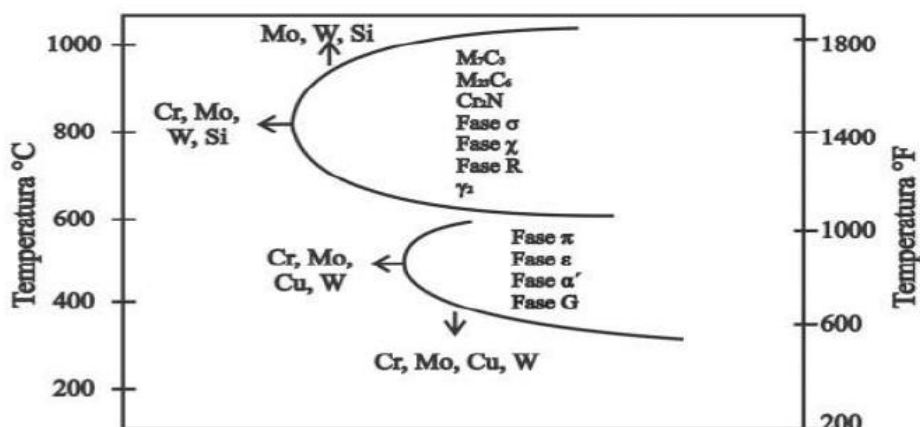
2.7 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Os tratamentos térmicos podem promover transformações de fases de estado sólido, resultando em uma distribuição homogênea das fases que compõem a microestrutura do material e conseqüentemente modificando suas propriedades como, por exemplo, alívio de tensão, modificação da dureza, da ductilidade, da resistência mecânica, ao desgaste, à corrosão ou ao calor (GUNN, 2003).

Nos AID, várias alterações podem ocorrer principalmente relacionadas à fase ferrita, que possui elementos estabilizadores com uma taxa de difusão maior que os da austenita. Este fato ocorre devido ao menor parâmetro de rede da ferrita, estrutura cristalina CCC, do que a austenita (CFC). Além disso, a ferrita é rica em Cr e Mo e pode proporcionar a precipitação de fases intermetálicas como: alfa linha, sigma e chi (ASSIS *et al.*, 2012).

A Figura 8 mostra o efeito dos elementos de liga nas curvas TTT (transformação-tempo-temperatura), do AID SAF 2205, evidenciando a precipitação das fases intermetálicas decorrentes da temperatura e do tempo de tratamento térmico, bem como os elementos que participam da difusão e que possibilitam estas formações.

Figura 8 - Diagrama transformação-tempo-temperatura para o AID



Fonte: Adaptado de LIPPOLD (2005).

Há variáveis determinantes neste processamento, como o aquecimento, tempo de permanência à temperatura de aquecimento e o resfriamento.

O aquecimento determina o tipo de transformação que irá ocorrer, ao passo que o tempo influenciará na intensidade que ela ocorrerá. A alta taxa de resfriamento irá influenciar na precipitação da fase ferrita, enquanto a baixa taxa de resfriamento favorecerá a precipitação da fase austenita na matriz ferrítica e também possibilitará a precipitação de fases secundárias como a sigma, chi, alfa linha e austenita secundária (BORBA; MAGNABOSCO, 2008).

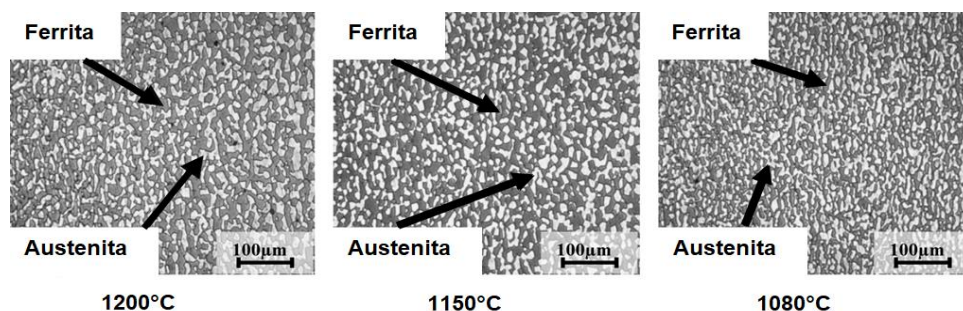
2.7.1 Solubilização

Para se ajustar os teores de ferrita e austenita no AID, pode-se realizar o tratamento térmico de solubilização. Além de solubilizar as fases intermetálicas precipitadas, também melhora as propriedades. Normalmente, é realizado entre 1000-1200°C seguido de um resfriamento rápido para evitar a formação de fases secundárias (GONÇALVES, 2008).

Os grãos de austenita podem adquirir uma forma equiaxial, caso o tratamento seja prolongado em elevadas temperaturas, ou então com uma estrutura Widmanstätten para taxas de resfriamentos intermediárias. Podem-se obter também grãos grosseiros e finos desta fase (POHL; STORZ; GLOGOWSKI, 2007).

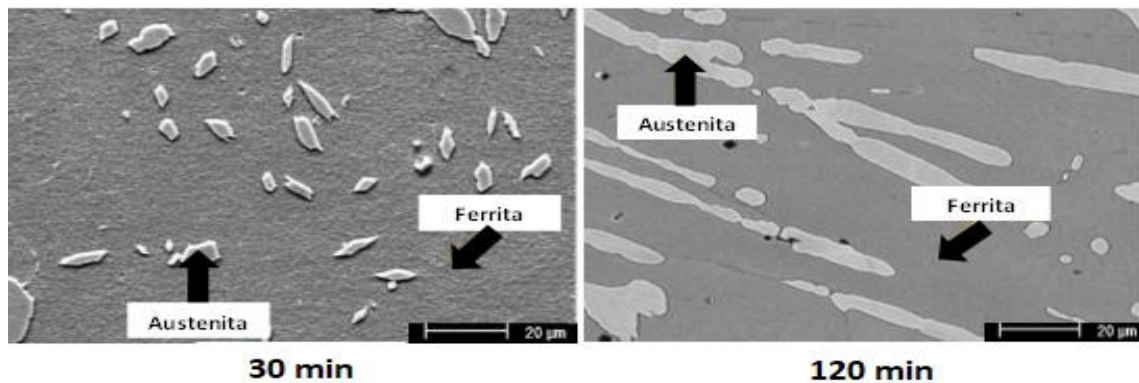
O resultado do tratamento térmico de solubilização é determinado diretamente pela temperatura e o tempo de exposição, como mostrado pelas Figuras 9 e 10, nas quais se tem um crescimento de grãos em função do aumento da temperatura de tratamento e aumento de tempo de encharque.

Figura 9 - Microestruturas obtidas após tratamento térmico de solubilização, evidenciando a influência da temperatura no SAF 2205 tratado por 30min e resfriado em água. Ataque químico com Behara II



Fonte: Adaptado de MOHAMMED; SHRIKRISHNA; SATHIYA (2016).

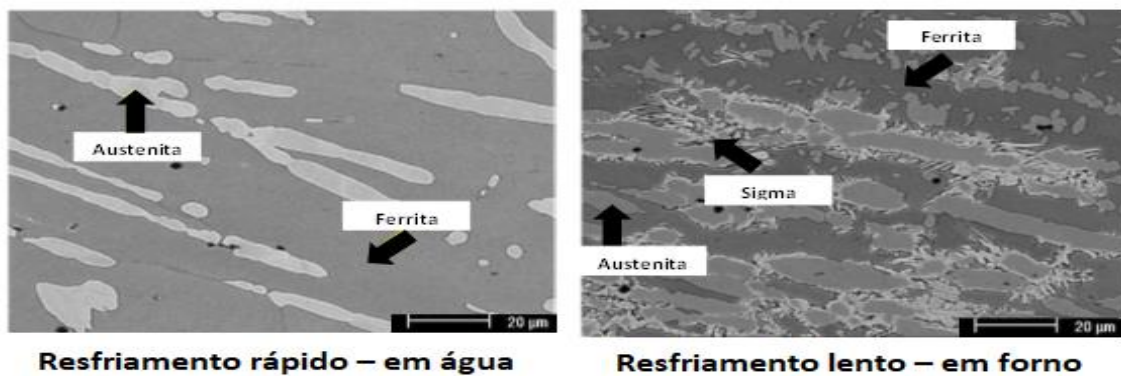
Figura 10 - Microestruturas obtidas após tratamento térmico de solubilização a 1100°C, evidenciando a influência do tempo de tratamento no SAF 2205. Ataque químico com Behara II



Fonte: Adaptado de CRONEMBERGER (2013).

Além disso, a taxa de resfriamento influenciará na precipitação de fases intermetálicas (sigma, chi e alfa linha), como mostrado pela Figura 11 e isso impactará nas propriedades mecânicas do AID SAF 2205, como diminuição da resistência mecânica, aumento da dureza, diminuição da tenacidade e da resistência à corrosão (MOHAMMED; SHRIKRISHNA; SATHIYA, 2016).

Figura 11 - Microestruturas obtidas após tratamento térmico de solubilização, evidenciando a influência da taxa de resfriamento no SAF 2205 tratado a 1100°C por 120 min. Ataque químico com Behara II



Fonte: Adaptado de CRONEMBERGER (2013).

2.7.2 Envelhecimento

O tratamento térmico de envelhecimento pode ser realizado após a solubilização, a fim de se promover a precipitação de fases para obter as propriedades desejadas.

O tratamento térmico de envelhecimento no AID SAF 2205 realizado entre 300-525°C promove o endurecimento através da precipitação da fase alfa linha, sendo amplamente estudada a 475°C, temperatura na qual se tem um pico cinético de formação, ou entre 600-1000°C, quando ocorre a formação da fase sigma, que diminuirá a resistência à corrosão, sendo o pico cinético a 850°C (ALBURQUERQUE *et al.*, 2010; KASHIWAR, 2012;).

Para isso, o AID SAF 2205 é mantido a baixas temperaturas, de 300-900°C por tempos prolongados, de acordo com o diagrama TTT mostrado na Figura 8.

A precipitação de ambas as fases promovem o endurecimento do AID SAF 2205, ou seja, eleva-se sua dureza e reduz a tenacidade. Além disso, a formação delas promove a existência de regiões ricas em cromo e conseqüentemente há a redução uniforme de cromo na matriz, e até a formação de regiões empobrecidas em cromo, com isso, são formados locais preferenciais para a ocorrência de corrosão por pite (WENG; CHEN; YANG, 2004).

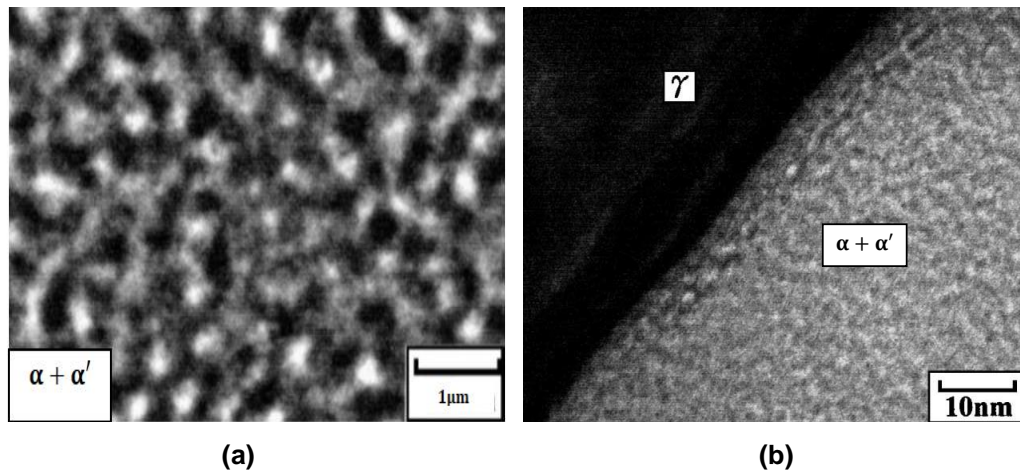
Ao realizarem tratamentos térmicos de envelhecimento de 400 a 500°C, Elsabbagh, Hamouda e Taha (2013), Li *et al.* (2018) e Weng, Chen e Yang (2004) observaram que a formação da alfa linha ocorreu por dois mecanismos: o de nucleação e crescimento e o de decomposição espinodal da ferrita.

A decomposição espinodal da ferrita é identificada por microscopia eletrônica de transmissão e medidas de microdureza, na qual a fase ferrita apresenta elevada microdureza devido à formação da fase alfa linha que impede os movimentos dos planos de discordâncias por uma questão espacial.

Além disso, observaram que em ensaio de impacto Charpy os AID SAF 2205 com a fase alfa linha apresentaram ruptura típica de materiais frágeis e durante os ensaios de polarização potenciodinâmica cíclica estes mostraram diminuição da resistência à corrosão e à corrosão por pites, quando comparados aos AID SAF 2205 sem a fase alfa linha, tratados apenas por solubilização, sendo mais expressivas essas alterações nos AID SAF 2205 que tiveram a formação da alfa linha por nucleação e crescimento.

A Figura 12 mostra as micrografias típicas da precipitação da fase alfa linha em AID SAF 2205. A Figura 12a mostra a formação por nucleação e crescimento e a Figura 12b mostra a formação por decomposição espinodal da ferrita.

Figura 12 - Microestrutura típica da fase alfa linha dispersa em ferrita.(a) nucleação e crescimento; (b) decomposição espinodal da ferrita. Ataque químico com Behara II



Fonte: Adaptado de WENG; CHEN; YANG (2004).

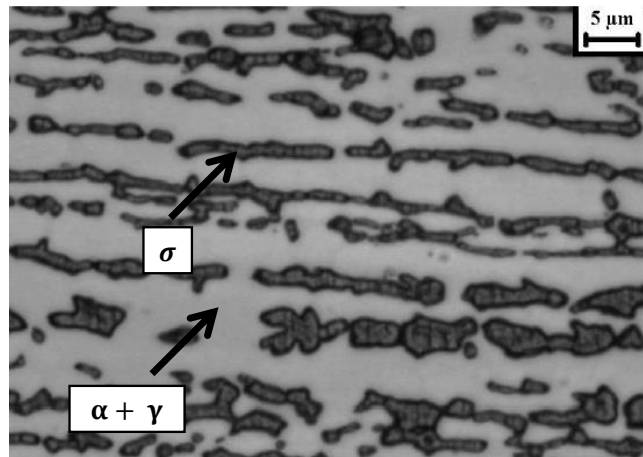
A fase sigma é rica em cromo e molibdênio, sua precipitação acarreta em deixar a matriz com algumas regiões empobrecidas destes elementos e com isso o AID se torna mais susceptível à corrosão localizada e há a formação de pites imediatamente nas proximidades da fase sigma formada, nas regiões com menos cromo e molibdênio (LO, 2011).

Além disso, a precipitação da fase sigma eleva a dureza e a resistência mecânica do AID, porém para ligas com teores de fase sigma superiores a 5% o AID SAF 2205 se rompe como frágil em ensaios Charpy (MAGNABOSCO, 2001).

A microestrutura típica de aços inoxidáveis duplex envelhecidos com a precipitação da fase sigma está mostrada pela Figura 13, na qual se realizou o tratamento térmico a 850°C durante 1h, seguido de um resfriamento em água, resultando em uma liga com aproximadamente 7,7% de fração volumétrica de ferrita, 38,3% de sigma e 54,0% de austenita, ao passo que antes do envelhecimento o AID apresentava 40,9% de ferrita e 59,1% de austenita.

Com isso, Magnabosco (2001) concluiu que a fase sigma precipita a partir da ferrita e cresce de forma a consumi-la.

Figura 13 - Micrografia do SAF2205 envelhecido á 850°C por 1h e resfriado em água. Ataque com KOH



Fonte: Adaptado de MAGNABOSCO (2001).

2.7.2.1 Precipitação da fase α' a 475°C: fragilização

A fase α' é responsável por elevar o limite de escoamento e a dureza do AID (SILVA *et al.*, 2016), é formada pela decomposição da ferrita em uma fase rica em ferro (α) e uma rica em cromo (α'), em uma faixa de temperatura de 300 a 550°C, sendo que sua cinética máxima ocorre em 475°C (SHARIQ *et al.*, 2009).

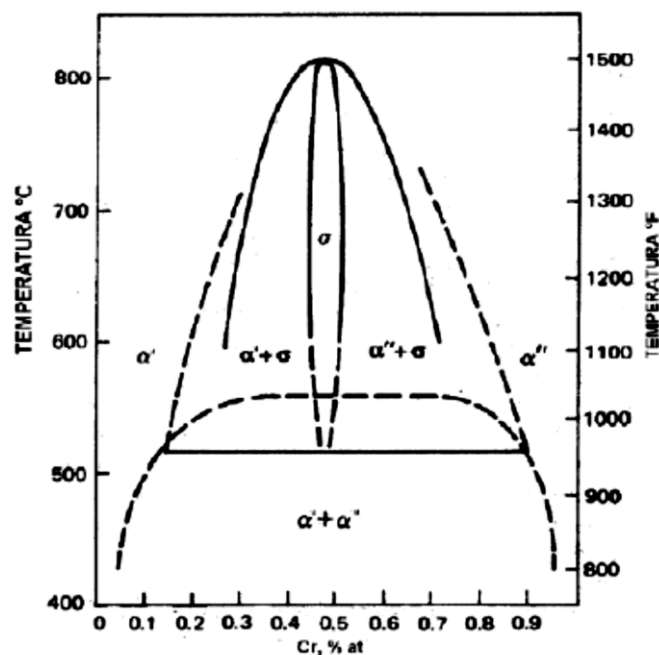
Esses precipitados ricos em cromo apresentam uma estrutura cristalina CCC semelhante à ferrita. Sua formação pode ocorrer por duas vias: decomposição espinodal da ferrita e nucleação e crescimento (GUNN, 2003).

Na decomposição espinodal da ferrita ocorre a perda da tenacidade e devido à esse fato este fenômeno é denominado de fragilização a 475°C. Inicialmente foi observado em aços inoxidáveis ferríticos, mas atualmente é bastante estudado na fase ferrita dos aços inoxidáveis duplex (SHARIQ *et al.*, 2009).

A Figura14 mostra o diagrama de fases Fe-Cr e observa-se a formação da fase α' , decorrente de uma reação no eutetóide, Eq. (4), ou de decomposição direta da ferrita. No entanto, o primeiro método apresenta uma cinética limitada, fazendo com que este não aconteça na prática (GROBNER, 1973).



Figura 14 - Diagrama de fases Fe-Cr evidenciando a formação da fase alfa linha de acordo com a composição da liga e temperatura



Fonte: Adaptado de SHARIQ *et al.* (2009).

2.7.2.2.1 MECANISMOS DE FORMAÇÃO DA FASE ALFA LINHA

A fase alfa linha (α') pode ser formada na prática por dois métodos: decomposição espinodal da ferrita ou ainda por nucleação e crescimento, dependendo da composição química da ferrita (HATTERSTRAND *et al.*, 2009).

A propriedade termodinâmica básica de solução regular (entalpia positiva de mistura) mostra que em um sistema de solução regular há uma temperatura crítica, cujas temperaturas acima dos componentes são miscíveis e abaixo o sistema é formado por uma mistura física de duas soluções, sendo uma rica do componente A e outra rica de B (GROBNER, 1973).

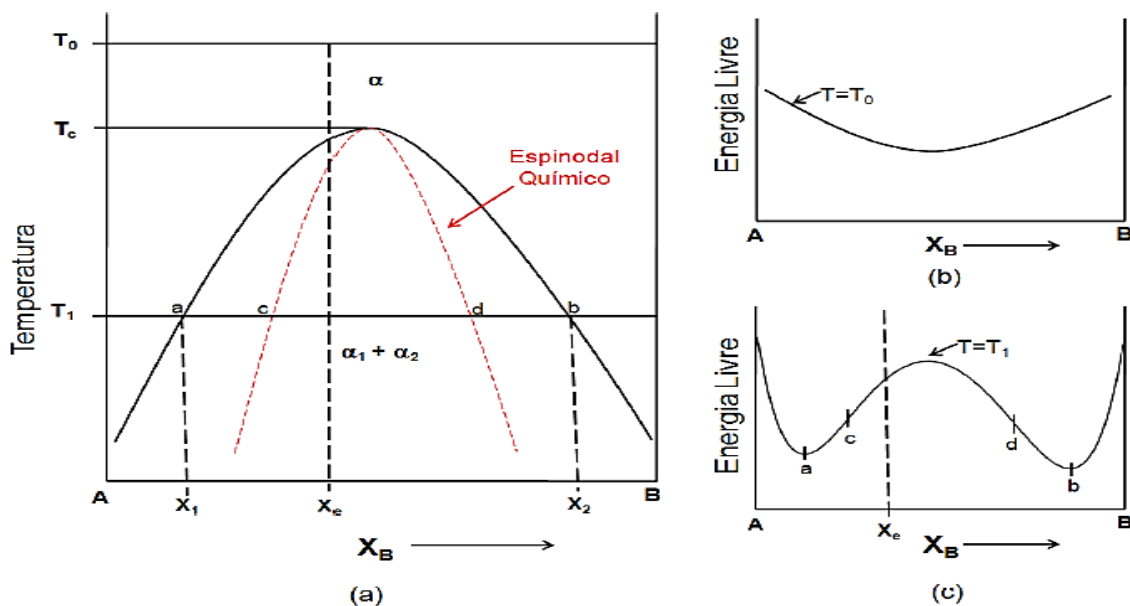
Dessa forma, como mostrado pela Figura 15a, uma temperatura acima da crítica (T_c) como a T_0 , o sistema tem uma faixa contínua de solubilidade, apresentando uma única curva positiva, de energia livre como mostrado pela Figura 15b.

Abaixo da T_c , Figura 15c, em uma temperatura T_1 , nota-se que a curva de energia livre tem uma região negativa, de solução sólida menos estável que a mistura α_1 e α_2 .

A região composta por α_1 e α_2 é denominada de domo de miscibilidade, a região do espinodal químico é atribuída ao mecanismo de formação por decomposição espinodal, ao passo que fora dessa região, tem-se nucleação e crescimento (PORTER; EASTERLING, 1992).

Esta região de espinodal químico é instável e é definida pelos dois pontos de inflexão da curva de energia livre, pontos *c* e *d* da Figura 15a, nos quais a Eq. (5) é válida.

Figura 15 - Diagrama de fase esquemático



Fonte: MÉLO (2010, p. 22).

Legenda: a) domo de miscibilidade

b) energia acima da temperatura crítica

c) energia abaixo da temperatura crítica

$$\frac{d^2G}{dx^2} = 0 \quad (5)$$

O comportamento das curvas de energia livre é definido pela Eq. (6), na qual ΔG_{mist} corresponde à variação da energia livre de Gibbs causada pela própria mistura, ΔH_{mist} é o calor absorvido ou liberado durante a mistura, T é temperatura e ΔS_{mist} é a variação da entropia entre os estados antes e depois da mistura (CAHN, 1968).

$$\Delta G_{mist} = \Delta H_{mist} - T \cdot \Delta S_{mist} \quad (6)$$

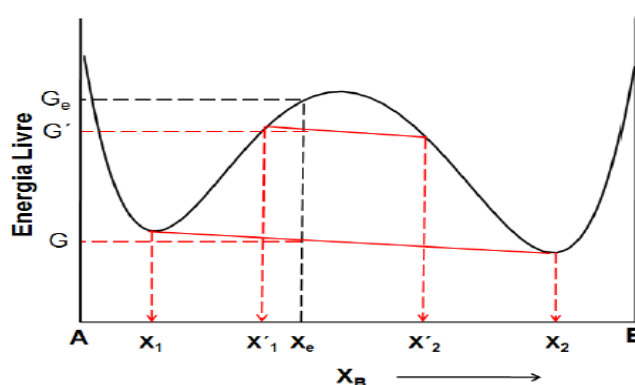
Tomando o termo ΔH_{mist} como positivo, conforme a teoria das soluções regulares, para temperaturas elevadas o segundo termo da Eq. (6) ultrapassa em toda a faixa de composição e a curva de energia livre de Gibbs passa a conter uma curva positiva em todos os pontos, como mostrada pela Figura 16.

Porém, para temperaturas mais baixas, este segundo termo é menor que o ΔH_{mist} , e, com isso ΔG_{mist} passa a apresentar uma curvatura com valores negativos na porção central de composição (CAHN, 1968).

O mecanismo de decomposição espinodal ocorre devido a existência de um domo de miscibilidade em um sistema binário implica na formação de duas regiões, uma rica de A e outra rica de B, iniciando flutuações de composição ínfimas e redução da energia livre de Gibbs, sem a presença de uma barreira de nucleação.

Este evento acontece devido à tendência de minimizar as energias do sistema, deixando-o em um estado termodinamicamente favorecido, pois ligas monofásicas com composições contidas no espinodal químico, como X_e na temperatura T_1 (Figura 15a) possuem energia livre de Gibbs (G_e) superior a qualquer combinação de duas fases com composições X_1' e X_2' , energia livre passa a ser G' , ou X_1 e X_2 com energia livre G , como mostrado pela Figura 16 (CAHN, 1968).

Figura 16 - Curva de energia livre de Gibbs na temperatura T_1 de uma liga X_e com composição no espinodal químico



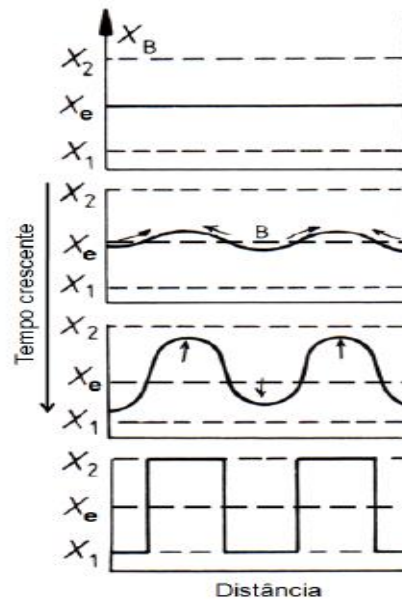
Fonte: MÉLO (2010, p. 23).

Com isso, tem-se, na decomposição espinodal, elementos de mesma espécie se movimentando e agrupando entre si, elevando a concentração deste localmente e empobrecendo as regiões adjacentes.

Nessas regiões empobrecidas, ocorre a migração destes elementos para fora dela, formando um novo agrupamento a uma pequena distância do original

(SOLOMON; DEVINE, 1982). Dessa forma, é esperado que ocorra a formação de grupos muito pequenos, dispostos de forma periódica no espaço, como evidenciado pela Figura 17.

Figura 17 - Esquematização do perfil de composição química de uma liga resfriada dentro do espinodal químico



Fonte: MELO (2010, p. 24).

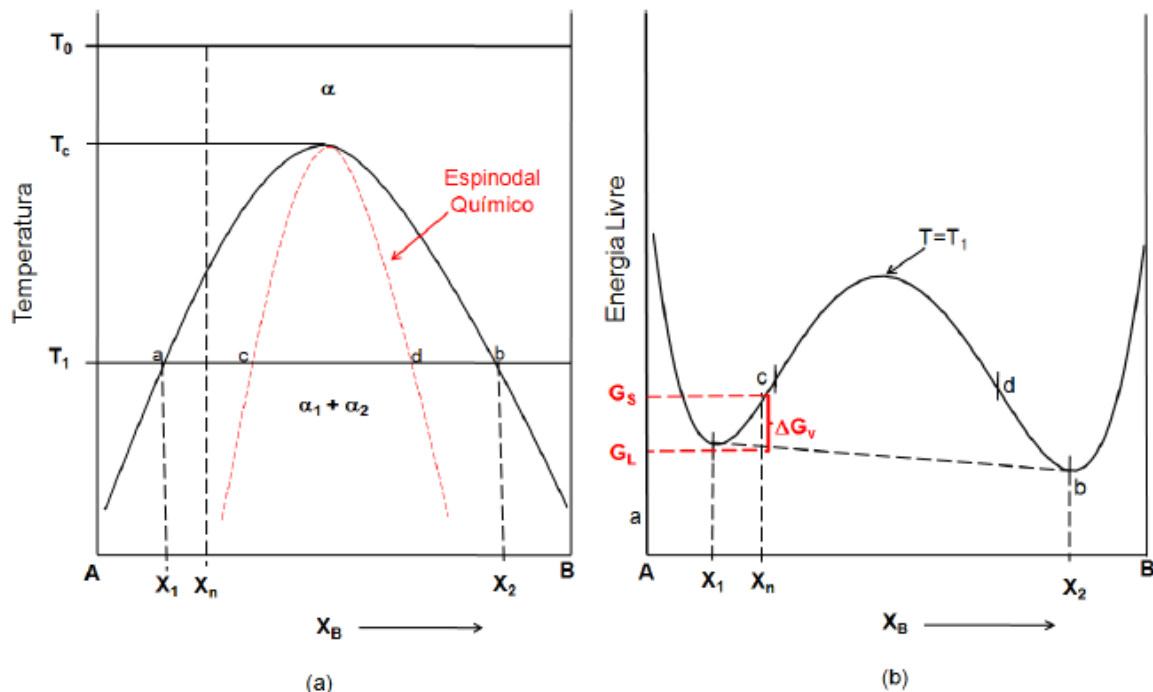
No caso da fase α' precipitada a partir da ferrita do AID pelo mecanismo de decomposição espinodal, ocorre gradativamente a difusão do cromo, resultando em regiões ricas deste elemento e pobres do mesmo, até que as fases α' , rica em cromo, e α , rica em ferro, sejam formadas como produtos finais nas composições químicas de equilíbrio (SOLOMON; DEVINE, 1982).

Caso a composição do sistema esteja dentro do domo de miscibilidade e fora do espinodal químico, ocorre o processo de nucleação e crescimento, pois nessa região é necessária grande flutuação na composição química para que a energia livre diminua, ou seja, a energia livre de Gibbs do sistema será reduzida apenas com a formação de um núcleo de composição química muito diferente da matriz, implicando na existência de uma barreira à nucleação (PORTER; EASTERLING, 1992).

Considerando a Figura 18a, tem-se uma liga de composição X_n , dentro do domo e fora do espinodal, nota-se que caso este material tenha sua temperatura

elevada até T_0 e em seguida diminuída até T_1 , a reação mostrada pela Eq. (7) representa o mecanismo de formação neste caso, o de nucleação e crescimento.

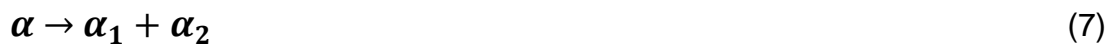
Figura 18 - Diagrama de fase esquemático



Fonte: MÉLO (2010, p. 25).

Legenda: a) domo de miscibilidade e uma liga fora do espinodal químico

b) curva de energia livre de Gibbs abaixo da temperatura crítica (T_c)



Através da Figura 18b, observa-se que ao nuclear a fase α_2 com composição química X_2 , a matriz ao redor é de composição X_1 com a fase α_1 , ao passo que todo o restante da liga continua de composição X_n .

A região contendo as duas fases, α_1 e α_2 , em equilíbrio local possui uma energia livre de Gibbs de G_L que é menor que a da solução sólida (G_S) supersaturada de composição X_n (PORTER; EASTERLING, 1992).

A barreira de energia livre de Gibbs a ser transposta (ΔG^*) para que haja nucleação e crescimento está descrita pela Eq. (8), na qual ξ corresponde à energia de superfície associada às interfaces, ΔG_v o potencial termodinâmico para a nucleação e ΔG_{def} é a energia livre excedente devido ao desajuste entre o retículo da matriz e do precipitado.

$$\Delta G^* = \frac{16.\pi.\xi^3}{3(\Delta G_v - \Delta G_{def})^2} \quad (8)$$

A estrutura cristalina do precipitado α' é a mesma da matriz ferrítica, portanto entre as fases α e α' serão formadas interfaces coerentes, pois a distorção entre elas será muito pequena o que possibilita a ocorrência de nucleação homogênea, considerando os parâmetros de rede para o Cr e Fe como 0,28846nm e 0,28864nm, respectivamente (RAYNOR; RIVLIN, 1988).

A formação de interfaces coerentes implica em menores valores para a energia de interface (ξ) e conseqüentemente ΔG^* é reduzido.

Além do mais, nota-se pela Eq. (8) que uma redução de ΔG_{def} , devido ao desajuste entre matriz e precipitado, eleva o valor do denominador da equação resultando em uma redução de ΔG^* , facilitando a nucleação da nova fase.

Através da Eq. (9), nota-se como ξ e ΔG_{def} são valores ínfimos devido à formação das interfaces e de pequenos desajustes entre a matriz e o precipitado, o raio crítico (r^*) formado do núcleo α' é pequeno, o que facilitaria a nucleação homogênea.

$$r^* = \frac{2.\xi}{(\Delta G_v - \Delta G_{def})} \quad (9)$$

Quando o núcleo formado atinge o raio crítico, ele já apresenta a composição X_2 da fase final e com isso há pequenas regiões pobres do componente B e, portanto com composição X_1 , como mostrado pela Figura 19, adjacente ao precipitado.

Conforme os átomos são difundidos da região de maior concentração, X_n , para a de menor X_1 , os precipitados crescem até que a matriz adquira a composição X_1 e o crescimento deles é cessado (GROBNER, 1973).

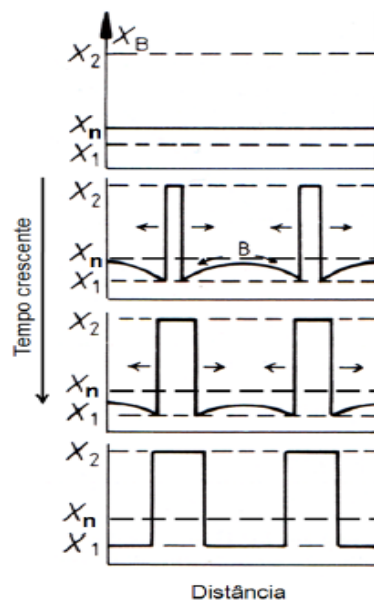
Como descrito anteriormente, os núcleos formados apresentam um raio crítico ínfimo e com isso, tem-se uma precipitação fina de morfologia semelhante à formada por decomposição espinodal, fazendo com que a diferenciação entre estes métodos seja dificultada (SAHU *et al.*, 2009).

Em seus trabalhos, Sahu *et al.* (2009) estimou que a solubilidade do cromo no ferro é aproximadamente 12% at. ou 11,3% em massa, a 475°C.

Além disso, estimou-se que apenas ligas com excesso de 12% at. de cromo apresentam o fenômeno de fragilização a 475°C pela formação da fase α' . Ainda conforme Sahu *et al.* (2009), nos materiais com teores variando entre 12%-30%at,

ou 11,3-28,5% em massa, ocorre a formação da fase de alfa linha por nucleação e crescimento.

Figura 19 - Esquemática do perfil de composição química de uma liga resfriada fora do espinodal químico



Fonte: MELO (2010, p. 26).

2.8 CORROSÃO EM LIGAS METÁLICAS

A corrosão é um fenômeno que ocorre na interface do material com o meio e é caracterizada por uma deterioração do material devido à ação química ou eletroquímica do meio, e pode estar aliada à esforços mecânicos.

O processo de corrosão é manifestado por reações irreversíveis, juntamente com a dissolução de um elemento químico do material (eletrodo) para o meio corrosivo (eletrólito) ou da dissolução de uma substância do meio no material.

No caso das ligas metálicas, normalmente, ocorre a corrosão eletroquímica, comumente denominada de corrosão úmida, na qual o material é exposto a ambiente com presença de umidade como em solos submersos ou em soluções aquosas.

Segundo Ramanathan (1998) durante a reação eletroquímica, ocorrem reações anódica e catódica. Dessa forma, a corrosão eletroquímica envolve eletrodos anódicos, nos quais ocorre a oxidação, e eletrodos catódicos, onde ocorre a redução além de envolver eletrólitos (meio em que são expostos). Os eletrodos

podem ser constituídos por metais diferentes ou mesmos metais com áreas diferentes (REVIE, 2008).

