

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

**ESTUDO DA PRESENÇA DE FERRITA DELTA COM A
VARIAÇÃO DE NÍQUEL E TRATAMENTO TÉRMICO EM UM
AÇO AISI 304L COM ÊNFASE NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS**

ADRIELLE DÉBORA RICARTE

SÃO CARLOS -SP
[2023]

**ESTUDO DA PRESENÇA DE FERRITA DELTA COM A VARIAÇÃO
DE NÍQUEL E TRATAMENTO TÉRMICO EM UM AÇO AISI 304L COM
ÊNFASE NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos, como requisito para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Guilherme Koga

São Carlos-SP
[2023]



ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO (TCC)

NOME: Adrielle Debora Ricarte

RA: 744361

TÍTULO: Estudo da presença de ferrita delta com a variação de níquel e tratamento térmico em um aço AISI 304L com ênfase nas propriedades mecânicas

ORIENTADOR(A): Prof. Dr. Guilherme Yuuki Koga

CO-ORIENTADOR(A):

DATA/HORÁRIO: 15/03/2023, 08h

BANCA – NOTAS:

	Monografia	Defesa
Prof. Dr. Guilherme Yuuki Koga	10,0	10,0
Prof. Dr. Francisco Gil Coury	10,0	10,0
Média	10,0	10,0

BANCA – ASSINATURAS:

Prof. Dr. Guilherme Yuuki Koga

Documento assinado digitalmente
gov.br GUILHERME YUUKI KOGA
Data: 15/03/2023 10:19:47-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Francisco Gil Coury

Documento assinado digitalmente
gov.br FRANCISCO GIL COURY
Data: 15/03/2023 14:48:00-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Ednéa e Luíz, pelo amor, incentivo e apoio incondicional durante toda a minha trajetória.

A minha irmã, Annelyse, pelo incentivo e palavras de carinho durante a realização deste trabalho.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Guilherme Koga pelos conselhos, apoio e sugestões ao longo deste trabalho.

À estimada equipe da Engenharia de Produto e Engenharia de Processos da Villares Metals S.A. Ao Ms. Herbert Jakstas Toth pelos ensinamentos e lições que geraram grande aprendizado em minha carreira.

Ao Ms. Luiz Antunes, pela importante orientação e apoio durante o trabalho. Ao Victor Hugo, pelo incentivo e enorme auxílio neste trabalho.

Aos queridos colaboradores da Villares Metals S.A., em especial aos dos laboratórios metalográfico e de pesquisa da Villares Metals, que auxiliaram diretamente nas etapas experimentais do trabalho: Alexsandro Brandão, Vinícius Freire, José Carlos e Alexandre Farina.

Às grandes amigas: Giulia Meneguel Coltro e Caroline Moraes Garcia por todo o apoio que perdura há longos anos e pelo carinho e amizade que nunca foi enfraquecida pela distância.

À Villares Metals S.A. pela oportunidade.

A todos que indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

RESUMO

As propriedades dos aços inoxidáveis austeníticos podem ser degradadas em serviço, quando conter ferrita delta na microestrutura. Em pequenas quantidades a ferrita delta diminui a susceptibilidade a trincas de solidificação e aumenta a resistência à tração, porém reduz a ductilidade. A distribuição e quantidade da ferrita delta formada dependem da composição química do aço e da velocidade de solidificação. Nestes aços a adição de níquel estabiliza a fase austenita à temperatura ambiente, mas é necessário controle, pois a alteração no percentual volumétrico residual de ferrita delta influencia as propriedades mecânicas. Desta forma, neste trabalho foi analisado a fase ferrita delta no aço 304L após tratamentos térmicos. Foi analisado a influência da ferrita delta e dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas utilizando as técnicas de microscopia ótica (MO), cálculos termodinâmicos pelo método Calphad, espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS), quantificação de ferrita delta por meio do método de permeabilidade magnética (ferritoscopia) e os ensaios de dureza e tração. Os resultados obtidos evidenciaram a diminuição desta fase com o aumento do tempo de recozimento, chegando praticamente à sua eliminação com o tratamento. O comportamento em tração do material solubilizado diminui com relação a resistência mecânica, mas a ductilidade aumenta na condição tratada. O material sem tratamento de solubilização apresentou propriedades opostas ao material com tratamento, com resistência máxima e de escoamento superior. Também foi possível observar que as amostras solubilizadas apresentaram menor quantidade de ferrita e o aspecto da ferrita também difere das amostras não solubilizadas, devido à sua dissolução e esferoidização após o tratamento de solubilização. Concluiu-se que é necessário o controle da fração volumétrica de ferrita delta formada em aços inoxidáveis austeníticos, sendo inferior a 3% nos aços totalmente solubilizados e até 20% nos fundidos, visto que é principalmente a partir deste microconstituente que a fase sigma precipita.

Palavras-chave: Aços inoxidáveis austeníticos. Ferrita delta (δ). Propriedades mecânicas.

ABSTRACT

The properties of austenitic stainless steels can be degraded in service when containing delta ferrite in the microstructure. In small quantities, delta ferrite reduces susceptibility to solidification cracks and increases tensile strength, but reduces ductility. The distribution and quantity of the formed delta ferrite depend on the chemical composition of the steel and the speed of solidification. In these steels the addition of nickel stabilizes the austenite phase at room temperature, but control is necessary, because the change in the residual volumetric percentage of delta ferrite influences the mechanical properties. Thus, in this work, the ferrite delta phase in 304L steel after thermal treatments was analyzed. The influence of delta ferrite and heat treatments on mechanical properties was analyzed using optical microscopy (OM), thermodynamic calculations by calphad method, energy dispersion X-ray spectroscopy (EDS), delta ferrite quantification by magnetic permeability (ferritoscopy) method and hardness and tensile assays. The results obtained showed the decrease of this phase with the increase of annealing time, reaching practically its elimination with the treatment. The tensile behavior of the solubilized material decreases with respect to mechanical resistance, but ductility increases in the treated condition. The material without solubilization treatment presented properties opposite to the material with treatment, with maximum resistance and superior yield. It was also possible to observe that the solubilized samples presented a lower amount of ferrite and the ferrite aspect also differs from the non-solubilized samples, due to their dissolution and spartoidization after solubilization treatment. It was concluded that it is necessary to control the volumetric fraction of delta ferrite formed in austenitic stainless steels, being less than 3% in fully solubilized steels and up to 20% in fused steels, since it is mainly from this microconstituent that the sigma phase precipitates.

Keywords: Austenitic stainless steels. Ferrita delta (δ). Mechanical properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Ilustração da taxa de corrosão dos aços cromos expostos a uma atmosfera nociva (CARBÓ, 2001)	3
Figura 2: : Diagrama equilíbrio Fe-Cr, mostrando os campos de existência da ferrita e da austenita (FERREIRA, 2009).	6
Figura 3: Microestrutura do 304 onte: (MARKOVICOKA, 2019)	7
Figura 4: Microestrutura do aço inoxidável austenítico. a) AISI 304 solubilizado, ataque ácido oxálico; b) AISI 310 solubilizado, ataque glicérica (COLPAERT, 2008).	7
Figura 5: Microestrutura de alguns aços inoxidáveis austeníticos com presença de ferrita delta em forma de veios finos: (a) aço 203 atacado com reagente de Ralph; (b) 302-HQ atacado com reagente de Kalling; (c) 316L atacado com gliceréia; (d) 304 atacado com uma solução eletrolítica de 20% NaOH a 3 Volts por 20 segundos, conforme a norma ASTM A-240	8
Figura 6: – Diagrama de fase ternário Fe-Cr-Ni para diferentes secções isotérmicas: (a) 1400°C, (b) 1100°C, (c) 650°C. (PINHEIRO, 2020).	9
Figura 7: Variação do limite de escoamento, limite de resistência, alongamento e estricção com a porcentagem em volume de ferrita. Adaptado de (DAHL, 1984).	12
Figura 8: Relação dos teores de Cr e de C sobre campo austenítico (CHIAVERINI, 1996 apud PAREDES, 2020)	13
Figura 9: Desenho esquemático da região empobrecida em cromo (TEBECHERANI, s.d.).....	15
Figura 10: Diagrama de Schaeffler (SANTOS, 2022).	18
Figura 11: Descrição das amostras avaliadas. Criado pela autora.	20
Figura 12: Micrografia do corpo de prova.Fonte: criada pela autora.	24
Figura 13: Micrografia do corpo de prova. Fonte: criada pela autora.	24
Figura 14: - Imagens de microsonda por elétrons secundários da amostra 1. Fonte: criada pela autora.	26
Figura 15: : Imagens de microsonda, por elétrons secundários da amostra 2. Fonte: criada pela autora.	26
Figura 16: : (a) Micrografias da fase ferrita-delta na amostra 1 (Cr, Ni); (b) Difrátogramas da fase ferrita-delta (Cr, Ni). Fonte: criada pela autora	27
Figura 17: (a) Micrografias da amostra 2 (Cr, Ni); (b) Difrátogramas (Cr, Ni). Fonte:	

criada pela autora.	29
Figura 18: Micrografia do corpo de prova da amostra 3. Fonte: criada pela autora.	30
Figura 19: Micrografia do corpo de prova da amostra 4. Fonte: criada pela autora.	32
Figura 20: Imagens de microsonda, por elétrons secundários da amostra 3. Fonte: criada pela autora	32
Figura 21: - (a) Micrografias na amostra 3 (Cr, Ni); (b) Difrátogramas (Cr, Ni). Fonte: criado pela autora	33
Figura 22: - (a) Micrografias na amostra 3 (Cr, Ni); (b) Difrátogramas (Cr, Ni). Fonte: criado pela autora	34
Figura 23: (a) Micrografias da amostra 4 (Cr, Ni); (b) Difrátogramas (Cr, Ni). Fonte: criada pela autora	35
Figura 24: Fração de fases em equilíbrio presentes nas amostras 1 e 2 do aço 304L deste trabalho, conforme a temperatura. Fonte: criada pela autora.	37
Figura 25: Fração de fases em equilíbrio presentes nas amostras 3 e 4 do aço 304L deste trabalho, conforme a temperatura. Fonte: criada pela autora	38
Figura 26: Diagrama de Schaeffler e DeLong calculado para as corridas A e B. Fonte: criada pela autora.	40
Figura 27: Dureza média em relação ao percentual de Níquel. Fonte: criada pela autora	42
Figura 28: Dureza média em relação ao percentual de Níquel. Fonte: criada pela autora	42
Figura 29: Propriedades mecânicas das amostras CP1, CP2, CP3 e CP4. Fonte: criada pela autora.	44
Figura 30: Relação do teor de Ni das amostras CP1, CP2, CP3 e CP4. Fonte: criada pela autora.	44
Figura 31: Propriedades mecânicas das amostras CP1, CP2, CP3 e CP4. Fonte: criada pela autora.	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Composição química dos principais aços inoxidáveis austeníticos (% em massa), conforme norma ASTM A-240	4
Tabela 2: : Composição química (% em massa) das amostras avaliadas e do aço inoxidável austeníticos 8Ni/18Cr. Fonte: criada pela autora.	19
Tabela 3: Reagente utilizado para análise das amostras. Criado pela autora. ...	21
Tabela 4: Amostras 1,2,3 e 4, formato físico, tratamento térmico ocorrido em cada uma e tamanho de grão. Fonte: Criada pela autora	23
Tabela 5: Quantidade de ferrita delta encontrada nas amostras CP1, CP2, CP3 e CP4. Fonte: criada pela autora.	38
Tabela 6: Comparação da ferrita delta encontrada por ferritoscópio e pelo calculado no diagrama de Schaeffler. Fonte: criada pela autora	38
Tabela 7: Valores de dureza nas amostras. Fonte: criada pela autora.	40
Tabela 8: Propriedades avaliadas nas 4 amostras. Fonte: criada pela autora. ...	43

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	2
2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS	2
2.1.1. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS AÇOS TIPO 304	4
2.1.2. MICROESTRUTURA DE AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS	6
2.1.2.1. Fases secundárias	10
2.1.3. INFLUÊNCIA DE ELEMENTOS DE LIGA EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS	12
2.2. CORROSÃO EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS	14
2.3. FERRITA DELTA	15
2.4. MÉTODOS PARA PREVISÃO E MEDIÇÃO DE FERRITA DELTA	17
3. MATERIAIS E MÉTODOS	19
3.1 MATERIAIS	19
3.1. MÉTODOS	20
3.2.1. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS	20
3.2.2. CÁLCULOS DO TERMOCALC	21
3.2.3. ANÁLISE MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS	21
3.2.4. ENSAIO DE DUREZA	21
3.2.5. ENSAIO DE TRAÇÃO	22
3.2.6. FERRITOSCOPIA	22
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	23
4.1. CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL	23
4.2. CÁLCULOS TERMODINÂMICOS	37
4.3. MEDIÇÕES DE FERRITA DELTA	38
4.4. ENSAIOS MECÂNICOS	40
4.4.1. DUREZA	41
4.4.2. TRAÇÃO	42
5. CONCLUSÃO	46
REFERÊNCIAS	48

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos são os mais amplamente utilizados na indústria de processo devido à grande faixa de meios corrosivos em altas e baixas temperaturas. Esses aços são facilmente forjados, conformados e soldados, pois não apresentam transição de fratura frágil/dúctil como aços ferríticos (PASSOS; OTUBO, 2010).

Na fabricação de equipamentos, a maioria dos produtos em aços inoxidáveis austeníticos passa pelos processos de fundição, trabalhos termomecânicos, estágios de conformação final a quente ou frio, tratamentos térmicos específicos e por tratamentos superficiais, variando conforme a finalidade (PASSOS; OTUBO, 2010).

Caso técnicas específicas não sejam observadas na fabricação e montagem, propriedades importantes dos aços inoxidáveis austeníticos podem ser afetadas pelas etapas de forjamento, conformação, tratamento térmico e soldagem. Por exemplo, na soldagem, presença de certa fração volumétrica de ferrita delta é necessário para impedir trincas de solidificação (PASSOS; OTUBO, 2010).

Diante disso, o objetivo geral deste trabalho é determinar e avaliar a influência da variação de níquel relacionada à ferrita delta em um aço inoxidável austenítico 304L. O objetivo específico é avaliar a influência dos elementos e tratamentos térmicos nas propriedades deste aço, utilizando as técnicas de microscopia ótica (MO), cálculos termodinâmicos pelo método de Calphad, espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS), quantificação de ferrita delta por meio do método de permeabilidade magnética (ferritoscopia) e os ensaios de dureza e tração.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1. AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

O aço consiste em uma liga formada principalmente por ferro (Fe) e carbono (C), do qual 0,008% a aproximadamente 2,11% é composto por carbono. Além desses elementos, há outros oriundos do processo de fabricação, como o enxofre (S) e o fósforo (P) (CHIAVERINI, 1998). O aço inoxidável é definido como uma liga entre os elementos ferro, carbono e cromo. A quantidade mínima de cromo nesse tipo de aço é de 11,5%, responsável por aumentar a resistência à corrosão através da formação de uma camada protetora de compostos ricos em cromo e oxigênio. Estes, por sua vez, isolam o meio oxidativo e corrosivo do metal base por meio do processo de passivação (PAREDES, 2020).

A passivação ocorre por meio dos processos de formação e dissolução de uma camada fina de óxidos mistos de ferro, cromo e entre outros que acarretam na formação de uma película sobre o metal. Assim, o grau de resistência do aço inoxidável à corrosão é definido por três fatores em relação à passivação (medida de perda de massa): taxa de dissolução em meio corrosivo, impermeabilidade da camada e dissolução em meio corrosivo (COSTA; MEI, 1988 *apud* VIEIRA, 2016). A Figura 1 relaciona a taxa de corrosão do aço inoxidável com o teor de cromo presente em um tempo estimado de exposição em atmosfera rural, que significa não ter poluentes, gases ou fuligem, ou seja, fora de um meio corrosivo.