A reação global do processo é determinada pela transferência de cargas entre eletrodo e eletrólito, ou seja, na interface material/solução. Com isso, há a geração ou consumo de corrente elétrica, com intensidade determinada pela lei de Faraday, na qual a corrente é proporcional à velocidade de reação na interface material/solução, como mostrado pelas Eqs (10) e (11) (WOLYNEC, 2003).

$$i_a = nFv_a \quad (10)$$

$$i_c = -nFv_c, \quad (11)$$

onde: i_a e i_c correspondem às intensidades de corrente anódica e catódica, respectivamente; n ao número de elétrons que participam da reação; F à constante de Faraday (96485C/mol); v_a e v_c são às velocidades de reação, e, quando estas são iguais tem-se um estado de equilíbrio, no qual a soma da corrente total que circula é zero.

A intensidade de corrente também é dependente da diferença de potencial, E , entre os eletrodos e da resistência, R , dos condutores, conforme evidenciado pela Eq. (12) (WOLYNEC, 2003).

$$i = \frac{E}{R} \quad (12)$$

onde: i corresponde à intensidade de corrente, E à diferença de potencial entre os eletrodos e R à resistência dos condutores.

As diferentes ligas metálicas não sofrem oxidação com a mesma facilidade, portanto, os diversos pares de eletrodos possuem diferença de potenciais, sendo que a magnitude é uma representação da força motriz para as reações eletroquímicas de oxidação e redução. Com isso, as ligas metálicas podem ser classificadas de acordo com sua tendência em sofrer oxidação (CICEK, 2014).

A corrosão pode ocorrer, principalmente, por cinco mecanismos sendo estes: uniforme, por concentração diferencial, sob tensão, por pite e em fresta (ASSIS, 2012).

A corrosão uniforme é muito comum em materiais que não possuem a capacidade de formar uma camada passiva aderente sobre a superfície. Já a corrosão por concentração diferencial é provocada em uma pequena região e ocorre quando há flutuações nas concentrações dos agentes do meio.

A corrosão sob tensão acontece ao submeter o material a tensões associado a exposição em ambientes corrosivos, acarretando na formação e propagação lenta

de trincas transgranulares ou intergranulares que podem causar a ruptura do material (REVIE, 2008)

A corrosão por pite é caracterizada pelo rompimento local da camada passivadora, gerando assim uma célula eletrolítica local, e então o potencial de corrosão é excedido. Neste mecanismo ocorre um ciclo de formação da camada passivadora e sua destruição decorrente da presença de íons agressivos e presença de defeitos na superfície do material (ARIKAN; DORUK, 2008).

Além disso, provoca a formação de uma cavidade profunda e de diâmetro pequeno sobre a superfície do material e o restante da superfície do material permanece inalterado (LI *et al.*, 2018).

Este tipo de corrosão é típico de materiais capazes de criar um filme passivo, como as ligas de níquel, alumínio e os AID, pois a formação do pite está relacionada ao potencial para a ruptura da passivação, chamado de potencial de formação do pite (GUNN, 2003).

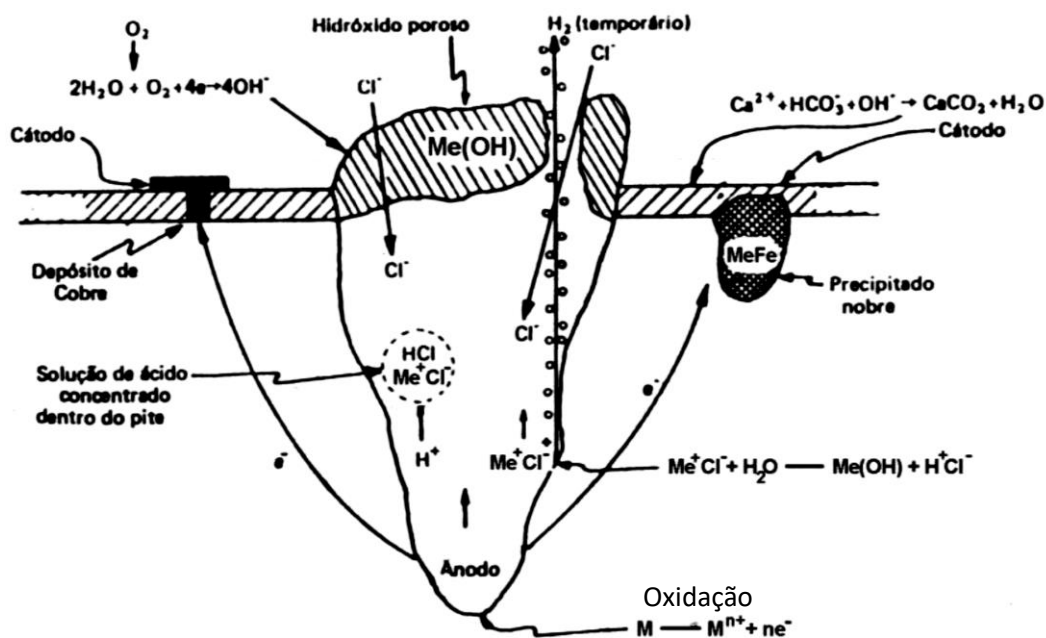
A ruptura do filme passivo, geralmente, é causada por íons de Cl^- e, em seguida, ocorre a nucleação do pite, ocorrendo preferencialmente em regiões intergranulares empobrecidas de Cr. O crescimento deste ocorre devido à dissolução do metal pela solução contida no interior da cavidade, ou seja, pelos produtos gerados na corrosão através de uma reação anódica (JONES, 2013).

Com isso, forma-se uma célula eletrolítica, sendo que a pequena área do metal é anódica e a grande área do metal a região passiva. Devido à grande diferença de potencial, há a geração de um grande fluxo de corrente na região do ânodo (ALVAREZ-ARMAS, 2009). A Figura 20 mostra o mecanismo de nucleação e crescimento do pite e as reações associadas. A Figura 21 mostra os principais tipos de pites formados.

Assim como a corrosão por pite, a corrosão por fresta também é um tipo de corrosão localizada e ocorre nas frestas geradas nas peças metálicas que levam à estagnação de solução em determinados locais causando a corrosão por um mecanismo muito semelhante ao pite.

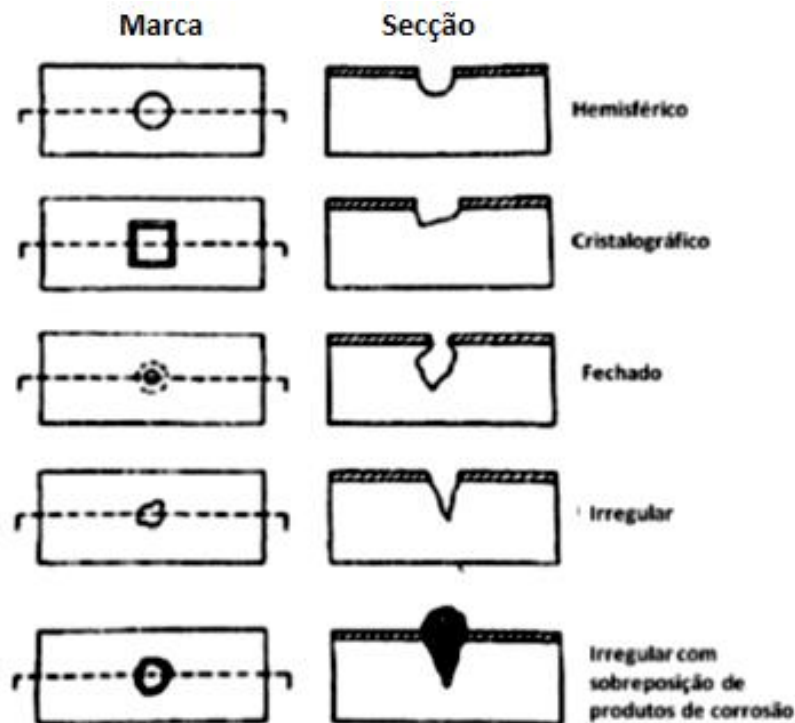
No caso dos AID, os principais mecanismos de corrosão são: pite, fresta e sob tensão (ARIKAN; DORUK, 2008). Sendo que os pites acontecem graças à corrosão preferencial da matriz ferrítica, preservando a fase austenítica que é pouco afetada dentro dos pites.

Figura 20 - Representação esquemática da formação do pite



Fonte: Adaptado de RAMANATHAN (1998).

Figura 21 - Representação esquemática dos principais tipos de pite



Fonte: Adaptado de RAMANATHAN (1998).

Segundo Magnabosco (2009) os AID apresentam resistência à corrosão sob tensão superior à dos aços inoxidáveis austeníticos e esta propriedade é crescente com o aumento do teor de ferrita na microestrutura. Quando a liga está sujeito a

baixas tensões, as trincas transgranulares na austenita são barradas pela fase ferrita e apenas em tensões elevadas, próximas ao limite de escoamento, ocorrem trincas transgranulares nos grãos de ambas as fases presentes (MAGNABOSCO, 2009; ARIKAN; DORUK, 2008).

Além disso, segundo Li *et al.* (2018), nos AID com a presença de precipitados de fases intermetálicas como a sigma, nitretos de cromo e alfa linha, a resistência à corrosão por pites é menor devido à presença de regiões empobrecidas de cromo, consumido na formação do intermetálico, deixando a região suscetível à corrosão.

2.8.1 Polarização

A polarização é caracterizada pelo deslocamento do potencial elétrico (E') de cada eletrodo, do equilíbrio (E), em função a uma perturbação na interface do metal com o meio devido à presença de um meio oxidante, diferença de concentração iônica ou, ainda, diferença de temperatura e aeração (CICEK, 2014). A magnitude do deslocamento é o sobrepotencial (η), e é definido de acordo com a Eq. (13).

Além disso, o fenômeno de polarização pode ser de dois tipos principais: ativação e concentração.

Na polarização por ativação, a taxa de reação é controlada pela etapa mais lenta da reação eletroquímica, sendo, portanto, limitada a uma energia de ativação. Ao passo que na polarização por concentração, as reações estão limitadas pela difusão de íons na solução eletrolítica (VALERIANO, 2012).

$$\eta = E' - E \quad (13)$$

onde: η corresponde à magnitude do deslocamento, E' ao deslocamento do potencial elétrico de cada eletrodo e E ao potencial elétrico de equilíbrio.

A Eq. (14) representa a Equação de Tafel, na qual é mostrada a relação entre a sobrevoltagem (η) e a densidade de corrente resultante da polarização (anódica ou catódica) (YOO *et al.*, 2010).

$$\eta = \pm \beta \log \frac{I}{I_0} \quad (14)$$

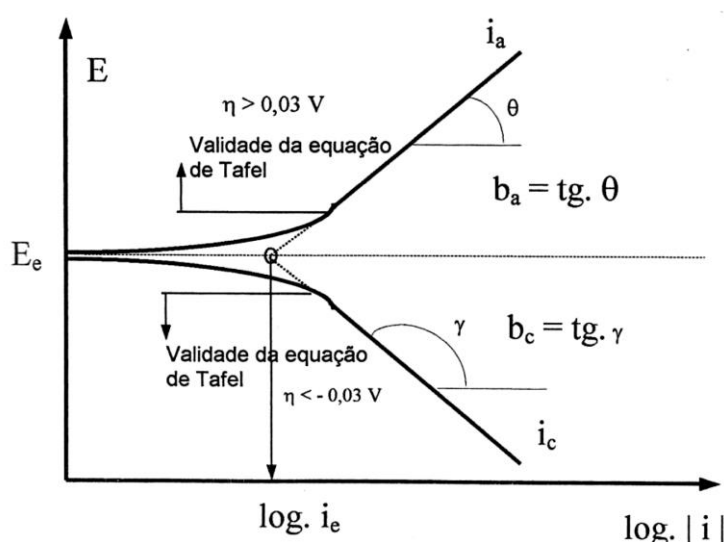
onde: I corresponde à densidade de corrente resultante da polarização anódica ou catódica; β à constante de Tafel e I_0 a densidade de corrente de troca do sistema.

Como descrito pela lei de Faraday, Eqs. (10) e (11), a velocidade de reação depende do potencial e varia linearmente com a densidade de corrente.

Assim, ao medir a densidade de corrente em função do potencial aplicado, resulta-se uma curva de polarização, através da qual é possível avaliar a influência da polarização sobre a densidade de corrente, fornecendo informações sobre a cinética das reações de eletrodo.

A Figura 22 mostra uma curva de polarização anódica e catódica em escala logarítmica, na qual as densidades de corrente anódica assumem valores negativos e densidades de corrente catódicas, valores positivos.

Figura 22 - Curva de polarização anódica (i_a) e catódica (i_c) em função da densidade de corrente em escala logarítmica



Fonte: Adaptado de FONTANA (2005).

A representação da densidade de corrente em escala logarítmica apresenta como vantagem o fato de apresentar segmentos retos a porção válida da equação de Tafel, possibilitando obter o coeficiente de Tafel e a densidade de corrente do equilíbrio pela interseção das retas com o eixo das abscissas passando pelo potencial de equilíbrio (E_e), no qual a sobretensão é nula e a densidade de corrente equivale à densidade de corrente de equilíbrio (MARTINS, 2006).

2.8.2 Passivação

No fenômeno de passivação, ocorre a perda da reatividade química dos materiais, passando a ser inertes nos ambientes expostos devido à formação da camada passivadora que é capaz de isolar o material do meio, reduzindo portanto a

taxa de corrosão, sendo que a velocidade com que esta é formada e rompida representa um fator importante para pesquisas e estudos da resistência à corrosão (REVIE, 2008).

A passivação é decorrente da corrosão, formando-se uma película muito fina de óxido altamente aderente ao material, agindo como uma barreira protetora e reduzindo a taxa de corrosão a valores desprezíveis (VALERIANO, 2012).

Sua formação depende tanto da composição química da liga, ou seja, da presença de elementos capazes de formar a camada de óxido na superfície, quanto do meio eletrolítico, principalmente pelo pH e do poder de oxidação da solução, ou seja, da taxa em que as reações catódicas consomem elétrons e da concentração de reagentes oxidantes (JONES, 2013).

Segundo Martins (2006), a passivação de uma liga metálica depende de propriedades físicas, químicas e mecânicas da camada de óxido, como baixa solubilidade no eletrólito, baixa condutividade iônica e resistência mecânica,.

Caso seja danificada, a camada passivadora se refaz rapidamente, porém, caso haja uma alteração na natureza do meio, o material pode retornar ao estado ativo. Com isso, a velocidade de formação dessa camada e sua dificuldade em romper-se e refazer-se também são parâmetros importantes na utilização de determinados materiais.

O levantamento de curvas de polarização é capaz de explicar o fenômeno de passivação por possibilitar a verificação de alguns parâmetros. O comportamento de uma liga metálica com passivação é mostrado na Figura 23.

Através da Figura 23, nota-se que o comportamento pode ser dividido em três: ativo, passivo e transpassivo.

Dentro da região ativa, para baixos valores de potencial, observa-se a linearidade. Neste comportamento, aumentando-se o potencial acima do potencial de corrosão (E_{corr}), e até o potencial de passivação (E_{pp}), a densidade de corrente irá aumentar até um valor crítico ($I_{critica}$), sendo este a corrente de transição ativa-passiva.

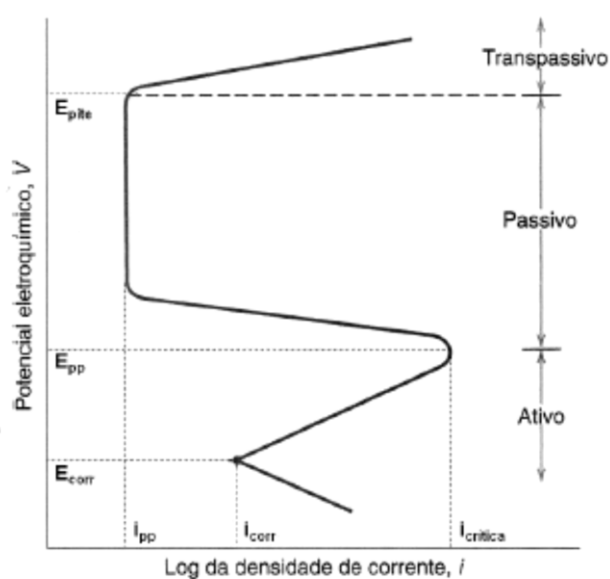
Durante esse intervalo de potencial e de corrente a camada passiva é formada, com uma taxa de crescimento limitada pela transferência de carga na interface metal/camada ou camada/solução.

Além disso, observa-se que um aumento de potencial a partir do potencial de passivação provoca uma queda repentina no valor da densidade de corrente a um

valor baixo e constante independente do potencial aplicado, originando a região passiva e corresponde ao recobrimento de toda a superfície do material pela camada de óxido formada.

Em seguida, um aumento de potencial provoca um aumento da densidade de corrente devido à ruptura da camada passivadora e inicia-se a corrosão transpassiva. Essa ruptura por fatores eletroquímicos ocorre caso a camada apresente pontos fracos originados devido à heterogeneidade do metal ou ainda devido ao meio, como, por exemplo, o ataque de íons cloreto presentes na solução (MARTINS, 2006).

Figura 23 - Curva de polarização esquemática para uma liga metálica com transição ativa-passiva



Fonte: Adaptado FONTANA (2005).

2.8.4 Avaliação dos processos corrosivos

Os processos corrosivos em ligas metálicas são normalmente de natureza eletroquímica, sendo assim, a avaliação destes é realizada por meio de técnicas eletroquímicas que permitem a obtenção de dados a respeito da cinética das reações.

Estas técnicas são conduzidas por um potenciostato que é utilizado para determinar a variação da corrente em função do potencial aplicado, conforme a Eq.

(15) que corresponde a equação de Butler-Volmer, e que possibilita a obtenção de curvas de polarização (JONES, 2013).

$$I = I_{corr} \left(\exp \left[\frac{(1-\alpha'')nF\eta}{RT} \right] - \exp \left[\frac{-\alpha''nF\eta}{RT} \right] \right), \quad (15)$$

onde: α'' corresponde ao coeficiente de transferência de carga, R à constante universal dos gases e T à temperatura absoluta da solução.

O potenciostato é utilizado como fonte de corrente ao eletrodo de trabalho (confeccionado com o metal estudado) por meio de um contra-eletrodo e controla o potencial entre o eletrodo de trabalho e um eletrodo de referência (VALERIANO, 2012).

Um ensaio amplamente utilizado para corrosão é o de polarização potenciodinâmica cíclica (PPC) é capaz de obter curvas de polarização através de uma varredura contínua do potencial, que pode iniciar no potencial de corrosão (potencial de circuito aberto-OCP), estabelecido através da imersão do material na solução, ou em potenciais menores, varrendo até potenciais maiores e retornando ao potencial de corrosão, sendo o potencial elevado a uma taxa constante.

Os principais parâmetros obtidos pelas curvas de polarização estão evidenciados pela Figura 24, e são: potenciais de corrosão (E_{corr}), de pite (E_{pite}) e de proteção (E_{prot}), e a corrente de passivação (I_{pass})

O potencial de pite corresponde ao potencial acima do qual os pites são nucleados e crescem, e é identificado como sendo o valor de potencial no qual a densidade de corrente aumenta acentuadamente sem variação de potencial (MARIANO *et al.*, 2006).

Já o potencial de proteção equivale ao potencial abaixo do qual os pites formados sofrem passivação, ou seja, os pites passam a ser inativos e entre o potencial de pite e o de proteção, ocorre somente o crescimento de pites já formados (SILVA *et al.*, 2009).

A determinação dos parâmetros eletroquímicos, geralmente, é efetuada através do método de extrapolação de Tafel. Este método consiste na extrapolação das retas catódicas e anódicas, o ponto de interseção correspondendo ao potencial de corrosão.

O potencial de pite pode ser determinado de forma semelhante, através da extrapolação de retas traçadas uma pela corrente de passivação e a outra a partir do

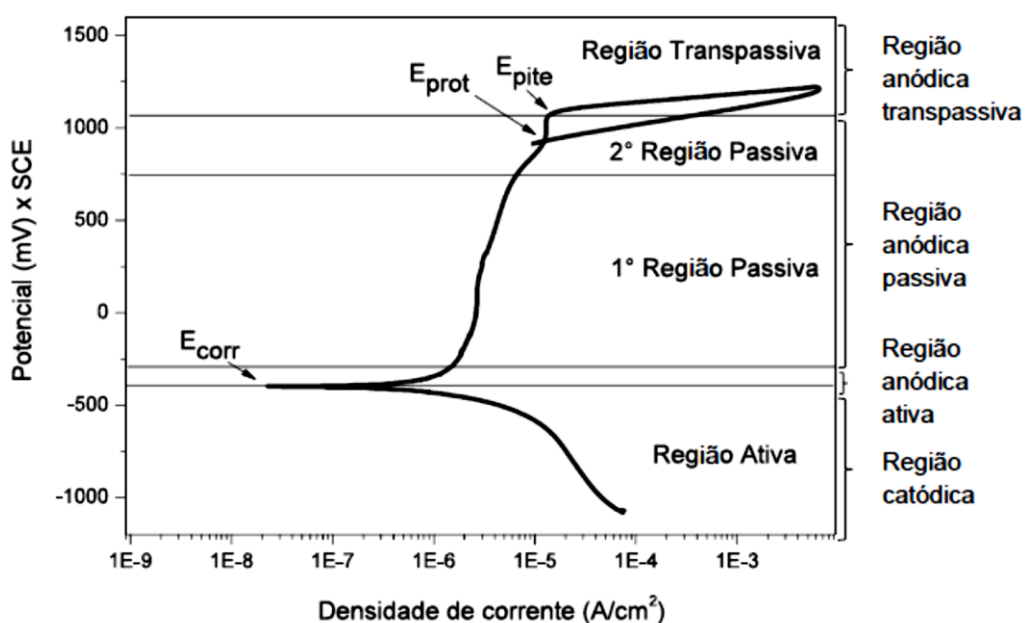
aumento brusco da densidade de corrente após a passivação de corrente, a intersecção destas retas aponta o potencial de pite.

A corrente de passivação é um indicativo da velocidade de início da passivação. Na curva de polarização, corresponde ao valor em que a densidade de corrente é aproximadamente constante com o aumento de potencial (SILVA *et al.*, 2009).

Observando-se a Figura 24, nota-se que o AID SAF 2205 apresenta duas regiões passivas, segundo Yoo *et al.* (2010), isso acontece devido a microestrutura bifásica, composta pelas fases ferrita e austenita, as quais apresentam teores diferentes dos elementos passivadores Cr e Mo, que são estabilizadores das fases ferrita e austenita.

Assim, o efeito dos elementos de liga Cr e Mo em relação à resistência por pites é maior na austenita que na ferrita, pois na fase austenita estes elementos agem apenas como passivadores, ao passo que na ferrita eles agem também como estabilizadores dessa fase. Devido a maior concentração de Cr e Mo, a fase ferrita sofre passivação mais rapidamente que a austenita, sendo assim, a 1ª região passiva da Figura 24 corresponde à fase ferrita e a 2ª, à austenita (YOO *et al.*, 2010; BATISTA, 2002).

Figura 24 - Curva de polarização potenciodinâmica cíclica típica de um aço inoxidável duplex, SAF 2205



Fonte: Rezende (2018, p.89).

Outra técnica muito empregada na avaliação da resistência a corrosão é a de reativação potenciodinâmica (EPR- “*Electrochemical reactivation*”), na qual é avaliada a sensitização em aços inoxidáveis.

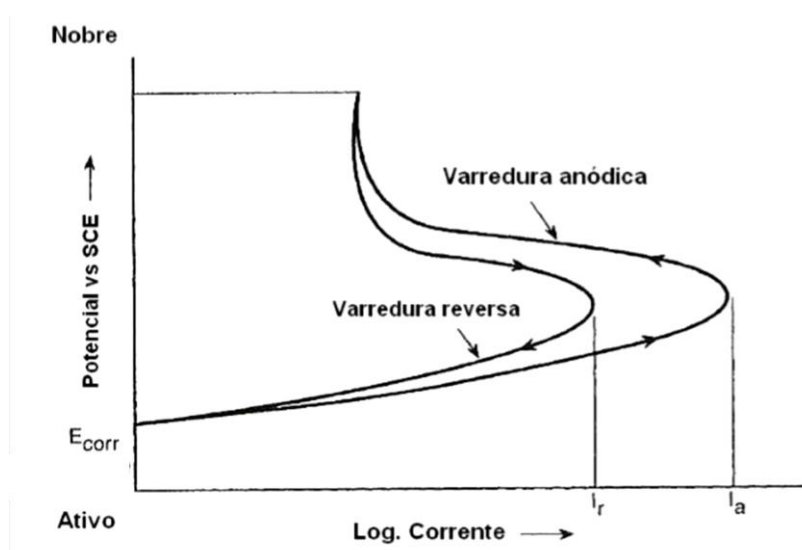
Além disso, ensaios de EPR decorrentes de uma curva de polarização anódica podendo ser de ciclo simples (SL-EPR – “*Single loop – Electrochemical reactivation*”) ou duplo (DL-EPR- “*Double loop – Electrochemical reactivation*”), sendo o segundo mais utilizado devido à maior facilidade na preparação do corpo de prova, maior reprodutibilidade e obtenção quantitativa do grau de sensitização (AYDOGDU, 2006).

Nos ensaios de DL-EPR, a amostra sofre polarização anodicamente através da região ativa, ou seja, a partir do potencial de corrosão até o potencial que o material encontra-se passivo com uma taxa de varredura constante.

Em seguida, o material é polarizado novamente até o potencial de corrosão, no sentido reverso. Assim, tem-se uma polarização anódica seguida de uma reativação a partir de um potencial de passivação, como mostra a Figura 25.

Caso o material sofra sensitização, observa-se dois picos de densidade de corrente, caso contrário, apenas o pico de polarização anódica é apresentado (CÍHAL, 2000; KAIN, 2004; REZENDE *et al.*, 2018).

Figura 25 - Diagrama esquemático do gráfico gerado por ensaio de DL-EPR



Fonte: Modificado de SEDRIK (1996)

Através do levantamento de curvas de polarização em ensaios de DL-EPR, pode-se calcular o grau de sensitização (GDS) através da razão da máxima corrente

gerada pela varredura de reativação (I_r) e a máxima corrente anódica (I_a), como apresentado pela Eq. (16).

Caso o GDS calculado seja inferior ou igual a 0,05, o material não sofreu sensitização, ou seja, não houve a geração de regiões empobrecidas de Cr que afetam negativamente a resistência a corrosão (KAIN, 2004; YOO *et al.*, 2010).

$$GDS = \frac{I_r}{I_a} \quad (16)$$

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O material empregado foi o AID, comercialmente chamado de SAF 2205 ou UNS S31803. O aço foi recebido na forma de chapa laminada com 0,5 cm de espessura.

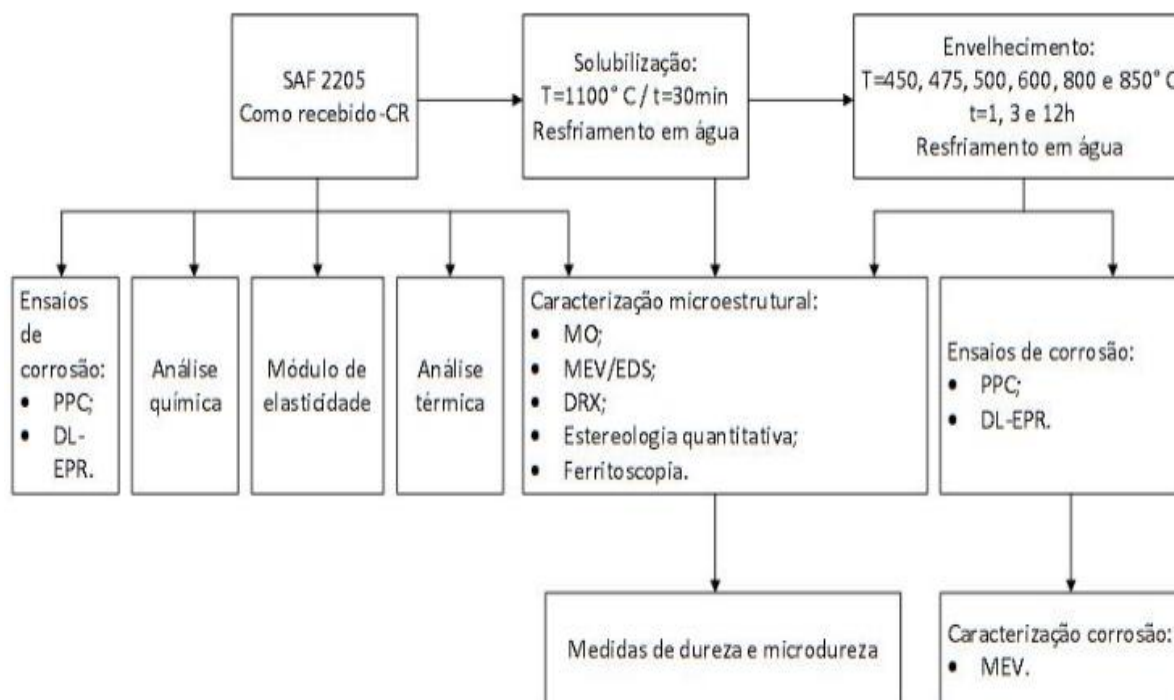
As amostras do SAF 2205 foram cortadas com as dimensões 0,5cmX0,5cm, para realizar os tratamentos térmicos e demais caracterizações microestruturas.

Em seguida, estas amostras foram submetidas ao tratamento térmico de solubilização a 1100°C por 30min, seguido de um resfriamento em água a temperatura ambiente, a fim de homogeneizar as fases presentes, solubilizando qualquer fase intermetálica ou precipitados nelas contidos.

Posteriormente, realizou-se o tratamento térmico de envelhecimento, nas temperaturas 450, 475, 500, 600, 800 e 850°C por 1, 3 e 12h, seguido de um resfriamento em água na temperatura ambiente. Estas condições foram propostas com intuito de observar a precipitação da fase α' e outras fases.

O diagrama de blocos mostrado pela Figura 26 mostra a metodologia empregada neste trabalho.

Figura 26 - Diagrama de blocos da metodologia empregada no desenvolvimento do trabalho



Fonte: Da Autora.

3.1 TRATAMENTO TÉRMICO

Os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, foram realizados em um forno do tipo mufla da Teklabor, marca 200-FM, instalado na Universidade Federal de Alfenas (UNIFAL-MG), *campus* Poços de Caldas-MG – LABMAT, aquecido na temperatura de trabalho e com os tempos de permanência definidos.

3.2 ANÁLISE QUÍMICA

Para determinar a composição química do AID SAF 2205 foi empregada a técnica por espectroscopia de emissão atômica por plasma induzido (ICP-AES), equipamento da marca Varian, do DEMa/UFSCar-São Carlos.

3.3 MÓDULO DE ELASTICIDADE

O AID SAF 2205 na condição como recebido foi submetido a ensaios para determinar o módulo de elasticidade dinâmico, por frequência ressonante. A amostra foi pesada (massa de 267,56g) e determinada as dimensões (comprimento=12,56cm, largura=5,36cm e espessura=0,46cm), para calcular a densidade ($8,62\text{g/cm}^3$).

Posteriormente, foi realizado o alinhamento e o ajuste do vibrador acústico, do corpo de prova e do acelerômetro, foram realizadas cinco medidas. Utilizou-se um equipamento Sonelastic SWF 2.2 da marca ATCP, instalado no Laboratório de Metalurgia e Materiais da UNIFEI-Itajubá.

3.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

3.4.1 Preparação de amostras para microscopia

Para realizar a análise microestrutural do AID, quanto à morfologia dos grãos, fases presentes e transformações de fases em função dos tratamentos térmicos foram utilizadas as técnicas por microscopia óptica, eletrônica de varredura e espectroscopia por energia dispersiva.

Os AID nas condições como recebido (CR), solubilizado, solubilizado e envelhecidos a 450, 475, 500, 600, 800 e 850°C por 1, 3 e 12h, foram preparadas para análise microestrutural segundo a norma ASTM E3-01 (2001) de acordo com as seguintes etapas: corte da chapa, embutimento em resina a frio e baquelite, lixamento com lixas de carbetto de silício variando a granulometria de 180 a 1500 mesh.

O polimento foi feito de maneira mecânica utilizando alumina de 1 μ m, 0,5 μ m e 0,3 μ m. O ataque para revelar a microestrutura dos AID foi realizado com o reagente Behara (20 ml de água destilada, 5 ml de ácido clorídrico P.A, 0,25g de K₂S₂O₅). Em seguida, as amostras foram limpas com acetona.

3.4.2 Microscopia óptica

A microscopia óptica foi realizada no microscópio óptico da marca Zeiss, modelo Scope A1, conectado a uma câmera de vídeo AxiocamICc3 e placa digitalizadora acoplada a um computador com o software Axio Vision 4.8.2 SP2, realizada na Universidade Federal de Alfenas (UNIFAL-MG), *campus* Poços de Caldas-MG - LABMAT.

3.4.3 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para verificar a precipitação de fases. Para isso, utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca FEI, modelo Inspect S50, acoplado ao espectrômetro de energia dispersiva (EDS), da marca EDAX, modelo Apollo X, do Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) do DEMa/UFSCar- São Carlos.

3.4.4 Difração de raios-X

Para identificar as fases presentes no AID utilizou-se um difratômetro da marca Siemens D5005 instalado no Laboratório de Cristalografia da UNIFAL, *campus* Alfenas, utilizando radiação de Cu K α . A varredura foi realizada em intervalo de $40^\circ \leq 2\theta \leq 100^\circ$, com passo de 0,02° por segundo. A preparação das amostras foi

efetuada de maneira convencional por lixamento com lixas de granulometria 220, 400 e 600 mesh.

3.4.5 Estereologia quantitativa

Os AID nas condições como recebido, solubilizado e solubilizado e envelhecido foram embutidos a quente, lixados, polidos e atacados quimicamente, como no item 3.4.1. Em seguida, realizou-se o cálculo de fração volumétrica das fases ferrita e austenita através do software ImageJ.

Foram utilizadas imagens obtidas por microscopia óptica, com objetiva de 50x de magnitude, em 12 áreas diferentes, e calculou-se a média e o desvio entre os valores, conforme a ASTM E562 (2002).

3.4.6 Ferritoscopia

A fração volumétrica da fase de ferrita presente em cada condição estudada do AID SAF 2205 foi medida com o auxílio de um ferritoscópio FISCHER modelo MP30 do Laboratório de Metalurgia e Materiais da Unifei – Itajubá, calibrado por padrões fornecidos pelo fabricante e com o limite de detecção de 0,1% de ferrita. Para cada amostra foram efetuadas 30 medidas, em locais próximos na mesma amostra.

3.5 ANÁLISE TÉRMICA

A calorimetria exploratória diferencial (DSC) é uma técnica termoanalítica que monitora as variações de entalpia da amostra em relação a um inerte, enquanto ambos os materiais são aquecidos controladamente. Este ensaio permite analisar as transformações de fases que ocorrem no material durante o aquecimento efetuado (DENARI; CAVALHEIRO, 2012).

Os ensaios de DSC foram feitos no equipamento Netzsch Júpiter STA 449F3 instalado na Universidade Federal de Alfenas (UNIFAL-MG), *campus* Poços de Caldas-MG - LABMAT. Para isso, fez-se um aquecimento de 30 a 1200°C com um aquecimento de 5°C/min e uma isoterma de 10min a 1200°C, com posterior resfriamento na mesma taxa, usando o argônio e nitrogênio.

3.6 MEDIDAS DE DUREZA

Com intuito de verificar a influência dos tratamentos térmicos de envelhecimento do SAF 2205, realizou-se medidas de dureza utilizando um durômetro Rockwell C, da marca Pantec Panambra, modelo RASN (RS) e (RB), analógico com penetrador CONE 120° e carga de 150kgf, da Universidade Federal de Alfenas (UNIFAL-MG), *campus* Poços de Caldas-MG – LABMAT. Foram efetuadas dez medidas na longitudinal nos AID, nas condições como recebido, solubilizado e solubilizado e envelhecido nas temperaturas e tempos dos tratamento térmicos.

3.7 MEDIDAS DE MICRODUREZA

Para verificar a influencia do tratamento térmico de envelhecimento nas fases do AID, foram realizados ensaios de microdureza, segundo a norma ASTM E3-01 (2001). Foram realizadas dez medidas de microdureza Vickers (HV), empregando uma carga de 0,1 Kgf, durante 15 segundos, utilizando um microdurômetro da marca Shimadzu, modelo HVM2, do LABMAT, da UNIFAL-MG, *campus* de Poços de Caldas.

3.8 ENSAIOS DE CORROSÃO

Para os ensaios de corrosão, utilizou-se um potenciostato da marca Metrohn, modelo Autolab/PGSTART302, conectado a um microcomputador controlado pelo *software* NOVA 1.8, do mesmo fabricante, instalado no LABMAT na UNIFAL-MG, *campus* Poços de Caldas.

3.8.1 Preparação de amostras

Os eletrodos de trabalho foram confeccionados a partir de amostras do AID SAF 2205 nas condições como recebido, solubilizado, solubilizado e envelhecido a 450°C por 1h, 475°C por 12h, 500°C por 1h e 600°C por 12h, já que nestas condições ocorreu a precipitação da fase α' .

Para os ensaios de potencial de circuito aberto e polarização potenciodinâmica cíclica, foram utilizadas amostras com dimensões de aproximadamente 1,0cmX1,0cm, tratadas termicamente nas condições citadas anteriormente. Porém, como para ensaios de corrosão a área da amostra deve ser circular, utilizou-se um funil a fim para delimitar a área exposta ao meio corrosivo.

As amostras foram soldadas a um fio de cobre, embutidas a frio, lixadas com lixas de carbetto de silício variando a granulometria de 180 a 1500 mesh, polidas mecanicamente com alumina de $1 \mu\text{m}$ e $0,5 \mu\text{m}$.

Nos ensaios de reativação potenciodinâmica duplo ciclo, foram usadas amostras com 0,6cm de diâmetro, e também tratadas com as mesmas condições anteriores. As amostras também foram soldadas a um fio de cobre, embutidas a frio em resina de estireno e lixadas com lixas de carbetto de silício variando a granulometria de 180 a 800 mesh.

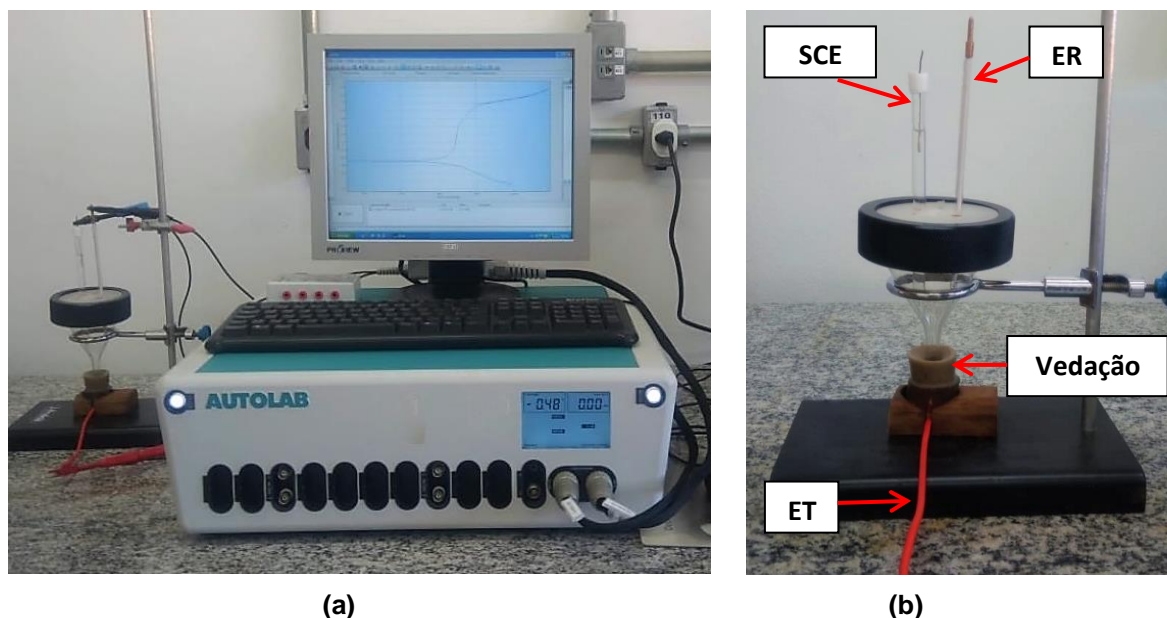
3.8.2 Potencial de circuito aberto e polarização potenciodinâmica cíclica

Para avaliar a formação e o comportamento da camada passivadora formada na superfície do material, determinou-se o potencial de circuito aberto (OCP) pela variação do potencial entre o eletrodo de trabalho e o de referência (platina), em função do tempo de 2h, em seguida, realizou-se a polarização potenciodinâmica cíclica, segundo a norma ASTM G5-94 (2011), os ensaios foram realizados em triplicata. O meio eletrolítico utilizado foi 3,5% de NaCl e a montagem experimental está mostrada pela Figura 27. Após os ensaios de polarização potenciodinâmica cíclica, as amostras foram atacadas com Behara para revelar a microestrutura e possibilitar distinguir os locais preferencias que sofreram corrosão.

A montagem da célula eletrolítica contou com uma vedação de cera de abelhas, como indicado pela Figura 27, que foi utilizada para fixar um funil de vidro sobre os eletrodos. Dentro do funil, foram fixados os eletrodos de referência (ER) de platina, o contra-eletrodo saturado de calomelano (SCE) e o eletrodo de trabalho (ET).

Essa montagem experimental possibilitou a realização do ensaio em diferentes áreas da amostra, já que esta foi determinada pela vedação de cera, mas sempre áreas circulares de aproximadamente 0,5cm de diâmetro.

Figura 27 - Aparatos utilizados nos ensaios de OCP e PPC



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) potenciostato e célula eletroquímica

b) célula eletroquímica em detalhe

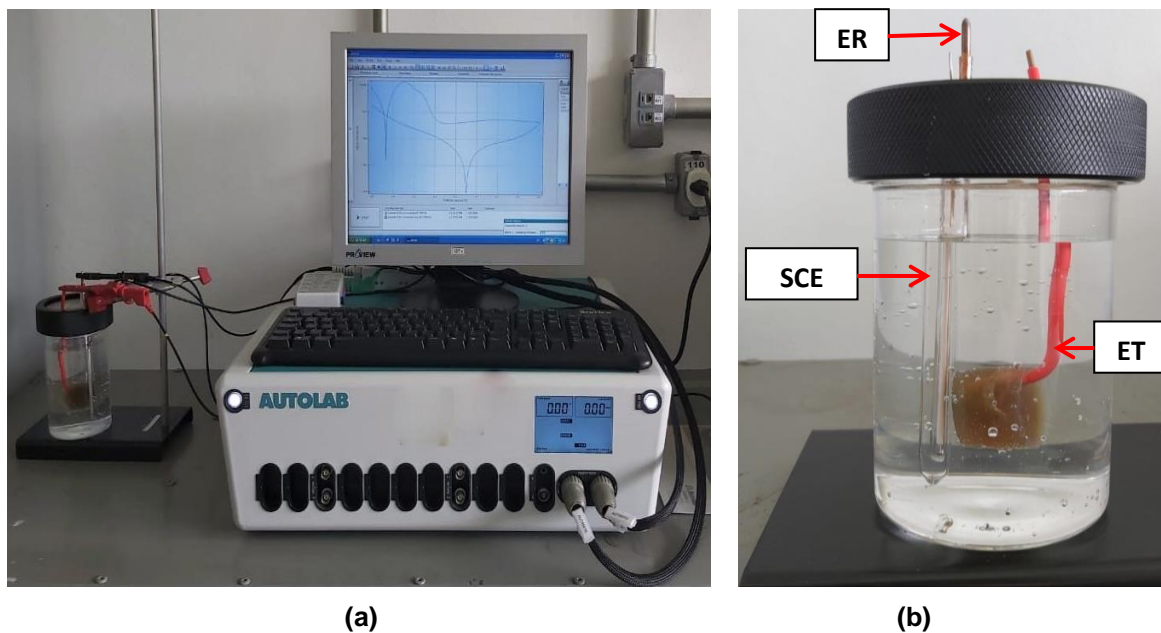
As curvas de polarização foram obtidas realizando uma varredura contínua com reversão de sentido ao atingir a densidade de corrente anódica de 10^{-3} A/cm^2 e a taxa da varredura foi mantida constante a 1 mV/s .

3.8.3 Reativação potenciodinâmica duplo ciclo

Para os ensaios de reativação potenciodinâmica de duplo ciclo (DL-EPR) utilizou-se o aparato experimental mostrado pela Figura 28a e a célula eletroquímica foi montada conforme a Figura 28b.

O meio eletrolítico utilizado foi $0,5 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ e $0,01 \text{ M de KSNC}$. O OCP que antecedeu a DL-EPR foi de 5min. Para os ensaios de DL-EPR o potencial foi varrido de $0,5 \text{ V}$ a $0,3 \text{ V}$, a varredura de polarização foi revertida e varrida de potenciais positivos para negativos a $-0,5 \text{ V}$. A taxa de varredura foi constante em 2 mV/s .

Figura 28 - Aparatos utilizados nos ensaios de DL-EPR



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) potenciostato e célula eletroquímica

b) célula eletroquímica em detalhe

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

A composição química da liga foi identificada por espectroscopia de emissão atômica por plasma induzido, e os resultados estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 - Composição química (% massa) do AID SAF 2205

Elementos	C	Mn	P	N	S	Si	Cr	Ni	Mo
SAF2205(UNSS31803)	0,03	2,00	0,03	0,08-0,2	0,02	1,00	21,0-23,0	4,5-6,5	2,5-3,5
Este trabalho	0,015	1,97	-	0,17	-	0,45	23,0	5,5	3,15

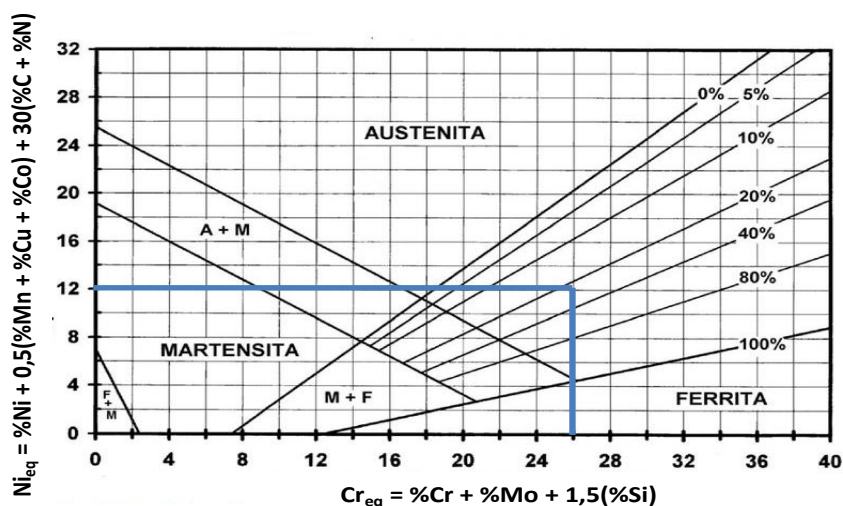
Fonte: Da Autora.

Legenda: *ASM Handbook (2005).

A partir da composição química obtida e mostrada pela Tabela 2, foram calculados os valores de níquel e cromo equivalentes utilizando as Eqs. (1) e (2), resultando em 12 e 27, respectivamente.

Dessa forma, através do diagrama de Schaeffler, Figura 29, espera-se uma microestrutura composta de ferrita e austenita, típica de um AID, porém, este resultado não considera a taxa de resfriamento da liga durante a solidificação, o que pode ter afetado para que os teores de ferrita e austenita não sejam próximos.

Figura 29 - Diagrama de Schaeffler e indicação do posicionamento da liga empregada em função do Cr_{eq} e Ni_{eq}



Fonte: Adaptado de PADILHA E PLAUT (2009).

4.2 MÓDULO DE ELASTICIDADE

O módulo de elasticidade é uma propriedade mecânica relacionada à rigidez do material, assim, quanto maior for o módulo de elasticidade, mais rígido é o material e mais fortemente seus átomos estão ligados. O valor médio do módulo de elasticidade do AID SAF 2205 na condição como recebido foi de $(215,4 \pm 4,3)$ GPa, e observou-se que está de acordo com os valores encontrados por Freitas (2009), Cronemberger *et al.* (2014) e pela norma ASTM E1876 (214 ± 5) GPa, $(212,27 \pm 0,6)$ GPa e (220 ± 3) GPa, respectivamente.

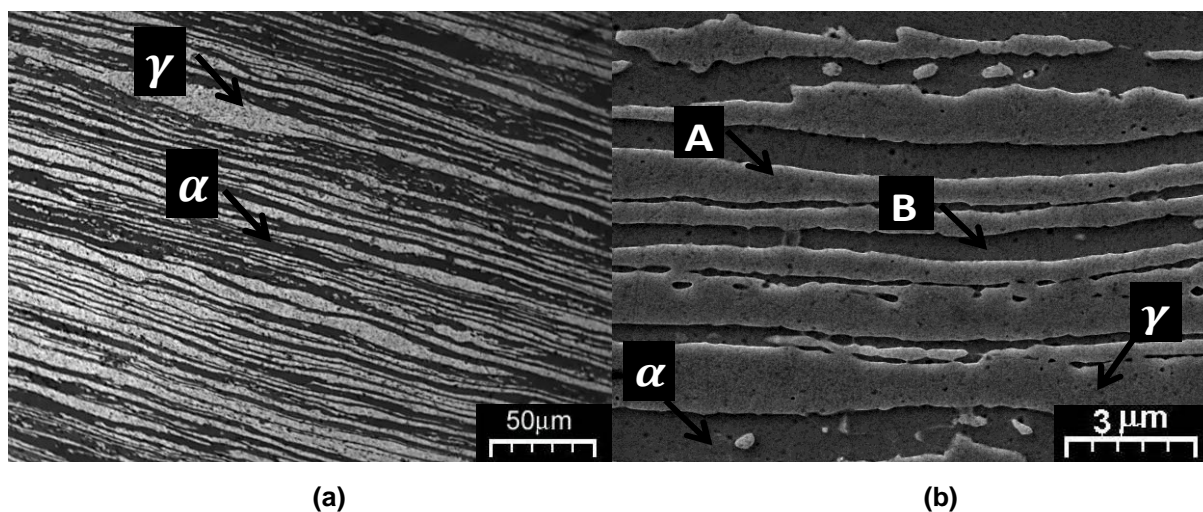
4.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

4.3.1 Microscopia óptica e eletrônica de varredura

4.3.1.1 AID SAF 2205 na condição como recebido

A Figura 30 corresponde às micrografias do AID SAF 2205 estudado na condição de como recebido. A Figura 31 e Tabela 3 apresentam os espectros de EDS realizados nas regiões A e B dos AID SAF 2205 na condição como recebido.

Figura 30 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição como recebido. Ataque químico com Behara



Fonte: Da Autora.

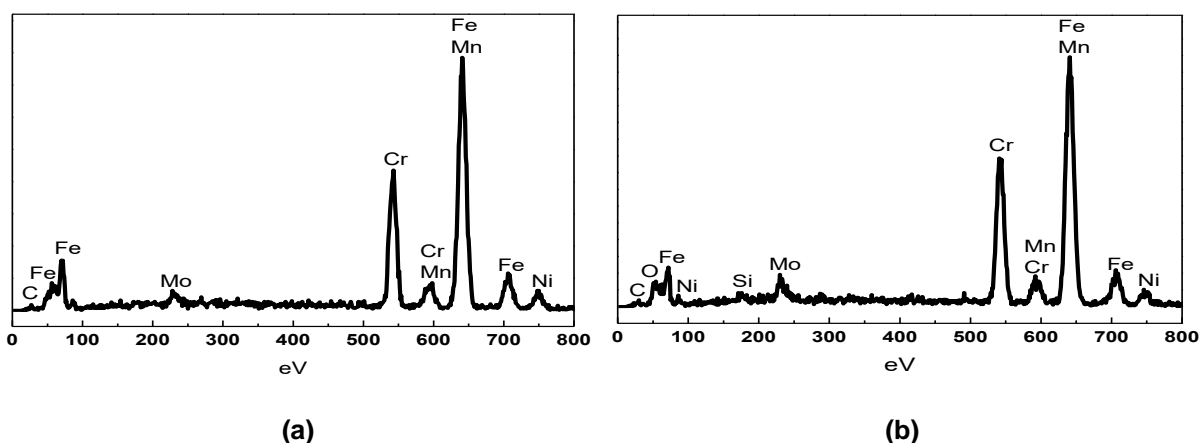
Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Na micrografia da Figura 30, observa-se uma matriz ferrítica com ilhas alongadas de austenita, essa microestrutura típica de AID também foi obtida por Cronemberger *et al.* (2014); Cronemberger *et al.* (2015); Della Rovere *et al.* (2013); Lacerda, Cândido e Godefroid (2015); Rezende *et al.* (2018).

Foi realizada EDS nos pontos A e B mostrados da Figura 30b, e os espectros obtidos estão apresentados na Figura 31 e na Tabela 3.

Figura 31 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS, do AID SAF 2205 na condição como recebido



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Austenita – região A

b) Ferrita – região B

Tabela 3 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de como recebido (em %massa)

Elemento de liga (%massa)		C	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
Fase	α	1,25	5,23	24,43	2,38	62,95	5,01
	γ	1,15	2,98	22,28	1,94	65,74	7,07

Fonte: Da Autora.

As microanálises semi-quantitativas obtidas por EDS, apresentadas na Tabela 3, mostram que a fase ferrita apresenta maiores teores de Cr (24,43% em massa) e Mo (5,23% em massa), ao passo que a austenita apresenta maiores teores em Ni (7,07% em massa), o que é esperado, pois os elementos Cr e Mo são estabilizadores da ferrita enquanto que o Ni é estabilizador da fase austenita, conforme Gunn (2003) e Totten (2006).

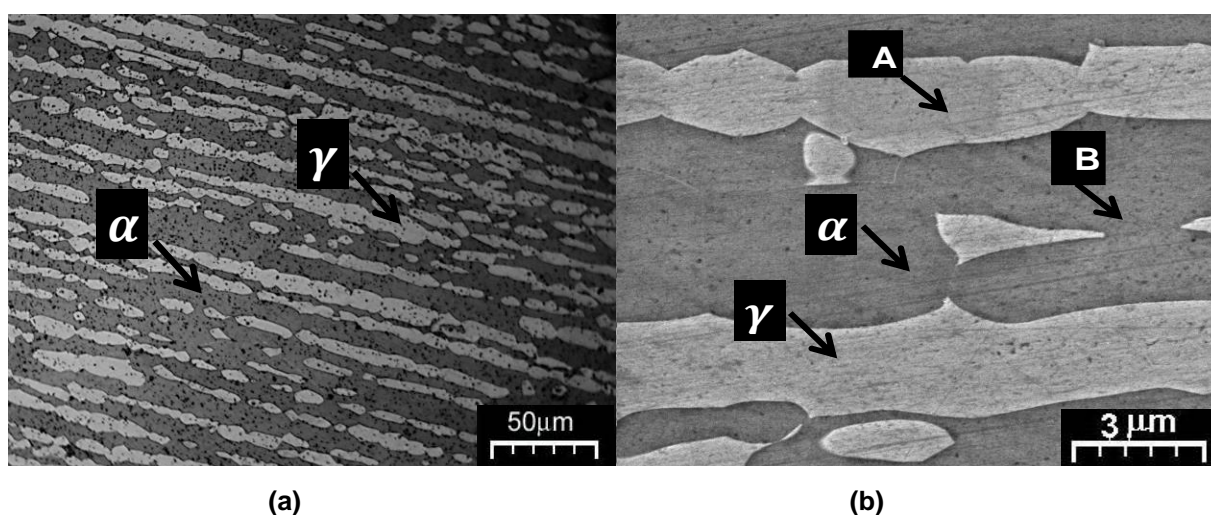
Nota-se também elevados teores de carbono (1,25% em massa na fase ferrita e 1,15% em massa na austenita) sugerindo contaminação externa da amostra por

corbono, justificada pelo uso de baquelite no embutimento, lixas de carbeto de silício no lixamento e limpeza da amostra com acetona.

4.3.1.2. AID SAF 2205 na condição solubilizado

O AID foi submetido ao tratamento de solubilização e as micrografias obtidas, estão mostradas na Figura 32.

Figura 32 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado a 1100°C por 30min e resfriado em água. Ataque químico com Behara



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

A Figura 32 mostra uma microestrutura típica de AID, compostas de ilhas alongadas de austenita dispersas na matriz ferrítica.

Comparando as micrografias obtidas por MO e MEV para as condições como recebido e solubilizado, Figuras 30 e 32, observa-se que após a solubilização a microestrutura torna-se mais grosseira e com uma distribuição mais homogênea da fase austenita na matriz ferrita, devido à maior taxa de difusão dos elementos de liga gamagênicos que levam a um aumento da fração volumétrica da austenita e consequentemente uma diminuição da ferrita.

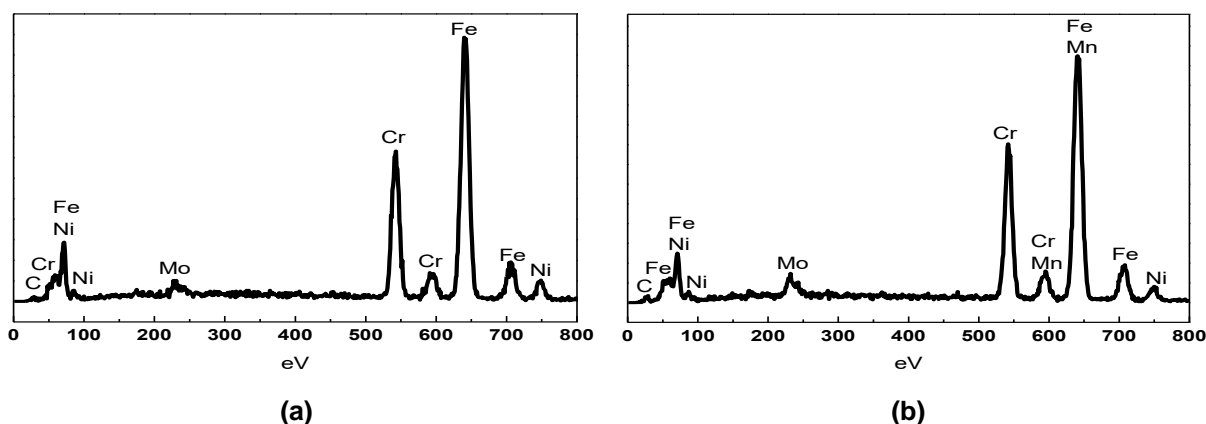
Essas alterações também foram observadas por Bhattacharya e Singh (2008) e Vijayalakshmi, Muthupandi e Jayachitra (2011). Além disso, não foram observadas

fases intermetálicas, pois a precipitação destas foi inibida com o resfriamento rápido realizado em água (LACERDA; CÂNDIDO; GODEFROID, 2015).

Cronemberger (2013) estudou o SAF 2205 solubilizado a 1100°C e variou as formas de resfriamento e os tempos de tratamento, e observou que o tempo de 30 minutos e resfriado em água promovem grãos de austenita grosseiros distribuídos homogeneamente na matriz, quando comparado ao SAF 2205 na condição de como recebido.

Realizou-se ainda análise por EDS nas regiões A e B mostradas na Figura 32b e os espectros obtidos estão mostrados pela Figura 33 e pela Tabela 4.

Figura 33 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS, do AID SAF 2205 na condição solubilizado



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Austenita – região A

b) Ferrita – região B

Tabela 4 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição solubilizado (em %massa)

Elemento de liga (%massa)		C	Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
Fase	α	1,60	0,48	3,98	23,77	2,04	64,87	4,86
	γ	1,70	-	-	22,25	-	66,13	7,00

Fonte: Da Autora.

Similarmente às microanálises semi-quantitativas obtidas por EDS para o AID como recebido (Figura 31 e Tabela 3), o AID solubilizado a 1100°C por 30min e resfriado em água (Figura 33 e da Tabela 4), apresenta os elementos ferritizantes Cr (23,77% em massa) e Mo (3,98% em massa) na fase ferrita e o elemento

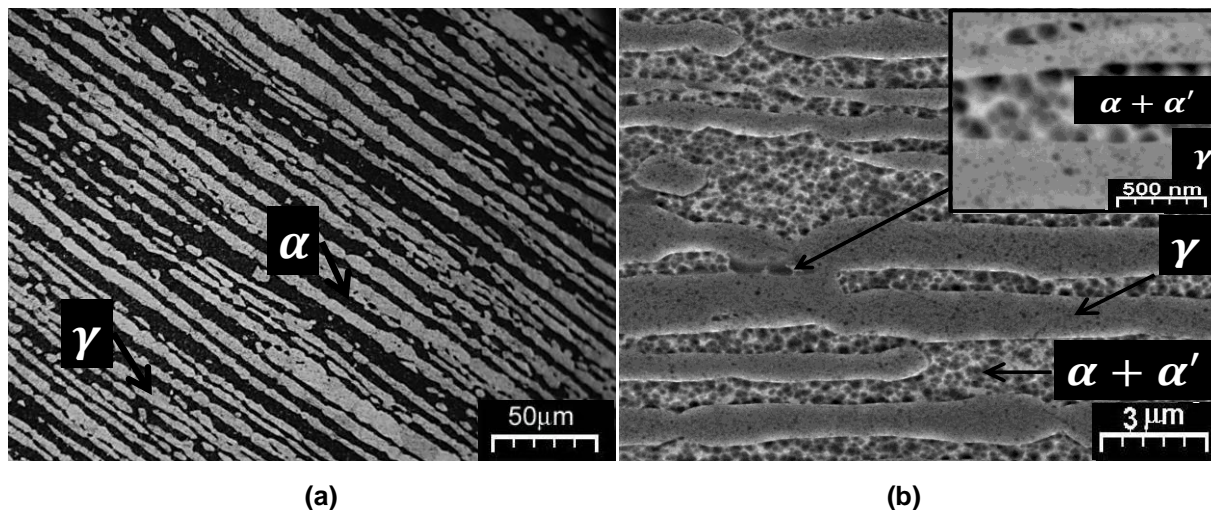
austenizante Ni (7,00% em massa) na fase austenita, também observado por Gunn (2003) e Totten (2006).

Além disso, observou-se que houve contaminação externa por carbono devido ao elevado teor deste elemento (1,60% em massa na fase ferrita e 1,70% em massa na austenita). Em seguida, o AID solubilizado foi submetido aos tratamentos térmicos de envelhecimento a 450, 475, 500, 600, 800 e 850°C com tempos de permanência de 1, 3 e 12h, resfriados em água.

4.3.1.3 AID SAF 2205 na condição de envelhecimento a 450°

As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura na condição de envelhecimento a 450°C por 1 e 3h estão mostradas nas Figuras 34 e 35, respectivamente. E a microanálise por EDS da condição de envelhecimento 450°C por 3h, está apresentada na Figura 36 e na Tabela 5.

Figura 34 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 450°C por 1h e resfriado em água. Ataque químico com Behara

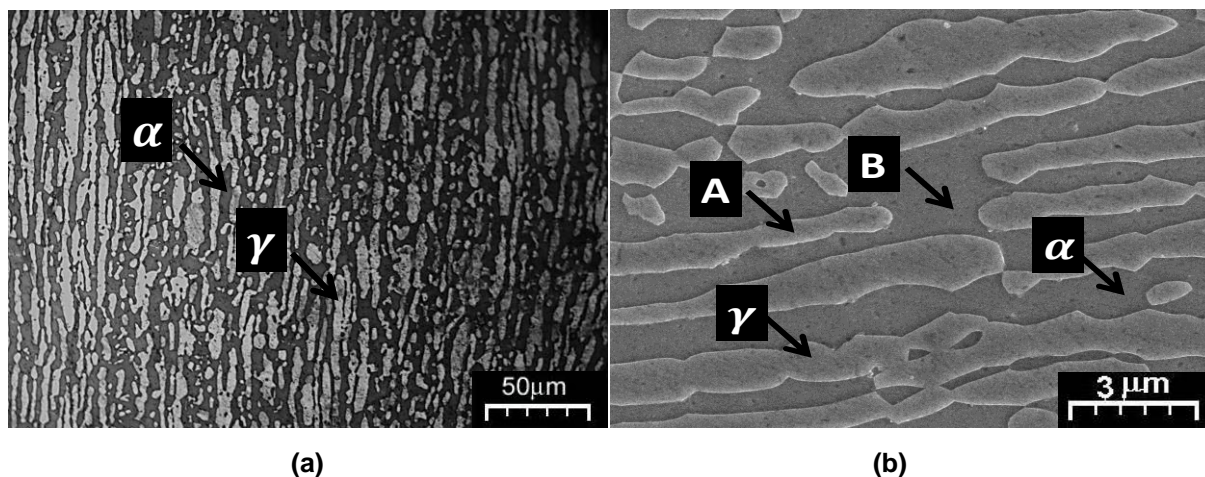


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 35 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 450°C por 3h e resfriado em água. Ataque químico com Behara

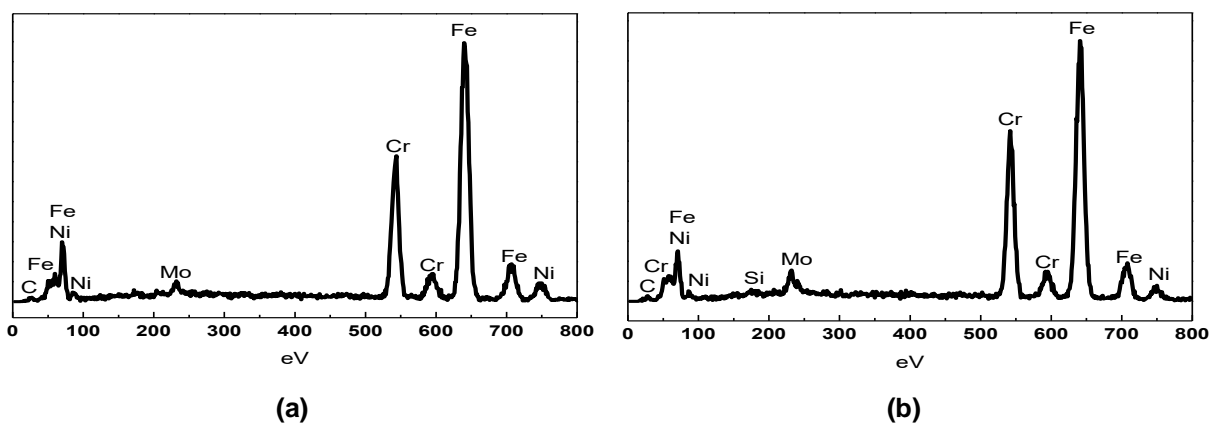


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 36 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 450°C por 3h



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Austenita – região A

b) Ferrita – região B

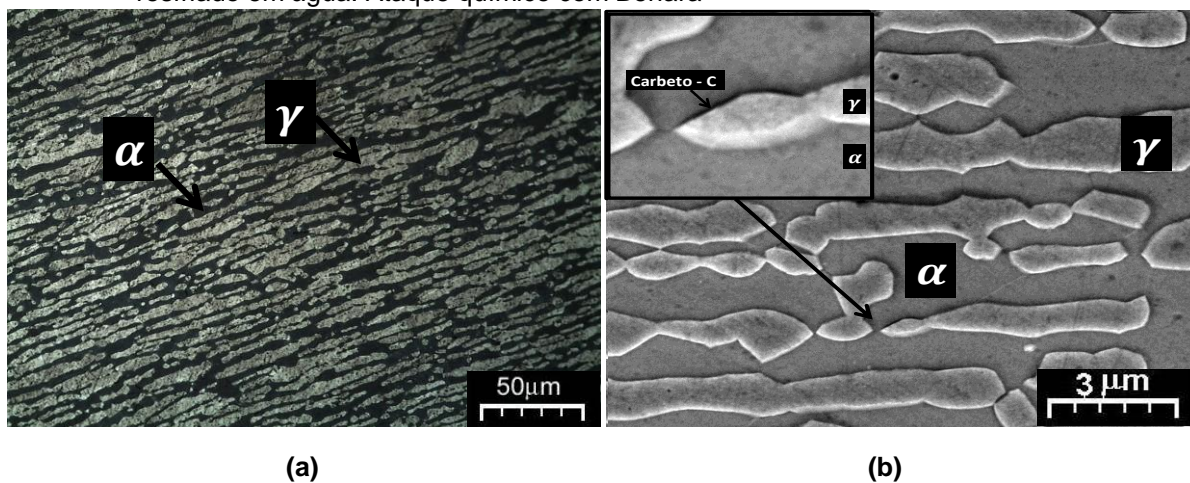
Tabela 5 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 450°C por 3h (em %massa)

Elemento de liga (%massa)		C	Si	Mo	Cr	Fe	Ni
Fase	α	1,1	0,76	4,40	25,10	65,06	4,69
	γ	1,0	-	2,60	21,68	68,13	7,10

Fonte: Da Autora.

As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura na condição de envelhecimento a 450°C por 12h estão mostradas na Figura 37. E a microanálise por EDS está apresentada na Figura 38 e na Tabela 6.

Figura 37 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 450°C por 12h e resfriado em água. Ataque químico com Behara

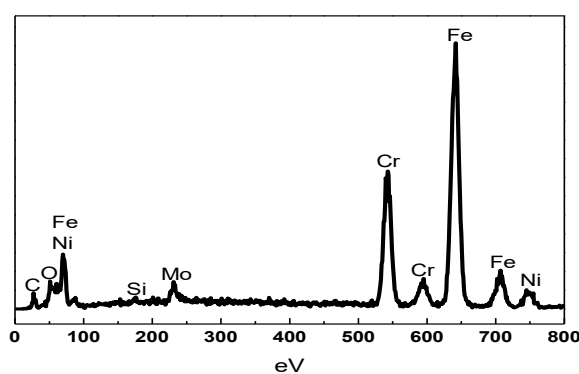


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 38 - Espectro obtido na microanálise por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 450°C por 12h



Fonte: Da Autora.

Legenda: Carbeto – região C

Tabela 6 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 450°C por 12h (em %massa)

Elemento de liga (%massa)	C	O	Si	Mo	Cr	Fe	Ni
Precipitado: Carbeto	5,04	3,25	0,67	3,45	20,16	60,95	6,48

Fonte: Da Autora.

Nas Figuras 34a, 35a e 37a, nota-se que a microestrutura do AID submetido à solubilização seguida de envelhecimento a 450°C manteve uma microestrutura típica do AID, composta por uma matriz ferrítica contendo ilhas alongadas de austenita, independente do tempo utilizado, corroborando com Arikan e Doruk (2008) e Della Rovere (2013).

Comparando-se as Figuras 34b, 35b e 37b, foi possível observar que o envelhecimento a 450°C por 1h, promoveu a precipitação da fase α' , ao passo que em 3h de envelhecimento foi observado apenas a ferrita e austenita e em 12h de envelhecimento além desta microestrutura típica (ferrita e austenita), houve a precipitação de carbeto.

Mélo (2010) estudou o AID SAF 2205, envelhecido de 350-650°C e observou que a 450°C por 1, 3, 12, 100 e 360h e resfriado em água, ocorreram regiões ricas em cromo, mostrando que houve a precipitação da fase α' , semelhante ao obtido neste trabalho (Figura 34). Esse resultado também foi observado por Li *et al.* (2018), no SAF 2205 envelhecido por 5 e 168h a 500°C e por Silva *et al.* (2009) em amostras envelhecidas por 50h a 425°C.

Segundo Weng, Chen e Yang (2004), a formação da fase α' , ocorre pelo mecanismo de nucleação e crescimento, pois o mecanismo de decomposição espinodal origina a fase α' finamente dispersa e assim seria incapaz de ser detectada por microscopia eletrônica de varredura.