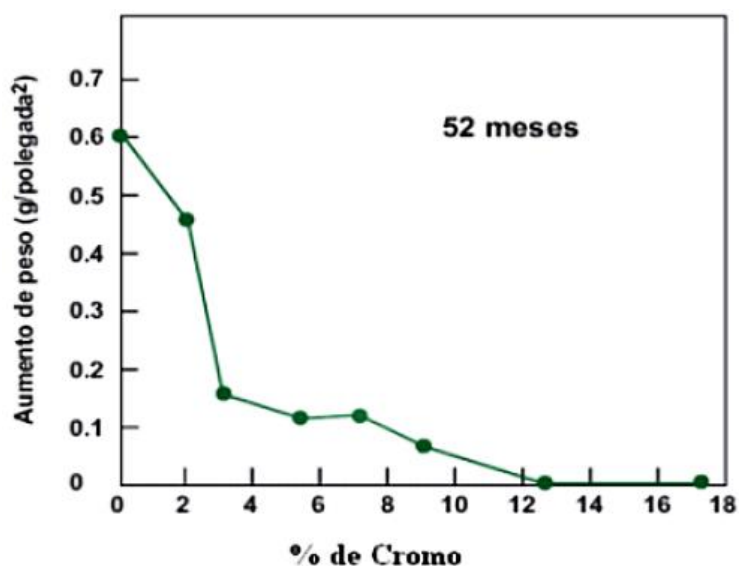


Figura 1: Ilustração da taxa de corrosão dos aços ao cromo expostos a uma atmosfera rural (CARBÓ, 2001).

Segundo Castro (2005), características como composição química, fase predominante na sua microestrutura e processamento termomecânico permitem classificar os aços inoxidáveis como: austenítico, ferrítico, martensítico, duplex e endurecíveis por precipitação. Quanto à composição química, os elementos de liga são os responsáveis pela estabilização das fases. Elementos como o níquel (Ni), carbono (C) e nitrogênio (N) estabilizam a austenita e os elementos cromo (Cr), silício (Si), molibdênio (Mo), nióbio (Nb), vanádio (V), tungstênio (W), titânio (Ti), tântalo (Ta) e alumínio (Al) estabilizam a ferrita (SOLOMON; DEVINE, 1979 *apud* BERGAMI; CRETON, 2017). A adição de níquel como elemento de liga, por exemplo, modifica a estrutura ferrítica do aço inox em austenítica e conseqüentemente uma série de propriedades também sofrem alterações (CARBÓ, 2008).

Uma propriedade importante do aço inoxidável austenítico é uma estrutura cúbica de face centrada (CFC), que possibilita a utilização de elementos austenitizantes como o níquel, manganês e nitrogênio (DAVIS, 1994 *apud* MORAIS, 2010). Aços inoxidáveis austeníticos se destacam pelas satisfatórias propriedades de conformabilidade, resposta aos processos de soldagem, ductilidade e dureza. No entanto, a alta quantidade de elementos de liga aumentam o seu custo em relação aos outros aços inoxidáveis (VIEIRA, 2016).

O aço inoxidável austenítico apresenta em sua composição cerca de 16-

30% de ferro-cromo e 8-35% de níquel. Também pode ser encontrado manganês na composição, que assim como o cromo e o níquel é estabilizador de austenita. A série 300 representa a classe mais utilizada dos aços inoxidáveis austeníticos, pois são mais resistentes à corrosão (DAVIS, 1994 *apud* MORAIS, 2010). Essa classe inclui o AISI 301, 302, 304, 304L, 308, 310, 316, 316L, 317, 321, 347 (SILVA; MEI, 2010). Segundo Vieira (2016), um número reduzido de ligas austeníticas apresenta adições de manganês e nitrogênio satisfatórias para a substituição parcial ou total do níquel, sendo assim, classificados na série 200, a qual inclui aços AISI 201, 202 e 204).

2.1.1. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS AÇOS TIPO 304

Os aços inoxidáveis austeníticos 304 são ligas no sistema Fe-Cr-Ni, podendo abranger outros elementos. O aço tipo 304 apresenta em sua composição 0,08% de carbono, 2% de manganês, 1% de silício, 0,45% de fósforo, 0,3% de enxofre, 18 a 20% de cromo e 8-10,5% de níquel (ARINOX, 2015). A principal diferença entre os aços 304 e o 304L está no teor máximo de carbono: ligas com a sigla “L” (de *Low*) apresentam baixo teor de carbono em sua composição (máximo de 0,03%); o pouco carbono é benéfico, pois impede que ocorra a precipitação de carbonetos de cromo nos contornos do grão (ROXADELLI; RAMOS, 2019; ARINOX, 2015). A Tabela 1 apresenta as composições químicas dos tipos mais comuns de aços inoxidáveis austeníticos.

Tabela 1: Composição química dos principais aços inoxidáveis austeníticos (% em massa), conforme norma ASTM A-240.

AISI	%C	%Mn	%Si	%Cr	%Ni	% Outros
304	0,08	2	1	18 – 20	8 – 10,5	0,1 N
304L	0,03	2	0,75	18 – 20	8 – 10,5	0,1 N
304H	0,04 – 0,1	2	0,75	18 – 20	8 – 10,5	0,1 – 0,6 N
304N	0,08	2	0,75	18 – 20	8 – 10,5	-
316	0,08	2	0,75	18 – 20	10 – 14	2 – 3 Mo
316L	0,03	2	0,75	16 – 18	10 – 14	2 – 3 Mo 0,1 – 0,6 N
317L	0,03	2	0,75	18 – 20	11 – 15	3 – 4 Mo 0,1 N
321	0,08	2	0,75	17 – 19	9 – 12	0,1 N
347	0,08	2	0,75	17 – 19	9 – 12	-

310S	0,08	2	1,5	24 – 26	19 – 22	-
201	0,15	5,5 – 7,5	0,75	16 – 18	3,5 – 5,5	0,1 N

A composição de aços austeníticos é equilibrada a fim de reduzir a formação da fase ferrita, pois ela dificulta a manipulação sob altas temperaturas, além de reduzir a resistência do material à corrosão por pite. Quando exposto a elevadas temperaturas, a fase ferrita acarreta na formação da fase sigma, que reduz a ductilidade, tenacidade, resistência à corrosão por fresta e por pite. As fases ferrita e austenita na formação de solução sólida diferem nos limites de solubilidade de carbono, definidos pelo tamanho e posição intersticiais nas estruturas cúbica de corpo centrado e cúbica de face centrada. Ao ultrapassar esse limite ocorre a formação de cementita (Fe_3C), um carboneto muito duro e frágil. (SEDRIKS, 1996 *apud* FRANZOTTI, s.d).

Assim, o cromo age como um estabilizador da fase ferrita, reduzindo o campo austenita (γ), que ocorre entre 850-1400 °C (SANCHES, 2009). O caráter de elevada resistência a corrosão faz do cromo o elemento mais importante na composição do aço inoxidável 304L. No entanto, a concentração desbalanceada desse elemento leva à desestabilização da austenita e favorece a formação de outras fases. Embora o níquel seja o principal estabilizador da austenita, a influência de sua concentração é bem menor se comparada ao cromo (CARBÓ, 2008; SOUZA, 2006). A Figura 2 demonstra que à medida que a quantidade de cromo aumenta, reduz-se a quantidade da austenita e a ferrita é estabilizada para quantidades maiores que 13% de Cr.

No estado fundido ou soldado, alguns aços inoxidáveis austeníticos apresentam em sua composição uma certa quantidade de ferrita delta. A precipitação da fase sigma a partir da ferrita delta é prioritária e mais rápida, pois a difusão do cromo e do molibdênio é 100 vezes mais rápida na ferrita do que na austenita. Para os aços inoxidáveis duplex, a decomposição da ferrita delta ocorre do mesmo modo mediante uma reação eutetóide do tipo: $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_{\text{secundária}}$, pois a ferrita delta é abundante em elementos facilitadores para a formação da fase sigma (GUILHERME; OLIVEIRA, 2012).

A composição química da fase sigma formada através da ferrita delta é mais rica em cromo, molibdênio e silício do que a formada a partir da austenita no contorno dos grãos. O tempo de precipitação da fase sigma em um aço inoxidável AISI 308L com cerca de 8% de ferrita delta é inferior a 0,3 horas na temperatura de 800 °C. Já o tempo de precipitação da fase sigma a partir da

austenita, na mesma condição, é superior a 30 horas (GUILHERME; OLIVEIRA, 2012).

Conforme mostra a Figura 2, a solidificação começa com a formação da ferrita delta, que possui estrutura cristalina CCC. O efeito ferrizante do cromo faz com que o campo de existência da austenita (γ) seja reduzido, estabilizando a ferrita para teores superiores a 13% de cromo. No diagrama de equilíbrio, o ponto de formação da fase sigma ocorre em temperaturas inferiores a 850 °C para ligas com 20-70% de cromo, quando expostas a temperaturas entre 500 e 850 °C (ZINGALES; QUARTARONE; MORETTI, 1985 *apud* GUILHERME; OLIVEIRA, 2012).

A cinética de precipitação da fase sigma de aços inoxidáveis com estrutura completamente austenítica é muito lenta, logo, para que ocorra a formação significativa da fase sigma, seriam necessários milhares de horas na faixa de temperatura de precipitação (GUILHERME; OLIVEIRA, 2012).

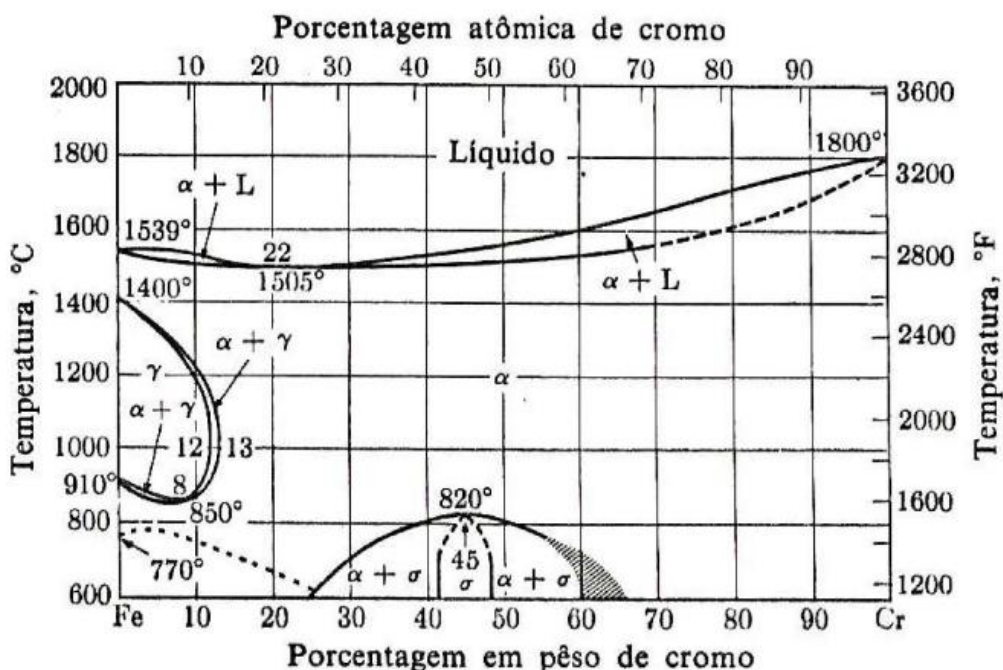


Figura 2: Diagrama equilíbrio Fe-Cr, mostrando os campos de existência da ferrita e da austenita (FERREIRA, 2009).

2.1.2. MICROESTRUTURA DE AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

A principal microestrutura de aços inoxidáveis austeníticos é a austenita. Como esse material não é endurecido por tratamento térmico, o aumento da dureza e da resistência mecânica são obtidos pelo encruamento, acúmulo de

discordâncias (SABARÁ, 2013). A alta estabilidade dos grãos austeníticos pode ser observada na figura abaixo.

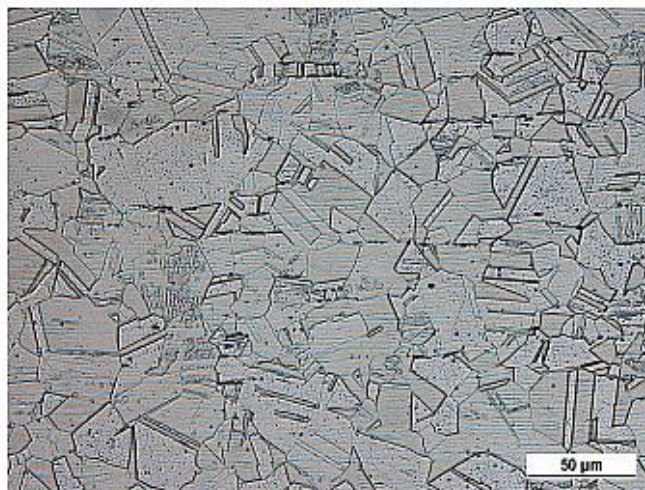


Figura 3: Microestrutura do 304 (MARKOVICOKA, 2019).

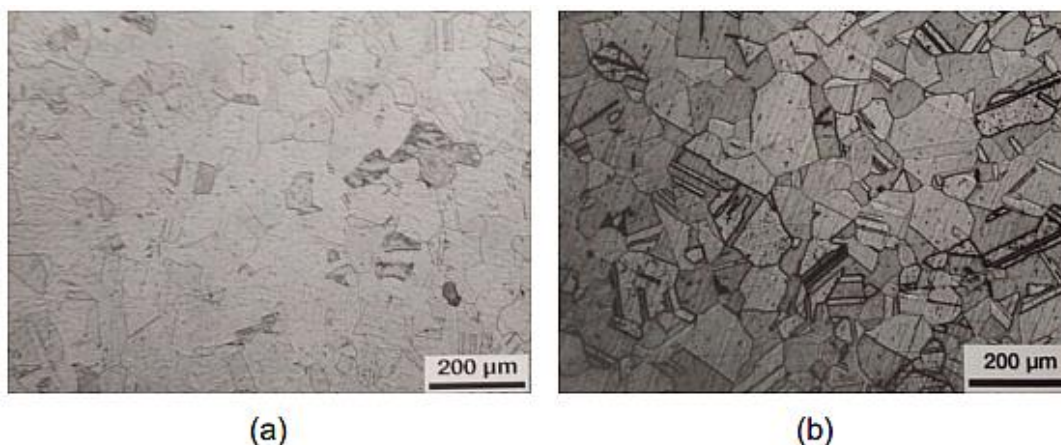


Figura 4: Microestrutura do aço inoxidável austenítico. a) AISI 304 solubilizado, ataque ácido oxálico; b) AISI 310 solubilizado, ataque glicerérgico (COLPAERT, 2008).

O sistema Fe-Cr-Ni é a base dos aços inoxidáveis. As ligas pertencentes a este sistema podem exibir uma estrutura ferrítica, austenítica ou ferrítica-austenítica (duplex) em seu estado bruto ou ainda encontrar a fase sigma. Quando o sistema Fe-Cr se solidifica, ocorre a formação da ferrita delta (HULF, 1967 *apud* TAVARES, 2008). Assim, a estrutura austenítica torna o material relevante para aplicações em baixas temperaturas pois não sofrem na transição dúctil-frágil e em altas temperaturas, devido à resistência à fluência e deformação (SILVA; MEI 2010).

Quando a solidificação da liga se inicia, a sequência do processo determinará a distribuição dos elementos de liga que compõem as ligas do sistema Fe-Cr-Ni e conseqüentemente a microestrutura do aço (PADILHA, 1994

apud FERREIRA, 2009). Com a formação da ferrita, ocorreria uma partição de elementos concentrados no líquido interdendrítico entre a fase primária (austenita) e a fase sólida interdendrítica (ferrita), que fica mais rica em cromo e pobre em níquel (FERREIRA, 2009). Conforme a Figura 5, um aço inoxidável austenítico pode ter microestrutura completamente austenítica ou austenita com ferrita delta.