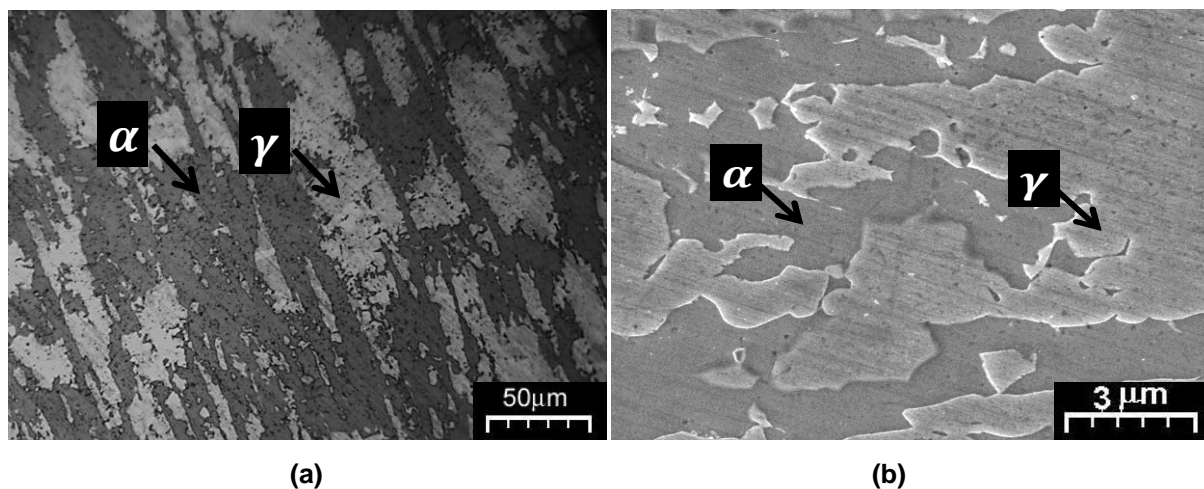
A morfologia observada pela Figura 34b é decorrente das diferenças de expansão térmica volumétrica entre α e α' , originando esferas com diâmetros pequenos (aproximadamente 100nm), como observado por Li *et al.* (2018) e Silva *et al.* (2009). Segundo Weng, Chen e Yang (2004) a formação da fase α' , causa um deslocamento em cruz (“*cross-stitch*”), observado por micrografia eletrônica de transmissão realizada em seu trabalho, sugerindo forte imobilização dos movimentos de discordância, prejudicando a tenacidade do AID.

Na Figura 36 e da Tabela 5, nota-se a presença das fases: ferrita (rica em Cr, 25,10% em massa e Mo, 4,40% em massa), e austenita (rica em Ni, 7,10% em massa), como observado no AID nas condições como recebido e solubilizado. A partir da Figura 38 e Tabela 6, nota-se que no tratamento térmico de envelhecimento a 450°C por 12h, promoveu a precipitação de carbeto no contorno de grão α/γ .

4.3.1.4 AID SAF 2205 na condição de envelhecimento a 475°C

As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura para os AID solubilizados e envelhecidos a 475°C estão mostradas nas Figuras 39 e 40. E os espectros obtidos pela microanálise por EDS realizada nas regiões A e B, estão apresentados na Figura 41 e na Tabela 7.

Figura 39 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 475°C por 1h e resfriado em água. Ataque químico com Behara

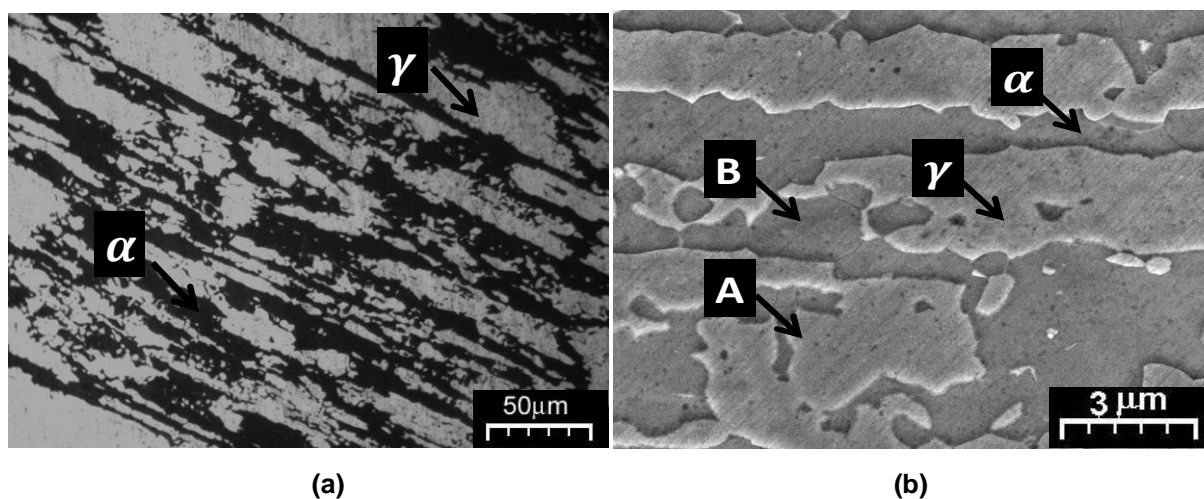


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 40 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 475°C por 3h e resfriado em água. Ataque químico com Behara

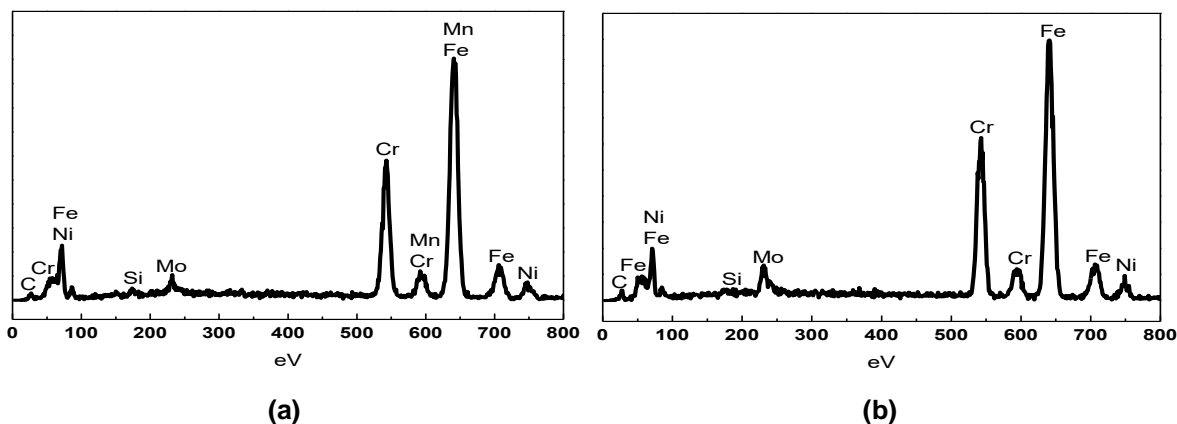


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 41 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 475°C por 3h



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Austenita – região A

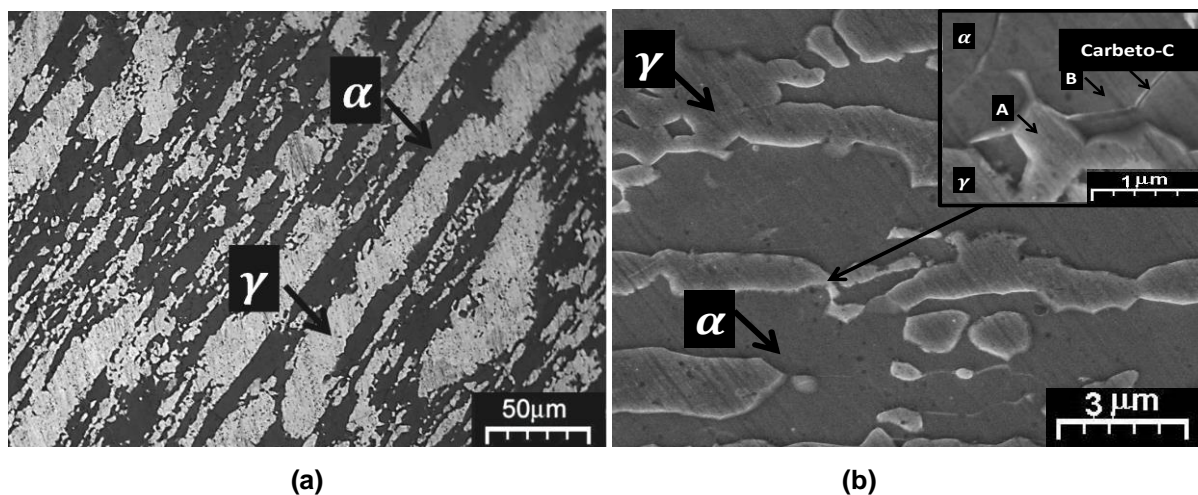
b) Ferrita – região B

Tabela 7 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 475°C por 3h (em %massa)

Elemento de liga (%massa)		C	Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
Fase	α	2,09	0,63	4,98	23,85	-	62,73	5,72
	γ	2,35	0,92	2,98	21,14	2,29	64,25	6,07

Fonte: Da Autora.

Figura 42 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 475°C por 12h e resfriado em água. Ataque químico com Behara

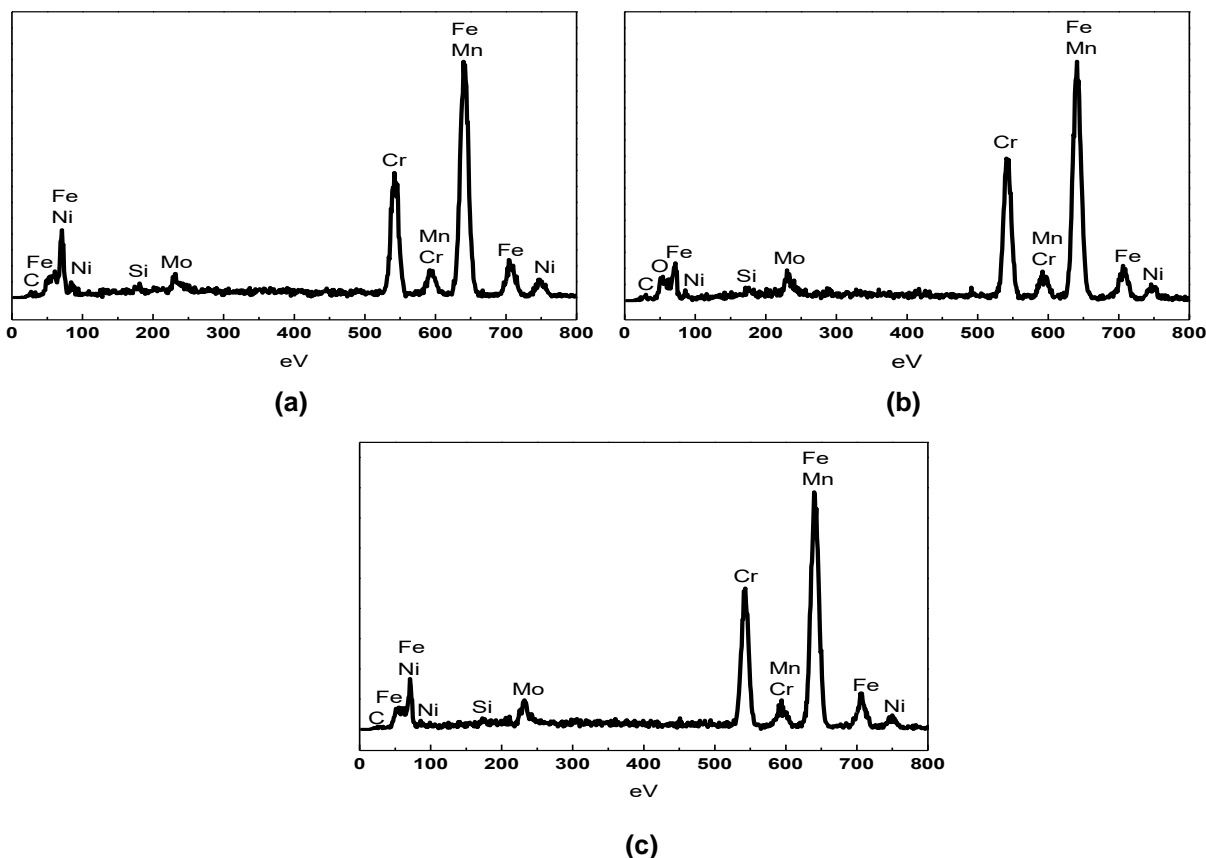


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 43 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 475°C por 3h



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Austenita – região A

b) Ferrita – região B

c) Carbeto – região C

Tabela 8 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 475°C por 12h (em %massa)

Elemento de liga (%massa)		O	C	Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
Fase	α	2,97	1,53	1,36	5,41	23,15	2,03	59,95	5,13
	γ	-	1,68	1,10	4,00	20,36	2,64	63,17	7,05
Precipitado	Carbeto	-	0,91	0,65	5,06	23,27	1,38	64,16	4,58

Fonte: Da Autora.

As Figuras 39, 40 e 42 mostram que a austenita teve sua morfologia alterada de ilhas alongadas para grãos em função do aumento do tempo do envelhecimento na temperatura a 475°C.

Isso é decorrente do aumento do tamanho dos grãos de austenita, seguido de sua união, originando uma austenita de estrutura massiva, corroborando com

Hilders, Zambrano, Ochoa (2018), resultando em uma microestrutura cada vez mais heterogênea, como encontrado por Elsabbagh, Hamouda e Taha (2013) ao envelhecer o SAF 2205 a 650 e 700°C por 30min.

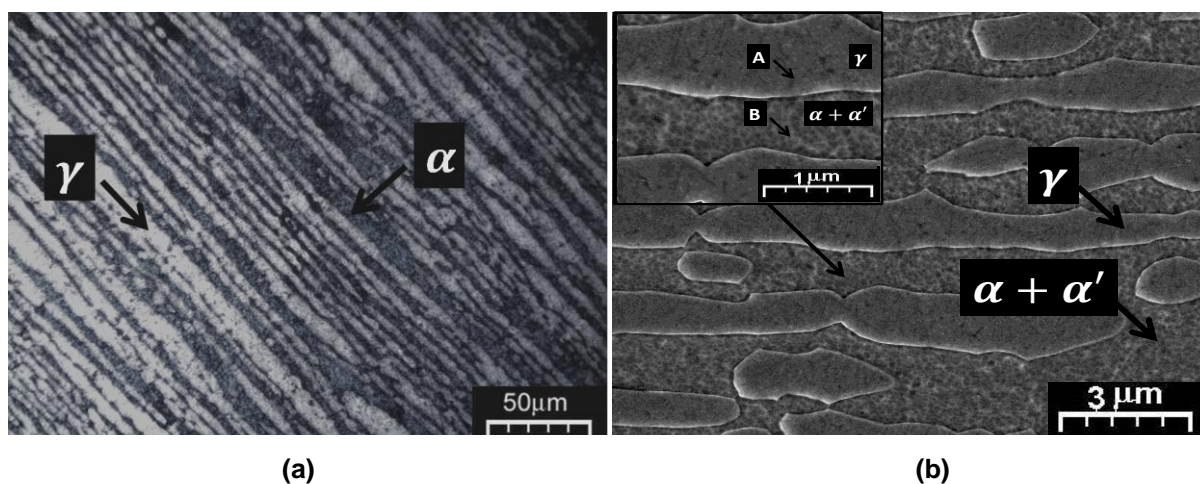
Na Figura 42a, observa-se que os AID envelhecidos por 12h a 475°C sofreram maior ataque corrosivo entre os grãos de ferrita, este fato sugere, segundo Hilders, Zambrano, Ochoa (2018), que ocorreu a decomposição espinodal da ferrita, levando a formação de uma região rica em ferro e cromo, promovendo um processo corrosivo intenso.

As Figuras 41 e 43, e as Tabelas 7 e 8, mostraram os resultados da microanálise por EDS, e observa-se que a partir de 3h de envelhecimento a 475°C ocorreu a precipitação de carbeto, além da presença dos elementos estabilizadores das fases ferrita (Cr 23,5% em massa e Mo 5,41% em massa) e austenita em teores maiores (Ni 7,05% em massa).

4.3.1.5 AID SAF 2205 na condição de envelhecimento a 500°C

As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredurado AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 500°C por 1h estão mostradas na Figura 44. E os espectros obtidos nas microanálises por EDS realizadas nas regiões A e B estão mostrados na Figura 45 e na Tabela 9.

Figura 44 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 500°C por 1h e resfriado em água. Ataque químico com Behara

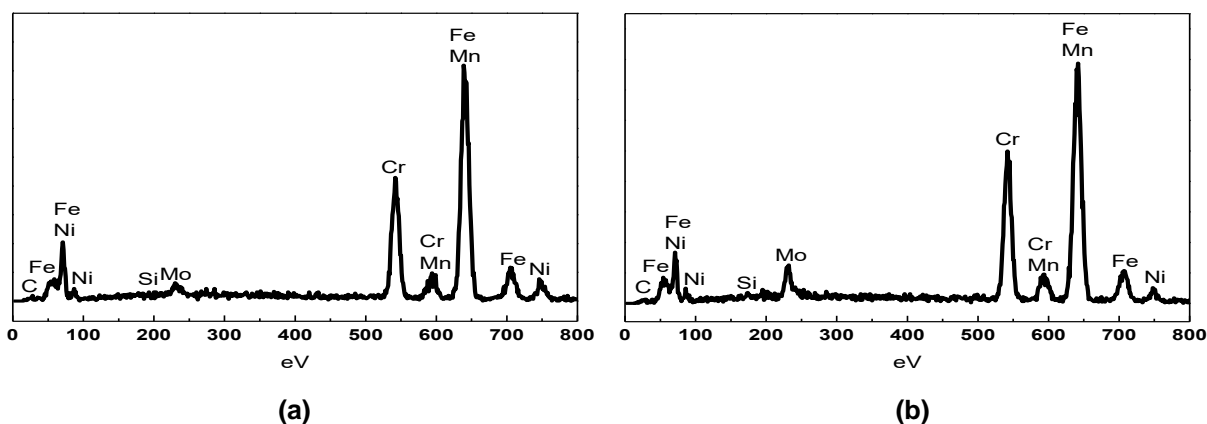


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 45 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 500°C por 1h



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Austenita – região A

b) Ferrita – região B

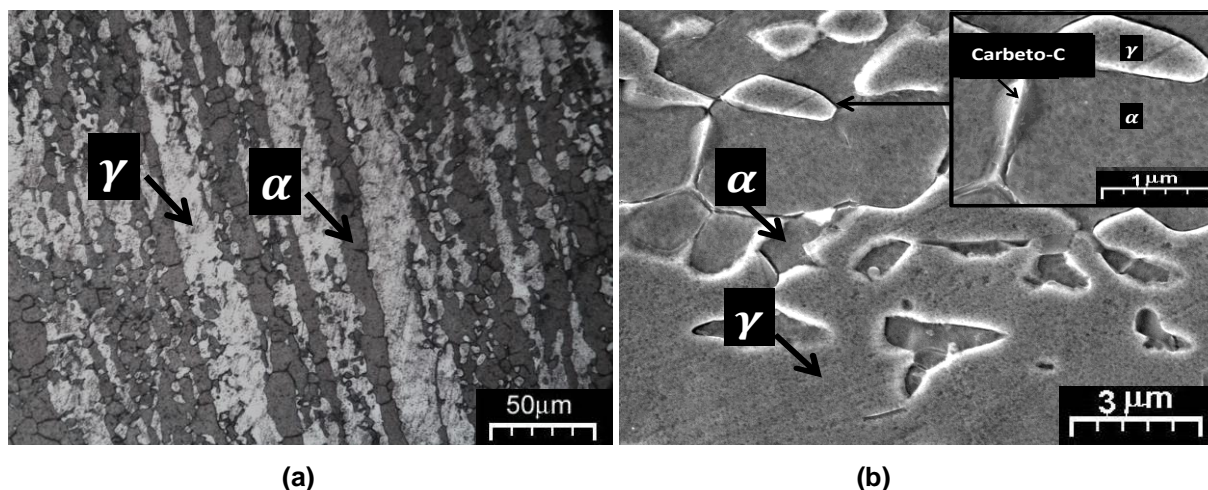
Tabela 9 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 500°C por 1h (em %massa)

Elemento de liga (%massa)		C	Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
Fase	$\alpha + \alpha'$	0,59	0,47	6,71	23,89	2,46	61,04	4,82
	γ	1,49	1,02	4,06	20,57	2,12	63,43	7,31

Fonte: Da Autora.

As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 500°C por 3h estão mostradas na Figura 46. E o espectro obtido na microanálises por EDS realizada na região C está mostrado na Figura 47 e na Tabela 10.

Figura 46 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 500°C por 3h e resfriado em água. Ataque químico com Behara

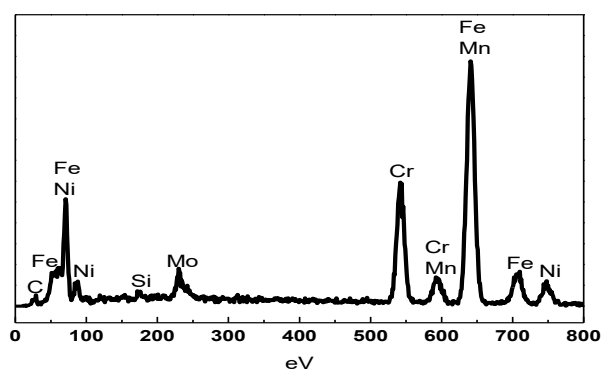


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 47 - Espectro obtido na microanálise por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 500°C por 3h



Fonte: Da Autora.

Legenda: Carbeto – região C

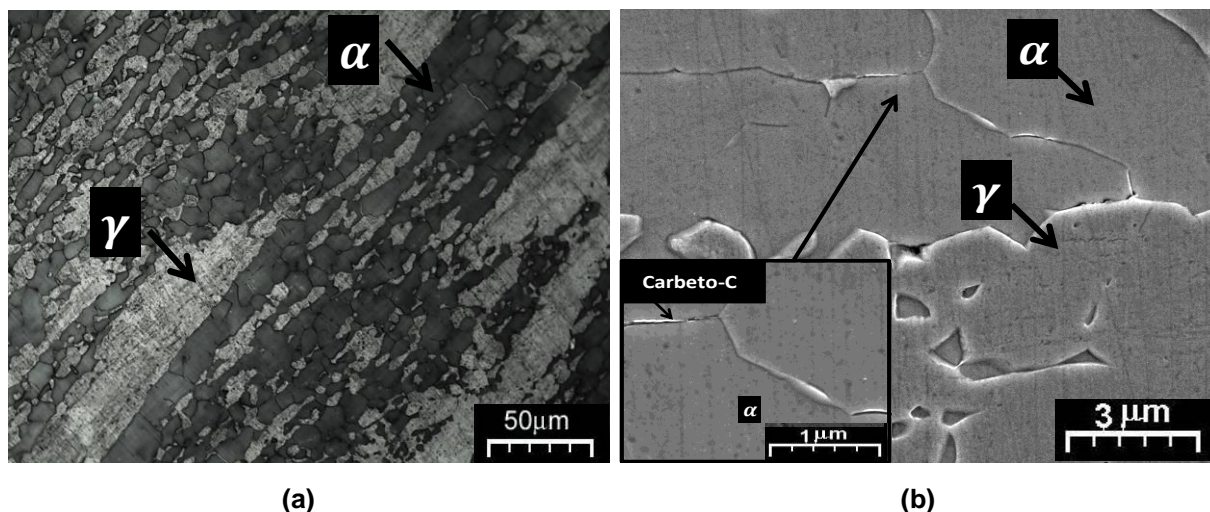
Tabela 10 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 500°C por 3h (em %massa)

Elemento (%massa)	C	Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
Precipitado: Carbeto	3,64	1,01	5,52	18,72	2,75	60,41	7,95

Fonte: Da Autora.

As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 500°C por 12h estão mostradas na Figura 48. E o espectro obtido na microanálise por EDS realizada na região C está mostrado na Figura 49 e na Tabela 11.

Figura 48 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 500°C por 12h e resfriado em água. Ataque químico com Behara

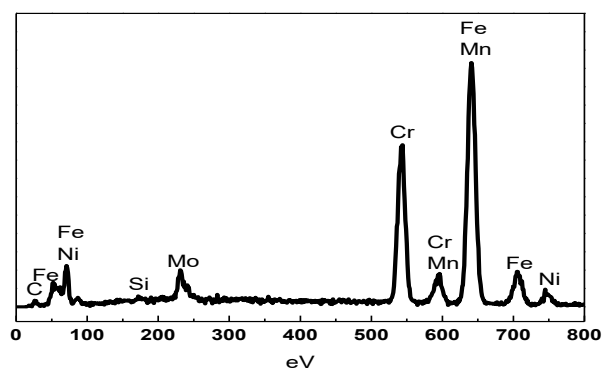


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 49 - Espectro obtido na microanálise por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 500°C por 12h



Fonte: Da Autora.

Legenda: Carbeto – região C

Tabela 11 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 500°C por 12h (em %massa)

Elemento (%massa)	C	Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
Precipitado: Carbeto	2,43	0,78	5,97	24,12	2,03	60,25	4,43

Fonte: Da Autora.

Observando as Figuras 46a e 48a, nota-se que o tratamento térmico de envelhecimento a 500°C por 3 e 12h, apresentou uma ferrita de morfologia semelhante a mostrada pela Figura 42a na qual o aço foi envelhecido a 475°C por 12h.

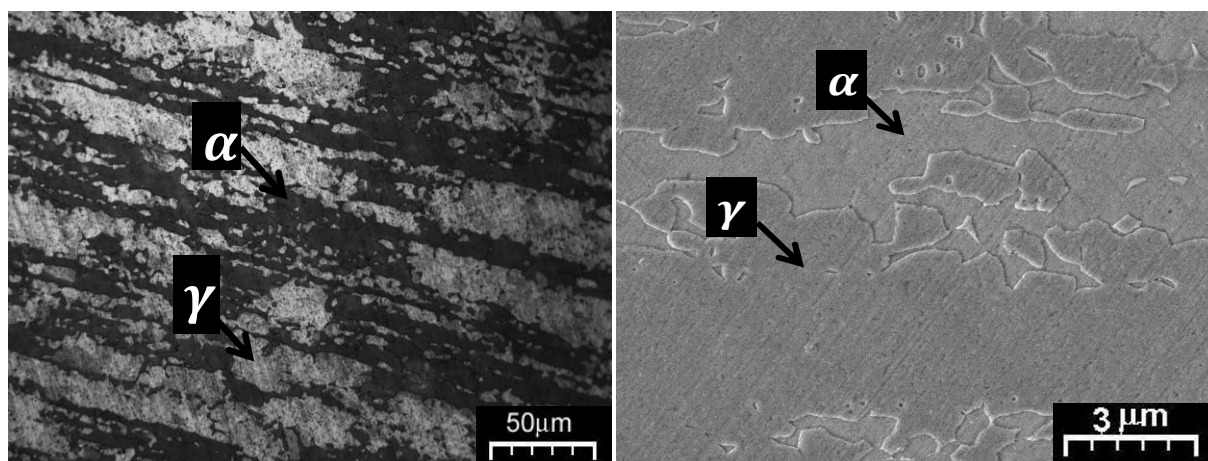
Na Figura 44b, observa-se que ocorreu a formação da fase α' no tratamento térmico de envelhecimento a 500°C por 1h, com a mesma morfologia observada pela Figura 34b, no tratamento a 450°C por 1h, mostrando a formação da fase α' por nucleação e crescimento, como mostrado por Li *et al.* (2018), Mélo (2010), Silva *et al.* (2009) e Weng, Chen e Yang (2004).

Na Figura 45, observa-se uma composição característica para as fases ferrita e austenita, e nas Figuras 47 e 49, a precipitação de carbetos nos tempos de 3h e 12h do tratamento de envelhecimento a 500°C.

4.3.1.6 AID SAF 2205 na condição de envelhecimento a 600°C

As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura nos AID, na condição solubilizado e envelhecido a 600°C, nos tempos 1h e 3h, estão mostradas nas Figuras 50 e 51. Os espectros obtidos nas microanálises por EDS realizadas nas regiões A e B, do aço envelhecido a 600°C por 3h estão mostrados na Figura 52 e Tabelas 12.

Figura 50 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 600°C por 1h e resfriado em água. Ataque químico com Behara



(a)

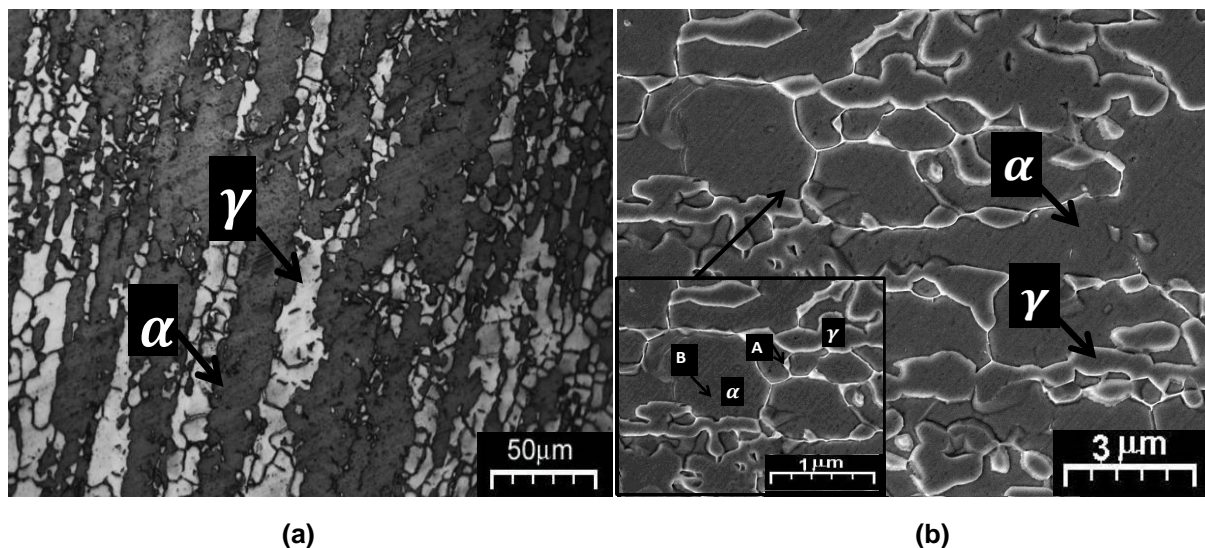
(b)

Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 51 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 600°C por 3h e resfriado em água. Ataque químico com Behara

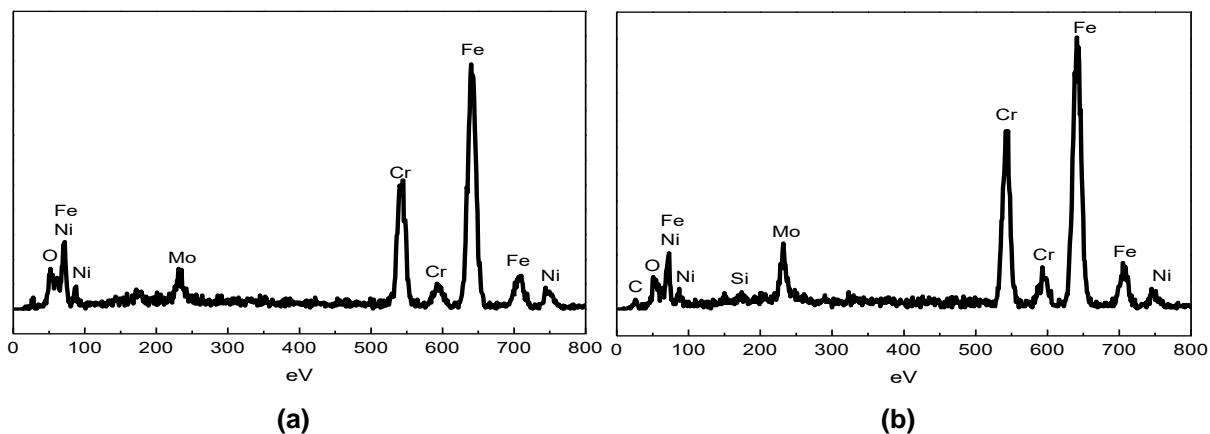


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 52 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 600°C por 3h



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Austenita – região A

b) Ferrita – região B

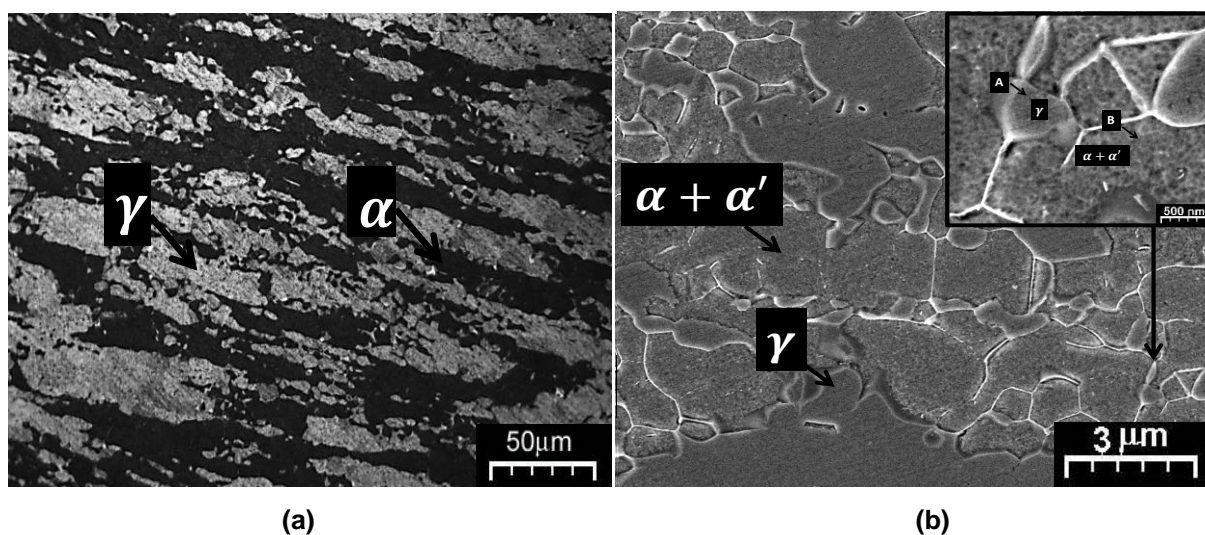
Tabela 12 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 600°C por 3h (em %massa)

Elemento de liga (%massa)		O	C	Si	Mo	Cr	Fe	Ni
Fase	α	3,84	2,39	0,52	7,36	23,12	58,32	4,44
	γ	4,76	-	-	5,14	20,89	62,11	7,10

Fonte: Da Autora.

As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura nos AID, na condição solubilizado e envelhecido a 600°C, no tempo de 12h, estão mostradas na Figura 53. Os espectros obtidos nas microanálises por EDS realizadas nas regiões A e B, do aço envelhecido a 600°C por 12h está mostrado na Figura 54 e Tabelas 13.

Figura 53 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 600°C por 12h e resfriado em água. Ataque químico com Behara

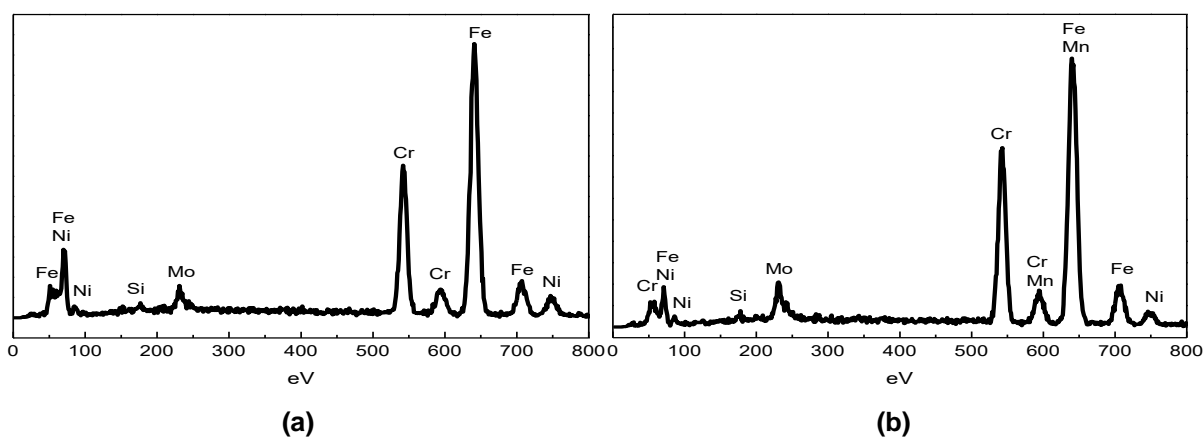


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 54 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 600°C por 12h



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Austenita – região A

b) Ferrita – região B

Tabela 13 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 600°C por 12h (em %massa)

Elemento de liga (%massa)		Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
Fase	$\alpha + \alpha'$	0,74	6,55	24,15	2,10	61,69	4,78
	γ	0,92	4,26	22,12	-	65,31	7,39

Fonte: Da Autora.