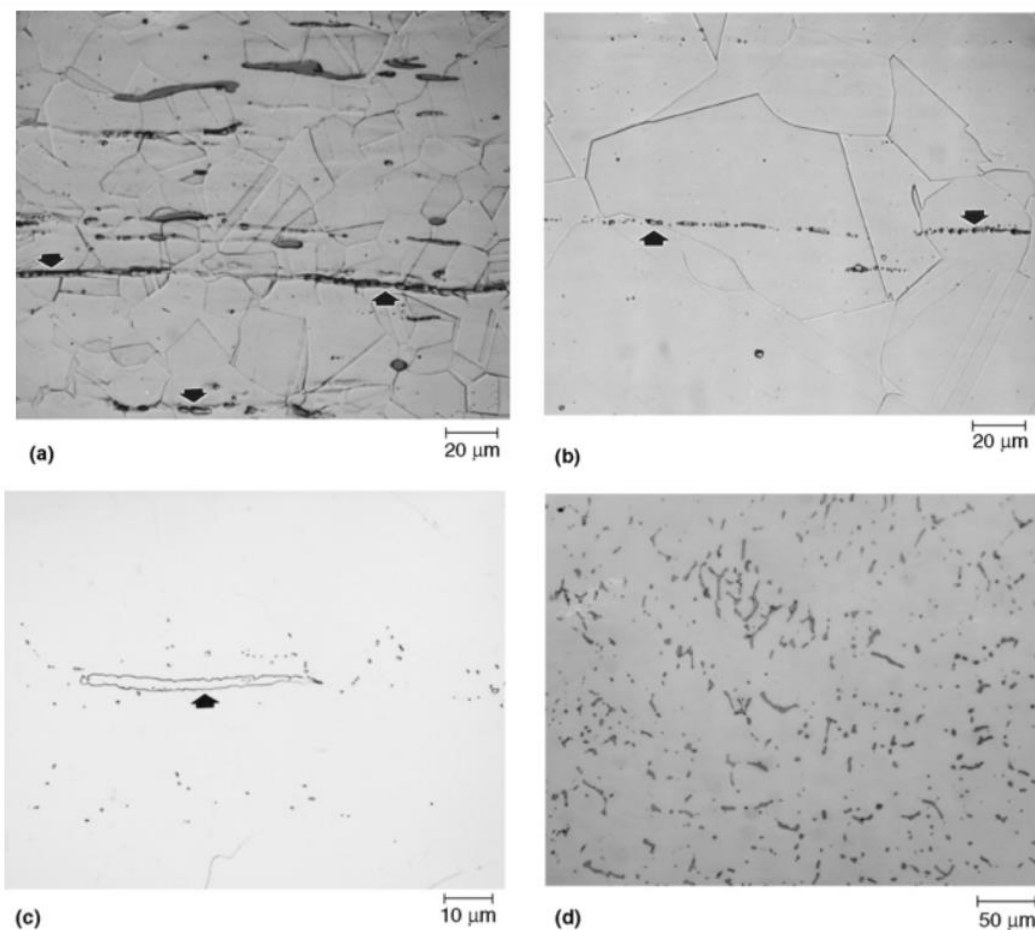


Figura 5: Microestrutura de alguns aços inoxidáveis austeníticos com presença de ferrita delta em forma de veios finos: (a) aço 203 atacado com reagente de Ralph; (b) 302-HQ atacado com reagente de Kalling; (c) 316L atacado com glicerégia; (d) 304 atacado com uma solução eletrolítica de 20% NaOH a 3 Volts por 20 segundos, conforme norma ASTM A-240.

A Figura 6 demonstra os diagramas ternários para as diferentes secções do sistema Fe-Cr-Ni nas temperaturas de 1400 °C, 1100 °C e 650 °C. Sob tais temperaturas, encontram-se as fases austenita (γ) e ferrita (α). O campo ferrítico se localiza em regiões onde as composições apresentam um maior teor de cromo, ao passo que o campo austenítico está localizado próximo a regiões com maior teor de níquel. Já na região do campo em que ambas as fases ocorrem simultaneamente, a composição é intermediária e os limites aumentam conforme há redução de temperatura (PINHEIRO, 2021).

Além disso, percebe-se que o níquel exibe uma função austenitizante e que a fase sigma é mais presente para temperaturas inferiores a 900 °C em uma faixa de composições mais extensas. A secção isotérmica a 650 °C apresenta uma fase sigma σ que se aproxima de composições com 50% de ferro e 50% de cromo. Sob temperaturas inferiores, pode ocorrer uma fase com estrutura cristalográfica cúbica de corpo centrado (CCC) com elevados teores de ferro e de cromo (PADILHA, 2002 *apud* PINHEIRO, 2021).

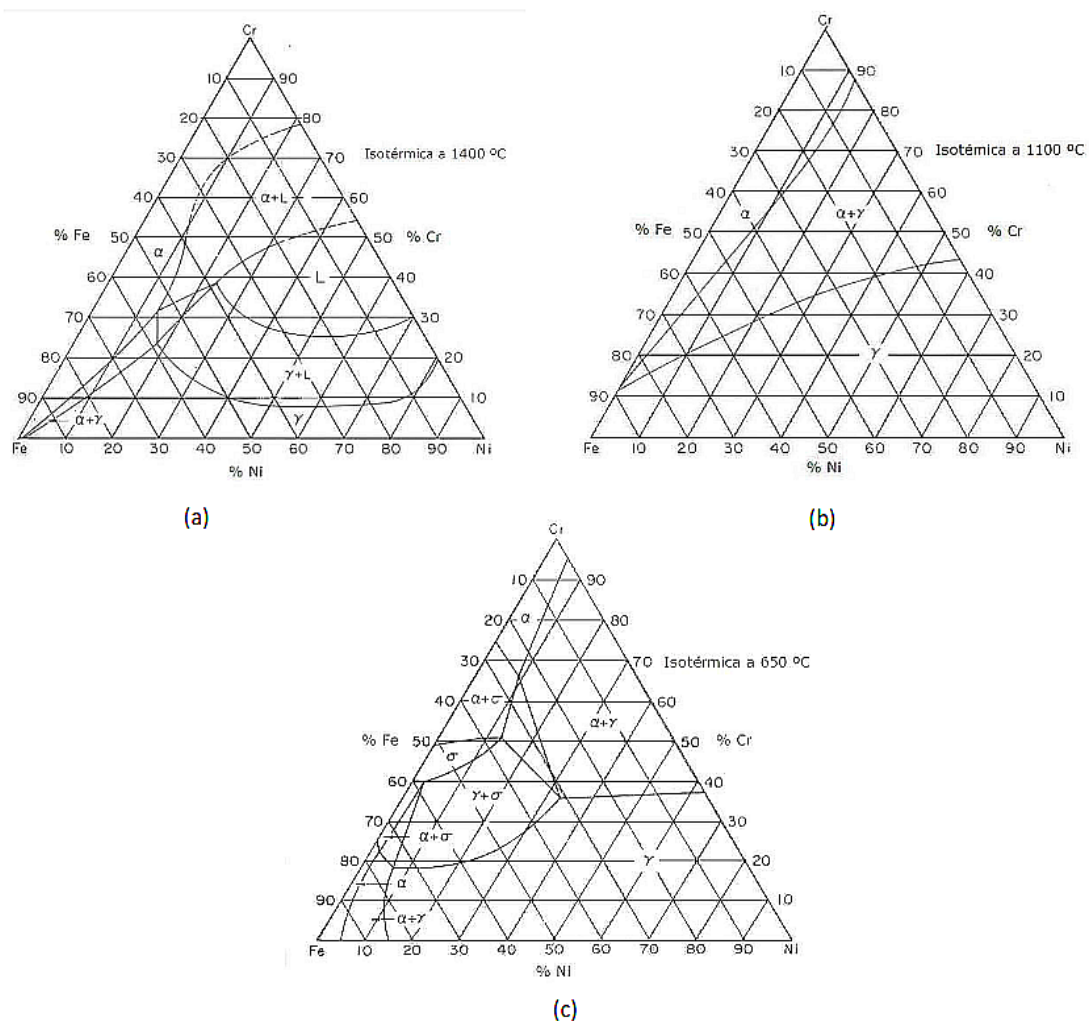


Figura 6: Diagrama de fase ternário Fe-Cr-Ni para diferentes secções isotérmicas: (a) 1400 °C, (b) 1100 °C, (c) 650 °C. (PINHEIRO, 2020).

Inicialmente, os aços inoxidáveis austeníticos são formados e beneficiados termodinamicamente com o intuito de possuírem microestrutura austenítica. Entretanto, a presença de as frações significativas de ferrita delta depende do balanço entre os elementos de liga promotores de ferrita/austenita (Cr_{eq}/Ni_{eq}) (PESSANHA, 2011).

Ao longo da solidificação e processamento termomecânico, a ferrita delta resulta da participação de elementos "promotores da ferrita", principalmente o

cromo (LIPPOLD; KOTECKI, 2005 *apud* PESSANHA, 2011). Em aços inoxidáveis austeníticos trabalhados mecanicamente e inteiramente solubilizados, a presença esperada de ferrita delta é inferior a 3% (LIPPOLD; KOTECKI, 2005 *apud* PASSOS; OTUBO, 2010; LEFFLER, 1998 *apud* PESSANHA, 2011). No caso de forjados, gerado a partir de blocos fundidos, a presença de ferrita delta pode ser maior do que o esperado (PESSANHA, 2011). Nos aços inoxidáveis austeníticos fundidos, a presença esperada de ferrita delta é de 5% a 20%, e em alguns casos até 40% (DAVIS, 1999 *apud* PESSANHA, 2011). O comportamento da ferrita delta - maléfico ou benéfico - depende de características como a fração volumétrica, o local (metal de base ou de solda) e da aplicação da liga. Por exemplo, em vazamentos na fundição, a ferrita delta pode reduzir o potencial de corrosão sob tensão em alguns meios e melhorar propriedades mecânicas (PESSANHA, 2011).

2.1.2.1. Fases secundárias

Na microestrutura de aços inoxidáveis austeníticos pode ocorrer algumas fases indesejadas - as fases secundárias - que geralmente aparecem na faixa entre 450 °C e 900 °C (DULIEU, 2013 *apud* VALLE; MATSCHINSKE, 2019). As principais fases secundárias que podem se formar nos aços inoxidáveis austeníticos são:

- **Fase sigma (σ):** fase deletéria dura e frágil, devido à abundância em cromo e molibdênio e estrutura cristalina tetragonal que dificulta a geração de discordâncias móveis (PARREN *et al.*, 2001; RAMÍREZ LONDOÑO, 1997 *apud* VALLE; MATSCHINSKE, 2019). Como a composição química do material influencia no seu surgimento, geralmente aparece quando os teores de níquel são inferiores a 32% e de cromo superiores a 16%. A precipitação dessa fase é facilitada pelos elevados teores de cromo, silício, molibdênio e titânio. No geral, essa fase se precipita na ferrita delta e no contorno de grão ferrita/austenita (PADILHA; GUEDES, 1994 *apud* VALLE; MATSCHINSKE, 2019). A Figura 7 mostra uma representação esquemática da precipitação da fase σ em um aço inoxidável austenítico contendo ferrita delta.
- **Fase chi (χ):** fase frágil devido aos baixos teores de cromo nas regiões de contorno, reduzindo a resistência à corrosão do aço (IMOA, 2019 *apud*

VALLE; MATSCHINSKE, 2019). Diferente da fase sigma, esta fase é abundante em molibdênio e pobre em cromo e é somente observada em sistemas ternários Fe-Cr-Mo (PADILHA; GUEDES, 1994 *apud* VALLE; MATSCHINSKE, 2019). A precipitação da fase chi ocorre antes da fase sigma, entre 550 e 900 °C, em função da capacidade de dissolver carbono e facilidade de nucleação. Ocorre preferencialmente nos contornos de grão e discordâncias após a deformação a frio (SONG; McPHERSON; BAKER, 1996 *apud* VALLE; MATSCHINSKE, 2019).

- **Carbetos $M_{23}C_6$:** é fase secundária mais comum, pois a precipitação ocorre na faixa entre 500 e 800 °C de forma mais rápida na microestrutura dos aços inoxidáveis austeníticos (PADILHA; RIOS, 2002 *apud* VALLE; MATSCHINSKE, 2019). A precipitação ocorre nos contornos de grão do material, reduzindo os teores de cromo em suas regiões adjacentes. Esse processo é chamado sensitização, o que causa deterioração da resistência à corrosão de um aço e facilita a corrosão intergranular (ASTM, 2004 *apud* VALLE; MATSCHINSKE, 2019).

É importante a investigação das formações de fases secundárias, já que estão intimamente associadas às alterações nas propriedades mecânicas, como a resistência à tração e ductilidade em um aço inoxidável austenítico. Ainda há a possibilidade de que uma trinca formada se propague mais rapidamente ao longo da fase intermetálica oriunda da decomposição da ferrita delta (FRANÇA *et al.*, 2012).

A Figura 7 apresenta o endurecimento acentuado ocasionado pela ferrita delta, proporcional ao aumento dos limites de resistência à tração e escoamento com o percentual de ferrita, enquanto o alongamento e a estrição do material diminuem (SANTOS, 2022).

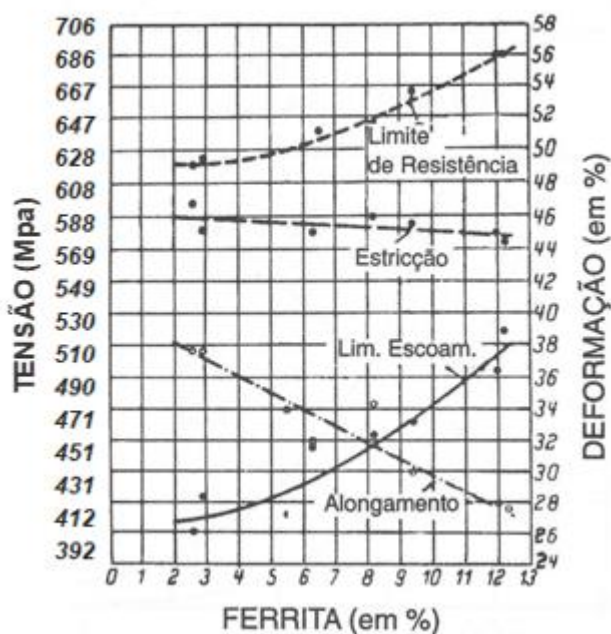


Figura 7: Variação do limite de escoamento, limite de resistência, alongamento e estrição com a porcentagem em volume de ferrita. Adaptado de (DAHL, 1984).

2.1.3. INFLUÊNCIA DE ELEMENTOS DE LIGA EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

Comumente, as ligas austeníticas são mais resistentes e dúcteis do que as ligas exclusivamente cômicas. Sua aplicação se dá apenas quando há demanda de carga em alterações pronunciadas de temperatura, atribuído à baixa difusão de elementos na fase cúbica de face centrada da austenita em relação à estrutura cúbica de corpo centrado da ferrita (CHIAVERINI, 1988).

Quando os aços são aquecidos até sua temperatura de austenitização, ocorre a retenção dos elementos de liga dissolvidos na ferrita, sem modificar as propriedades de interesse. O elemento fósforo tem a tendência a se dissolver na ferrita, endurecendo-a e aumentando o tamanho do grão do material. Com isso, ocorre redução da tenacidade. O enxofre quando associado ao manganês e ao ferro forma sulfetos, especialmente MnS. (CHIAVERINI, 1988). O silício, embora se dissolva na ferrita, não modifica a ductilidade, mas eleva consideravelmente a temperabilidade da austenita. O manganês promove a formação de MnO, e seu excedente nos aços com baixos teores de carbono se dissolve na ferrita, tornando-a mais dura. Já nos aços de alto carbono, forma Mn₃C que se associa ao Fe₃C, atribuindo um caráter mais duro e resistente (CHIAVERINI, 1988; SILVA; MEI, 2010). Quando encontrado em concentrações acima de 1%, o

mangânês retarda a decomposição da austenita. Apesar de apresentar menor afinidade do que cromo, forma compostos intermetálicos apropriados para aços austeníticos endurecíveis pelo processo de precipitação (REBELATTO, 2013).

O carbono representa um elemento de liga eficaz para o aço, característica relevante para o processo de endurecimento por solução sólida e precipitação. Porém, valores de carbono superiores a 0,35%, dificultam a manipulação dos materiais. Quanto aos carbeto, o mais presente nas matrizes austeníticas é o $M_{23}C_6$, pois é rico em cromo e de precipitação rápida. Em condições de temperaturas elevadas, a nucleação de $M_{23}C_6$ se limita aos contornos do grão ou defeitos de rede. Caso a difusão da matriz não seja rápida, a precipitação de $M_{23}C_6$ pode levar ao empobrecimento local do cromo na região, afetando as propriedades de corrosão e facilitando a formação de trincas (CHIAVERINI, 1988). Para minimizar tal ocorrido, recomenda-se diminuir a quantidade de carbono ou incorporar formadores de carbeto como titânio e nióbio. Outra alternativa, consiste no tratamento térmico para associar o cromo à matriz posteriormente a precipitação dos carbeto (REBELATTO, 2013).

A adição de cromo ao aço inoxidável promove aumento da resistência mecânica e oferece proteção às peças sujeitas à corrosão sob temperaturas elevadas. Por outro lado, tal elemento também reduz a ductilidade do aço (CHIAVERINI, 1988). A Figura 8 demonstra a relação entre os teores (em %) de Cr e de C sobre um campo austenítico.