As Figuras 50, 51 e 53 indicam que o tratamento térmico de envelhecimento a 600°C foi capaz de alterar a morfologia da austenita de ilhas alongadas para uma estrutura massiva, assim como o tratamento térmico de envelhecimento a 475°C, devido ao aumento dos grãos da austenita seguido da união deles. Com isso, a microestrutura tornou-se heterogênea, como observado por Elsabbagh, Hamouda e Taha (2013) ao envelheceram o AID SAF 2205 a 650 e 700°C por 30min.

Na Figura 51, nota-se que os AID envelhecidos por 3h a 600°C sofreram maior ataque corrosivo entre os grãos de ferrita, assim como os envelhecidos por 12h a 475°C e 3 e 12h a 500°C. Conforme Hilders, Zambrano e Ochoa (2018), esse fato sugere a formação da fase α' pelo mecanismo de decomposição espinodal da ferrita, originando uma região rica em ferro e outra rica em cromo, possibilitando este processo corrosivo intenso de forma preferencial.

A Figura 53 mostra que o tratamento térmico de envelhecimento por 12h a 600°C foi capaz de formar a fase α' pelo mecanismo de nucleação e crescimento, com morfologia semelhante à formada nos tratamentos térmicos de envelhecimento por 1h a 450 e 500°C, de forma similar a observada por Li *et al.* (2018), Mélo (2010), Silva *et al.* (2009) e Weng, Chen e Yang (2004).

Através das microanálises EDS, Figuras 52 e 54 e Tabelas 12 e 13, observa-se uma maior concentração de elementos estabilizadores da fase ferrita, Cr e Mo em maiores quantidades na fase ferrita.

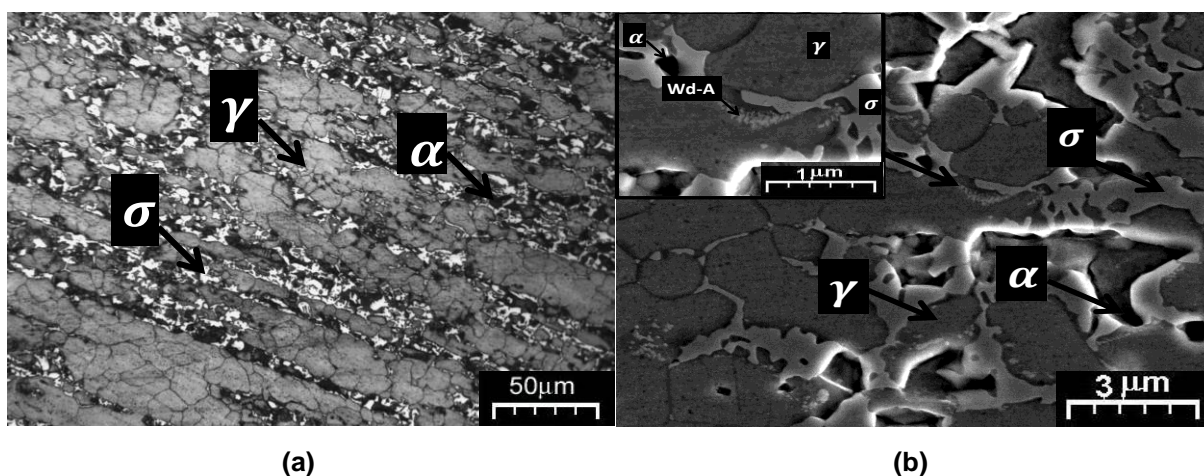
Ao passo que a maior concentração de Ni ocorre na fase austenita, pois é um elemento estabilizador da austenita. Além disso, não houve a precipitação de carbeto.

Adicionalmente, tem-se que o tratamento térmico de envelhecimento por 3h a 600°C fez com que as amostras do AID SAF 2205 sofresse oxidação devido à presença de oxigênio nas fases ferrita (3,84% em massa) e austenita (4,76% em massa).

4.3.1.7 AID SAF 2205 na condição de envelhecimento a 800°C

As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura nos AID, na condição solubilizado e envelhecido a 800°C, nos tempos 1h e 3h, estão mostradas nas Figuras 55 e 56. E os espectros obtidos nas microanálises por EDS realizadas nas regiões A, B e C, estão mostrados pela Figura 57 e Tabelas 14.

Figura 55 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 800°C por 1h e resfriado em água. Ataque químico com Behara. Região escura corresponde à fase ferrita, cinza à austenita e clara à sigma

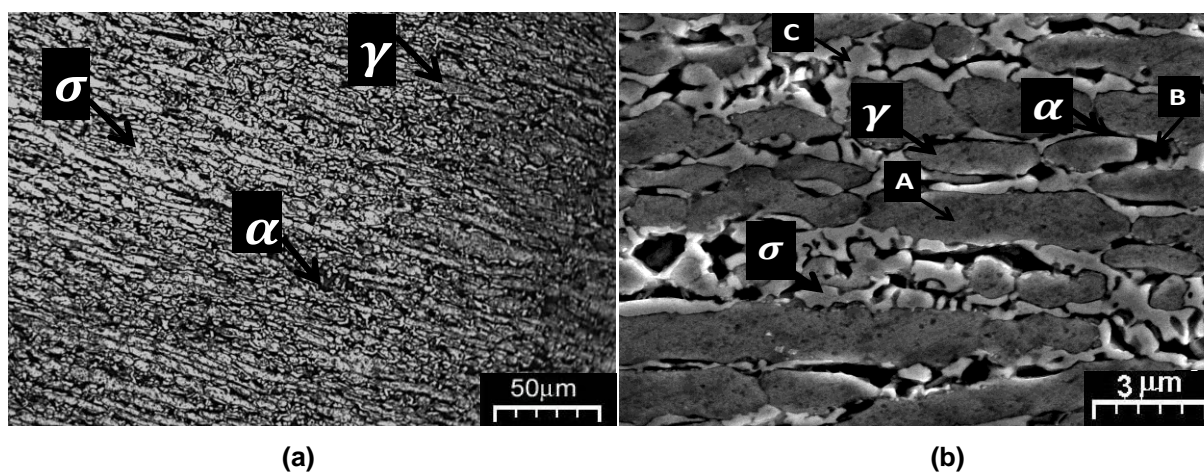


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 56 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 800°C por 3h e resfriado em água. Ataque químico com Behara. Região escura corresponde à fase ferrita, cinza à austenita e clara à sigma

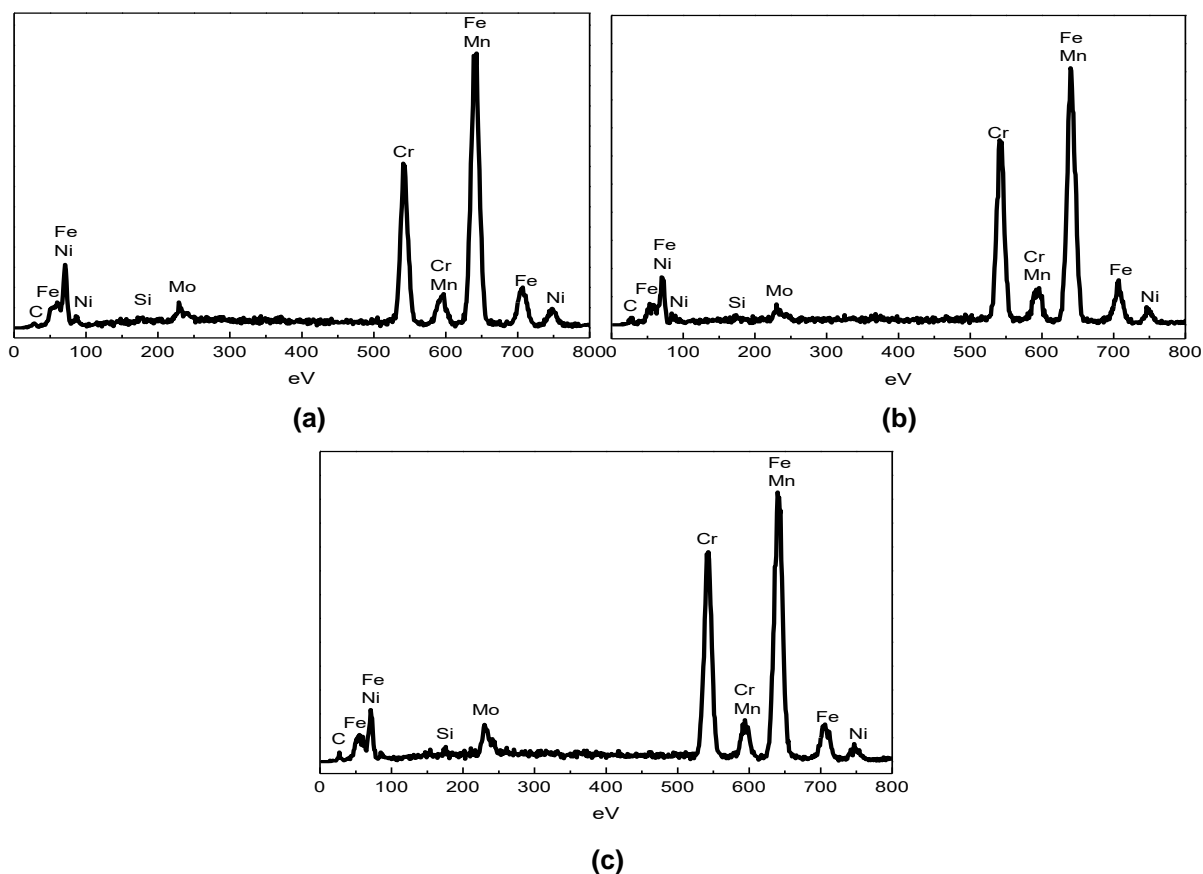


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 57 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 800°C por 3h



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Austenita – região A

b) Ferrita – região B

c) Sigma – região C

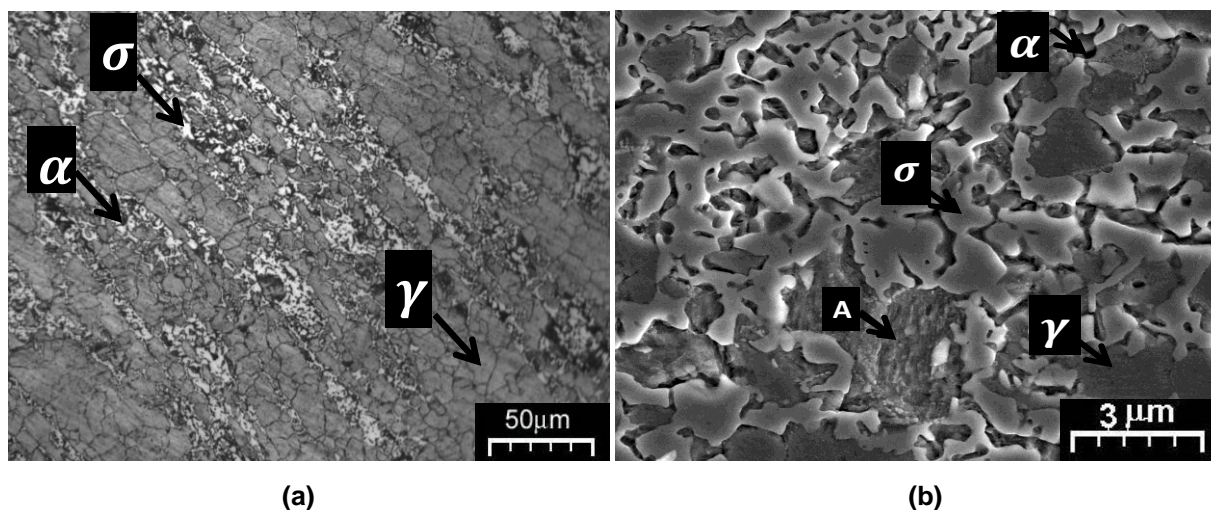
Tabela 14 - Microanálises semi-quantitativas por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 800°C por 3h (em %massa)

Elemento de liga (%massa)		C	Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
Fase	α	1,89	0,65	1,96	27,24	3,06	60,06	5,13
	γ	0,25	0,75	2,85	21,99	2,62	64,99	6,55
	σ	2,20	0,72	5,27	27,55	1,55	58,81	3,90

Fonte: Da Autora.

As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura nos AID, na condição solubilizado e envelhecido a 800°C, no tempo de 12h, estão mostradas na Figuras 58. E o espectros obtido na microanálises por EDS realizada na região A, está mostrado pela Figura 59 e Tabela 15.

Figura 58 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 800°C por 12h e resfriado em água. Ataque químico com Behara. Região escura corresponde à fase ferrita, cinza à austenita e clara à sigma

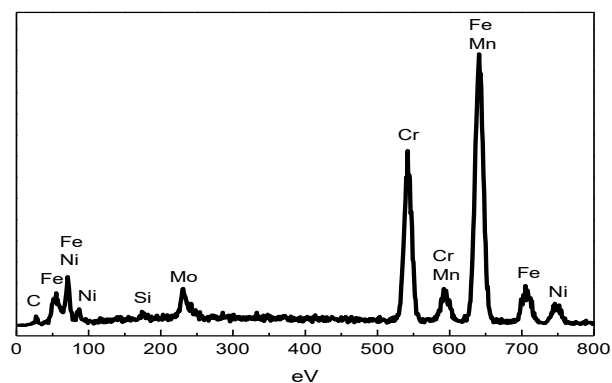


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 59 - Espectro obtido na microanálise por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 800°C por 12h



Fonte: Da Autora.

Legenda: Austenita – região A

Tabela 15 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 800°C por 12h (em %massa)

Elemento de liga (%massa)	C	Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
Fase γ	1,94	0,67	5,16	22,33	2,42	60,85	6,73

Fonte: Da Autora.

As Figuras 55, 57 e 58 mostram que no tratamento térmico de envelhecimento realizado a 800°C, a fase sigma foi precipitada devido à, principalmente, reação no eutetóide mostrada pela Eq. (17).



na qual a fase ferrita é decomposta em fases sigma e austenita secundária (γ_2) que segundo Escriba *et al.* (2006), Pohl, Storz e Glogowski (2007) e Ribeiro e Santos (2009), possui morfologia lamelar ou encontra-se dissociada.

A decomposição apontada pela Eq. (17) ocorre devido à difusão dos elementos Cr e Mo, deixando a matriz ferrítica empobrecidas destes elementos (MAGNABOSCO, 2009).

Além disso, os elementos Ni e Fe, em temperaturas próximas a 800°C, são mais estáveis na forma $(\text{Ni, Fe})_x$ do que em solução substitucional. Com isso, segundo Tavares *et al.* (2005), a fase de austenita é mais estável, ocorrendo uma transformação isotrópica da matriz de ferro como mostrada pela Eq. (18).



Observa-se ainda que, o aumento do tempo no tratamento térmico provocou um aumento no consumo da ferrita e aumento da precipitação da fase sigma, como identificado por Magnabosco (2001 e 2009) ao envelhecer AID SAF 2205 a 850°C por 10min, 30min, 1h, 5h e 100h, e Silva (2014) ao envelhecer a 820, 914 e 960°C por 4, 8 e 12h.

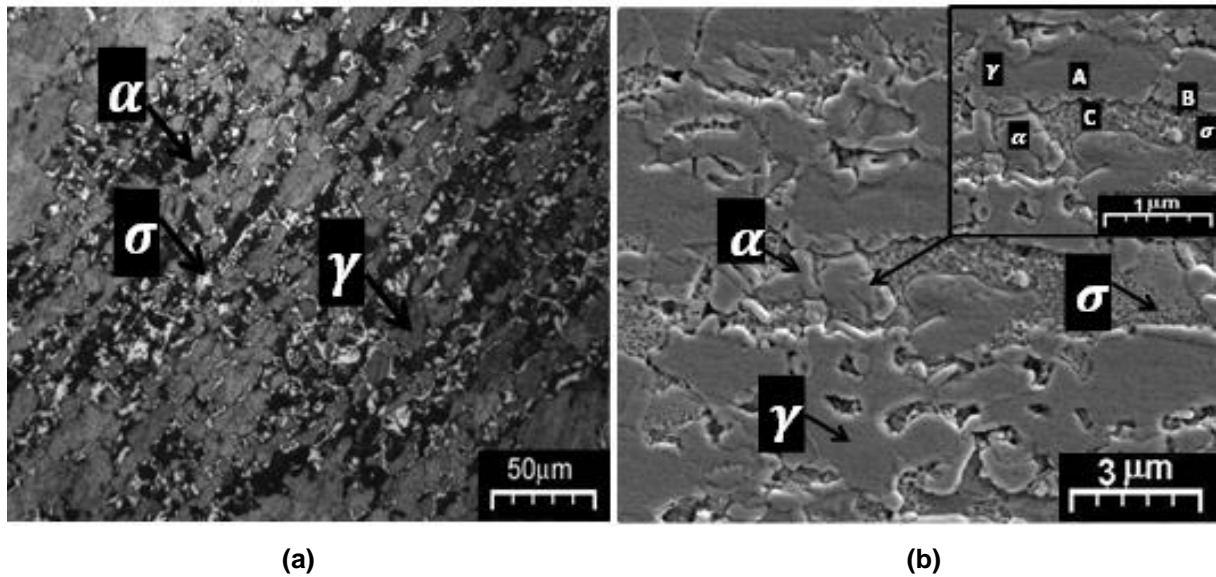
Além disso, através da 55b, observa-se a formação da austenita com morfologia widmanstätten (Wd) caracterizada por plaquetas paralelas bastante finas que foi nucleada da austenita alongada e cresceu no interior do grão de austenita a partir do contorno de grão.

As Figuras 56 e 59 e as Tabelas 14 e 15 identificam as fases austenita e ferrita, nas regiões A e B respectivamente devido ao elevado teor de elementos estabilizadores das fases, e também a fase sigma na região C devido ao elevado teor do elemento de liga Cr e menor quantidade de Fe.

4.3.1.8 AID SAF 2205 na condição de envelhecimento a 850°C

As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura nos AID, na condição solubilizado e envelhecido a 850°C por 1h, estão mostradas na Figura 60. E os espectros obtidos nas microanálises EDS realizadas nas regiões A, B e C estão mostrados pela Figura 61 e Tabela 16.

Figura 60 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 850°C por 1h e resfriado em água. Ataque químico com Behara. Região escura corresponde à fase ferrita, cinza à austenita e clara à sigma

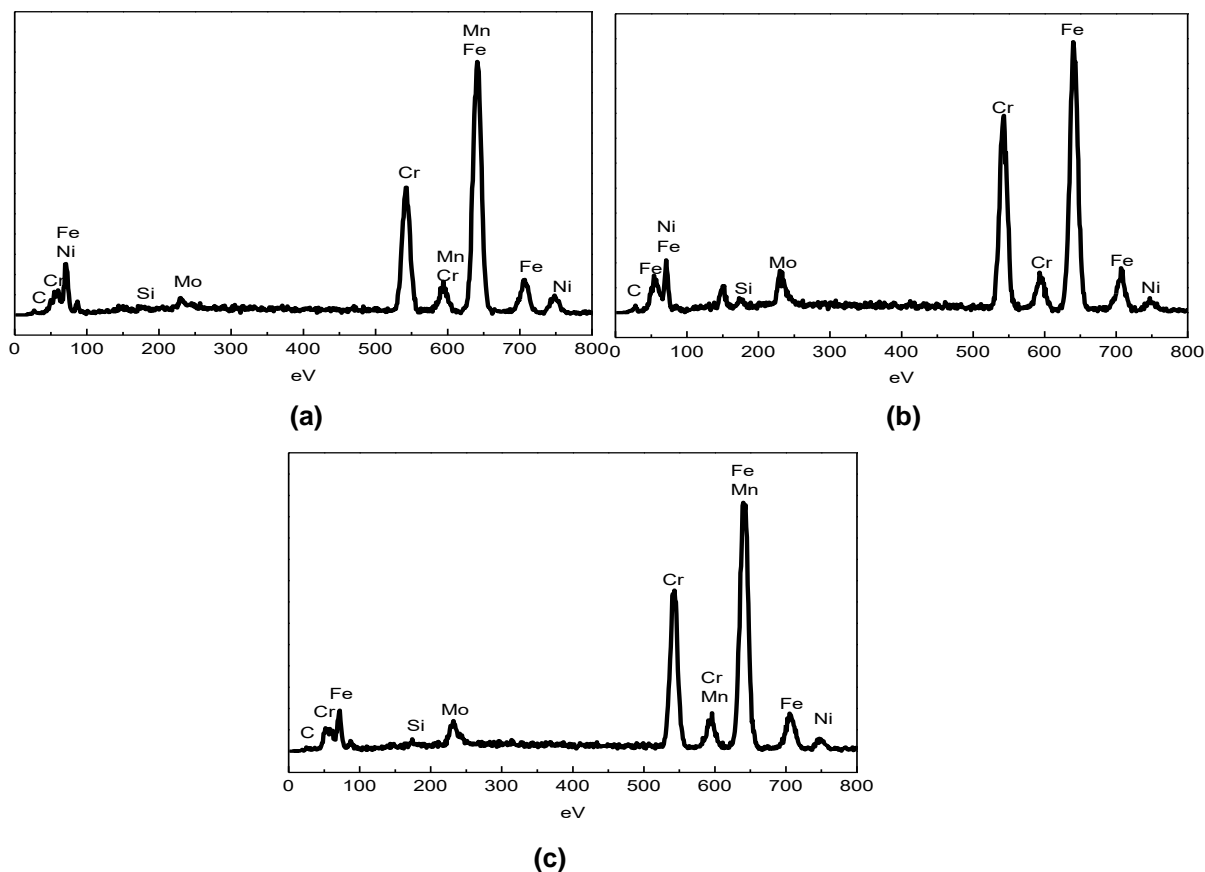


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 61 - Espectros obtidos nas microanálises por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecidos a 850°C por 1h



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Austenita – região A

b) Ferrita – região B

c) Sigma – região C

Tabela 16 - Microanálise semi-quantitativa por EDS do AID SAF 2205 na condição de solubilizado e envelhecido a 850°C por 1h (em %massa)

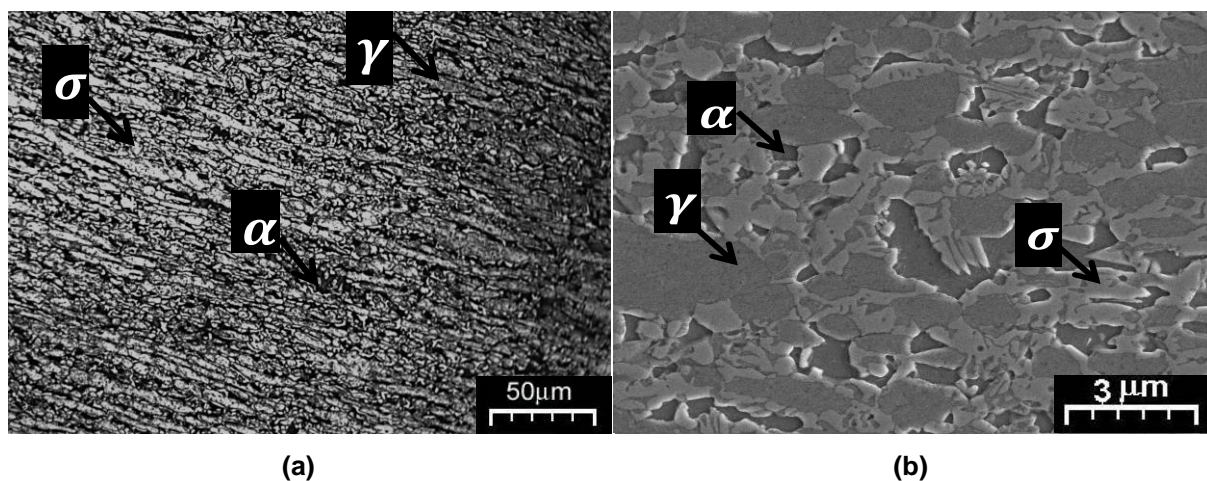
Elemento de liga (%massa)		C	Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
Fase	α	1,32	0,71	4,84	24,22	2,02	62,93	3,96
	γ	1,67	0,51	2,54	20,23	2,34	65,64	7,07
	σ	0,47	0,96	6,25	27,27	2,05	59,59	3,41

Fonte: Da Autora.

A identificação da fase austenita na região A, se deve ao elevado teor de Ni (7,07% em massa). A identificação da fase ferrita na região B, se deve aos maiores teores de Cr (24,22% em massa) e Mo (4,84% em massa) em relação à austenita. A identificação da fase sigma na região C, se deve aos teores mais elevados de Cr (27,27% em massa) e Mo (6,25% em massa), como mostrado pela Figura 61 e Tabela 16.

As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura nos AID, na condição solubilizado e envelhecido a 850°C por 3h, estão mostradas na Figura 62. As micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura nos AID, na condição solubilizado e envelhecido a 850°C por 12h, estão mostradas na Figura 63.

Figura 62 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 850°C por 3h e resfriado em água. Ataque químico com Behara. Região escura corresponde à fase ferrita, cinza à austenita e clara à sigma

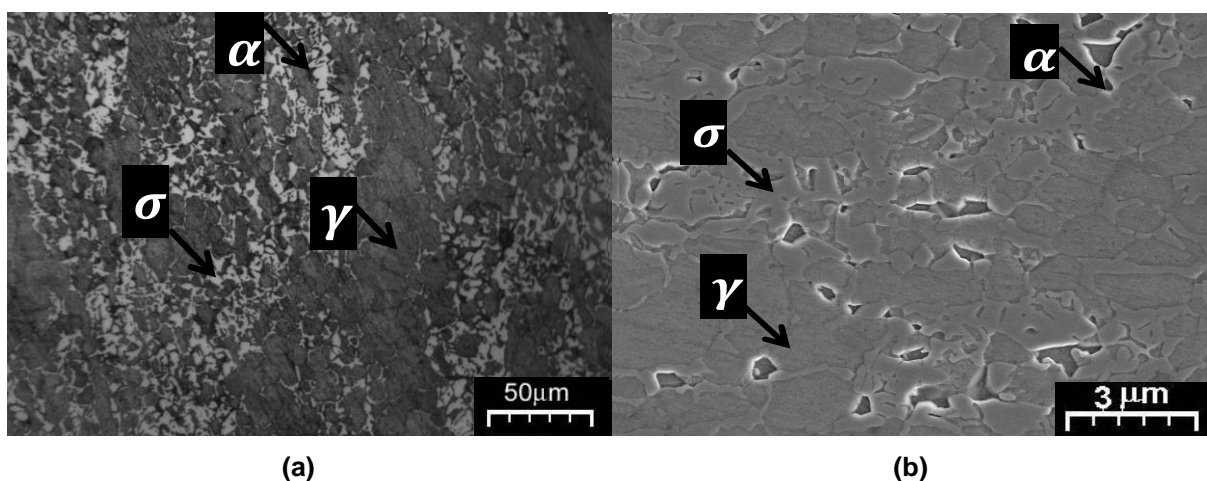


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

b) obtido por MEV

Figura 63 - Micrografias do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 850°C por 12h e resfriado em água. Ataque químico com Behara. Região escura corresponde à fase ferrita, cinza à austenita e clara à sigma



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) obtido por MO

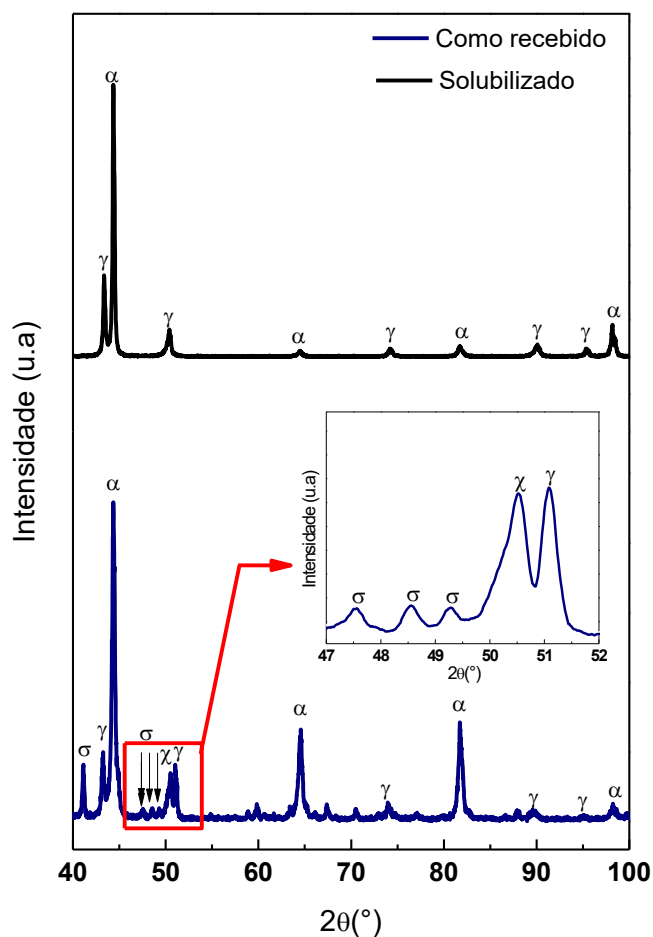
b) obtido por MEV

As Figuras 60, 62 e 63 mostram que os tratamentos térmicos a 850°C por 1, 3 e 12h possibilitaram a precipitação da fase sigma a partir do consumo da ferrita em uma reação eutetóide, sendo este efeito intensificado com o aumento do tempo de enxarque, como observado nos tratamentos a 800°C identificados pelas Figuras 55, 57 e 58. Além disso, a precipitação da fase sigma foi mais intensa, pois a cinética máxima de sua precipitação acontece a 850°C, como descrito por Ghosh e Mondal (2008) e por Magnabosco (2009).

4.3.2 Difração de raios-X

Os espectros de difração de raios-X dos AID nas condições como recebido e com tratamento térmico de solubilização estão mostrados na Figura 64.

Figura 64 - Espectros de difração de raios X do AID SAF 2205 nas condições como recebido e solubilizado



Fonte: Da Autora.

Através da Figura 64, nota-se que o tratamento térmico solubilizou as fases intermetálicas chi e sigma, permanecendo as fases ferrita e austenita, resultados também observados por Jinlong *et al.* (2016), M, Shrikrishna e Sathiya (2016) e Rezende (2018).

Os espectros de difração de raios X para o AID nas condições solubilizados e envelhecidos estão apresentados na Figura 65.

Observa-se que em todas as condições de envelhecimento, com exceção do envelhecimento a 500°C por 1h e 600°C por 1 e 12h, há apenas as fases ferrita e austenita. E as condições nas quais houve a formação da fase α' (identificada por MEV) os picos referentes à esta fase estão sobrepostos com a fase de ferrita devido à semelhança em seus parâmetros de rede.

Adicionalmente, observa-se que não ocorreu deslocamento dos picos, logo, o parâmetro de rede não sofreu variação de expansão e nem de contração e que a intensidade dos picos de ferrita tendem a ser menores para tempos de exposição mais prolongados, evidenciando uma diminuição desta fase no aço.

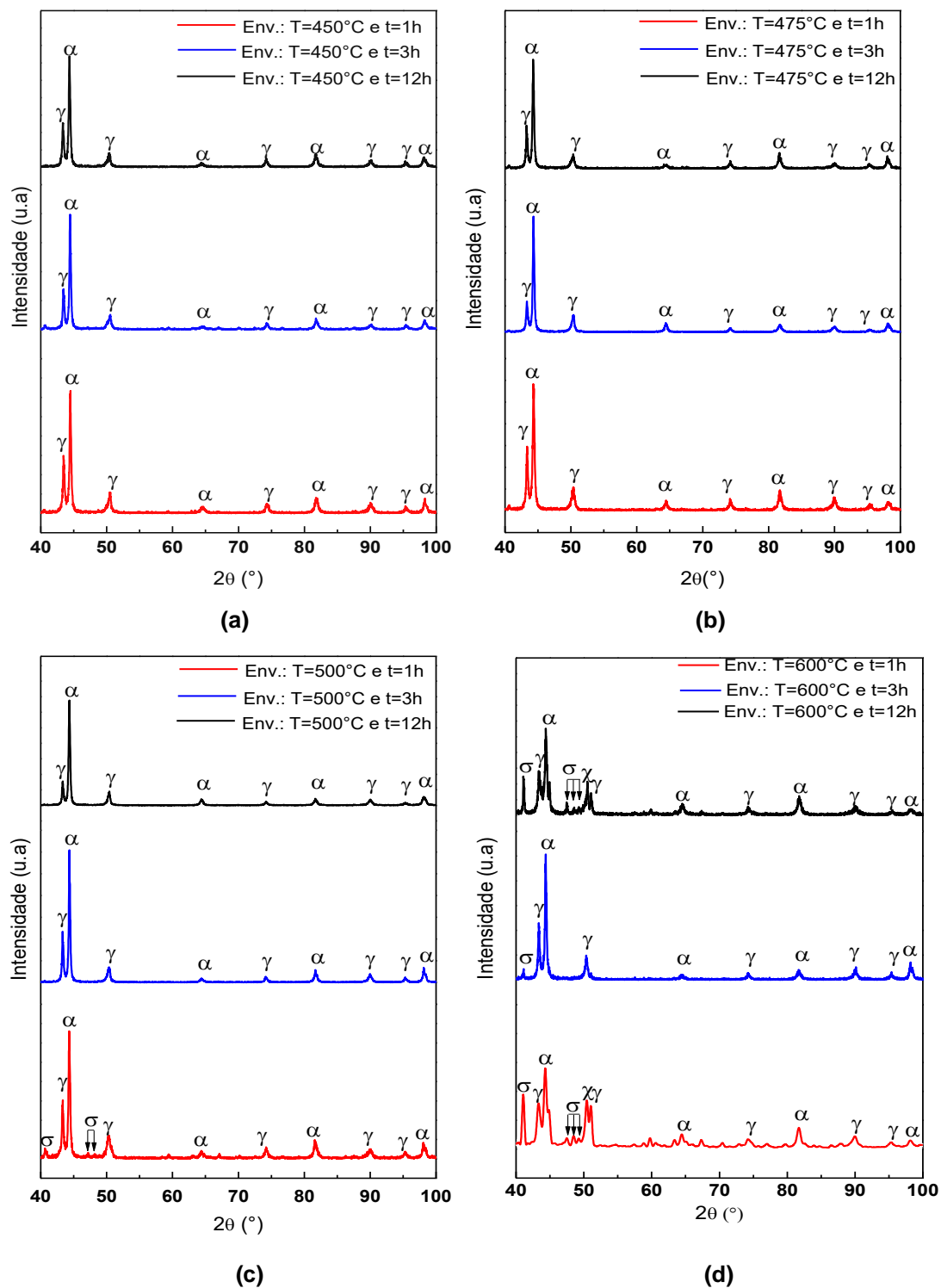
Albuquerque *et al.* (2010), Li (2011), Li *et al.* (2018), Saeid *et al.* (2008), Wang, Ma e, e estudaram o AID SAF 2205 envelhecidos de 400 a 550°C, variando o tempo de 30 minutos até 168h seguidos de resfriamento em água e notaram através da difração de raios X, que ocorreu apenas a presença das fases ferrita e austenita, corroborando com os espectros obtidos neste trabalho.

Na Figura 65c, para o envelhecimento a 500°C por 1h, nota-se a presença de picos da fase sigma, um intermetálico responsável pela fragilização do AID, assim como na Figura 65d para o envelhecimento a 600°C por 1 e 12h.

Magnabosco (2001) estudou a influência do tratamento térmico de envelhecimento a 850°C nos tempos de 10 min até 100h e verificou através da difração de raios X, a presença das fases ferrita, austenita e sigma. Além disso, relatou que para temperaturas mais baixas de envelhecimento, como 550 e 600°C é mais difícil a precipitação da fase sigma.