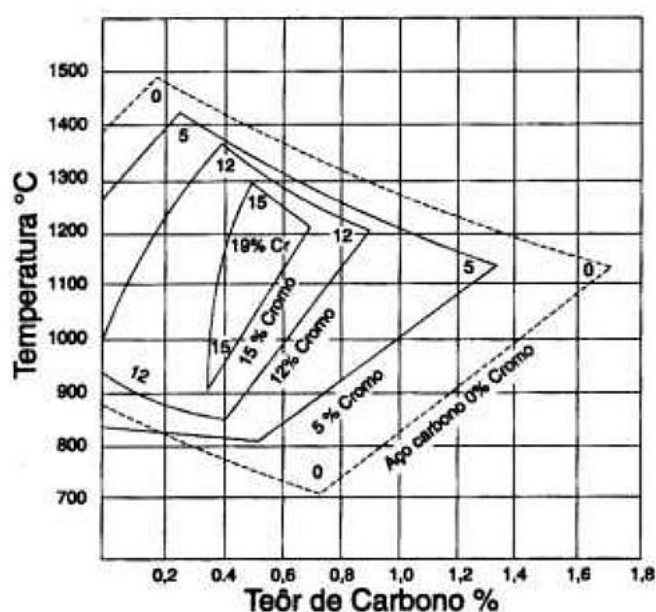


Figura 8: Relação dos teores de Cr e de C sobre campo austenítico (CHIAVERINI, 1996 *apud* PAREDES, 2020).

Já o níquel é responsável por assegurar a completa austenitização da estrutura. Quando são adicionados altos níveis de cromo à estrutura de aços inoxidáveis austeníticos, deve-se compensar com incremento de níquel (DURAND-CHARRE, 2004).

Os impactos dos elementos de liga nos aços e ligas especiais envolvem não apenas alterações nas fases ou constituintes presentes em equilíbrio, mas também na maneira e velocidade com que estas fases se formam. Em ligas com campo austenítico aberto, deve-se distinguir elementos que aumentam a faixa de temperatura para estabilização da austenita, pela diminuição de transformação da austenita em ferrita e aumento da temperatura de transformação da austenita em ferrita delta. A este grupo pertencem o níquel, manganês e cobalto. Neste caso, Ni e Mn, se adicionados em alta concentração, eliminam totalmente a ferrita, formando um campo totalmente austenítico na liga (SILVA; MEI, 2006).

2.2. CORROSÃO EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

Materiais metálicos e ligas metálicas são suscetíveis à corrosão. Dependendo do ambiente em que o material se encontra, a corrosão pode ser mais lenta ou rápida. Uma vez que o processo de corrosão é algo natural e termodinamicamente espontâneo, cabe à engenharia o papel de controlar a cinética em que ele ocorre. Os prejuízos decorrentes da corrosão incluem falhas nos materiais, podendo acarretar acidentes em diversos ambientes (LIMA, 2019).

A corrosão está relacionada à reação química ou eletroquímica do meio ambiente sob o material metálico, levando à deterioração (MOURA, 2011). Uma reação eletroquímica é caracterizada pela passagem de corrente elétrica envolvendo o movimento de partículas carregadas: os íons e/ou elétrons. Na maioria das reações eletroquímicas, a movimentação dos íons se dá por um eletrólito líquido. No entanto, nas reações de oxidação, o movimento dos íons ocorre por uma película de óxido metálico, formada na superfície do metal, exercendo a função de eletrólito sólido e viabilizando a natureza eletroquímica da reação (WOLYNEC, 2002).

As diferenças presentes no limite entre grãos facilitam para que o

contorno atue como uma área anódica e o grão como área catódica, podendo ocorrer corrosão intergranular nos contornos dos grãos. O composto metálico formado durante a degradação pode agir como um obstáculo entre o metal e o meio corrosivo, diminuindo a cinética de corrosão do material (GENTIL, 2007). O cromo presentes nos aços austeníticos conferem uma resistência à corrosão em seu estado dissolvido (CHIAVERINI, 1988; SILVA; MEI, 2010; TELLES, 2003 *apud* REBELATTO, 2013). Os aços austeníticos contendo molibdênio apresentam melhor resistência à corrosão, especialmente em meios ácidos, e conseqüentemente apresentam um custo mais elevado em relação aos outros (CHIAVERINI, 1988).

Apesar dos aços inoxidáveis austeníticos apresentarem resistência à corrosão e boas propriedades mecânicas sob temperaturas elevadas, ainda, sim, são sensíveis à precipitação de carbonetos de cromo (Cr_{23}C_6). Caso a concentração de cromo no aço inoxidável austenítico seja inferior a 12% do peso, o material poderá sofrer corrosão intergranular. Sob um ambiente corrosivo, uma região fina empobrecida de cromo e menos resistente à corrosão - a região de sensitização - é atacada (PEREIRA, 2009) conforme mostrado na Figura 9.

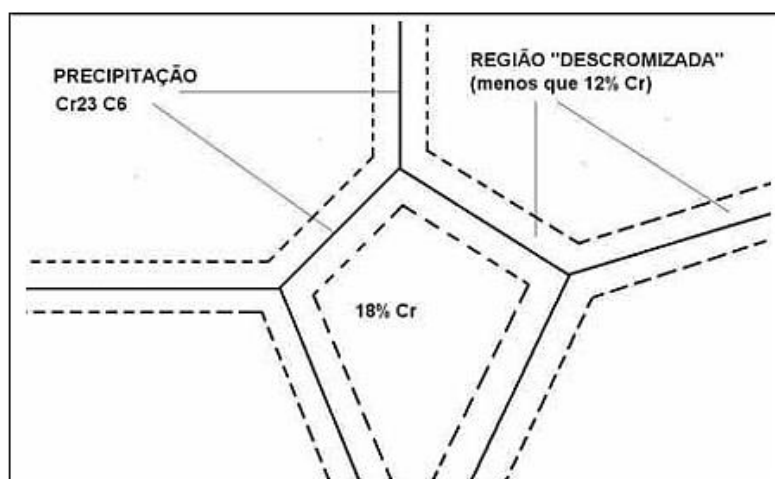


Figura 9: Desenho esquemático da região empobrecida em cromo (TEBECHERANI, s.d.).

2.3. FERRITA DELTA

A presença ferrita delta em pequenas quantidades nos aços inoxidáveis reduz a susceptibilidade a fissuras em altas temperaturas, aumenta a resistência à tração e pode beneficiar na corrosão sob tensão. Quando submetido às temperaturas entre 700 °C – 900 °C pode precipitar a fase sigma e em aplicações

de resfriamento pode reduzir a resistência ao impacto (DELONG, 1974 *apud* PESSANHA, 2011; HULL, 1967 *apud* TAVARES, 2008).

Por outro lado, abundância de ferrita delta comprometem as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis austeníticos como a ductilidade, a tensão de escoamento e a resistência à tração (FRANÇA *et al.*, 2012). Assim, a quantidade de ferrita delta deve ser controlada. Existem dois fatores que influenciam na fração volumétrica e distribuição da ferrita delta: a composição química do aço (principalmente quantidade de Cromo e Níquel equivalentes), e a velocidade de solidificação (SASIKALA *et al.*, 2000 *apud* PESSANHA, 2011; BROOKS, WILLIAMS; THOMPSON, 1982 *apud* FRANÇA *et al.*, 2012).

Conforme a relação Cr/Ni, podem ser identificadas microestruturas como: apenas austenita, austenita e ferrita eutética, austenita e ferrita em espinha ou vermicular e austenita e ferrita laminar ou rendilhada. Em valores maiores da mesma relação, é possível encontrar ferrita e austenita de Widmanstätten (BROOKS, WILLIAMS & THOMPSON, 1982 *apud* FRANÇA *et al.*, 2012).

A elevada fração volumétrica da fase ferrita delta provoca efeitos negativos às propriedades mecânicas do aço inoxidável austenítico. Para a redução desses efeitos é aplicado um tratamento térmico no qual o aço inoxidável austenítico é submetido a temperaturas elevadas (cerca de 1.000 °C - 1.100 °C) e depois é rapidamente resfriado em água ou ar de modo a manter o carbono em solução sólida. Assim, o aço passa a ter uma estrutura particularmente austenítica, melhorando resistência à corrosão e ductilidade. (FRANÇA *et al.*, 2012).

No metal de solda dos aços inoxidáveis, é importante a presença de ferrita delta nos teores entre 5 e 10% a fim de reduzir a possibilidade de trincas de solidificação (LIPPOLD; KOTECKI, 2005 *apud* LIMA, BRUNATTO; HENKE, 2021). Tal composição proporciona maior solubilidade de impurezas (fósforo e enxofre) próximo à base ferrítica em relação à austenítica, dificultando a formação de compostos de baixo ponto de fusão nos contornos de grãos da austenita. A exposição da ferrita delta às temperaturas entre 600 e 850 °C tende à transformação em fase sigma - considerada indesejável por induzir a uma elevada fragilidade do material (GUILHERME *et al.*, 2020).

No caso de aços inoxidáveis austeníticos 304, a transformação completa da ferrita delta em austenita ocorre em temperaturas abaixo de 1.200 °C. Em aços inoxidáveis austeníticos soldados, pequenas quantidades de ferrita delta

são desejáveis, pois a ferrita evita trincas ou rachaduras a quente. A fase sigma pode se formar diretamente através da austenita em aços austeníticos com alto teor de cromo, visto que o teor de carbono está abaixo de um nível crítico.

A formação da fase sigma em aços inoxidáveis enfraquece as ligas, causando perda de tenacidade ao impacto e ductilidade à tração. Um número de ligas austeníticas e ferríticas apresentam fase sigma na formação após longas exposições entre 600 e 900 °C. Em ciclos de forjamento de várias etapas, no qual a peça é repetidamente resfriada e depois reaquescida para posterior sopro de forjamento, pode acelerar ainda mais a transformação de ferrita delta para a fase sigma.

A fragilidade da fase sigma é menor para trabalhos a quente em aços inoxidáveis AISI 304L, pois a fragilização transversal é mais lenta. Neste caso, deve-se considerar períodos de espera de 10 horas ou mais. A resistência do aço inoxidável AISI 304L é pouco afetada pela decomposição da ferrita delta, mas a ductilidade é reduzida expressivamente em espécimes transversais.

2.4. MÉTODOS PARA PREVISÃO E MEDIÇÃO DE FERRITA DELTA

A partir de sua composição química, uma forma de prever o teor de ferrita delta em uma microestrutura são a partir dos diagramas constitutivos. Schaeffler (SANTOS, 2022) desenvolveu uma fórmula e diagrama para calcular o percentual de ferrita a partir dos conceitos de Cr equivalente e Ni equivalente, conforme apresentado na figura 10.

$$Cr_{eq} = Cr + Mo + 1,5 Si + 0,5 Nb$$

$$Ni_{eq} = Ni + 0,5 Mn + 30 C$$

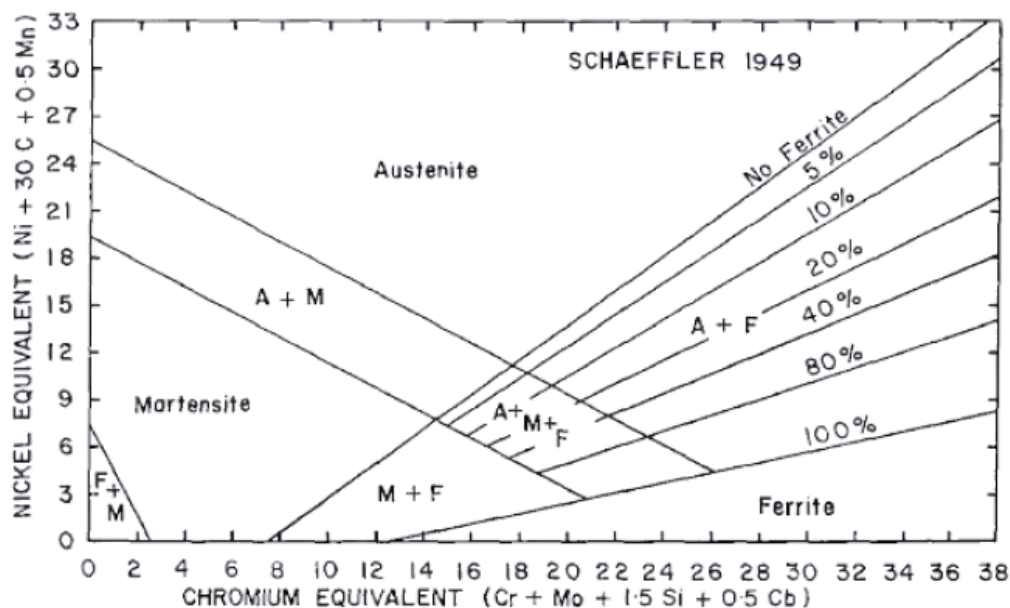


Figura 10: Diagrama de Schaeffler (SANTOS, 2022).

De Long (1974 *apud* PESSANHA, 2011) verificou o Diagrama de Schaeffler e adicionou o efeito do nitrogênio que não estava avaliado por Schaeffler na fórmula do níquel equivalente, quando a formação de ferrita alcança teores inferiores a 14%. (SANTOS, 2022)

O uso de tais diagramas podem ter erros significativos ao prever o teor de ferrita devido ao efeito da temperatura e o processo utilizado para produzir a liga em questão.

Outro método utilizado para este tipo de medição é a partir do equipamento ferritoscópico, e consiste em um método não destrutivo para medir a fração de fase ferromagnética, como por exemplo a ferrita delta e a martensita induzida por deformação.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. MATERIAIS

Os materiais utilizados neste trabalho foram 4 amostras do aço inoxidável austenítico 8Ni/18Cr, pertencentes à duas corridas com composições química diferentes (corrida A e corrida B), fornecido pela Villares Metals SA sob nome comercial de V304LT, o AISI 304L. A composição química é compatível com a liga UNS S30403 da norma ASTM A276. O material é produzido pela aciaria convencional da VMSA, em forno elétrico a arco (EAF), no qual a corrente elétrica passa através do aço e de outros metais, resultando na produção mais rápida e eficiente do aço. Vários lingotes de aços austeníticos de baixo teor de níquel foram produzidos. A estabilidade austenita foi garantida adicionando nitrogênio, conhecido como um elemento austenizante. O material avaliado é proveniente de duas barras redondas e duas bobinas, fornecido apenas no estado solubilizado. A Tabela 2 mostra a composição química do material avaliado em comparação ao material referência.

Tabela 2: Composição química (% em massa) das amostras avaliadas e do aço inoxidável austeníticos 8Ni/18Cr. Fonte: criada pela autora.

Elemento	C	Cr	Mn	Mo	N	Ni	P	S	Si
Corrida A	0,017	18,5	1,48	0,79	0,092	8,21	0,027	0,027	0,28
Corrida B	0,016	18,36	1,44	0,53	0,08	9,85	0,025	0,028	0,25
304L AISI	0,03	18-20	2	-	0,1	8-10,5	0,045	0,03	0,75

A razão C_{req}/N_{ieq} de Schaeffler e De Long relativa as corridas A e B são 1,72 e 1,50 respectivamente e a Figura 11 apresenta a separação das amostras avaliadas no trabalho.