Mandal (2016), ao realizar tratamentos térmicos de envelhecimentos em AID SAF 2205, na temperatura de 500°C, encontrou as fase sigma, bem como Silva *et al.* (2016), envelhecendo a 600°C e Ebrahimi *et al.* (2011) envelhecendo a 650°C, em tempos similares ao deste trabalho.

Figura 65 - Espectros de difração de raios X do AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido (sol. e env.), em diferentes condições de temperatura (T) e tempo (t)



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Envelhecimento a 450°C por 1, 3 e 12h

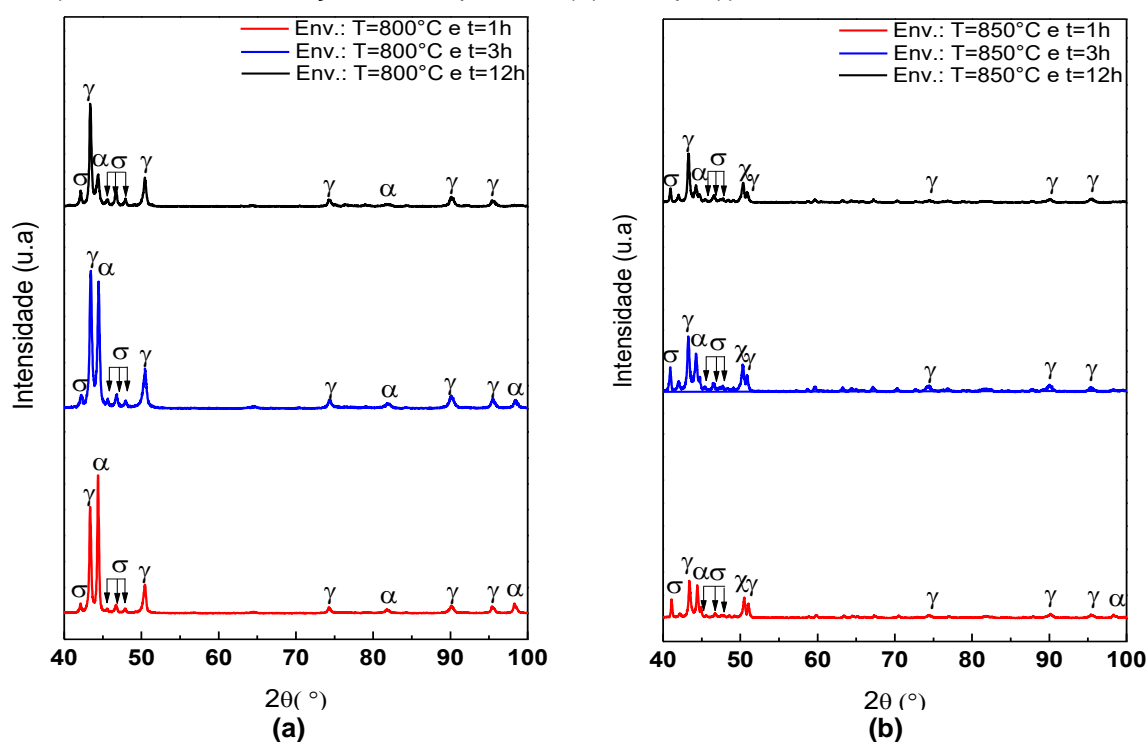
b) Envelhecimento a 475°C por 1, 3 e 12h

c) Envelhecimento a 500°C por 1, 3 e 12h

d) Envelhecimento a 600°C por 1, 3 e 12h

Os espectros de difração de raios X para os tratamentos térmicos de envelhecimento a 800 e 850°C estão mostrados na Figura 66. E observou-se a precipitação da fase sigma, além da diminuição de picos de ferrita, corroborando com o que foi observado nas micrografias eletrônicas de varredura, nas quais a formação da fase sigma ocorreu devido ao consumo da fase ferrita. Este fato também foi mostrado por Magnabosco (2001), Silva (2014) e Pohl, Storz e Glogowski (2007).

Figura 66 - Espectros de difração de raios X do AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido (sol. e env.), em diferentes condições de temperatura (T) e tempo (t)



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Envelhecimento a 800°C por 1, 3 e 12h

b) Envelhecimento a 850°C por 1, 3 e 12h

4.3.3 Estereologia quantitativa

As Tabelas 17-22 e a Figura 67 mostram os resultados obtidos na estereologia quantitativa, realizada para quantificar as fases ferrita e austenita nos AID SAF 2205 tratados termicamente por envelhecimento, além da fase sigma nos

tratamentos térmicos de envelhecimento a 800 e 850°C. Os valores obtidos para as condições como recebido e solubilizado foram $(49,52 \pm 4,63)\%$ e $(52,06 \pm 3,85)\%$ de ferrita, respectivamente.

Tabela 17 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 450°C

Condição do AID SAF 2205	Fração volumétrica de ferrita (%)
Solubilizado e envelhecido 450°C – 1h	51,30±4,02
Solubilizado e envelhecido 450°C – 3h	51,24±3,19
Solubilizado e envelhecido 450°C – 12h	49,74±3,81

Fonte: Da Autora.

Tabela 18 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 475°C

Condição do AID SAF 2205	Fração volumétrica de ferrita (%)
Solubilizado e envelhecido 475°C – 1h	52,14±3,46
Solubilizado e envelhecido 475°C – 3h	51,15±3,34
Solubilizado e envelhecido 475°C – 12h	50,89±3,64

Fonte: Da Autora.

Tabela 19 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 500°C

Condição do AID SAF 2205	Fração volumétrica de ferrita (%)
Solubilizado e envelhecido 500°C – 1h	52,06±3,42
Solubilizado e envelhecido 500°C – 3h	50,84±2,73
Solubilizado e envelhecido 500°C – 12h	50,76±4,51

Fonte: Da Autora.

Tabela 20 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 600°C

Condição do AID SAF 2205	Fração volumétrica de ferrita (%)
Solubilizado e envelhecido 600°C – 1h	49,92±3,12
Solubilizado e envelhecido 600°C – 3h	43,47±3,32
Solubilizado e envelhecido 600°C – 12h	40,03±3,96

Fonte: Da Autora.

Tabela 21 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 800°C

Condição do AID SAF 2205	Fração volumétrica de ferrita (%)
Solubilizado e envelhecido 800°C – 1h	43,88±4,07
Solubilizado e envelhecido 800°C – 3h	24,84±3,85
Solubilizado e envelhecido 800°C – 12h	14,34±1,16

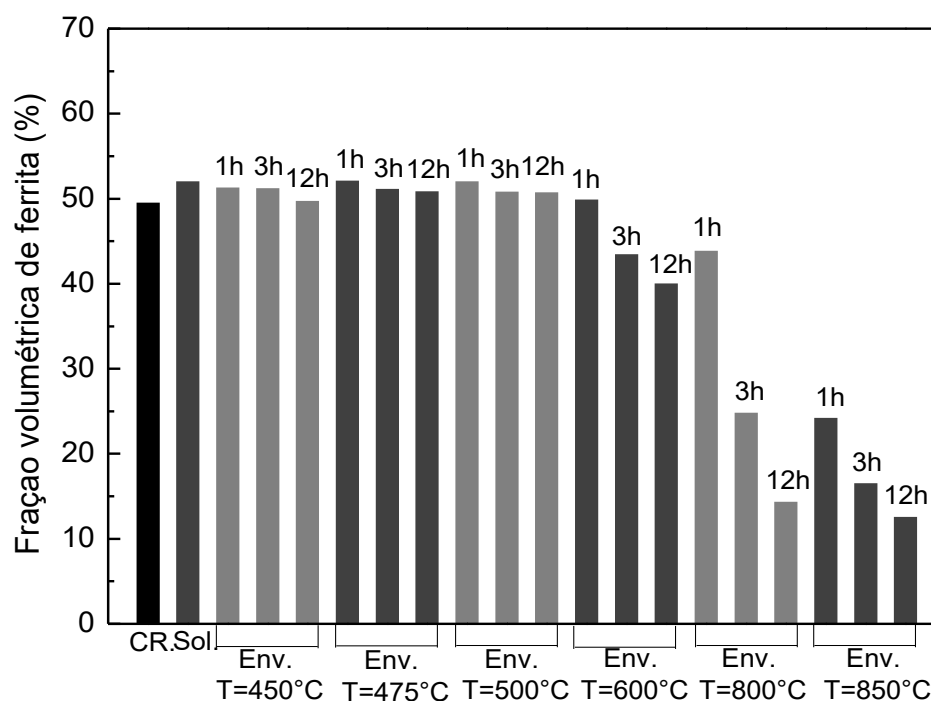
Fonte: Da Autora.

Tabela 22 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 850°C

Condição do AID SAF 2205	Fração volumétrica de ferrita (%)
Solubilizado e envelhecido 850°C – 1h	24,21±5,49
Solubilizado e envelhecido 850°C – 3h	16,54±6,26
Solubilizado e envelhecido 850°C – 12h	12,58±5,57

Fonte: Da Autora.

Figura 67 - Frações volumétricas da fase ferrita no AID SAF 2205



Fonte: Da Autora.

Através da Figura 67, nota-se que após o tratamento térmico de solubilização, a fração volumétrica da ferrita aumentou, passando de 49,52% para 52,06%.

Isto se deve à transformação da austenita em ferrita como observado por Tan *et al.* (2011) e Tehovnik *et al.* (2011), que segundo Vijayalakshmi, Muthupandi e Jayachitra (2011), este fenômeno ocorre em tratamentos térmicos com temperaturas superiores a 1050°C e abaixo da linha solvus (1450°C).

Observou-se também que com o aumento da temperatura de envelhecimento na faixa de 450, 475, 500 e 600°C, promoveu aumento do tamanho da austenita, a partir do consumo da ferrita, e, com isso, ocorre diminuição da fração volumétrica da ferrita. Corroborando com os resultados de difração de raios-X, mostrada pela Figura 65, nas quais os picos de ferrita passaram a ter menor intensidade com o aumento

do tempo do envelhecimento. Esse resultado também foi observado por Bhattacharya e Singh (2008), Berecz *et al.* (2015), Lacerda, Cândido e Godefroid (2015) e Rivolta, Gerosa e Tavasci (2018).

Para tratamentos térmicos de envelhecimento a 800 e 850°C foi observada uma redução da fração volumétrica de ferrita, decorrente da reação eutetóide, Eq. (17), na qual houve o consumo da fase de ferrita pelas fases sigma e austenita secundária. Resultado semelhante foi observado por Escriba *et al.* (2006), Pohl, Storz e Glogowski (2007) e Ribeiro e Santos (2009).

4.3.4 Ferritoscopia

As Tabelas 23-28 e a Figura 68 mostram os resultados obtidos nos ensaios de ferritoscopia, realizados para quantificar a fase ferrita do AID SAF 2205, nas condições estudadas. Os valores obtidos para as condições como recebido e solubilizado foram $(41,97 \pm 0,96)\%$ e $(41,39 \pm 0,72)\%$ de ferrita, respectivamente.

Tabela 23 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 450°C

Condição do AID SAF 2205	Fração volumétrica de ferrita (%)
Solubilizado e envelhecido 450°C – 1h	39,06±0,72
Solubilizado e envelhecido 450°C – 3h	37,71±0,59
Solubilizado e envelhecido 450°C – 12h	37,58±1,59

Fonte: Da Autora.

Tabela 24 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 475°C

Condição do AID SAF 2205	Fração volumétrica de ferrita (%)
Solubilizado e envelhecido 475°C – 1h	37,43±0,59
Solubilizado e envelhecido 475°C – 3h	39,29±0,38
Solubilizado e envelhecido 475°C – 12h	35,33±1,13

Fonte: Da Autora.

Tabela 25 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 500°C

Condição do AID SAF 2205	Fração volumétrica de ferrita (%)
Solubilizado e envelhecido 500°C – 1h	37,85±0,58
Solubilizado e envelhecido 500°C – 3h	37,18±0,72
Solubilizado e envelhecido 500°C – 12h	30,77±0,98

Fonte: Da Autora.

Tabela 26 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 600°C

Condição do AID SAF 2205	Fração volumétrica de ferrita (%)
Solubilizado e envelhecido 600°C – 1h	39,88±0,55
Solubilizado e envelhecido 600°C – 3h	34,62±0,52
Solubilizado e envelhecido 600°C – 12h	36,04±0,72

Fonte: Da Autora.

Tabela 27 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 800°C

Condição do AID SAF 2205	Fração volumétrica de ferrita (%)
Solubilizado e envelhecido 800°C – 1h	16,01±0,12
Solubilizado e envelhecido 800°C – 3h	7,47±0,12
Solubilizado e envelhecido 800°C – 12h	2,01±0,05

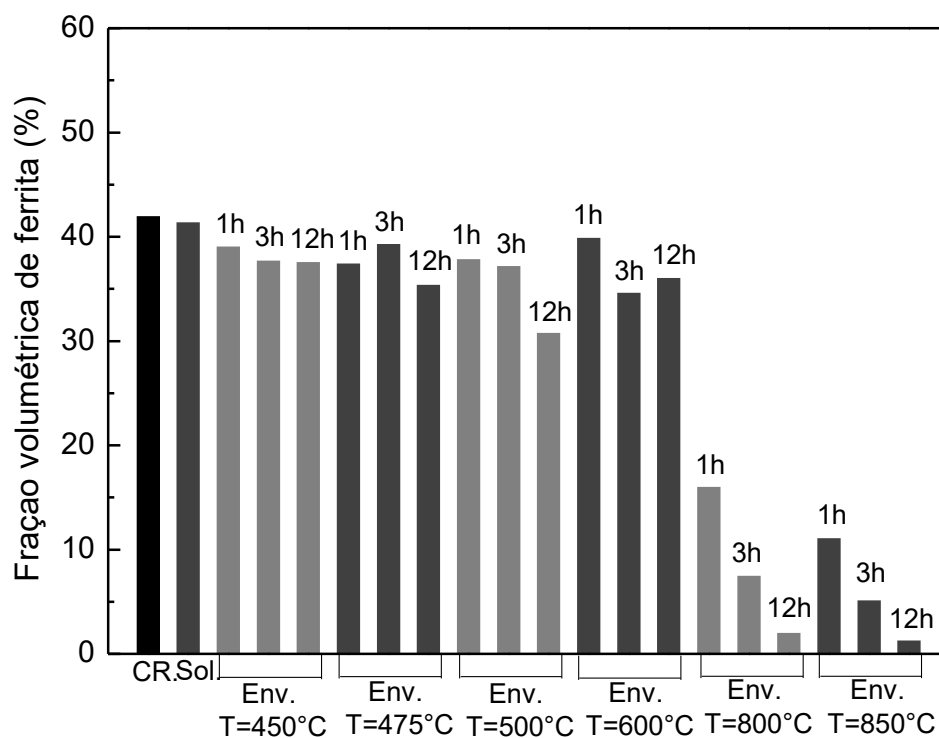
Fonte: Da Autora.

Tabela 28 - Fração volumétrica da fase ferrita no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 850°C

Condição do AID SAF 2205	Fração volumétrica de ferrita (%)
Solubilizado e envelhecido 850°C – 1h	11,08±0,15
Solubilizado e envelhecido 850°C – 3h	5,14±0,06
Solubilizado e envelhecido 850°C – 12h	1,27±0,05

Fonte: Da Autora.

Figura 68 - Frações volumétricas da fase ferrita no AID SAF 2205



Fonte: Da Autora.

Através das Tabelas 23-28 e Figura 68, nota-se que os resultados obtidos por ensaios de ferritoscopia corroboram com os obtidos por estereologia quantitativa, nos quais a fração volumétrica de ferrita diminuiu com o aumento do tempo de enxarque no tratamento de envelhecimento, devido ao aumento dos grãos da austenita, nas temperaturas 450, 475, 500 e 600°C; e também, devido a formação da fase sigma nos tratamentos a 800 e 850°C, como identificado também por Escriba *et al.* (2006), Magnabosco (2001), Mélo e Magnabosco (2010), Pohl Storz e Glogowski (2007), Tan *et al.* (2011), Tehovik *et al.* (2011), Vijayalakshmi, Muthupandi e Jayachitra (2011).

As diferenças de frações volumétricas observadas entre o método de estereologia quantitativa e ferritoscopia (Tabelas 17-22 e 23-28) ocorrem por conta do limite de detecção de cada método. Enquanto que a estereologia utiliza de imagens obtidas por microscopia óptica, a ferritoscopia utiliza a vibração natural da fase de ferrita, conseqüente é mais preciso que o primeiro método.

4.4 ANÁLISE TÉRMICA - CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA

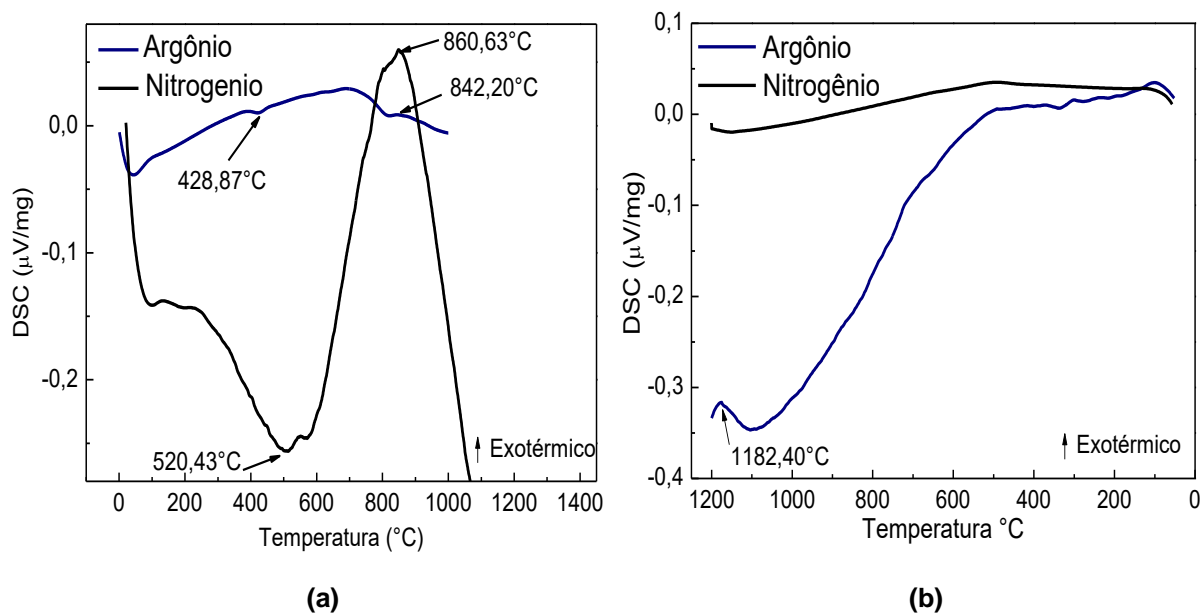
Os ensaios de calorimetria diferencial de varredura (DSC) para o AID SAF 2205, realizados com o gás de arraste Argônio e nitrogênio estão dispostas na Figura 69.

Segundo Petrovič *et al.* (2012) ocorre uma transformação endotérmica ferromagnética-paramagnética da ferrita com componentes reversíveis e irreversíveis interpretadas pela Eq. (4) de 400 a 600°C, o que é observado na Figura 69a em 428,87°C para o gás de arraste argônio e 520,43°C para o nitrogênio.

O aumento da temperatura no pico endotérmico pode ser decorrente da presença das fases α e α' , pois esta transformação diminui a concentração de Cr da matriz ferrítica e, conseqüentemente, eleva a temperatura da transição ferromagnética/paramagnética da ferrita (RAJU *et al.*, 2007).

Além disso, através da Figura 69a nota-se um pico exotérmico em 842,2°C para o argônio e 860,63°C para o nitrogênio, que segundo Petrovič *et al.* (2012) ocorre devido ao consumo da ferrita por fases paramagnéticas, formadas devido à decomposição, como a sigma e a austenita.

Figura 69 - Curvas de DSC para o AID SAF 2205 na condição como recebido realizadas com gás de arraste argônio e nitrogênio



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Ciclo de aquecimento

b) Ciclo de resfriamento

4.5 MEDIDAS DE DUREZA E MICRODUREZA

4.5.1 MEDIDAS DE DUREZA

Os valores médios de dureza, juntamente com o desvio das medidas, do SAF 2205 nas condições como recebido e solubilizado foram $(24,4 \pm 1,1)$ HRC e $(15,5 \pm 1,8)$ HRC, respectivamente. Os valores encontrados para o AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido nas condições estudadas estão apresentados na Tabelas 29-34 e na Figura 70. Conforme a norma ASTM A790/A790M (2005), a dureza máxima do aço inoxidável duplex é de 30HRC sob condição de tratamento térmico de solubilização de 1020 a 1100°C seguido de resfriamento rápido em água ou moderado em ar.

Tabela 29 - Resultados de dureza em (HRC) do SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 450°C

Condição do AID SAF 2205	Dureza (HRC)
Solubilizado e envelhecido 450°C – 1h	21,2±1,5
Solubilizado e envelhecido 450°C – 3h	21,1±1,3
Solubilizado e envelhecido 450°C – 12h	22,7±2,8

Fonte: Da Autora.

Tabela 30 - Resultados de dureza em (HRC) do SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 475°C

Condição do AID SAF 2205	Dureza (HRC)
Solubilizado e envelhecido 475°C – 1h	16,3±1,3
Solubilizado e envelhecido 475°C – 3h	22,9±0,9
Solubilizado e envelhecido 475°C – 12h	24,1±1,8

Fonte: Da Autora.

Tabela 31 - Resultados de dureza em (HRC) do SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 500°C

Condição do AID SAF 2205	Dureza (HRC)
Solubilizado e envelhecido 500°C – 1h	22,9±1,1
Solubilizado e envelhecido 500°C – 3h	21,5±0,9
Solubilizado e envelhecido 500°C – 12h	22,1±1,5

Fonte: Da Autora.

Tabela 32 - Resultados de dureza em (HRC) do SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 600°C

Condição do AID SAF 2205	Dureza (HRC)
Solubilizado e envelhecido 600°C – 1h	22,1±1,4
Solubilizado e envelhecido 600°C – 3h	21,8±0,8
Solubilizado e envelhecido 600°C – 12h	23,2±1,5

Fonte: Da Autora.

Tabela 33 - Resultados de dureza em (HRC) do SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 800°C

Condição do AID SAF 2205	Dureza (HRC)
Solubilizado e envelhecido 800°C – 1h	30,2±1,6
Solubilizado e envelhecido 800°C – 3h	33,8±0,8
Solubilizado e envelhecido 800°C – 12h	36,1±2,3

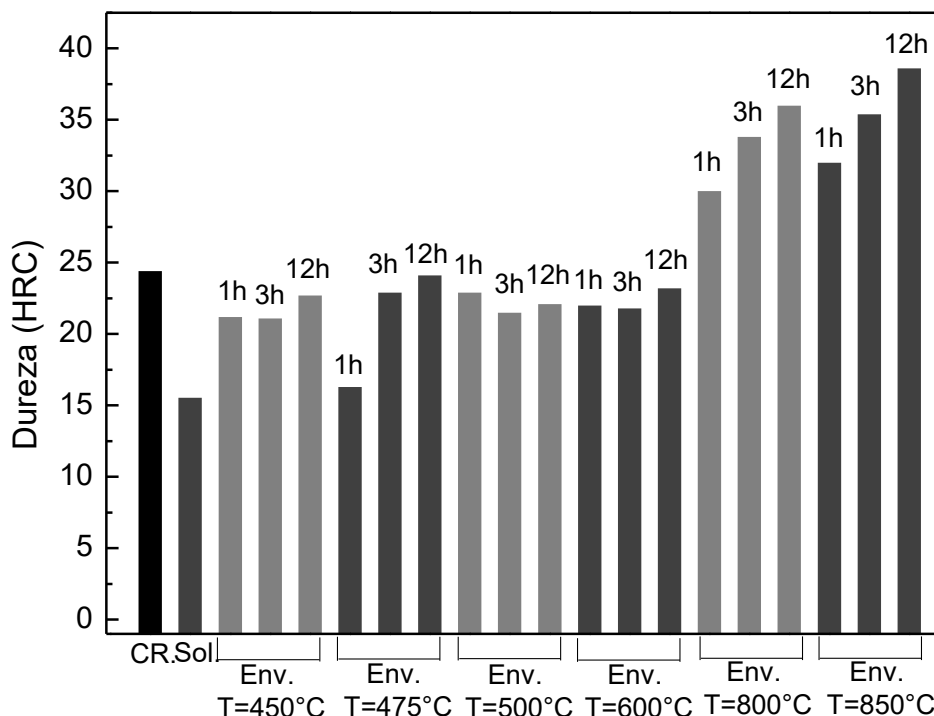
Fonte: Da Autora.

Tabela 34 - Resultados de dureza em (HRC) do SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 850°C

Condição do AID SAF 2205	Dureza (HRC)
Solubilizado e envelhecido 850°C – 1h	32,2±1,1
Solubilizado e envelhecido 850°C – 3h	35,4±0,5
Solubilizado e envelhecido 850°C – 12h	38,6±0,5

Fonte: Da Autora.

Figura 70 - Resultados das medidas de dureza em (HRC) no SAF 2205



Fonte: Da Autora.

Através das Tabelas 29-34 e da Figura 70, observa-se que ocorreu uma diminuição da dureza do material como recebido ao se realizar o tratamento térmico de solubilização.

Este decaimento ocorre devido à solubilização das fases sigma e chi (detectadas pela difração de raios X na condição como recebido, pois estas causam um endurecimento, elevando a dureza do aço (RIVOLTA; GEROSA; TAVASCI, 2018).

Rezende (2018) estudou o aço inoxidável duplex – SAF2205, com tratamento térmico de solubilização a 1100°C, de 0 a 4h, seguidos de um resfriamento em água e observou uma microestrutura composta apenas por ferrita e austenita. Além disso, observou que a dureza tendeu a diminuir com o aumento de tempo de

tratamento, sendo que este passou de 21HRC (AID como recebido) para 14HRC após 30 min de solubilização, 13HRC para 2h e 12HRC para 4h.

Cronemberger (2013) solubilizou o AID SAF 2205 a 1100°C por 30 min e variou a forma de resfriamento, lenta (no forno), moderada (no ar) e rápida (em água). Com isso, observou que a dureza do AID foi menor com o aumento da taxa de resfriamento, pois os resfriamentos moderado e lento possibilitaram a precipitação das fases sigma e chi. Os valores de dureza encontrados foram: 25HRC para o AID como recebido, 17HRC para a condição solubilizado e resfriado tanto no ar quanto na água e 20HRC para o resfriado em forno.

Na Figura 70, nota-se que durante o tratamento térmico de envelhecimento a 450°C ocorreu um aumento no valor da dureza, em relação a condição solubilizado.

E nos tempos de envelhecimento de 1 e 3h não houve variação significativa da dureza, e o tempo de 12h promoveu um aumento da dureza, devido à precipitação de carbeto.

A elevação da dureza em relação à condição solubilizado está relacionada às alterações microestruturais, tais como a diminuição na fração volumétrica da ferrita e aumento de austenita e também ao crescimento de grãos intensificado com tempo do tratamento de envelhecimento. Assim como observado por Weng, Chen e Yang (2004) no AID SAF 2205 solubilizado a 1050°C por 30 min e resfriado em água, que após o envelhecimento a 450°C por 200min apresentaram maior dureza devido a fragilização que o material sofreu com a precipitação da fase α' .

Para o tratamento térmico de envelhecimento a 475°C por 1h, não houve variação significativa da dureza em relação a condição solubilizado, porém, nos tempos de 3 e 12h, notou-se um aumento da dureza, semelhante ao encontrado por Silva *et al.* (2009).

Grobner (1973), Kashiwar *et al.* (2012) e Verma e Taiwade (2017), no tratamento térmico de envelhecimento a 475°C, observaram uma cinética máxima de fragilização do SAF 2205. Weng, Chen, Yang (2004), Tavares, Silva e Neto (2000), também observaram elevada dureza em AID envelhecidos de 400 a 500°C, devido ao fato da formação da fase intermetálica α' .

Dentre os AID solubilizados e envelhecidos a 500°C, a que apresentou maior valor foi a tratada por 1h.

Isso ocorreu devido à precipitação de duas fases intermetálicas endurecedoras do AID, a fase α' e a fase sigma, identificadas por microscopia eletrônica de varredura e difração de raios X, respectivamente.

A formação da fase α' pode ser identificada pela Figura 44, rica em ferro e responsável por aumentar a dureza do SAF 2205 e sua fragilidade (SILVA *et al.*, 2009).

A fase sigma (apresentada na Figura 65c) é uma fase fragilizante e conseqüente sua presença eleva a dureza do AID.

Além disso, nos AID solubilizados e envelhecidos a 500°C por 3h, observou-se uma redução no valor da dureza e no tempo de 12h observou-se um aumento em função da diminuição da fração volumétrica da ferrita identificada por estereologia quantitativa e ferritoscopia (Tabelas 19 e 25), como notado por Weng, Chen e Yang (2004).

Os AID SAF 2205 tratados térmicamente por envelhecimento a 600°C apresentaram uma maior dureza que os solubilizados. Isso ocorreu devido à diminuição da fração volumétrica da ferrita, como mostrado pela estereologia e ferritoscopia (Tabelas 20 e 26) em função do crescimento dos grãos da austenita e precipitação das fases sigma, nos tratamentos de 1, 3 e 12h, e χ_1 , nos tratamentos de 1 e 12h, identificadas pela difração de raios X (Figura 65d), como observado por Weng, Chen e Yang (2004).

Além disso, o AID SAF 2205 tratado termicamente por envelhecimento a 600°C por 12h provocou a precipitação da fase α' , como mostrado pela Figura 53, conseqüentemente sua dureza foi a mais elevada dentre os AID SAF 2205 envelhecidos a 600°C, devido à limitação dos movimentos de discordância, como descrito por Silva *et al.* (2009).

Os tratamentos térmicos de envelhecimento realizados a 800 e 850°C por 1, 3 e 12h, possibilitaram o consumo da fase ferrita, como identificado por estereologia e ferritoscopia (Tabelas 21-22 e 27-28), em função da precipitação da fase sigma e austenita secundária, como apontado pelas Figuras 55, 56, 58, 60, 62, 63 e 66. Sendo que este efeito foi intensificado com o aumento do tempo de enxarque.

Com isso, observa-se um aumento nos valores da dureza do AID SAF 2205 e também uma tendência de elevar a dureza com o aumento do tempo de enxarque, pois a fase sigma é fragilizante, quanto maior sua fração volumétrica precipitada, mais frágil torna-se o AID SAF 2205, como identificado por Magnabosco (2001) ao

realizar o tratamento térmico de envelhecimento a 850°C por 10min, 30min, 1h, 5h e 100h. Corroborando ainda com os resultados de Silva (2014) ao envelhecer AID SAF 2205 a 820, 914 e 960°C por 4, 8 e 12h.

4.5.2 MEDIDAS DE MICRODUREZA

Os valores de microdureza das fases ferrita e austenita, estão apresentados nas Tabelas 35-42 e na Figura 71.

Tabela 35 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita e austenita do AID SAF 2205 na condição como recebido

Condição do AID SAF 2205	Fase	Microdureza (HV10)
Como recebido	α	248,6 ± 6,9
	γ	268,6 ± 4,3

Fonte: Da Autora.

Tabela 36 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita e austenita do AID SAF 2205 na condição solubilizado

Condição do AID SAF 2205	Fase	Microdureza (HV10)
Solubilizado	α	254,4 ± 3,9
	γ	270,8 ± 4,8

Fonte: Da Autora.

Tabela 37 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita e austenita do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 450°C

Condição do AID SAF 2205	Fase	Microdureza (HV10)
Solubilizado e envelhecido 450°C – 1h	α	307,5 ± 5,4
	γ	271,1 ± 3,0
Solubilizado e envelhecido 450°C – 3h	α	261,1 ± 2,7
	γ	271,5 ± 2,9
Solubilizado e envelhecido 450°C – 12h	α	265,2 ± 3,9
	γ	271,1 ± 4,2

Fonte: Da Autora.

Tabela 38 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita e austenita do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 475°C

Condição do AID SAF 2205	Fase	Microdureza (HV10)
Solubilizado e envelhecido 475°C – 1h	α	255,8 ± 5,7
	γ	270,5 ± 4,7
Solubilizado e envelhecido 475°C – 3h	α	263,4 ± 4,4
	γ	272,9 ± 3,4
Solubilizado e envelhecido 475°C – 12h	α	301,9 ± 7,3
	γ	271,8 ± 3,7

Fonte: Da Autora.

Tabela 39 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita e austenita do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 500°C

Condição do AID SAF 2205	Fase	Microdureza (HV10)
Solubilizado e envelhecido 500°C – 1h	α	276,8 ± 4,2
	γ	271,1 ± 3,1
Solubilizado e envelhecido 500°C – 3h	α	255,9 ± 3,5
	γ	272,1 ± 3,7
Solubilizado e envelhecido 500°C – 12h	α	264,7 ± 3,9
	γ	272,6 ± 2,7

Fonte: Da Autora.

Tabela 40 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita e austenita do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 600°C

Condição do AID SAF 2205	Fase	Microdureza (HV10)
Solubilizado e envelhecido 600°C – 1h	α	253,1±2,4
	γ	271,8±1,7
Solubilizado e envelhecido 600°C – 3h	α	255,1±3,5
	γ	271,9±1,6
Solubilizado e envelhecido 600°C – 12h	α	278,9±2,7
	γ	272,2±2,1

Fonte: Da Autora.

Tabela 41 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita, austenita e sigma do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 800°C

Condição do AID SAF 2205	Fase	Microdureza (HV10)
Solubilizado e envelhecido 800°C – 1h	α	254,8±2,9
	γ	271,2±1,9
	σ	661,1±6,6
Solubilizado e envelhecido 800°C – 3h	α	255,1±2,2
	γ	271,6±1,6
	σ	669,1±5,6
Solubilizado e envelhecido 800°C – 12h	α	254,5±2,3
	γ	272,7±1,8
	σ	670,1±6,6

Fonte: Da Autora.

Tabela 42 - Resultados de microdureza em (HV10) das fases ferrita, austenita e sigma do AID SAF 2205 na condição solubilizado e envelhecido a 850°C

Condição do AID SAF 2205	Fase	Microdureza (HV10)
Solubilizado e envelhecido 850°C – 1h	α	253,1±3,2
	γ	272,3±2,6
	σ	674,7±4,7
Solubilizado e envelhecido 850°C – 3h	α	254,4±2,3
	γ	272,3±2,1
	σ	677,5±6,4
Solubilizado e envelhecido 850°C – 12h	α	254,2±1,5
	γ	272,3±2,9
	σ	677,5±7,8

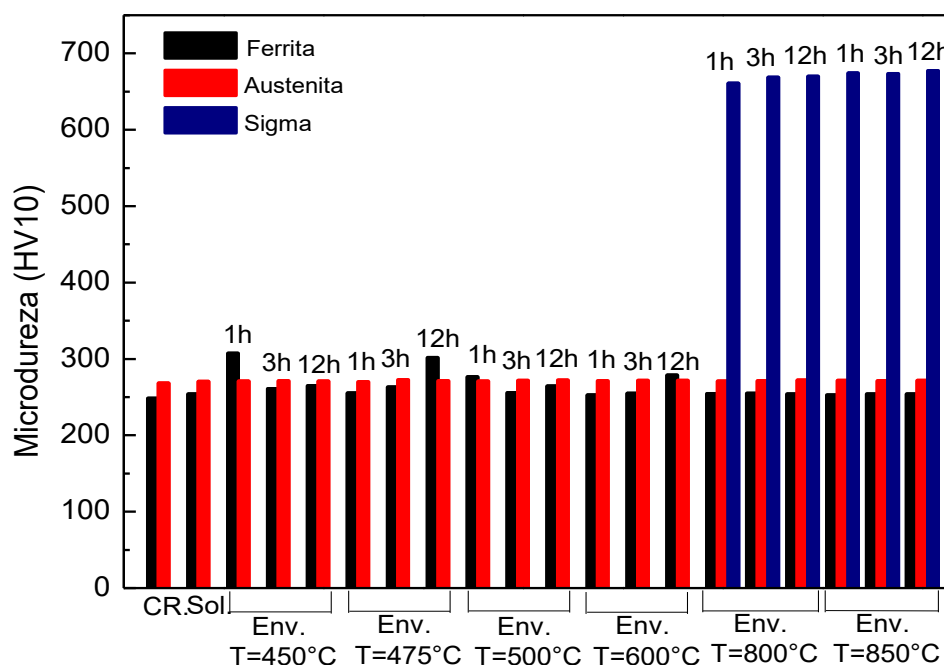
Fonte: Da Autora.

Através das Tabelas 35-42 e da Figura 71, nota-se que após o tratamento térmico de solubilização não houve variação significativa da microdureza das fases ferrita e austenita. E observa-se que a microdureza da austenita não teve variação significativa, independente da temperatura e do tempo de envelhecimento. Assim, não há indícios da precipitação da fase G no interior do grão da austenita. (LO, SHEK e LAI, 2009).

Os valores obtidos para as fases nas condições como recebido e solubilizado deste trabalho foram semelhantes aos encontrados por Kwok *et al.* (2011).

A condição como recebido apresentou uma microdureza de 250HV10 para a ferrita e 270HV10 para a austenita e após o tratamento térmico de solubilização esses valores passaram para 255HV10 e 270HV10, respectivamente.

Figura 71 - Resultados de microdureza em (HV10) do AID-SAF 2205



Fonte: Da Autora.

A Figura 71, mostra também que o tratamento de envelhecimento na temperatura a 450°C por 1h, promoveu o maior valor de microdureza para a ferrita, em relação as condições estudadas neste trabalho. E isso está relacionado à formação da fase α' , que é uma fase endurecedora do AID, por causar um impedimento nos movimentos de discordância segundo Chandra (2010) e Jebaraj e Ajaykumar (2013).

O tratamento de envelhecimento na temperatura a 475°C promoveu um aumento da microdureza da ferrita com o aumento do tempo de envelhecimento. Este resultado sugere que ocorreu a formação da fase α' e como neste caso não se observou tal precipitação por MEV, esta pode ter sido formada de forma dispersa e fina, em escala nanométrica, característica de precipitação por decomposição espinodal da ferrita. Como sugerido pela Figura 42a, na qual observa-se um ataque preferencial nos contornos α/α , como notado por Weng, Chen e Yang (2004) em tratamento térmico de envelhecimento a 475°C.

O tratamento de envelhecimento na temperatura a 500°C promoveu um aumento da microdureza da ferrita no tempo de 1h, devido a formação da fase α' nessa condição, resultados semelhantes foram obtidos por Weng, Chen e Yang (2003) ao envelhecerem o AID SAF 2205 a 500°C por 4, 8 e 64h e encontraram medidas de microdureza para a ferrita de 260HV10 (4h de envelhecimento), 320HV10 (8h de envelhecimento) e 375HV10 (64h de envelhecimento).

Observa-se que o tratamento térmico de envelhecimento a 600°C por 12h apresentou um aumento da microdureza da fase ferrita, passando de 254,4HV10 para 278,9HV10, devido à precipitação da fase α' como identificada pela Figura 53b.

Como identificado por microscopia óptica e eletrônica de varredura (Figuras 55, 56, 58, 60, 62 e 63), e por difração de raios X (Figura 66), os tratamentos térmicos de envelhecimento realizados a 800 e 850°C, promoveram a precipitação da fase sigma. E a microdureza média obtida foi de 671,6HV10, também foi obtido por Girão (2015) que ao envelhecer o AID SAF 2205 a 830°C por 15, 30 e 60min encontrou os valores de 601,5, 653,1 e 679,6HV10, respectivamente, para a microdureza da fase sigma. Dessa forma, a fase sigma é endurecedora no AID SAF 2205 e pode levar a fragilização.

4.6 ENSAIOS DE CORROSÃO

4.6.1 Potencial de circuito aberto e polarização potenciodinâmica cíclica

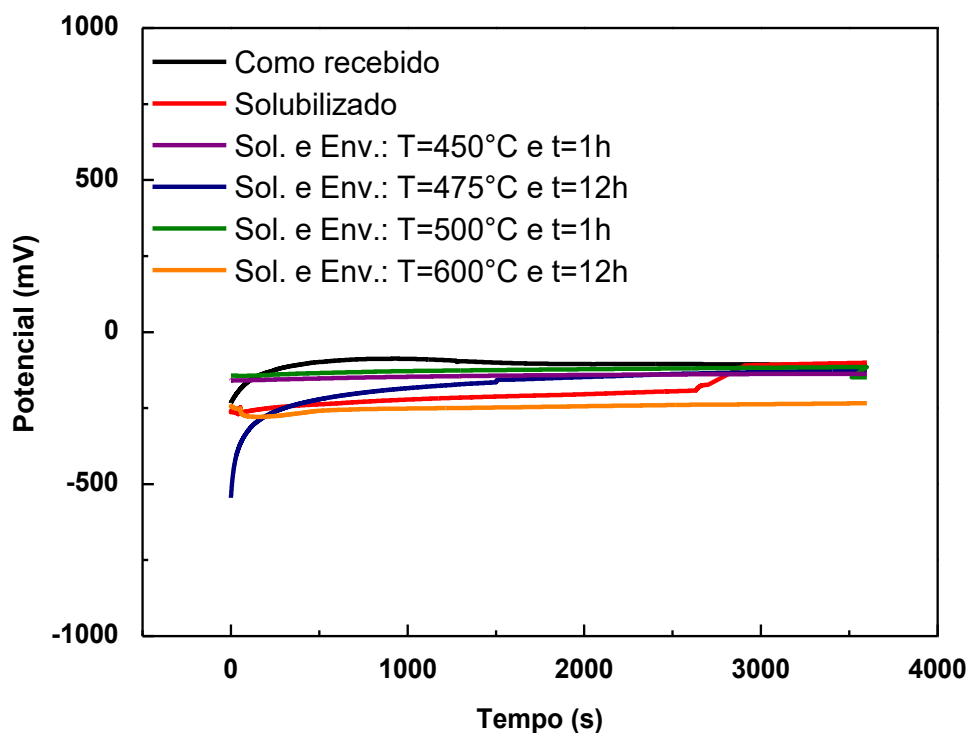
As curvas do potencial em circuito aberto (OCP) e as de polarização potenciodinâmica cíclica (PPC), do AID SAF 2205, nas condições como recebido, solubilizado, solubilizado e envelhecido a 450°C por 1h, 475°C por 12h, 500°C por 1h e 600°C por 12h, em solução de cloreto de sódio (3,5%), em temperatura ambiente, estão mostrados nas Figuras 72 e 73, respectivamente.

Foi apresentada apenas uma curva da triplicada de cada condição. E as Tabelas 43 e 44 apresentam os resultados obtidos a partir das curvas.

As condições do AID SAF 2205 selecionadas para os ensaios de corrosão foram aquelas nas quais houve a precipitação da fase α' identificada por MEV e/ou por medidas de microdureza na fase ferrita. Com isso, foi possível observar a influência da precipitação da α' na resistência à corrosão.

Observa-se na Figura 72 que todas as condições ensaiadas, apresentaram um deslocamento dos potenciais para valores positivos com o decorrer do tempo, isso é característico de formação de uma camada passiva, estável e aderente, sobre a superfície do aço, observado também por Rezende (2018) e Wang et al. (2016).

Figura 72 - Evolução do potencial em circuito aberto do AID SAF 2205 nas condições como recebido, solubilizado, solubilizado e envelhecido em solução de cloreto de sódio 3,5%



Fonte: Da Autora.

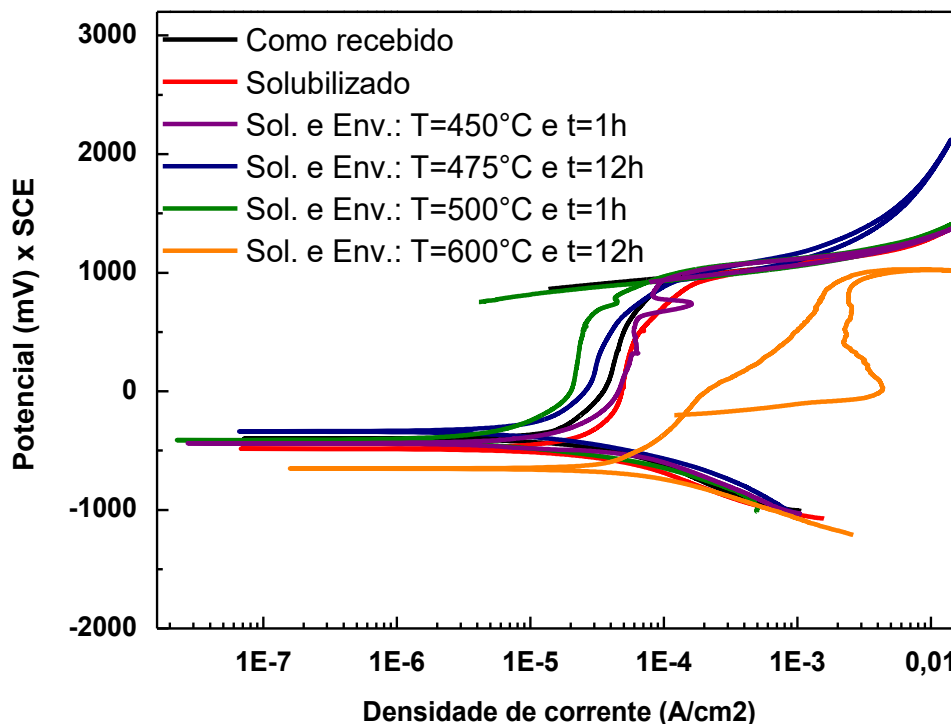
Tabela 43 - Potencial em circuito aberto do AID SAF 2205 em solução de cloreto de sódio 3,5%

Condição do AID SAF 2205	E_{corr} (mV)
Como recebido	-114 ± 7
Solubilizado	-107 ± 4
Solubilizado e envelhecido a 450°C por 1h	-131 ± 3
Solubilizado e envelhecido a 475°C por 12h	-123 ± 5
Solubilizado e envelhecido a 500°C por 1h	-142 ± 6
Solubilizado e envelhecido a 600°C por 12h	-232 ± 4

Fonte: Da Autora.

Legenda: E_{corr} = potencial de corrosão

Figura 73 - Curvas de polarização potenciodinâmica cíclicas do AID SAF 2205 em solução de cloreto de sódio 3,5%



Fonte: Da Autora.

A partir das curvas de polarização, Figura 73, e pelo método da extrapolação de Tafel, foi possível determinar os parâmetros eletroquímicos do AID SAF 2205, como mostrado pela Tabela 44.

Tabela 44 - Parâmetros eletroquímicos do AID SAF 2205 em solução de cloreto de sódio 3,5%

Condição do AID SAF 2205	E_{corr} (mV)	I_{corr} (A)	E_{pite} (mV)	E_{prot} (mV)	I_{pass} (A)
Como recebido	-400 ± 8	$(8,5 \pm 1,4) \times 10^{-6}$	1056 ± 3	978 ± 9	$(40,9 \pm 1,4) \times 10^{-6}$
Solubilizado	-440 ± 6	$(10,2 \pm 2,1) \times 10^{-6}$	1037 ± 7	1008 ± 3	$(46,9 \pm 2,2) \times 10^{-6}$
Sol. e env.: 450°C/1h	-380 ± 8	$(8,4 \pm 3,1) \times 10^{-6}$	1004 ± 7	999 ± 8	$(60,3 \pm 3,1) \times 10^{-6}$
Sol. e env.: 475°C/12h	-339 ± 7	$(9,8 \pm 7,2) \times 10^{-6}$	1008 ± 2	945 ± 11	$(18,8 \pm 4,2) \times 10^{-6}$
Sol. e env.: 500°C/ 1h	-414 ± 1	$(1,8 \pm 0,1) \times 10^{-6}$	1038 ± 1	918 ± 2	$(23,5 \pm 0,1) \times 10^{-6}$
Sol. e env.: 600°C/12h	-604 ± 2	$(10,8 \pm 1,4) \times 10^{-6}$	967 ± 8	-148 ± 12	$(11,3 \pm 0,1) \times 10^{-5}$

Fonte: Da Autora.

Legenda: E_{corr} = potencial de corrosão; I_{corr} = densidade de corrente de corrosão; E_{pite} = potencial de pite; E_{prot} = potencial de proteção; I_{pass} = densidade de corrente de passivação.

Observa-se que o potencial de corrosão (E_{corr}) foi maior durante o OCP do que na PPC, em todas as condições ensaiadas. Isso ocorreu devido à varredura de

potencial na PPC ter sido iniciada em potenciais mais negativos do que o potencial de corrosão e conseqüentemente ter causado uma remoção parcial da camada passivadora, também observado por Rezende (2018).

Nas curvas apresentadas na Figura 73, observa-se duas regiões passivas, como era o esperado, devido a sua microestrutura duplex, também observado por Rezende *et al.* (2019) e Valeriano (2019).

Os elementos de liga cromo e molibdênio atuam passivando o material quando exposto a ambientes ricos em oxigênio, aumentando, assim, sua resistência à corrosão.

Porém, as fases ferrita e austenita possuem teores diferentes destes elementos, pois tanto o cromo como o molibdênio são estabilizadores da fase ferrita, portanto são encontrados maiores teores na fase ferrita que na austenita.

Assim, a fase de ferrita passiva-se mais rapidamente, sendo responsável pela primeira região passiva da curva de PPC, ao passo que a austenita passiva em seguida sendo representada pela segunda região de passivação (WANG *et al.*, 2016).

Os valores obtidos para o potencial de corrosão no material como recebido (-400mV) e solubilizado (-440mV) são semelhantes aos obtidos por Mohammed *et al.* (2015) (-400mV) e Elsabbagh *et al.* (2013) (-400mV), para o AID SAF 2205 solubilizado a 1100°C por 30min e resfriados em água, em, ensaios conduzidos em meio de 3,5% de NaCl.

O tratamento térmico de envelhecimento a 475°C por 12h apresentou o maior potencial de corrosão (-339mV), em relação às demais condições.

Park e Kwon (2010) obtiveram um potencial de corrosão de -340mV no AID SAF 2205 solubilizado a 1050°C por 30min seguido de um resfriamento feito em água e um envelhecimento de 4h a 475°C, em meio de 3,5% de NaCl.

Os potenciais de corrosão para os AID SAF 2205 com tratamento térmico de envelhecimento a 450°C por 1h e 500°C por 1h foram -380mV e -414mV, respectivamente.

Li *et al.* (2018), obtiveram um potencial de corrosão de -390mV, em AID com tratamento térmico de envelhecimento a 500°C por 5h.

Comparando-se os potenciais de corrosão do AID SAF 2205 nas condições como recebido, solubilizado, solubilizado e envelhecido a 450°C por 1h, 475°C por 12h e 500°C por 1h, nota-se que houve pouca alteração nos valores obtidos,

sugerindo que a precipitação da fase α' não foi capaz de alterar significativamente a resistência à corrosão.

Segundo Li *et al.* (2018), a precipitação da fase α' leva a formação de regiões empobrecidas de cromo de forma não significativa, ou seja, não reduz a resistência à corrosão.

Porém, o tratamento de envelhecimento a 600°C por 12h promoveu a formação da fase σ (observado pela difração de raios-X Figura 65d), que levou a formação de regiões empobrecidas de cromo e, como consequência, diminuiu a resistência a corrosão, comprovada pelos menores valores dos potenciais de corrosão (-640mV) e de pite (976mV), em relação as demais condições.

O parâmetro eletroquímico, densidade de corrente de passivação, I_{pass} , mostra a velocidade de início da passivação, logo, quanto menor seu valor, mais rápida é a passivação. Dessa forma, para o tratamento de envelhecimento a 600°C por 12h, apresentou o maior valor de densidade de corrente de passivação ($11,3 \times 10^{-5} \text{A/cm}^2$), portanto a formação da película passivadora inicia mais lentamente em relação às outras condições do AID.

Segundo Batista (2002) e Alvarez-Armas (2009), isso ocorre pelo fato dos elementos de liga cromo e molibdênio terem efeito de passivação superior na fase austenita em comparação a ferrita, pois agem apenas como passivantes, ao passo que na ferrita agem também como estabilizadores.

Através da Figura 73 e da Tabela 44, observa-se que a condição de envelhecimento a 500°C por 1h mostrou-se a de passivação mais rápida, com densidade de corrente de $23,5 \times 10^{-6} \text{A/cm}^2$, semelhante ao encontrado por Tang, Zuo e Zhao (2008) em amostras de AID SAF 2205 com a fase α' precipitada ($18,2 \times 10^{-6} \text{A/cm}^2$).

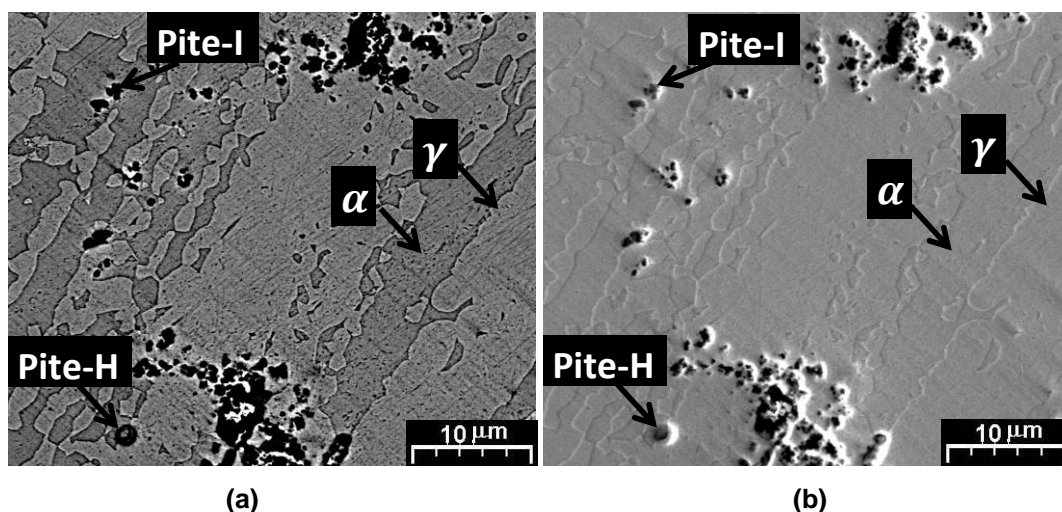
O AID SAF 2205 tratado a 475°C por 12h, também sofreu passivação rapidamente, quando comparado as condições como recebido e solubilizado.

Segundo Valeriano (2012) isso acontece devido à maior quantidade de fase austenita na forma de ilhas, e neste trabalho foi identificado por estereologia e ferritoscopia, uma fração volumétrica da fase de ferrita menor em relação a austenita (Figuras 66 e 67), o que contribuiu para uma passivação mais rápida.

O potencial de proteção foi semelhante em todas as condições dos AID SAF 2205, com exceção no envelhecimento a 600°C por 12, devido à precipitação da fase σ .

Após os ensaios de polarização potenciodinâmica cíclica, realizou-se microscopia eletrônica de varredura utilizando os detectores BSED (detector de elétrons retroespalhados) e ETD (detector de elétrons secundários), para identificar a localização preferencial dos pites e os tipos, conforme mostram as Figuras 74-77 e a Tabela 23.

Figura 74 - Micrografias obtidas por MEV do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 450°C por 1h. Ataque químico com Behara

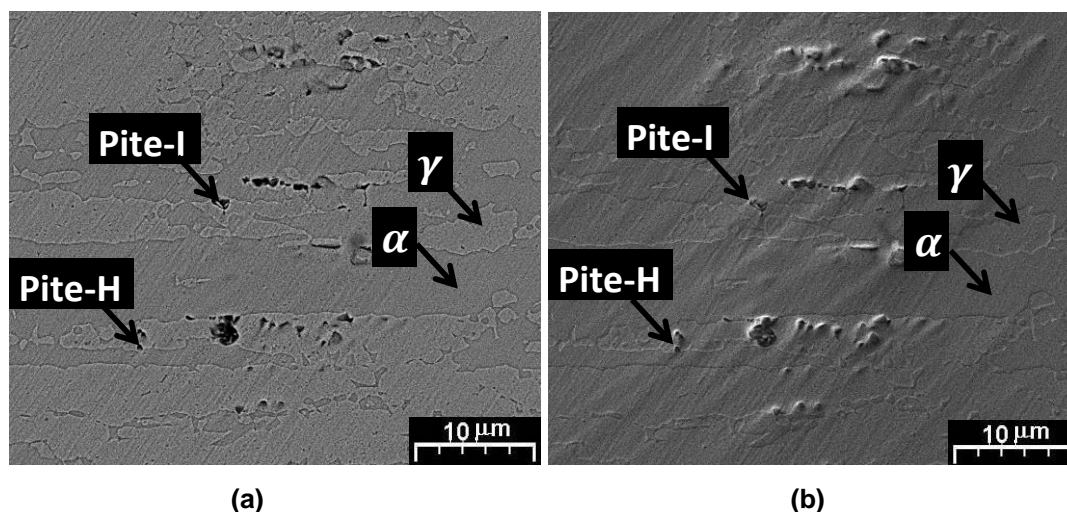


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Utilizando detector BSED

b) Utilizando detector ETD

Figura 75 - Micrografias obtidas por MEV do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 475°C por 12h. Ataque químico com Behara

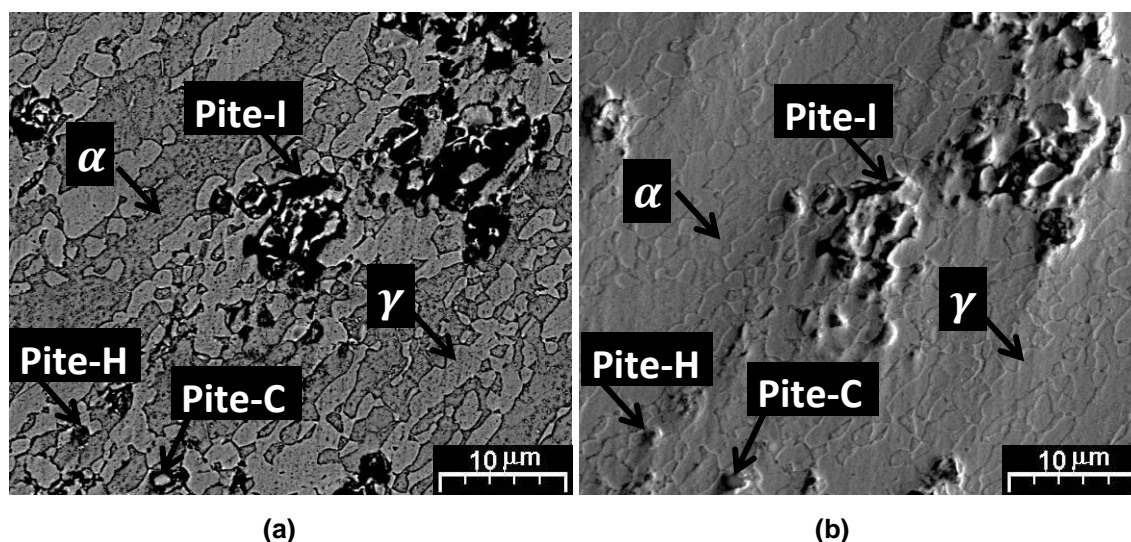


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Utilizando detector BSED

b) Utilizando detector ETD

Figura 76 - Micrografias obtidas por MEV do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 500°C por 1h. Ataque químico com Behara

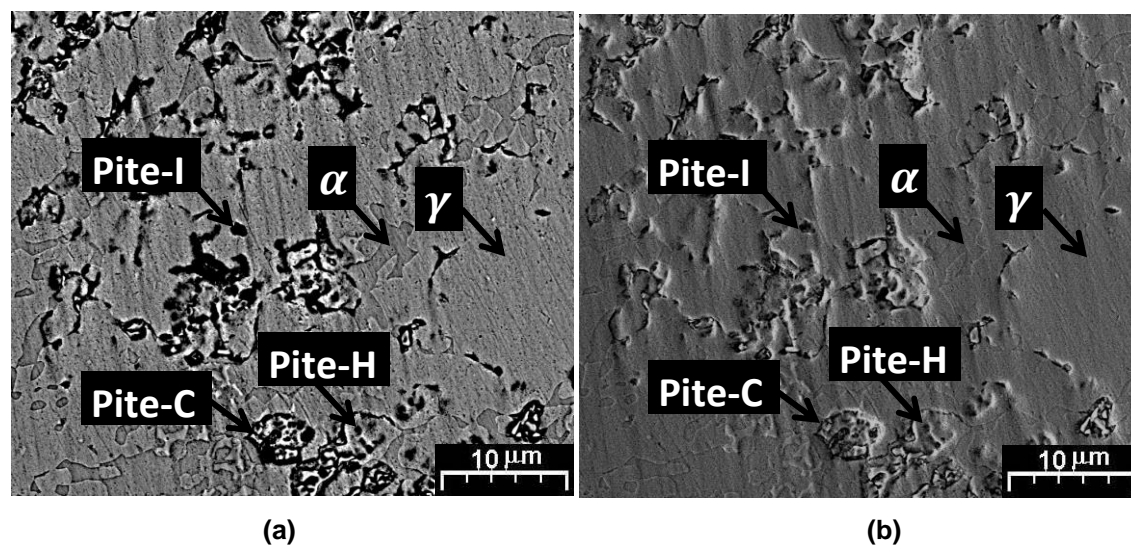


Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Utilizando detector BSED

b) Utilizando detector ETD

Figura 77 - Micrografias obtidas por MEV do AID SAF 2205, na condição solubilizado e envelhecido a 600°C por 12h. Ataque químico com Behara



Fonte: Da Autora.

Legenda: a) Utilizando detector BSED

b) Utilizando detector ETD

As Figuras 74-77 evidenciam a corrosão localizada por pites e ocorrem, preferencialmente, nos contornos de grãos α/α e α/γ e no interior dos grãos da austenita, caracterizando assim uma corrosão seletiva, esse comportamento

também foi observado por Magnabosco (2001) em AID SAF 2205 no estado de bruta solidificação e envelhecidas a 850°C por 10min, 30min, 1h, 5h e 100h.

As micrografias do AID SAF 2205 tratado termicamente por envelhecimento a 600°C por 12h, Figura 77, apresentam a maior quantidade de pites, corroborando com os resultados obtidos no ensaio de polarização, no qual esta condição apresentou os menores valores dos parâmetros eletroquímicos (Ecorr e Epite).

Isso aconteceu devido à precipitação da fase σ , identificada pela difração de raios X, Figura 65d. A formação da fase σ , origina regiões empobrecidas de cromo, assim, essas regiões ficam mais susceptíveis à corrosão, já que este elemento age como passivador.

A Tabela 45 apresenta a identificação do tipo de pite na superfície do AID SAF 2205. A identificação foi realizada analisando as micrografias e comparando a Figura 21 (RAMANATHAN, 1998).

Tabela 45 - Tipo de pite na superfície do AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido

Condição do AID SAF 2205	Classificação do tipo de pite
Solubilizado e envelhecido a 450°C por 1h	Hemisférico e irregular
Solubilizado e envelhecido a 475°C por 12h	Hemisférico e irregular
Solubilizado e envelhecido a 500°C por 1h	Hemisférico, irregular e cristalográfico
Solubilizado e envelhecido a 600°C por 12h	Hemisférico, irregular e cristalográfico

Fonte: Da Autora.

Legenda: Hemisférico =H; Irregular =I; Cristalográfico =C

A classificação dos tipos de pites é feita de acordo com a marca na superfície da amostra, planta e seção. Os pites hemisféricos e irregulares possuem grande profundidade. Os hemisféricos são caracterizados por uma forma circular, os irregulares não possuem uma forma definida. Os pites cristalográficos, possuem pouca profundidade (RAMANATHAN, 1998).

4.6.2 Potencial de circuito aberto e reativação potenciodinâmica duplo ciclo

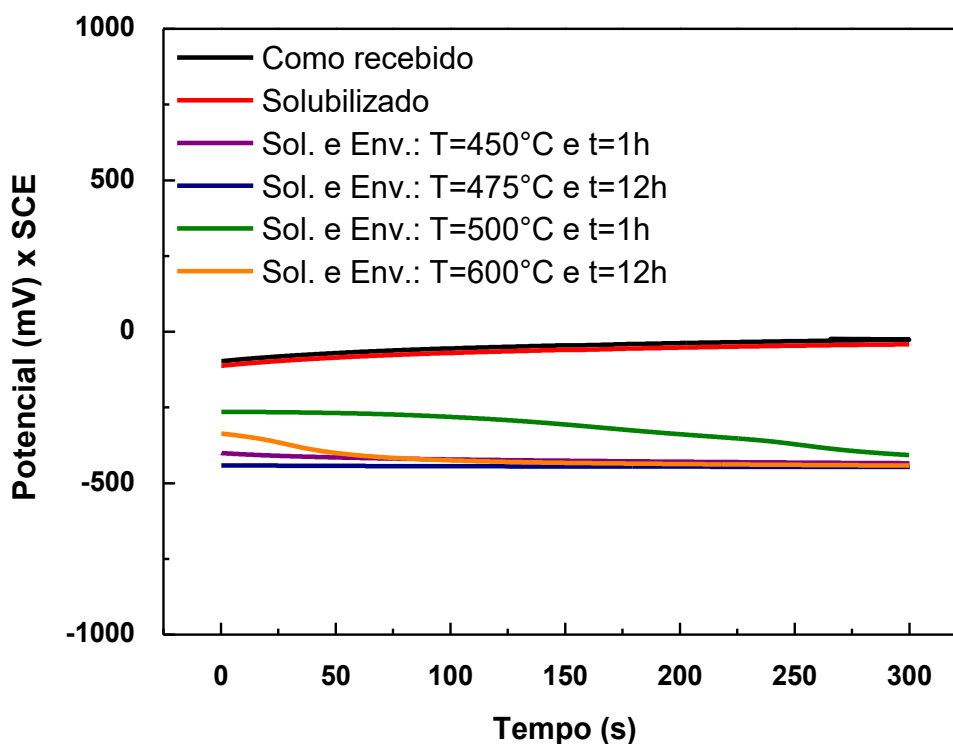
As curvas de potenciais de circuito aberto (OCP) do AID SAF 2205 nas condições como recebido, solubilizado, solubilizado e envelhecido a 450°C por 1h, 475°C por 12h, 500°C por 1h e 600°C por 12h, em solução 0,5M H₂SO₄ e 0,01M KSNK, em temperatura ambiente, estão mostrados na Figura 78 e na Tabela 46. Sendo apresentada apenas uma curva da triplicada de cada condição.

Através da Figura 78, tem-se que as condições como recebido e solubilizado apresentam um deslocamento de potenciais para valores positivos com o passar do tempo, sugerindo a formação da camada passivadora, estável e aderente à superfície do material (WANG *et al.*, 2016).

Os AID SAF 2205 tratados termicamente por envelhecimento a 450°C por 1h, 500°C por 1h e a 600°C por 12h, apresentaram um decréscimo nos potenciais com o tempo e em seguida, o potencial é mantido constante. Este fato mostra que houve uma corrosão generalizada, seguida da formação de uma camada passiva (YOO *et al.*, 2010).

Para o AID SAF 2205 tratado termicamente por envelhecimento a 475°C por 12h, os potenciais são praticamente constantes com o tempo, sugere-se que a camada passiva formada sobre a superfície é estável e aderente à superfície (Wang *et al.*, 2011).

Figura 78 - Evolução do potencial em circuito aberto do AID SAF 2205 em solução 0,5M H₂SO₄ e 0,01M KSCN



Fonte: Da Autora.

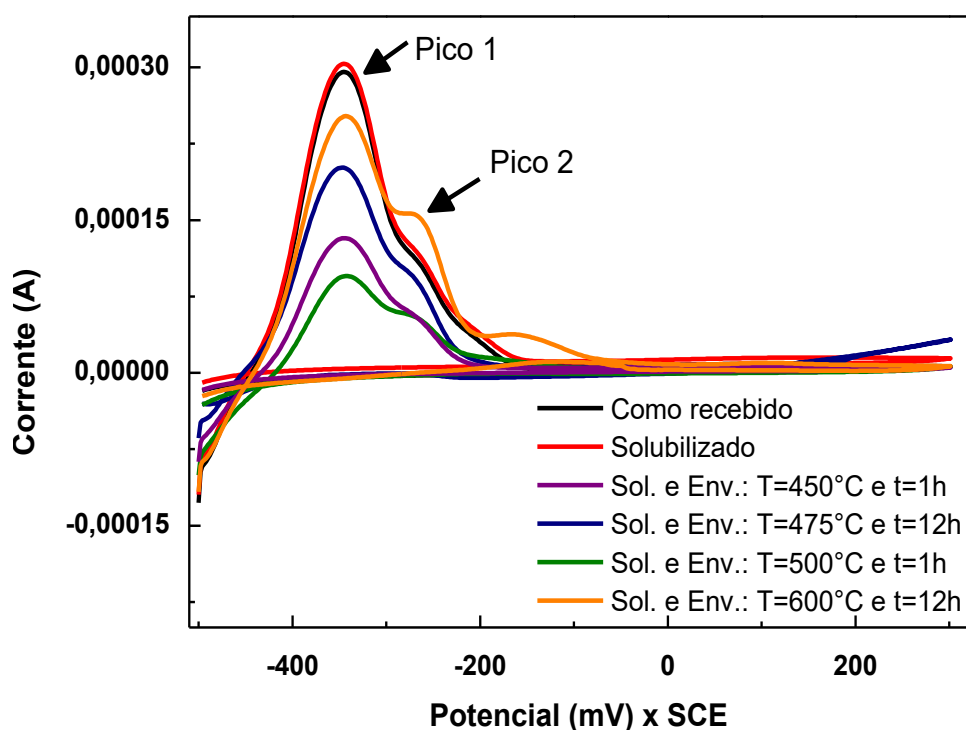
Tabela 46 - Potencial em circuito aberto do AID SAF 2205 em solução 0,5M H₂SO₄ e 0,01M KSCN

Condição do AID SAF 2205	E _{corr} (mV)
Como recebido	-40 ± 2
Solubilizado	-44 ± 4
Solubilizado e envelhecido a 450°C por 1h	-433 ± 7
Solubilizado e envelhecido a 475°C por 12h	-451 ± 3
Solubilizado e envelhecido a 500°C por 1h	-402 ± 7
Solubilizado e envelhecido a 600°C por 12h	-440 ± 3

Fonte: Da Autora.

As curvas de reativação potenciodinâmica duplo ciclo (DL-EPR) do AID SAF 2205, em solução 0,5M H₂SO₄ e 0,01M KSCN, em temperatura ambiente, estão mostradas na Figura 79. Sendo apresentada apenas uma curva da triplicada de cada condição.

Figura 79 - Curvas de reativação potenciodinâmica duplo ciclo do AID SAF 2205 em solução de 0,5M H₂SO₄ e 0,01M KSCN



Fonte: Da Autora.

A partir das curvas dos ensaios de DL-EPR foi calculado o grau de sensitização (GDS), utilizando a Eq. (16), e os resultados estão mostrados pela Tabela 47.

Tabela 47 - Grau de sensitização do AID SAF 2205 em solução de 0,5M H₂SO₄ e 0,01M KSNK

Condição do AID SAF 2205	Grau de sensitização
Como recebido	0,0142 ± 0,0008
Solubilizado	0,0164 ± 0,0004
Solubilizado e envelhecido a 450°C por 1h	0,0083 ± 0,0002
Solubilizado e envelhecido a 475°C por 12h	0,0051 ± 0,0002
Solubilizado e envelhecido a 500°C por 1h	0,0025 ± 0,0001
Solubilizado e envelhecido a 600°C por 12h	0,0167 ± 0,0007

Fonte: Da Autora.

Através da Figura 79 e da Tabela 47, observa-se que o AID SAF 2205 não sofreu sensitização em nenhuma das condições ensaiadas, pois o grau de sensitização foi inferior a 0,05 (KAIN, 2004; YOO *et al.*, 2010). Este fato sugere ainda que não houve o rompimento da camada passiva, portanto, não houve mudanças significativas na resistência à corrosão intergranular nos AID SAF 2205 tratados termicamente por envelhecimento.