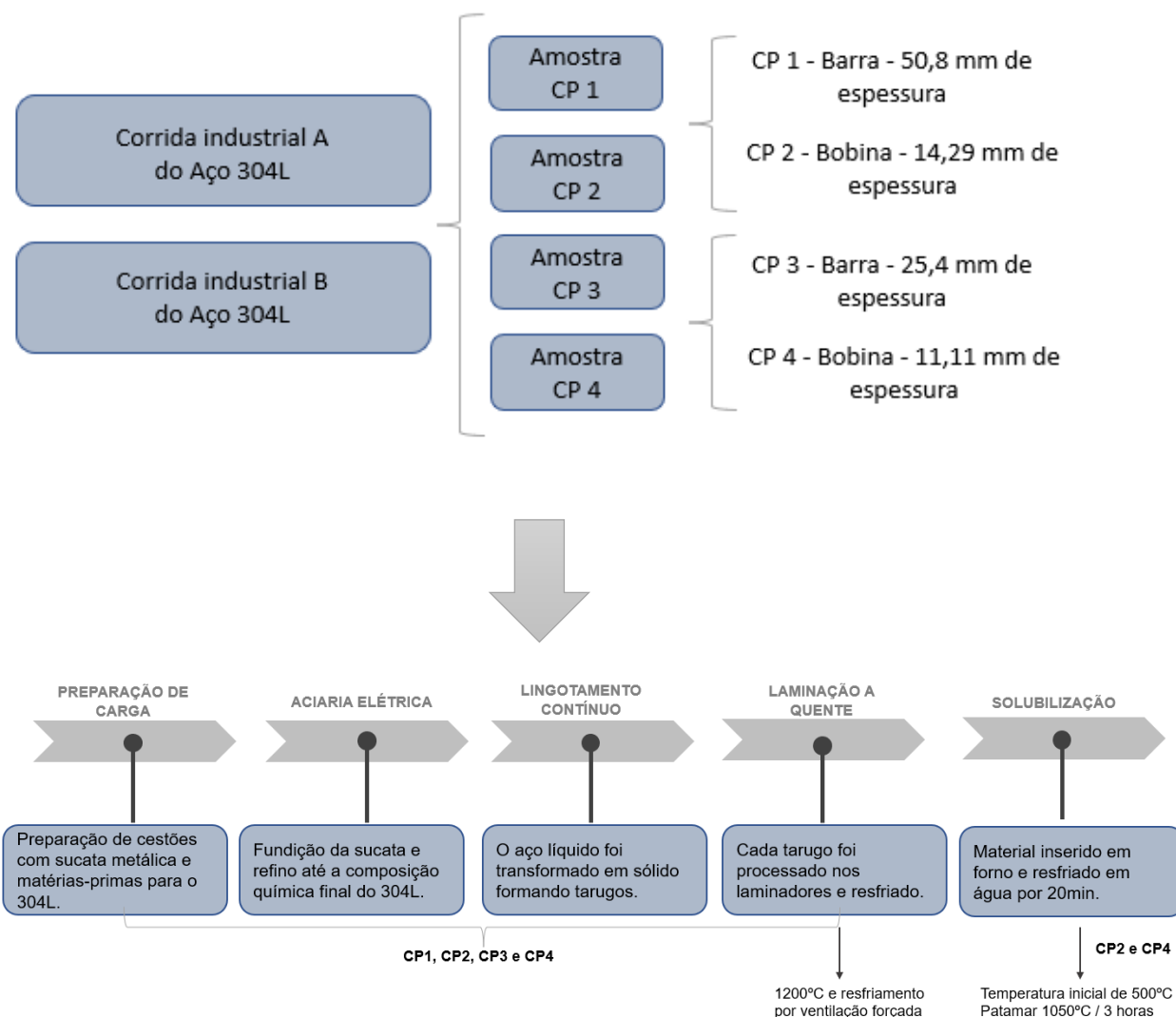


Figura 11: Descrição das amostras avaliadas. Fonte: Própria autora.

3.2. MÉTODOS

Para estudo e análises deste trabalho foram utilizados os seguintes métodos experimentais:

- Microscopia ótica (MO);
- Permeabilidade magnética (Ferritoscópio);
- Espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS);
- Ensaio de duzera (HBW).

3.2.1. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

A preparação metalográfica foi realizada conforme os procedimentos convencionais. As amostras foram preparadas metalograficamente, através das

etapas de lixamento, polimento e ataque, para serem estudadas por técnicas de microscopia ótica e microanálise por EDS. As amostras foram preparadas nas lixadeiras semiautomáticas Struers utilizando as lixas de granulometria 100, 220, 400, 600 e 1200. Após o lixamento, as amostras passaram pela etapa de polimento, nas politrizes Struers, utilizando pasta de alumina de 1 e 0,05 μm , até a obtenção de uma superfície de boa qualidade. Por fim, as amostras foram atacadas a fim de revelar a microestrutura do material. As soluções usadas para o ataque químico estão descritas na tabela 3, sendo o tempo de imersão da amostra no ataque químico variado de acordo com a amostra.

Tabela 3: Reagente utilizado para análise das amostras. Fonte: Própria autora.

Reagente	Objetivo do ataque	Tempo
NaOH	Revelar ferrita delta	10 segundos
Kalling N ^o 2	Revelar contorno de grão	5 minutos

3.2.2. CÁLCULOS TERMODINÂMICOS

Considerando a composição química do material recebido (Item 3.1), foram realizados os cálculos termodinâmicos (método Calphad) das fases presentes na liga utilizando-se o software Thermo-Calc® com a base de dados TCFe9.

3.2.3. ANÁLISE MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS

Os corpos de prova já cortados em máquina cut-off, embutidos, lixados e polidos foram analisados metalograficamente com o analisador de imagens Zeiss Observer Z1M e auxílio do software AxioVision V4.9. A análise da composição das fases foi realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV), marca FEI, modelo Aspex Explorer com a técnica de espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS).

3.2.4. ENSAIO DE DUREZA

A medição da dureza em cada amostra foi realizada em equipamento Wilson Hardness, modelo Wolpert UH930, com uma esfera indentadora de 2,5 mm de diâmetro e com um tempo de teste de 15 segundos com carga de 187,5

kgf. O resultado de dureza foi obtido a partir da média aritmética entre duas medições realizadas em cada amostra na região do núcleo conforme a norma ASTM E10.

A determinação da dureza Brinell (HBW), conforme a ASTM E10, é realizada a partir de um indentador esférico de carboneto de tungstênio o qual indenta a amostra sob a carga de ensaio definida (que pode ser entre 1 kgf e 3000 kgf).

A dureza de Brinell (HBW) é obtida através do quociente da força de ensaio aplicada e da superfície da indentação permanente na amostra após a retirada da força de ensaio. O cálculo da superfície da indentação esférica permanente é baseado no valor médio aritmético de duas diagonais (d_1 e d_2 em mm) perpendiculares entre si, pois a área de base das indentações não é exatamente redonda em muitos casos. Já a leitura do valor de dureza foi feita com o auxílio do software de ensaio específico para a finalidade (ZWIICK ROELL LTDA, s.d).

3.2.5. ENSAIO DE TRAÇÃO

O ensaio de tração foi utilizado para a obtenção de propriedades de resistência dos materiais, além de funcionar como teste de controle de caracterização dos materiais. No ensaio de tração, a cabeça do corpo de prova é fixada nas garras da máquina de ensaio e então, forças crescentes são aplicadas na direção axial da amostra. Ao longo do ensaio, são medidas a força e a deformação correspondentes até a ruptura do corpo de prova (PESSANHA, 2011). Os ensaios foram realizados na máquina MTS 500kN (disponível no Laboratório de ensaios físicos/Villares Metals) com uma velocidade de 2 mm/min.

3.2.6. FERRITOSCOPIA

A ferritoscopia foi utilizada para quantificar do teor de fase ferromagnética em materiais paramagnéticos, em aços inoxidáveis austeníticos e duplex e para determinar o teor de martensita induzida por deformação nesta última classe de aços. Também é utilizada para quantificar o teor de austenita oriunda da reversão da martensita em aços *maraging* (CARVALHO, 2016; FEITOSA, 2020). O principal mecanismo de funcionamento do equipamento é a indução

magnética, no qual é gerado um campo magnético de baixa frequência através de bobina que interage com a parcela magnética da amostra analisada. A oscilação no campo magnético gerado provoca em uma segunda bobina uma corrente induzida equivalente ao conteúdo de material magnético da amostra. Assim, o teor da fase ferromagnética é calculado por meio desta tensão induzida (MARÉCHAL, 2011 *apud* SILVA, 2021). O equipamento utilizado no experimento foi da marca Fischer, modelo FMP30. Foram realizadas 30 medições em cada amostra, e calculada a média aritmética para determinação do resultado.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

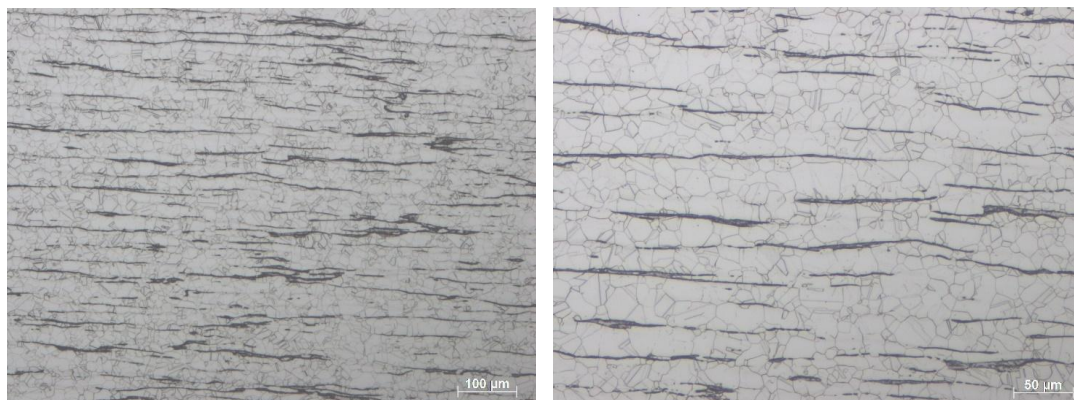
4.1. CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL

As amostras mostradas neste capítulo pertencem as duas corridas supracitadas. Já cortadas e embutidas foram solubilizadas, ainda no formato bruto, por diferentes processos, mas com as condições de tratamento térmico padrão para esta liga. As amostras 1 e 2 pertencem a mesma corrida (corrida industrial A), consistindo nos mesmos percentuais de composição química e da mesma forma as amostras 3 e 4 pertencem a corrida industrial B. As amostras 2 e 4 foram solubilizadas em forno Guinea com uma temperatura inicial de 500 °C, chegando a 1050 °C e ficando em patamar por 3 horas para então resfriar-se em água por 20 minutos. Já as amostras 1 e 3 foram solubilizadas durante o processo de laminação, a uma temperatura de 1200 °C com resfriamento forçado por ventilação. Os dados supracitados estão apresentados na Tabela 4, juntamente com a análise do tamanho de grão médio do material após a realização dos tratamentos térmicos, conforme a ASTM E 112.

Tabela 4: Amostras 1,2,3 e 4, formato físico, tratamento térmico ocorrido em cada uma e tamanho de grão. Fonte: Própria autora.

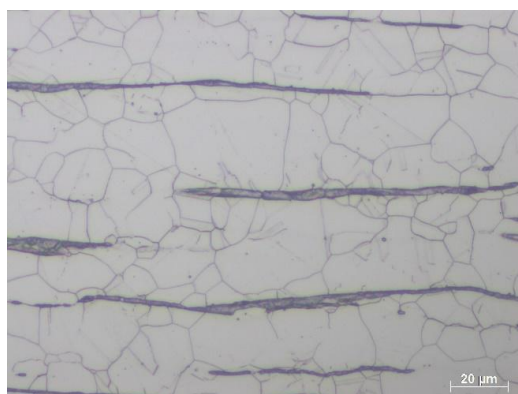
Amostra	Tipo	Dimensão (mm)	Tratamento Térmico	Tam. de grão ASTM
CP1	Barra	50,8	Laminação	8
CP2	Bobina	14,29	Forno	5
CP3	Barra	25,4	Laminação	8
CP4	Bobina	11,11	Forno	4

A Figura 12 apresenta micrografias obtidas da amostra 1 (barra) no plano longitudinal, com as condições da temperatura de solubilização apresentadas, evidenciando a microestrutura típica de grãos austeníticos, com morfologias poligonais de tamanhos não uniformes e veios longitudinais em alta concentração ao longo do corpo de provas.



(a) Aumento de 100x

(b) Aumento de 200x

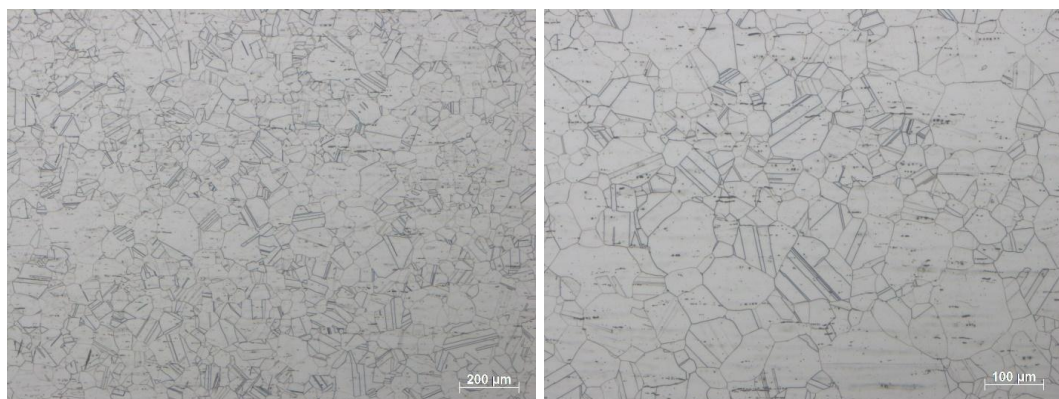


(c) Aumento de 500x

Figura 12: Micrografia do corpo de prova. Fonte: Própria autora.

A laminação a quente produziu uma morfologia da ferrita-delta de panqueca irregular no plano da direção de laminação. As seções longitudinais geralmente mostram lineares segmentos de ferrita-delta de forma irregular, de acordo com o encontrado.

A Figura 13 apresenta micrografias obtidas da amostra 2 (bobina) no plano longitudinal, com as condições da temperatura de solubilização apresentadas, evidenciando a microestrutura típica de grãos austeníticos, também com morfologias poligonais de tamanhos não uniformes.



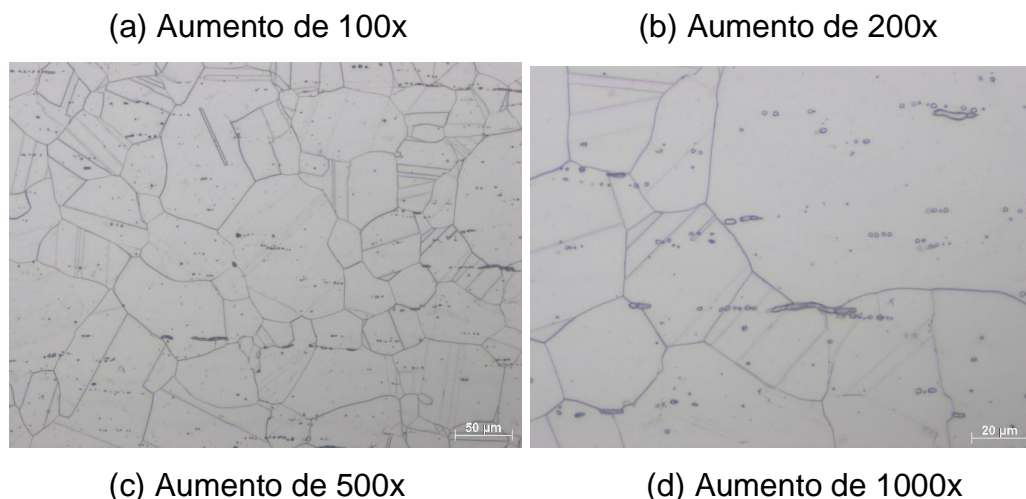


Figura 13: Micrografia do corpo de prova. Fonte: Própria autora.

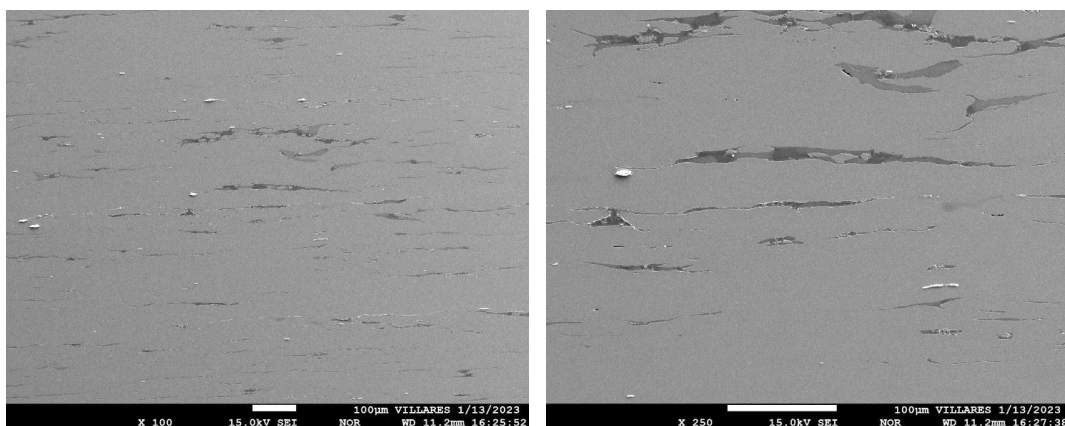
Nas micrografias apresentadas, a amostra 1 sendo parte de uma barra laminada quente e a amostra 2 parte de uma bobina solubilizada em forno, observa-se que a microestrutura da amostra 1 é constituída de grãos recristalizados com menor diâmetro do grão ao comparado com a amostra 2. O diâmetro de grão médio da amostra 1 foi de 8 ASTM, enquanto na amostra 2 foi de 5 ASTM. A diferença apresentada pode ser decorrente da microestrutura formada após a solidificação do lingote e do processo termomecânico envolvido no processamento, laminação a quente e recozimento.

As micrografias do material demonstram uma estrutura de ferrita delta com diferentes morfologias em uma matriz de austenita. As morfologias da ferrita delta foram identificadas como colônias de ferrita acicular e veios longitudinais como mostradas nas figuras 12 e 13. O tratamento de solubilização reduziu consideravelmente o percentual de ferrita delta do material.

O tratamento térmico de solubilização em aços inoxidáveis austeníticos é extremamente importante, pois dissolve numerosas fases formadas acima de 600 °C, que provocam a corrosão intergranular ou sensitização dos aços. Após a solda, este tratamento reduz o teor de ferrita delta e evita a formação posterior de fatores prejudiciais (PESSANHA, 2011).

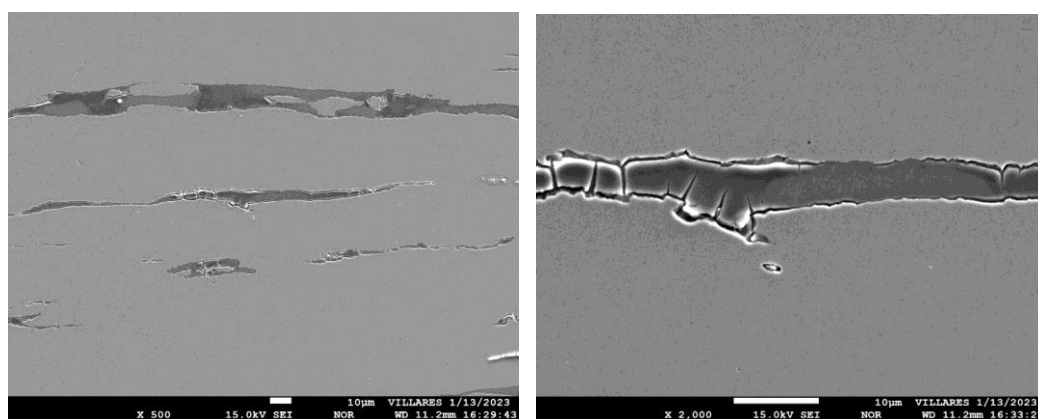
As micrografias também foram avaliadas por microsonda eletrônica e mostradas nas figuras 14 e 15, destacando que, a fase de cor cinza ao fundo corresponde a matriz austenítica e a fase dispersa de cor branca, encontrada com diferentes morfologias, corresponde a ferrita delta. Nesta zona, a ferrita delta apresenta-se como fase dispersa em pequena proporção nucleada nos

contornos e no interior dos grãos austeníticos formados após o tratamento de solubilização.



(a) Aumento de 100x

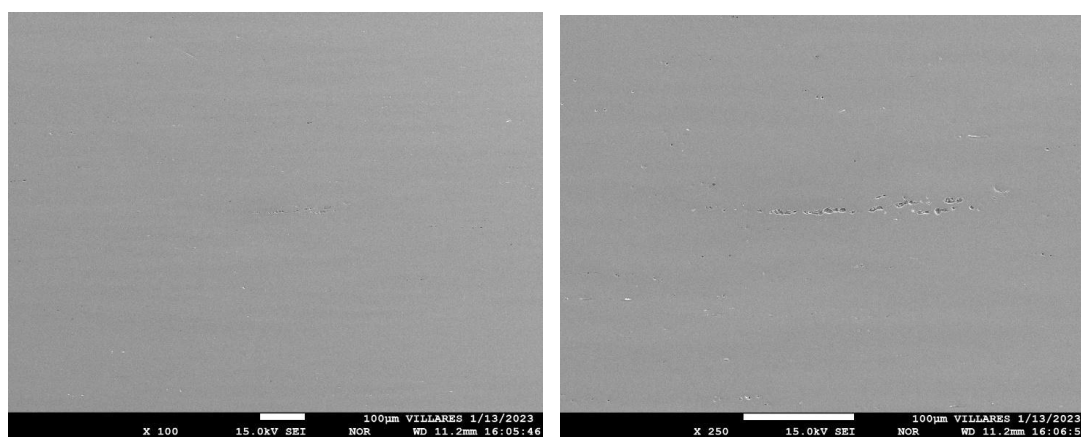
(b) Aumento de 250x



(c) Aumento de 500x

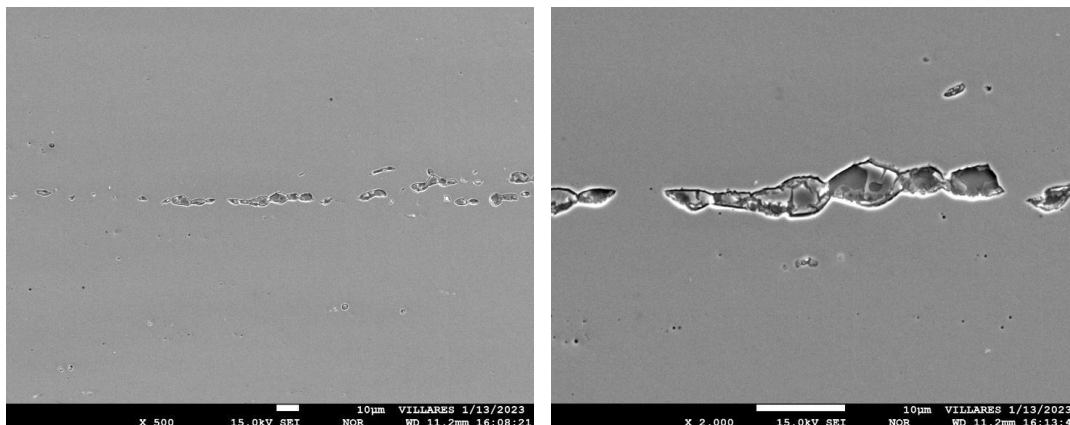
(d) Aumento de 2000x

Figura 14: Imagens de microsonda por elétrons secundários da amostra 1. Fonte: Própria autora.



(a) Aumento de 100x

(b) Aumento de 250x



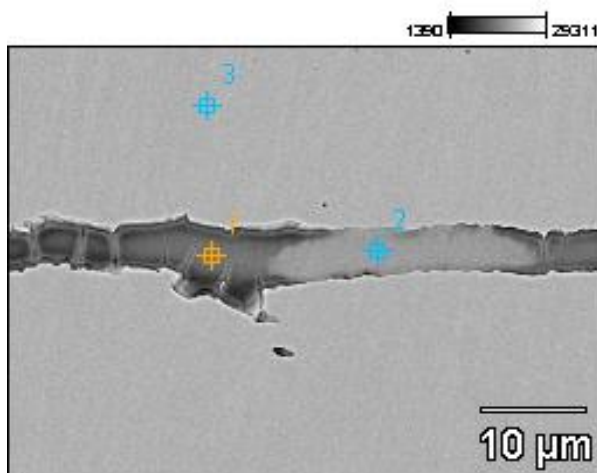
(c) Aumento de 500x

(d) Aumento de 2000x

Figura 15: Imagens de microsonda, por elétrons secundários da amostra 2. Fonte: Própria autora.

As alterações microestruturais descritas foram acompanhadas de variações na composição química das fases. A aplicação de EDS através do MEV conforme descrito na metodologia deste trabalho (sessão 3.2.3), permitiram a caracterização das variações em escala fina na composição química.

As microanálises por EDS compararam o níquel e o cromo nas partículas de austenita e ferrita delta na microestrutura das amostras em pontos correspondentes as fases das Figuras 16 e 17 para amostras 1 e 2. Para a amostra 1, os espectros mostraram picos encontrados nos pontos 1 e 2, correspondentes a fase ferrítica, e no ponto 3, correspondente a fase austenítica, são de Fe, Cr e Ni.



(a)

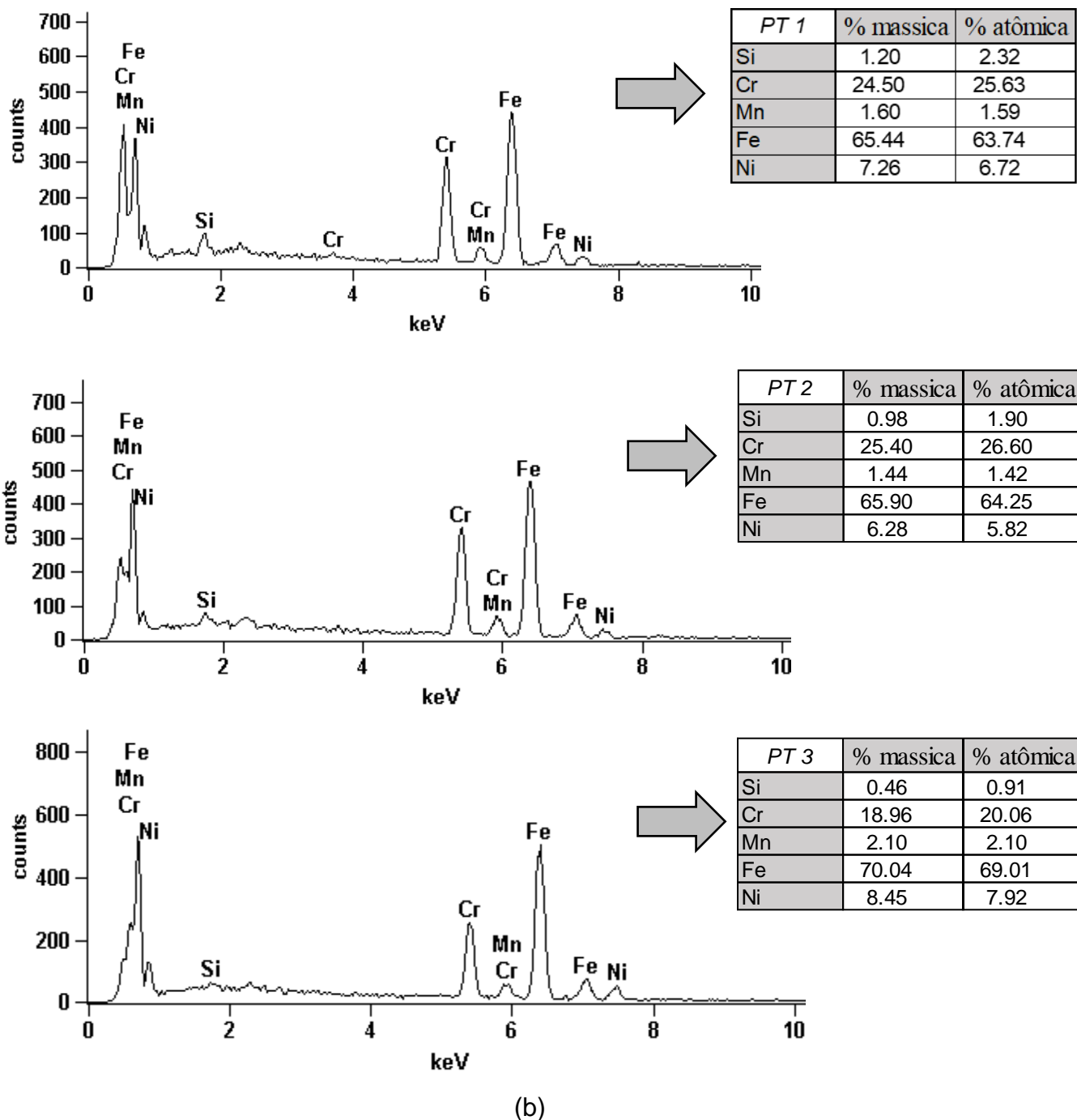
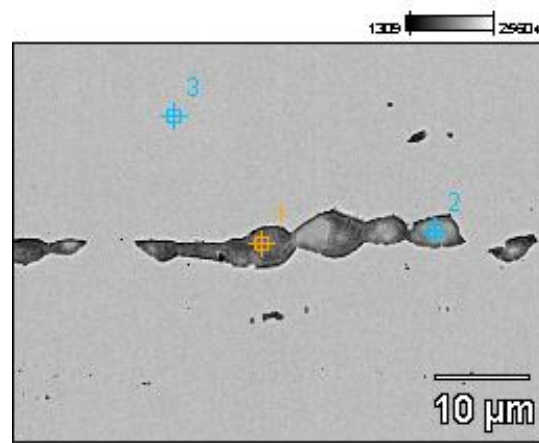
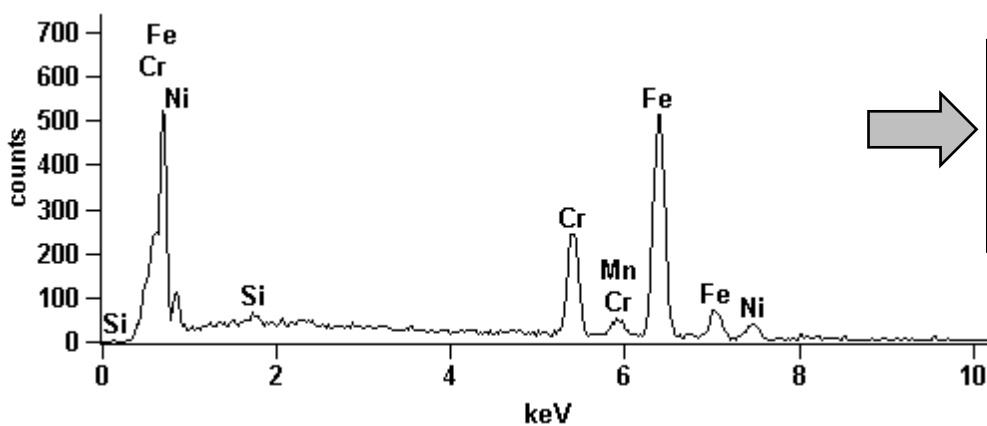
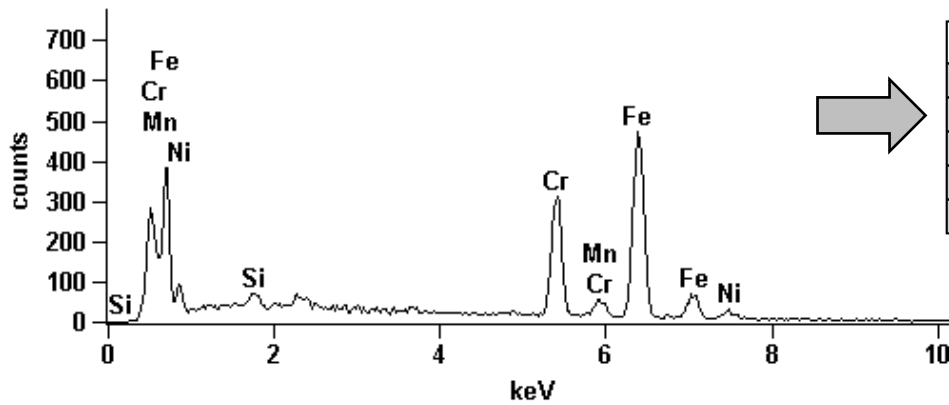
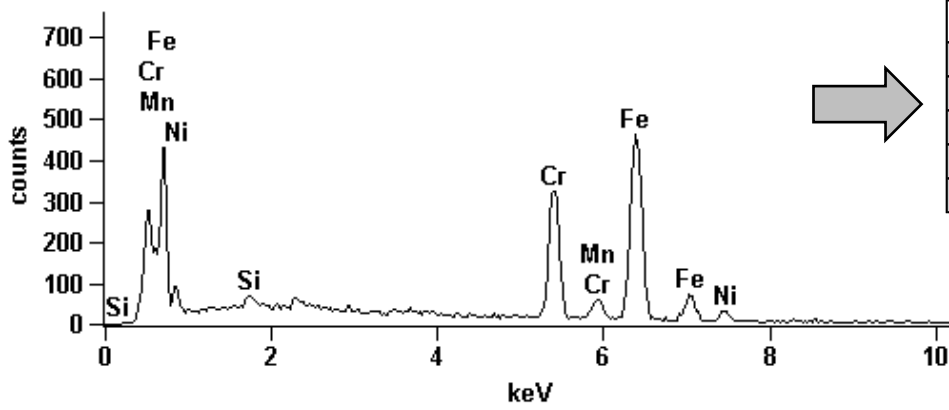


Figura 16: (a) Micrografias da fase ferrita-delta na amostra 1 (Cr, Ni); (b) Difratogramas da fase ferrita-delta (Cr, Ni). Fonte: Própria autora.