Rezende *et al.* (2018) observou que o tratamento térmico de solubilização a 1100°C por 30min em AID SAF 2205, não alterou de forma significativa a resistência à corrosão intergranular. E foi obtido o grau de sensitização de 0,0057 para a condição como recebido e 0,0396 para o AID solubilizado.

Os AID com os tratamentos térmicos de envelhecimento empregados, não tiveram efeito significativo no grau de sensitização, devido à baixa precipitação de fases deletérias como a α' , σ e χ , de forma que o empobrecimento de Cr e Mo foram insignificantes.

Segundo Gong *et al.* (2010), tempos de tratamento de envelhecimento maiores que 12h, promovem a precipitação de grande quantidade de fases deletérias.

Silva (2014) realizou ensaios de DL-EPR em amostras de AID SAF 2205 tratadas termicamente por envelhecimento a 475, 570, 914 e 960°C por 4, 8 e 12h, e obteve o grau de sensitização na faixa de 0,00158 a 0,0063, não ocorrendo sensitização, mesmo com a formação das fases α' , σ e χ .

No entanto, Tavares *et al.* (2005), observou em tratamento térmico de envelhecimento a 550°C por 300 e 500h, a precipitação da fase σ , porém o grau de sensitização foi de 0,13 e 0,04, respectivamente, devido à recuperação das regiões

empobrecidas de cromo, através da difusão deste elemento da fase σ para a fase γ_2 .

Observando a Figura 79 é possível identificar a presença de dois picos na corrente de ativação, isso se deve à microestrutura bifásica do aço, sendo que a curva resultante representa a soma das curvas individuais das fases existentes.

Dessa forma, o pico com menor potencial, corresponde a fase ferrita, ao passo que o pico com maior potencial (potencial mais nobre), corresponde à fase de austenita (ASSIS *et al.*, 2012; PARDAL, 2009).

5 CONCLUSÃO

Os aços inoxidáveis duplex nas condições como recebido e solubilizado apresentaram uma microestrutura típica de AID, composta por uma matriz ferrítica com a presença de ilhas alongadas de austenita, observado por microscopia. Através da difração de raios X, constatou-se que o aço na condição como recebido apresentou as fases ferrita e austenita, além das fases intermetálicas χ e σ , porém, após o tratamento térmico de solubilização essas fases foram dissolvidas, permanecendo apenas a ferrita e austenita.

O tratamento de envelhecimento a 450°C por 1h promoveu a formação da fase α' pelo mecanismo de nucleação e crescimento, enquanto nos tempos de 3 e 12h não foi observada. Também ocorreu a diminuição da fração volumétrica da ferrita com o aumento do tempo do envelhecimento.

No tratamento de envelhecimento a 475°C, observou-se apenas as fases ferrita e austenita, sendo que a fração volumétrica de ferrita diminuiu com o aumento do tempo do envelhecimento.

No tratamento de envelhecimento a 500°C, foi observada uma microestrutura composta pelas fases ferrita e austenita, e no tempo de 1h ocorreu a formação da fase α' , pelo mecanismo de nucleação e crescimento.

O tratamento de envelhecimento a 600°C por 1 e 3h proporcionou uma microestrutura composta pelas fases ferrita e austenita. O envelhecimento a 600°C por 12h possibilitou a precipitação da fase α' , pelo mecanismo de nucleação e crescimento. Pela difração de raios X, os tratamentos realizados por 1 e 12h, ocorreram também as fases χ e σ .

Nos tratamentos de envelhecimento a 800 e 850°C realizados por 1, 3 e 12h, observou-se a presença da fase σ , a partir da fase ferrita, gerando ainda a fase de austenita secundária.

A dureza do AID SAF 2205 aumentou com a diminuição da fração volumétrica da ferrita, e/ou com a precipitação de fases intermetálicas como α' , χ , σ e carbeto. A precipitação da fase α' eleva o valor da microdureza da fase de ferrita. As medidas de microdureza permitiram verificar que no envelhecimento a 475°C por 12h ocorreu a formação da fase α' devido a elevada microdureza da fase ferrita (301,9HV10). E nas condições dos tratamentos térmico de envelhecimento empregado, observou-se que não ocorreu a variação significativa do valor da microdureza da fase de

austenita, evidenciando assim que não ocorreu a precipitação da fase G, pois é uma fase fragilizante e sua precipitação ocorre no interior da austenita.

Nos ensaios de corrosão por polarização potenciodinâmica cíclica, observou-se que a condição de envelhecimento a 450°C por 1h apresentou maior resistência à corrosão por pite. E os ensaios de corrosão por reativação potenciodinâmica, mostraram que para as condições ensaiadas não ocorreu o fenômeno de sensitização.

Por fim, observa-se em aplicações nas quais o SAF 2205 é submetido à condições operacionais próximas dos envelhecimentos estudados a 450°C por 1h, 475°C por 12h, 500°C por 1h, não é notada deficiência em sua resistência à corrosão. Assim, não aceleraria sua fratura devido à corrosão e não causaria a fuga de fluidos, visto que os pites formados podem atravessar a parede do material, seja em tubos ou tanques, por exemplo.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Realizar microscopia eletrônica de transmissão nos AID SAF 2205 solubilizados e envelhecidos a 450, 475, 500 e 600°C por 1, 3 e 12h, para verificar as transformações decorrentes na fase ferrita além de verificar a possível decomposição espinodal da ferrita;
- b) Realizar ensaios de difração de raios-X com menor passo nos AID SAF 2205 em todas as condições estudadas, para identificar picos referentes a carbeto e a fase α' ;
- c) Realizar ensaios de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) em todas as condições de SAF 2205 estudadas para a identificação dos carbeto precipitados;
- d) Realizar ensaios de dilatométrica para determinar as temperaturas transformações de fases, simulando os tratamentos térmicos realizados;
- e) Realizar ensaios mecânicos para avaliar a influência das fases α' e σ na resistência mecânica e tenacidade do AID SAF 2205;
- f) Realizar ensaios de PPC e DL-EP no AID SAF 2205 solubilizado e envelhecido a 800 e 850°C por 1, 3 e 12h para avaliar a influência da fase σ na resistência à corrosão;
- g) Realizar ensaios de impedância eletroquímica para estudar as reações decorrentes da corrosão e maior aprofundamento na formação de pites.

REFERÊNCIAS

- ALBUQUERQUE, V. H.C. *et al.* Spinodal decomposition mechanism study on the duplex stainless steel UNS S31803 using ultrasonic speed measurements. **Materials & Design**, [s.l.], v. 31, n. 4, p.2147-2150, abr. 2010.
- ALVARES-ARMAS, I.; DEGALLAIX-MOREULI, S. **Duplex stainless steels**. London: ISTE Ltd and John Wiley & Sons, v. 1, 2009. cap. 4, p. 141-159.
- ARIKAN, M. E.; DORUK, M. Determination of susceptibility to intergranular corrosion of UNS 31803 type duplex stainless steel by electrochemical reactivation method. Turkish J. Eng. **Env. Sci.**, [S.I.], v. 32, p. 323-335, 2008.
- ARMAS, I.A; MOREUIL, S.D. Duplex Stainless steel. In: LILJAS, Mats; SJOHOLM, Fredrik. **Applications**. Grã Bretanha: IsteLtd, 2009. Cap. 1-12. P. 1-433.
- ARTURO, G. R. M. *et al.* Electrochemical Characterization of AISI 2205 Duplex Stainless Steel Welded Joints with Electromagnetic Interaction. **Procedia Materials Science**, [s.l.], v. 8, p.950-958, 2015.
- ASSIS, K. S. *et al.* Assessment of electrochemical methods used on corrosion of superduplex stainless steel. **Corrosion Science**, [S.I.], v. 59, p. 71-80, jun. 2012.
- ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **Ciência e engenharia dos materiais**. São Paulo: Thomson Learning, 2008.
- ASM INTERNATIONAL. **Introduction to stainless steels**. [s.l.], 2000.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS. HANDBOOK - ASM, vol. 3. **Alloy phase diagrams**. [s.l.], 1992.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. **E562**: Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count. [s.l.], 2002.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS - ASTM. **A790/A 790 M – 05a**: Standard Specification for Seamless and Welded Ferritic/Austenitic Stainless Steel Pipe. [s.l.], 2005.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. **E1876 - 09**: Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration. West Conshohocken, 2009.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. **G5-94**: Standard reference test method for making potentiostatic and potentiodynamic anodic polarization measurements, [s.l.], 2011.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. **E3-01**: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. [s.l.], 2001.
- AYDOGDU, G. H.; AYDINOL, M.K. Determination of susceptibility to intergranular corrosion and electrochemical reactivation behavior of AISI 316L type stainless steel. **Corrosion Science**, 2006.

- BATISTA, S. R. F. **Resistência à corrosão de aços inoxidáveis duplex fundidos em ambientes contendo íons cloretos e CO₂**. Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia – Universidade Federal de São Carlos. São Carlos, p. 171, 2002.
- BERECZ, T. *et al.* Decomposition kinetics of ferrite in isothermally aged SAF 2507-type duplex stainless steel. **Journal Of Materials Engineering And Performance**, [s.l.], v. 24, n. 12, p.4777-4788, 17 nov. 2015.
- BHATTACHARYA, A.; SINGH, P.M. Role of microstructure on the corrosion susceptibility of UNS S32101 duplex stainless steel. **Nace International**, [s.l.], v. 5, n. 1, p.532-540, jun. 2008.
- BRANDI, S. D.; SILVEIRA, L. M. Y.; VASCONCELLOS, D. L. B. Aplicação da norma ASTM A923-prática A para identificação de fases intermetálicas em junta soldada de aço inoxidável superduplex UNS 32750. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 63, n. 1, p. 153–158, 2010.
- BONOLLO, F.; TIZIANI, A.; FERRO, P. **Welding processes, microstructural evolution and final properties of duplex and super duplex stainless steels**. In: ALVARES-ARMAS, I.; DEGALLAIX-MOREULI, S. **Duplex Stainless Steels**. London: ISTE Ltd and John Wiley & Sons, v. 1, 2009. cap. 4, p. 141-159.
- CAHN, J. W. Spinodal decomposition. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, [S.I.], v. 242, p. 166-180, 1968.
- CALLIARI, I.; ZANESCO, M.; RAMOUS, E. Influence of isothermal aging on secondary phases precipitation and toughness of duplex stainless steel SAF 2205. **J. Mater. Sci.**, [S.1], v. 41, p. 7643-7649, 2006.
- CALLISTER, W.D. **Ciência e engenharia de materiais uma introdução**. 8ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.
- CALONNE, V *et al.* Damage and dynamics strain aging in a thermal aged cast duplex stainless steel. **Journal of Nuclear Materials**, v. 327, p. 202-210, 2004.
- CHAIL, G.; KANGAS, P. Super and hyper duplex stainless steels: structures, properties and applications. **Procedia Structural Integrity**, v. 2, p.1755-1762, 2016.
- CHANDRA, K. *et al.* Low temperature embrittlement of duplex stainless steel: Correlation between mechanical and electrochemical behavior. **Materials Science and Engineering**, vol. 527, p. 3904–3912, 2010.
- CHOA, H.; LEEB, K. Effect of cold working and isothermal aging on the precipitation of sigma phase in 2205 duplex stainless steel. **Materials Characterization**. Charlestown, p. 29-34. out. 2010.
- CICEK, V. **Corrosion Engineering**. Hoboken: Scrivener Publishing Llc, 2014.
- CÍCERO, S.; SETIÉN, J.; GORROCHATEGUI, I. Assessment of thermal aging embrittlement in a cast stainless steel valve and its effect on the structural integrity. **Nuclear Engineering and Design**, v. 239, p.16-22, 2009.

CÍHAL, V. On the development of the electrochemical potentiokinetic method. **Electrochemical Acta**, 2000.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 4 ed. São Paulo: Blücher, 672p, 2008.

CRONEMBERGER, M. E. R. **Efeito da solubilização na microestrutura e na resistência à corrosão de um aço inoxidável duplex**. 2013. 105 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Instituto de ciência e tecnologia, Universidade Federal de Alfenas, Poços de Caldas, 2013.

CRONEMBERGER, M. E. R. *et al.* Study of cooling rate influence on SAF 2205 duplex stainless steel solution annealed. **Materials Science Forum**, [s.l.], v. 802, p.398-403, dez. 2014.

CRONEMBERGER, M. E. R. *et al.* Effect of cooling rate on the corrosion behavior of As-Cast SAF 2205 duplex stainless steel after solution annealing treatment. **Materials Research**, [s.l.], v. 18, n. 2, p.138-142, 23 out. 2015.

DELLA ROVERE, C. A. *et al.* Influence of long-term low-temperature aging on the microhardness and corrosion properties of duplex stainless steel. **Corrosion Science**, v. 68, p. 84-90, 2013.

DENARI, G.B.; CAVALHEIRO, E. T. G. **Princípios e aplicações de análise térmica**. São Carlos: Universidade de São Paulo.

EBRAHIMI, N. *et al.* Correlation between critical pitting temperature and degree of sensitisation on alloy 2205 duplex stainless steel. **Corrosion Science**, [s.l.], v. 53, n. 2, p.637-644, fev. 2011.

ELSABBAGH, F. M.; HAMOUDA, R.M.; TAHA, M. A. On microstructure and microhardness of isothermally aged UNS S32760 and the effect on toughness and corrosion behavior. **Journal Of Materials Engineering And Performance**, [s.l.], v. 23, n. 1, p.275-284, 21 jun. 2013.

ESCRIBA, D. M. *et al.* Efeito do molibdênio na composição química da fase sigma em três tipos de aços inoxidáveis. *In: 17º CBECIMAT – CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS*. 17, 2006, Foz do Iguaçu. **Anais [...]**. Foz do Iguaçu, 2006.

ESCRIBA, C. M. *et al.* Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. **Materials Characterization**, n. 60, p. 1214-1219, 2009.

FOLKHARD, E. **Welding metallurgy of stainless steels**. New York, Wiem: Springer Verlag, p. 98-181, 1988.

FONTANA, M. G. **Corrosion Engineering**. Singapore: Tata Mcgraw-hill, 2005.

FREITAS, V.L.A. Avaliação da Potencialidade das Técnicas de Ultrassom na Caracterização de Aços AISI e Aço Inoxidável Duplex. 2009. 100f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2009.

- GARZÓN, C. M; RAMIREZ, A. J. Growth kinetics of secondary austenite in the welding microstructure of a UNS S32304 duplex stainless steel. **Acta Materialia**. V. 54, nº12, p.3321-3331, 2006.
- GENTIL, V. **Corrosão**. 3. Ed. Rio de Janeiro: LTC, 1996.
- GIRALDO, C. P. S. **Precipitação de fases intermetálicas na zona afetada pelo calor de temperatura baixa (ZACTB) na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex**. 2001. Dissertação (mestrado) - Universidade De São Paulo, SP, 2001.
- GHOSH, S.K.; MONDAL, S. High temperature ageing behavior of duplex stainless steel. **Materials Characterization**. v. 59, p. 1776-1783, 2008.
- GONÇALVES, F. J. F.; MARTINS, M. **Tecnologia dos Materiais**. Araranguá: Cefet/SC, 2008. 104 p.
- GONG, Y.M. *et al.* Evaluation of intergranular corrosion susceptibility of UNS S31803 duplex stainless steel with an optimized double loop electrochemical potentiokinetic reactivation method, **Electrochimica Acta**, Volume 55, Issue 18, 15 July 2010, Pages 5077-5083, ISSN 0013-4686.
- GROBNER, P. J. The 885°F (475°C) Embrittlement of ferritic stainless steels. **Metallurgical Transactions**. 1973. P. 251-260. Vol 4.
- GUNN, R. N. **Duplex Stainless Steels - Microstructure, Properties and Applications**. Cambridge, Abington Publishing, 2003.
- HATTESTRAND, M *et al.* Study of decomposition of ferrite in a duplex stainless steels. Influence of the alloying elements. **Journal of Electrochemical Society**, v. 145, p. 3821-3829, 1988.
- HÄTTESTRAND, M. *et al.* Study of decomposition of ferrite in a duplex stainless steel cold worked and aged at 450–500°C. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 499, n. 1-2, p.489-492, jan. 2009.
- HIGA, S. M. **Avaliação da resistência à corrosão e das propriedades mecânicas da junta soldada de aço inoxidável duplex**. 2015. 131f. Dissertação (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2015.
- HILDERS, O.A.; ZAMBRANO, N.; Ochoa, M, J. L. Microstructural evolution and mechanical property-fractal behavior relations of na aged super duplex stainless steel. **Original Research Article**, Caracas, v. 27, n. 2, p.83-107, jul. 2018.
- ISHIDA, M.A. **Avaliação comparativa de barras laminadas do aço AISI 316L com e sem tratamento térmico de solubilização**. 2009. 78 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

JEBARAJ, A. V.; AJAYKUMAR, L. Influence of microstructural changes on impact toughness of weldment and base metal of duplex stainless steel AISI 2205 for low temperature applications. **Procedia Engineering**, [s.l.], v. 64, p.456-466, 2013.

JINLONG, L.V *et al.* Comparison of corrosion properties of passive films formed on coarse grained and ultrafine-grained AISI 2205 duplex stainless steels. **Journal of Electro analytical Chemistry**, v. 757, p. 263-269, 2015.

JONES, D. A. **Principles and prevention of corrosion**. 2. ed. Londres: Pearson, 2013.

KAIN, V. Effect of cold work on low-temperature sensitization behavior of austenitic steels. **Journal of Nuclear Materials**, 2004.

KASHIWAR, A. *et al.* Effect of solution annealing temperature on precipitation in 2205 duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 74, p. 55–63, 2012.

KWOK, C.T. *et al.* Effect of laser surface melting on intergranular corrosion behaviour of aged austenitic and duplex stainless steels. **Corrosion Science**, [s.l.], v. 53, n. 4, p.1581-1591, abr. 2011.

LACERDA, J.C.; CÂNDIDO, L.C.; GODEFROID, L.B. Effect of volume fraction of phases and precipitates on the mechanical behavior of UNS S31803 duplex stainless steel. **International Journal Of Fatigue**, [s.l.], v. 74, p.81-87, maio 2015.

LI, J. *et al.* On the behavior of nitrogen in a low-Ni high-Mn super duplex stainless steel. **Materials and Design**, v. 32, p. 2199-2205, 2011.

LI, X. *et al.* Post-fire mechanical and corrosion properties of duplex stainless steel: Comparison with ordinary reinforcing-bar steel. **Construction And Building Materials**, [s.l.], v. 174, p.150-158, jun. 2018.

LIPPOLD, J. C. **Welding metallurgy and weldability of stainless steels**. Hoboken, New Jersey: John C. Lippold, Damian J. Kotecki. John Wiley & Sons, 2005. Inc.

LO, K. H.. Use of a.c. magnetic susceptibility for temperature measurement and discrimination between spinodal decomposition and sigma phase formation. **Journal Of Nondestructive Evaluation**, [s.l.], v. 30, n. 1, p.41-46, 11 jan. 2011.

LO, K.H.; SHEK, C.H.; LAI, J.K.L. Recent developments in stainless steels. **Materials Science and Engineering R**, [S.l.], v. 65, p. 39-104, 2009.

MAGNABOSCO, R. Kinetics of sigma phase formation in a duplex stainless steel. **Materials Research**, v. 12, p. 321-327, 2009.

MAGNABOSCO, R. **Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205)**. 2001. 207f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

Mandal, A. Processing-microstructure-microtexture-property correlation of Duplex Stainless Steels. **ResearchGate**, p. 1-180, 2016.

MARIANO, N. A. *et al.* Avaliação da resistência à corrosão em aço inoxidável martensítico do tipo Cr-Ni em meio marinho sintético simulando atividades em águas profundas. **Revista Escola de Minas**, v. 59, n. 1, p. 135–139, 2006.

MARTINS, M. **Caracterização microestrutural-mecânica e resistência à corrosão do aço inoxidável super duplex ASTM A890/A890M Grau 6A**. 2006. 260f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.

MARTINS, M *et al.* Effect of stress relief at 350°C and 550°C on the impact properties of duplex stainless steels. **Materials Characterizations**, v. 58, p. 909-916, 2007.

MARTINS, M.; CASTELETTI, L. C. Caracterização microestrutural do aço inoxidável super duplex ASTM A 890 grau 6A. *In*: CONGRESSO NACIONAL DE FUNDIÇÃO, 12, São Paulo, 2005. **Anais [...]**. São Paulo, 2005.

MÉLO, E. B de. **Investigação das transformações de fases do aço UNS S31803 entre 300°C e 650°C**. 2010. 137 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Fei, São Bernardo do Campo, 2010.

MÉLO, E. B de; MAGNABOSCO, R. Transformações de fase a 475°C e 650°C do aço UNS S31803 e sua influência no potencial de pite em solução 0,6M NaCl. *In*: Congresso Anual da ABM, 65, 2010. Rio de Janeiro. **Anais [...]**. Rio de Janeiro, 2010.

MESSER, B., OPREA, V., WRIGHT, A. Duplex Stainless steel welding: best practices **Stainless Steel World**, 2007.

M, M. A.; SHRIKRISHNA, K. A.; SATHIYA, P. Effects of post weld heat treatment on friction welded duplex stainless steel joints. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 21, p. 196-200, 2016.

Mohammed, A. M.; SHRIKRISHNA, K. A.; SATHIYA, P. Effects of post weld heat treatment on friction welded duplex stainless steel joints. **Journal Of Manufacturing Processes**, [s.l.], v. 21, p.196-200, jan. 2016.

NIFFENEGGER, M.; LEBER, H.J. Monitoring the embrittlement of reactor pressure vessel steels by using the Seebeck coeficiente. **Journal of Nuclear Materials**, v. 389, n.1, p. 62-67, 2009.

OLIVEIRA, I. P. G.; LUZ, T.S. Estudo do processo de fabricação de tubos flexíveis de aço inoxidável duplex UNS 32304 utilizados na indústria de petróleo e gás. **Soldagem & Inspeção**, [s.l.], v. 18, n. 1, p.02-11, mar. 2013. FapUNIFESP

PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L. Phase transformation and microstructure. *In*: ALVARES-ARMAS, I.; DEGALLAIX-MOREULI, S. **Duplex Stainless Steels**. London: ISTE Ltd and John Wiley & Sons, v. 1, 2009. cap. 3, p. 115-139.

PADILHA, A. F., PLAUT, R. L.; RIOS, P. R. Stainless steel heat treatment. *In*: TOTTEN, G. E. steel heat treatment HandBook. Boca Raton, USA : USA:Taylor & Francis, 2007. p. 695-739.

PARDAL, J. M., Efeitos dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas, magnéticas e na resistência à corrosão de aços inoxidáveis superduplex, 2009.

PARDAL, J. M. **Aços Inoxidáveis super duplex**: efeitos dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas, magnéticas e resistência à corrosão. São Paulo, SP, 2012.

PARK, C-J; AHN, M-K; KWON, H-S. Influences of Mo substitution by W on the precipitation kinetics of secondary phases and the associated localized corrosion and embrittlement in 29% Cr ferritic stainless steels. **Material Science and Engineering A**, v. 418, p. 211-217, 2006.

PARK, Kyungjin; KWON, Hyuksang. Effects of Mn on the localized corrosion behavior of Fe–18Cr alloys. **Electrochimica Acta**, [s.l.], v. 55, n. 9, p.3421-3427, mar. 2010. Elsevier BV.

PAULRAJ, P.; GARG, R. Effect of intermetallic phases on corrosion behavior and mechanical properties of duplex stainless steel and super-duplex stainless steel. **Advances In Science And Technology Research Journal**, v. 9, p. 87-105, 2015.

PETROVIČ, D.S. *et al.* The effect of cooling rate on the solidification and microstructure evolution in duplex stainless steel. **Journal Of Thermal Analysis And Calorimetry**, [s.l.], v. 109, n. 3, p.1185-1191, 31 mar. 2012.

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

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. **Phase Transformation in Metals and Alloys**. 2ed. USA: CRC Press, 1992, p. 12-13; 18-20; 209-311.

RAJU, S. *et al.* Characterisation of thermal stability and phase transformation energetics in tempered 9Cr–1Mo steel using drop and differential scanning calorimetry. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 465, n. 1-2, p.29-37, set. 2007.

RAMANATHAN, L.V. **Corrosão e seu controle**. São Paulo: Hermus, 1998.

RAMIREZ, A. J; LIPPOLD, J. C; BRANDI, S. D. The relationship between Chromium Nitride and secondary austenite precipitation in duplex stainless steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 34^a, p. 1575-1597, 2003.

RAYNOR, G. V.; RIVLIN, V. G. Phase equilibria in iron ternary alloys. A critical assessment of the experimental literature. **The Institute of Metals**. p. 316-332, 1988.

REVIE, R. W. **Corrosion and Corrosion Control: An Introduction to Corrosion Science and Engineering**. 3. ed. Hoboken: Wiley, 2008.

REZENDE, S. C. **Estudo do Mo na microestrutura e na resistência à corrosão em aço inoxidável duplex**. 2018. 110f. Dissertação (mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Federal de Alfenas, Poços de Caldas, 2018.

REZENDE, S.C. *et al.* Effect of solution annealing time on the microstructure and corrosion resistance of duplex stainless steel. **Materials Science Forum**, [s.l.], v. 930, p.374-379, set. 2018.

REZENDE, S.C. *et al.* Influence of molybdenum on microstructure and pitting corrosion behavior of solution-treated duplex stainless steel in a lithium chloride solution. **Materials Research**, [s.l.], v. 22, n. 1, p.1-11, 2019.

RIBEIRO, F. A.; SANTOS, H. Modificações da composição química do aço inoxidável duplex vazado 25Cr-6Ni-3Mo-3Cu para melhoria da resistência à corrosão por picadas. **Ciência & Tecnologia dos Materiais**, v. 21, n. nº 1/2, p. 68–83, 2009.

RIVOLTA, B.; GEROSA, R.; TAVASCI, F. The dilatometric technique for studying sigma phase precipitation kinetics in F55 steel grade. **Journal Of Thermal Analysis And Calorimetry**, [s.l.], v. 132, n. 2, p.869-877, 19 jan. 2018.

SAEID, T. *et al.* Effect of friction stir welding speed on the microstructure and mechanical properties of a duplex stainless steel. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 496, n. 1-2, p.262-268, nov. 2008.

SAHU, J.K *et al.* Effect of 475°C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 508, p. 1-14, 2009.

SENATORE, M.; FINZETTO, L.; PEREA, E. Estudo comparativo entre os aços inoxidáveis dúplex e os inoxidáveis AISI 304L/316L. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, n. 60, p.175-181, 2007.

SEDRIKS, J. A. **Corrosions of stainless steels**. New york : John Wiley & Sons, 1996. Vol. 2ª ed.

SHARIQ, A. *et al.* Direct observation on quantification of nanoscale decomposition in super duplex stainless steel weld metals. **Journal of nanoscience and nanotechnology**, 2009. P. 3657-3664. Vol. 9.

SILVA, C. H. P. **Estudo do efeito da temperatura de tratamento térmico na corrosão localizada do aço inoxidável duplex UNS S31803**. 2014. 99 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2014.

SILVA, E. *et al.* Classification of Induced Magnetic Field Signals for the Microstructural Characterization of Sigma Phase in Duplex Stainless Steels. **Metals**, [s.l.], v. 6, n. 7, p.164-180, 14 jul. 2016.

SILVA, E. de M. *et al.* Phase transformations evaluation on a UNS S31803 duplex stainless steel based on nondestructive testing. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 516, n. 1-2, p.126-130, ago. 2009.

SILVA, R. *et al.* Effect of thermal aging at 475 °C on the properties of lean duplex stainless steel 2101. **Materials Characterization**, [s.l.], v. 114, p.211-217, abr. 2016.

SIMÕES, M. S.; CASTRO, A. L. R.; ANDRADE, M. S. Atrito interno em aços inoxidáveis austeníticos contendo cobre. **Rem: Rev. Esc. Minas** [online]. 2010, vol.63, n.1, pp.51-55. ISSN 0370-4467. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0370-44672010000100009>>.

SIEWERT, T. A.; MCCOWANN, C. N.; OLSON, D. L. Ferrite number prediction to 100 fn in stainless steel weld metal. **Welding Journal**, v. 67, n. 12, p. 289s-298s, 1988.

SMUK, O. **Microstructure and properties of modern P/M super duplex stainless steels**. Tese (doutorado) - Royal Institute of technology. Stockholm-Sweden: s.n., 2004.

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

STRADOMSKI, D.; DYJA, Z. Sigma phase precipitapion in duplex phase stainless steels. **Materials Science Technology**.P. 4-5, 2004.

STROBEL FILHO, E. **Efeito do tratamento térmico na resistência à corrosão do aço inoxidável martensítico CA6NM em meio marinho sintético**. 2005. 102f. Dissertação (Mestrado) – Universidade São Francisco, Itatiba, 2005.

SZKLARSKA-SMIALOWSKA, Z. Mechanism of Pit Nucleation by Electrical Breakdown of the passive film. **Corrosion Science**, v.44, p.1143-1149, 2002.

TAN, H. *et al.* Annealing temperature effect on the pitting corrosion resistance of plasma arc welded joints of duplex stainless steel UNS S32304 in 1.0M NaCl. **Corrosion Science**, v. 53, n. 6, p. 2191-2200, 2011.

TANG, Y.m.; ZUO, Y.; ZHAO, X.h.. The metastable pitting behaviors of mild steel in bicarbonate and nitrite solutions containing Cl⁻. **Corrosion Science**, [s.l.], v. 50, n. 4, p.989-994, abr. 2008.

TAVARES, S.S.M.; SILVA, M.R. da; J.M. NETO,. Magnetic property changes during embrittlement of a duplex stainless steel. **Journal Of Alloys And Compounds**, Elsevier Bv, v. 313, p.168-173, jun. 2000.

TAVARES, S.S.M. *et al.* Corrosion resistance evaluation of the UNS S31803 duplex stainless steels aged at low temperatures (350 to 550°C) using DL-EPR tests., p. 4025 – 4028, 2005.

Tehovnik, F *et al.* Microstructure evolution in SAF 2507 super duplex stainless steel. **Materials Technologic**, v. 45, p. 339-345, 2011.

TERADA, M. **Estudo da fragilização de 475°C nos aços inoxidáveis duplex ferríticos DIN W. Nr 1.4575 (28%Cr-4%NiMo-Nb) e INCOLOY MA 956 (20%Cr-5%Al-Ti-Y2O3)**. 2003. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo.

TERADA, M. **Corrosão de aços inoxidáveis avançados em meios fisiológicos**. 2008. Tese (doutorado) – Instituto de Pesquisas Energéticas e nucleares, São Paulo.

TOTTEN, G. E. **Steel heat treatment: metallurgy and Technologies**. 2. Ed., NY: Taylor & Francis Group, 2006, p. 695-735.

VALERIANO, L. C. **Ifluência da precipitação de fase secundária na resistência à corrosão do aço inoxidável super duplex UNS S32520**. 2012, 100f. Dissertação (mestrado). Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2012.

VALERIANO, L. C. *et al.* Influence of the Solution-Treatment Temperature and Short Aging Times on The Electrochemical Corrosion Behaviour of Uns S32520 Super Duplex Stainless Steel. **Materials Research**, [s.l.], v. 22, n. 4, p.1-7, 2019.

VERMA, J.; TAIWADE, R. V. 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**, v. 25, p. 134- 152, 2017.

VIJAYALAKSHMI, K.; MUTHUPANDI, V.; JAYACHITRA, R. Influence of heat treatment on the microstructure, ultrasonic attenuation and hardness of SAF 2205 duplex stainless steel. **Materials Science And Engineering: A**, v. 529, p.447-451, 2011.

WANG, S; MA, Q; LI, Y. Characterization of microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of dissimilar welded joint between 2205 duplex stainless steel and 16MnR. **Materials & Design**, v. 32, n. 2, p. 831-837, 2011.

WASHKO, S. D. e AGGEN, G. **Wrought stainless steels**. *In*: ASM handbook properties and selection: irons, steels, and high performance alloys. [s.l.] : ASM International, 1998. Vol. 1.

WENG, K.I; CHEN, H.R; YANG, J.R. The low-temperature aging embrittlement in a 2205 duplex stainless steel. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 379, n. 1-2, p.119-132, ago. 2004.

WOLYNEC, Stephan. **Técnicas Eletroquímicas em corrosão**. São Paulo: Edusp, 2003.

YAMADA, T., OKANO, S.; KUWANO, H. Mechanical property and microstructural change by thermal aging of SCS14A cast duplex stainless steel. **Journal of nuclear materials**, v. 350, p. 47-55, 2006.

YOO, Y-A. *et al.*, Effects of Ce, La and Ba addition on electrochemical behavior of super duplex stainless steels. **Corrosion Science**, v. 52, p. 1123-1129, 2010.

APÊNDICE A – Produções bibliográficas

A – Trabalhos apresentados em Eventos Científicos

- 1- **DAINEZI, I.**; REZENDE, S. C.; APOLINARIO, R. C.; SOUSA, L. L.; MARIANO, N. A. EFEITO DA CORROSSÃO POR PITE EM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX EM MEIO SUPERSATURADO DE CLORETO DE LÍTIO. *In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (Cbecimat)*, Foz do Iguaçu, 2018.
- 2- **DAINEZI, I.**; REZENDE, S. C.; APOLINARIO, R. C.; SOUSA, L. L.; MARIANO, N. A. INFLUÊNCIA DO MOLIBDÊNIO NA MICROESTRUTURA DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX. *In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (Cbecimat)*, Foz do Iguaçu, 2018.
- 3- **DAINEZI, I.**; RAMOS, E.C.T; MOTA, M.A.; SOUSA, L.L.; MARIANO, N.A. MELHORIA DA CORROSÃO E DESGASTE DE AÇOS EMPREGADOS NAS INDÚSTRIAS QUÍMICAS. *In: 4º Simpósio Integrado Unifal-MG*, 29 out. á 29 nov. 2018, Alfenas – MG.
- 4- **DAINEZI, I.**; SOUSA, L. L.; MARIANO, N. A. THE EFFECT OF THERMAL AGING TREATMENT ON THE MICROSTRUCTURE OF SAF 2205 DUPLEX. *In: XVIII Brazilian Materials Research Society-SBPMatBrazil*, Balneário Camboriú, Setembro 2019.
- 5- APOLINARIO, R. C.; **DAINEZI, I.**; SOUSA, L. L.; MARIANO, N. A. THE EFFECT OF RAPID SOLIDIFICATION PROCESSING ON AUSTENITIC STAINLESS STEEL AISI 316L. *In: XVIII Brazilian Materials Research Society-SBPMatBrazil*, Balneário Camboriú, Setembro 2019.
- 6- **DAINEZI, I.**; SOUSA, L.L.; MARIANO, N.A. INFLUÊNCIA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS DE SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO

NA MICROESTRUTURA DO SAF 2205. *In: 5º Simpósio Integrado Unifal-MG*, Alfenas, outubro 2019.

- 7- Grillo, J.N.; **DAINEZI**, I.; Ferreira, C.C.; SOUSA, L.L.; MARIANO, N.A. ESTUDO DO MECANISMO DE CORROSÃO EM AÇOS INOXIDÁVEIS EM MEIOS CONTENDO ÍONS DE CLORO. *In: 5º Simpósio Integrado Unifal-MG*, Alfenas, outubro 2019.

B – Artigos publicados em periódicos

- 1- REZENDE, S.; **DAINEZI**, I.; APOLINARIO, R. C.; SOUSA, L.L.; MARIANO, N. A. INFLUENCE OF MOLYBDENUM ON SOLUTION-TREATED AND ON THE CORROSION BY PITE OF DUPLEX STAINLESS STEEL IN SOLUTION OF LITHIUM CHLORIDE. *Materials Research-Ibero-american Journal of Materials*, v.22, n.1, 2019.

C – Artigos submetidos para publicação em periódicos

- 1- SOUSA, L. L.; FERREIRA, C. C.; APOLINÁRIO, R. C.; SOUZA, B. F. G.; **DAINEZI**, I.; CHEMIN, A. E. A. INCREASE OF COLORED ANODIC OXID FILMS ON THE Ti-13Nb-13Zr ALLOY. *Materials Research Express*, 2019.