Para amostra 2, os espectros mostraram que os picos encontrados nos pontos 1 e 2, correspondentes a fase ferrítica, e no ponto 3, correspondente a fase austenítica, são de Fe, Cr e Ni. Evidenciando assim a ferrita delta da microestrutura conforme o percentual de Cr e Ni contido.



(a)



(b)

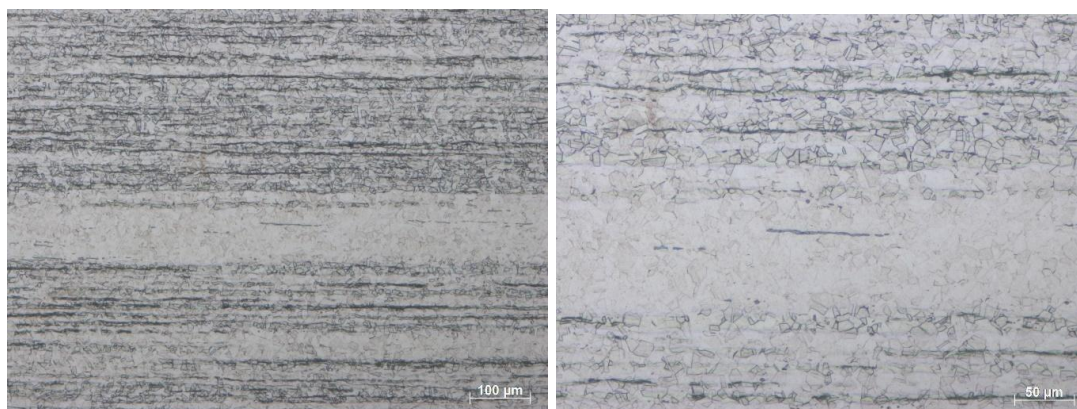
Figura 17: (a) Micrografias da amostra 2 (Cr, Ni); (b) Difratogramas (Cr, Ni). Fonte: Própria autora.

A análise realizada evidencia a presença da fase delta a partir dos teores de cromo encontrados dentro e fora da fase em análise, mostrando também que apesar dos diferentes meios de solubilização e dissolução desta fase, os percentuais de ferrita delta das amostras da mesma corrida são bastante semelhantes.

A redução do teor de ferrita delta em aços inoxidáveis fundidos provoca melhora a conformabilidade do material. No entanto, em aços inoxidáveis soldados sem tratamento térmico de solubilização, altos teores de ferrita delta fragiliza a junta soldada (HETZNER, 2007 *apud* PESSANHA, 2011).

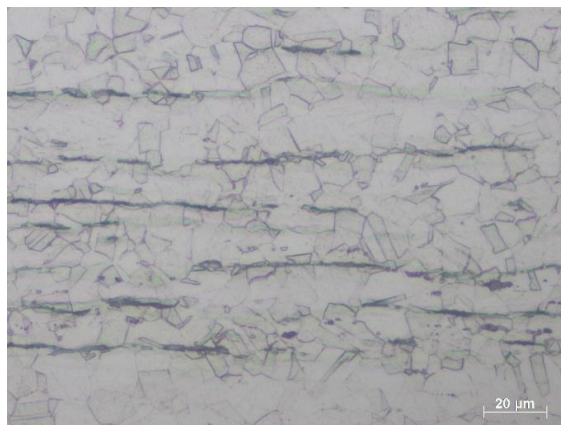
A Figura 18 apresenta micrografias obtidas da amostra 3 (barra) no plano longitudinal, laminada a quente nas condições de temperatura de solubilização já citadas. Evidencia-se a microestrutura típica de grãos austeníticos, com morfologias poligonais de tamanhos não uniformes e veios longitudinais em alta concentração ao longo do corpo de provas.

O mesmo comportamento visto para a amostra 1, sendo também o formato de barra e as mesmas condições de processamento, com laminação a quente, é visto na amostra 3, verificando-se os veios longitudinais ao longo do corpo de provas, em ainda mais alta concentração. Apesar da diferença na dimensão da barra, sendo a barra da amostra 1 de 50,8 mm e a da amostra 3 de 25,4 mm, o tamanho de grão de ambas as amostras, 1 e 3, foram de 8 ASTM.



(a) Aumento de 100x

(b) Aumento de 200x

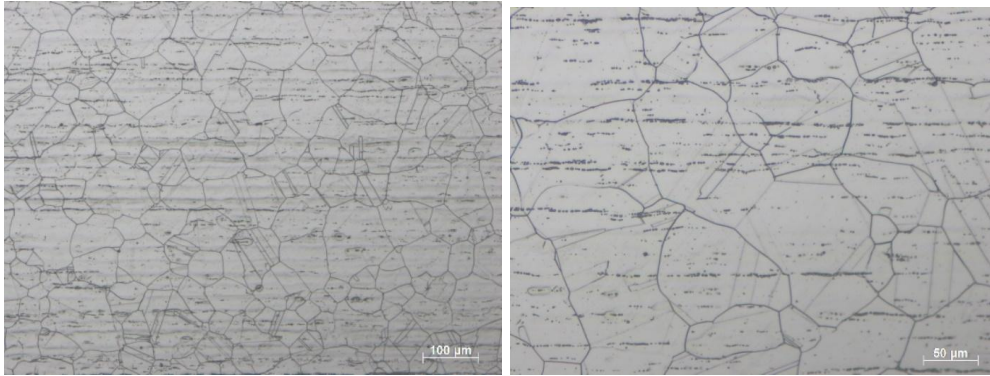


(c) Aumento de 500x

Figura 18: Micrografia do corpo de prova da amostra 3. Fonte: Própria autora.

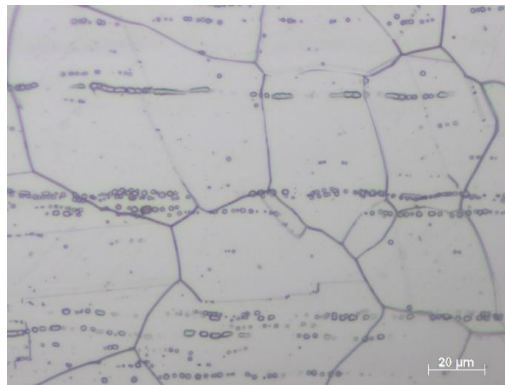
A Figura 19 apresenta micrografias obtidas da amostra 4 (bobina) no plano longitudinal, solubilizada no forno nas condições de temperatura de solubilização já citadas. Evidencia-se a microestrutura típica de grãos austeníticos, com morfologias poligonais de tamanhos não uniformes. Neste caso a fase escura aparecem em formato menos veiculares e de menor espessura, porém em alta quantidade.

Da mesma maneira anterior, o mesmo comportamento visto para a amostra 2, sendo também o formato de bobina e as mesmas condições de processamento, solubilizadas em forno, é visto na amostra 4, verificando-se a possível fase ferrita-delta ao longo do corpo de provas em ainda maior concentração. Os grãos de ambas as amostras se aproximam no tamanho de grão, sendo a segunda amostra 5 ASTM e a quarta amostra 4 ASTM. Vale ressaltar a diferença, mesma que mínima, no diâmetro das bobinas. Sendo a amostra 4 com menor teor de ferrita delta do que a amostra 2 as quantidades observadas a olho nu são contraditórias, visto que deveriam ter um aspecto de menos veios escuros no corpo de provas quando comparada a amostra 2. Tal fase foi analisado e deve-se à presença de sulfeto de manganês ao invés de ferrita delta. Sendo tal fato comprovado pela inexistência de ferrita delta na análise química em microsonda e ferritoscópio e a presença de MnS na análise química dos veios escuros, primeiramente identificados como possível ferrita delta.



(a) Aumento de 100x

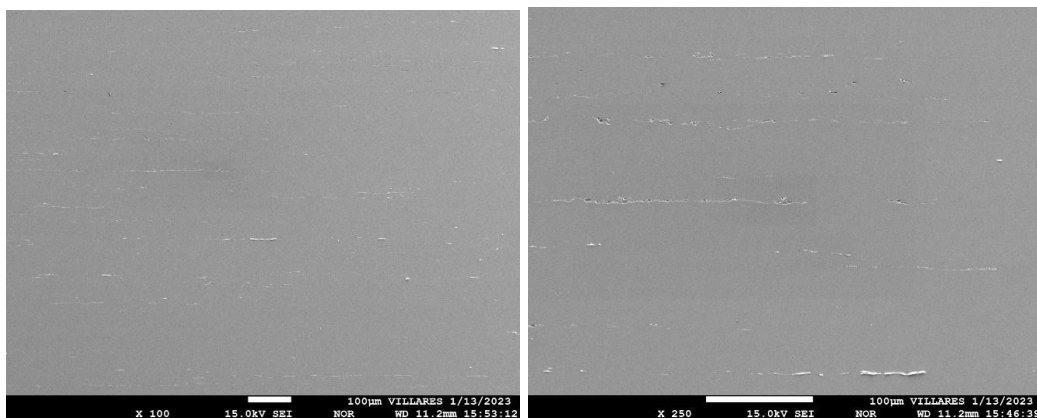
(b) Aumento de 200x



(c) Aumento de 500x

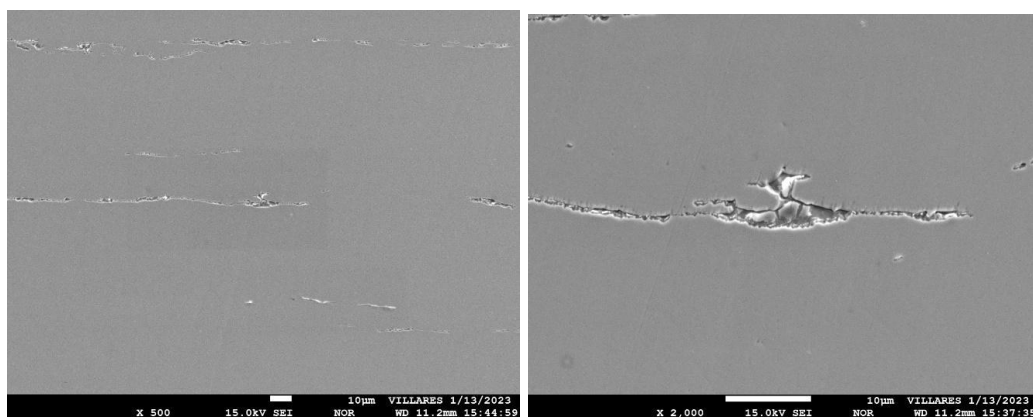
Figura 19: Micrografia do corpo de prova da amostra 4. Fonte: Própria autora.

As micrografias obtidas por microsonda eletrônica e mostradas na figura 20 e 21 evidenciam que, a fase de cor cinza ao fundo corresponde à matriz austenítica e a fase dispersa de cor branca, encontrada com diferentes morfologias, corresponde à ferrita delta. Nesta zona, a ferrita delta apresenta-se como fase dispersa em pequena proporção nucleada nos contornos e no interior dos grãos austeníticos formados após o tratamento de solubilização.



(a) Aumento de 100x

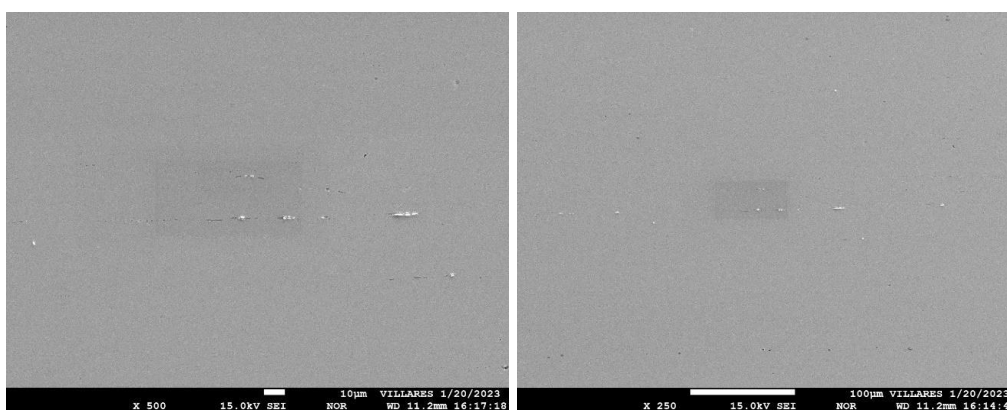
(b) Aumento de 250x



(c) Aumento de 500x

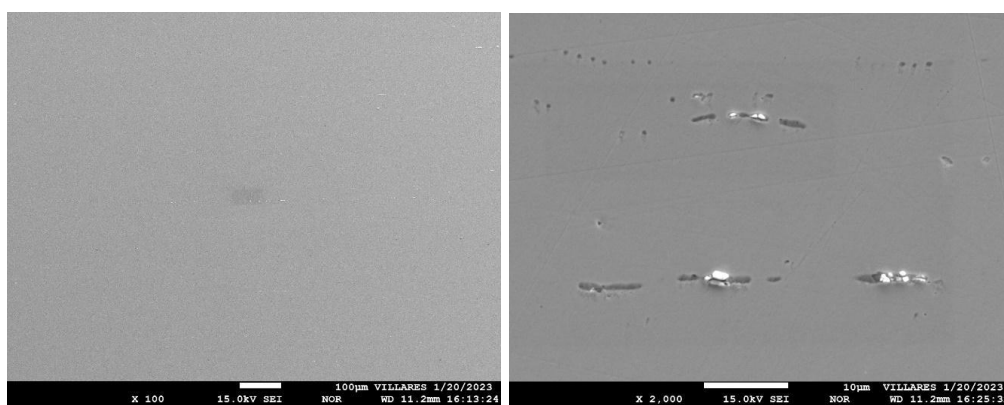
(d) Aumento de 2000x

Figura 20: Imagens de microsonda, por elétrons secundários da amostra 3. Fonte: Própria autora.



(a) Aumento de 100x

(b) Aumento de 250x

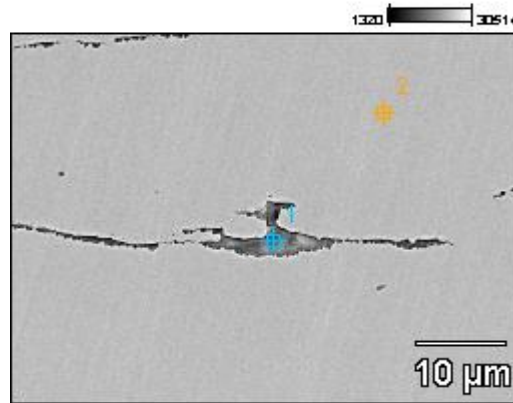


(c) Aumento de 500x

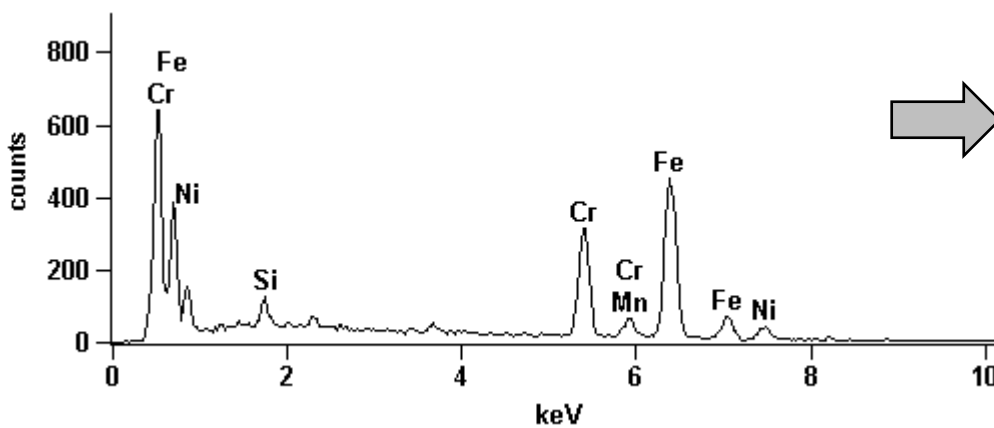
(d) Aumento de 2000x

Figura 21: (a) Micrografias na amostra 3 (Cr, Ni); (b) Difratoogramas (Cr, Ni). Fonte: Própria autora.

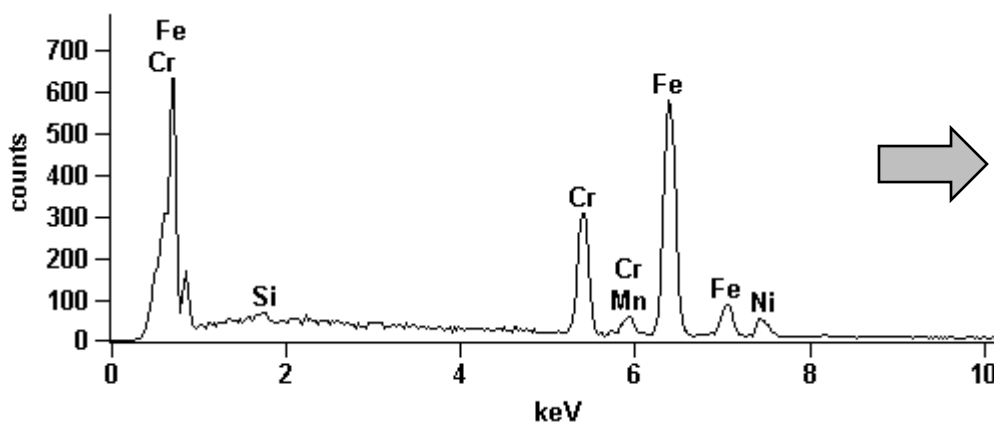
Foram realizadas microanálises por EDS na microestrutura das amostras em pontos correspondentes as fases das figuras 22 e 23 para amostras 3 e 4. Para amostra 3, os espectros mostraram que os picos encontrados no ponto 1 correspondem a fase ferrítica, e no ponto 2, corresponde a fase austenítica, são de Fe, Cr e Ni.



(a)



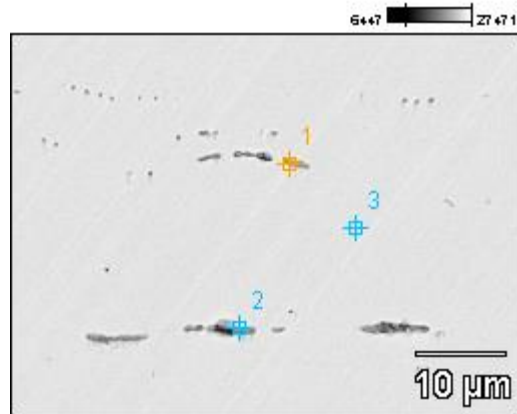
PT 1	% massica	% atômica
Si	1.32	2.55
Cr	24.47	25.58
Mn	1.89	1.87
Fe	63.86	62.16
Ni	8.47	7.84



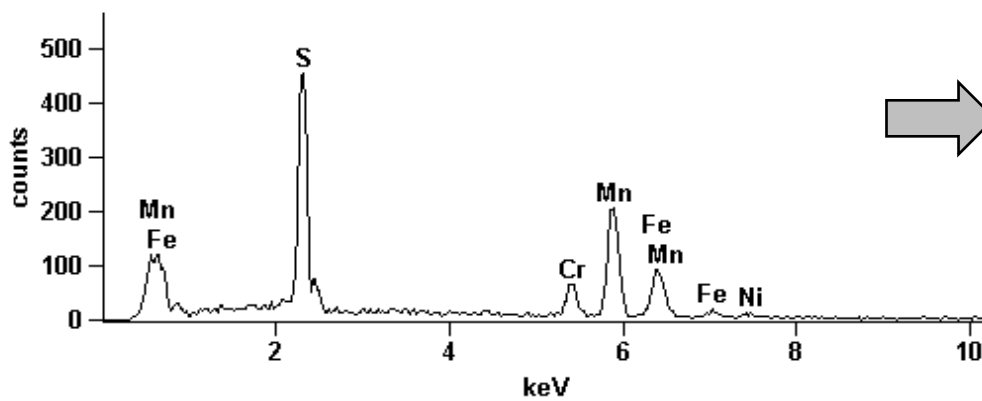
PT 2	% massica	% atômica
Si	0.51	1.00
Cr	20.22	21.37
Mn	1.12	1.12
Fe	69.36	68.28
Ni	8.79	8.23

Figura 22: (a) Micrografias na amostra 3 (Cr, Ni); (b) Difratogramas (Cr, Ni). Fonte: Própria autora.

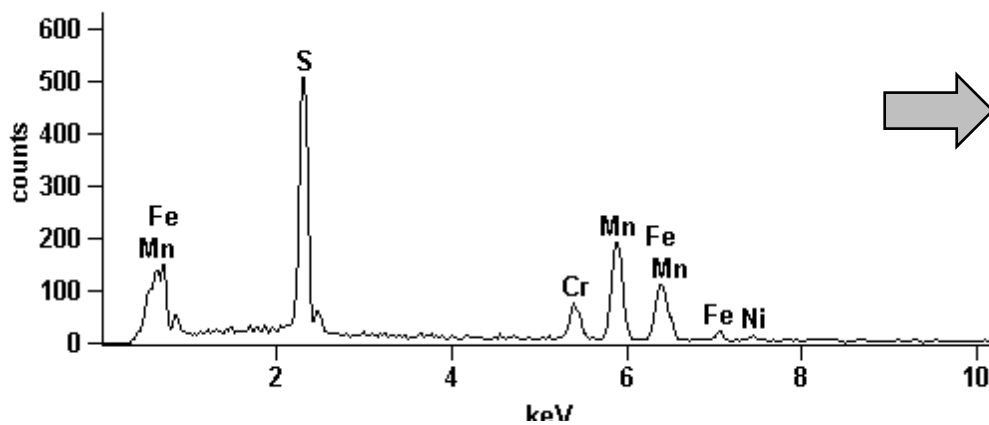
Para amostra 4, os espectros mostraram que os picos encontrados nos pontos 1 e 2, correspondentes a sulfetos (MnS), e no ponto 3, correspondente a fase austenítica, são de Fe, Cr e Ni.



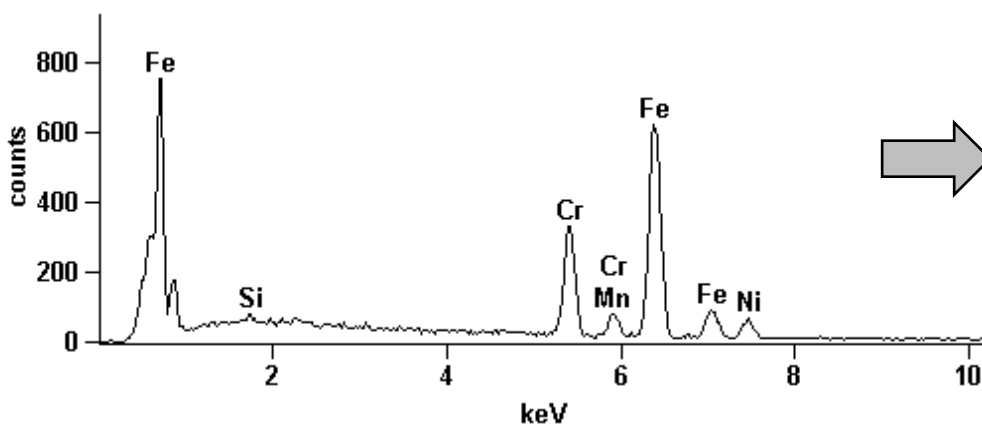
(a)



PT 1	% massica	% atômica
Si		
S	19.83	29.77
Cr	9.32	8.63
Mn	46.14	40.43
Fe	21.35	18.40
Ni	3.37	2.77



PT 2	% massica	% atômica
Si		
S	19.87	29.84
Cr	10.92	10.12
Mn	37.91	33.23
Fe	27.23	23.48
Ni	4.06	3.33



PT 3	% massica	% atômica
Si	0.41	0.81
S		
Cr	19.40	20.54
Mn	2.84	2.85
Fe	67.54	66.60
Ni	9.81	9.20

(b)

Figura 23: (a) Micrografias da amostra 4 (Cr, Ni); (b) Difratomogramas (Cr, Ni). Fonte: Própria autora.

Observa-se que nas amostras 1, 2 e 3 a ferrita delta apresenta-se como fase dispersa em proporção considerável nucleada no interior dos grãos austeníticos, formados após o tratamento de solubilização, seguindo a direção de laminação. Já na amostra 4, não foi identificada a presença de ferrita delta por toda amostra, apenas MnS, como comentado anteriormente.

Pode-se observar que a ferrita delta apresenta morfologia majoritariamente esférica para a amostra 2, a qual foi solubilizada em forno, diferente das amostras 1 e 3, as quais foram solubilizadas durante a laminação, e cuja morfologia é parecida com lamelas alinhadas. Isto é explicado pelo fato de que durante o processo de solubilização a altas temperaturas, a ferrita delta é dissolvida. Deste modo, durante o resfriamento rápido a fase ferrítica não tem tempo de se “refazer” e o que aparece é a ferrita delta restante, que não foi dissolvida durante o tempo de solubilização.

O teor de cromo da ferrita-delta é cerca de 25% de massa, e a da fase sigma é de aproximadamente 35% de massa. O teor de níquel da ferrita-delta e fase sigma são 5% e 3% em massa, respectivamente. A partição de cromo e níquel entre ferrita-delta e a austenita durante a formação da fase sigma é consistente com as características estabilizadoras do cromo e níquel.

As fases sigma e ferrita-delta têm baixo teor de níquel, com a fase sigma tendo o menor teor de níquel. Portanto, para a formação da fase sigma, o teor de níquel deve ser reduzido na fase ferrita-delta/sigma e o níquel enriquece a austenita eutetóide.

Os aços inoxidáveis que contém cromo e molibdênio para promover resistência à corrosão estão propensos à precipitação da fase sigma na matriz e/ou nos contornos de grão, afetando a resistência e as propriedades mecânicas. Enquanto a formação da fase sigma é diretamente proporcional ao teor de cromo, é inversamente proporcional ao teor de níquel. A precipitação da fase sigma pela austenita ocorre principalmente nos pontos triplos dos contornos de grãos, precipitada após a precipitação de carbonetos e/ou nitretos, pois nessa

fase o carbono e o nitrogênio são insolúveis (GUILHERME, 2016). As micrografias apresentadas comprovam a inexistência de fase sigma nas amostras.

4.2. CÁLCULOS TERMODINÂMICOS

As Figuras 24 e 25 apresentam os gráficos de fração de fases em equilíbrio da liga inoxidável austenítico de baixo teor de carbono deste estudo, o que indica a fração mássica de cada fase presente no material para temperaturas entre 400 °C e 1500 °C para as duas amostras avaliadas.

Ligas que possuem uma relação $Cr_{eq}/Ni_{eq} > 1,5$ se inicia a solidificação a partir da fase ferrita e quando a relação Cr_{eq}/Ni_{eq} estiver entre 1,5 e 2 acontece a transição para austenita ainda durante a solidificação (PESSANHA, 2011). Desta forma, é o que acontece com as corridas A e B. As amostras 1 e 2 avaliadas (pertencentes a corrida A) possuem uma relação Cr_{eq}/Ni_{eq} de 1,72 conforme apresentado na tabela 6 e os caminhos de solidificação são apresentados na figura 24.

Observa-se pelos caminhos de solidificação da figura 24 que a ferrita delta é a primeira a ser formada (curva número 2 – BCC_A2#1) em aproximadamente 1450°C. Após o maior pico de ferrita delta em aproximadamente 1400°C ela começa a se dissolver e começa a formação da fase austenita, observada pela curva número 3 (FCC_A1#1), e se estende até 1200°C.

A figura 25, apresenta a evolução da fração volumétrica das fases em função da temperatura referente a corrida B, de onde foram retiradas as amostras 3 e 4, cuja relação Cr_{eq}/Ni_{eq} é de 1,50 conforme apresentado na tabela 6.

Evidencia-se no resultado que o campo ferrita delta (curva número 2 – BCC_A2#1) vai de 1450°C até 1300°C, esperando que um menor teor de ferrita delta seja formado já que teve um campo maior de formação do que a corrida A. Observa-se em 1430°C que se inicia a formação da fase austenita (curva número 3 – FCC_A1#1) durante a solidificação via reação peritética.

Observa-se também a formação de carbonetos/nitretos que poderiam ser melhor avaliados por cálculo de ponto, visto que está fase encontra-se no final da solidificação.

2023.01.05.17.25.19

TCFE9: AL, C, CO, CR, CU, FE, MN, MO, N, NB, NI, SI, TI, V, W

P=1E5, N=1., W(C)=1.7E-4, W(SI)=2.8E-3, W(MN)=1.48E-2, W(CO)=1.6E-3, W(CR)=0.185, W(MO)=7.9E-3, W(NI)=8.21E-2, W(V)=1.05E-3, W(W)=1.9E-3, W(CU)=6.7E-3, W(TI)=5.00001E-5, W(NB)=1E-4, W(AL)=7E-5, W(N)=9.2E-4

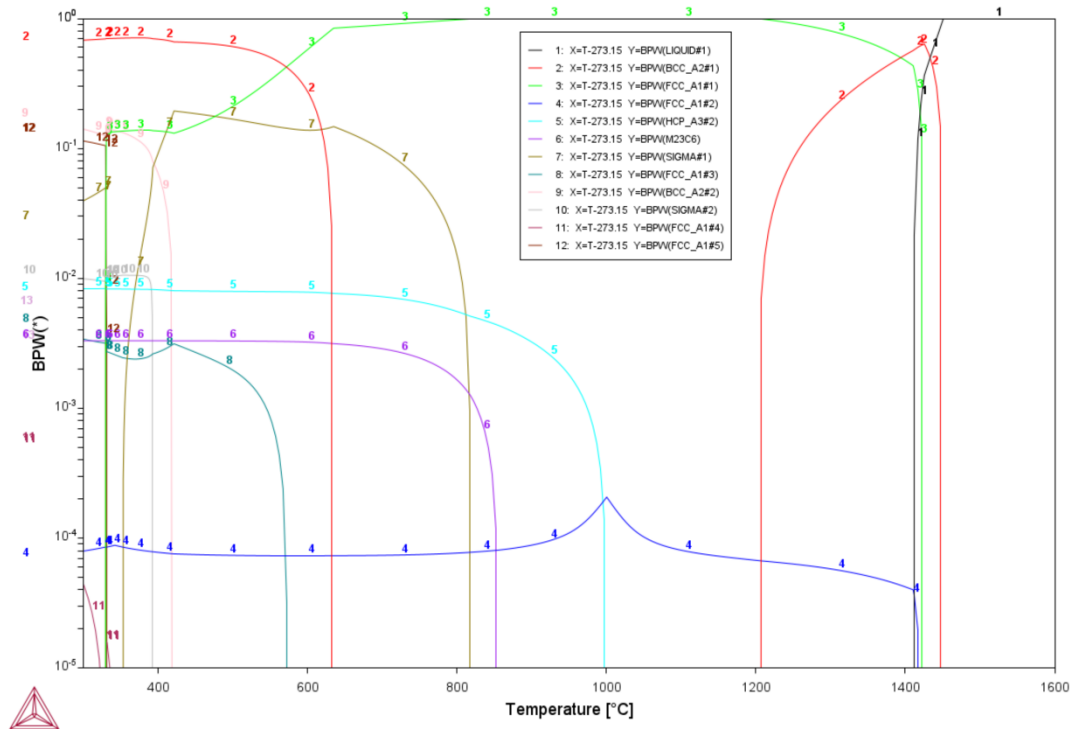


Figura 24: Fração de fases em equilíbrio presentes nas amostras 1 e 2 do aço 304L deste trabalho, conforme a temperatura. Fonte: Própria autora.

2023.01.05.17.25.31

TCFE9: AL, C, CO, CR, CU, FE, MN, MO, N, NB, NI, SI, TI, V, W

P=1E5, N=1., W(C)=1.6E-4, W(SI)=2.5E-3, W(MN)=1.44E-2, W(CO)=1.5E-3, W(CR)=0.1836, W(MO)=5.9E-3, W(NI)=9.85E-2, W(V)=8.1E-4, W(W)=1.2E-3, W(CU)=6.6E-3, W(TI)=5.00001E-5, W(NB)=3E-4, W(AL)=7E-5, W(N)=8E-4

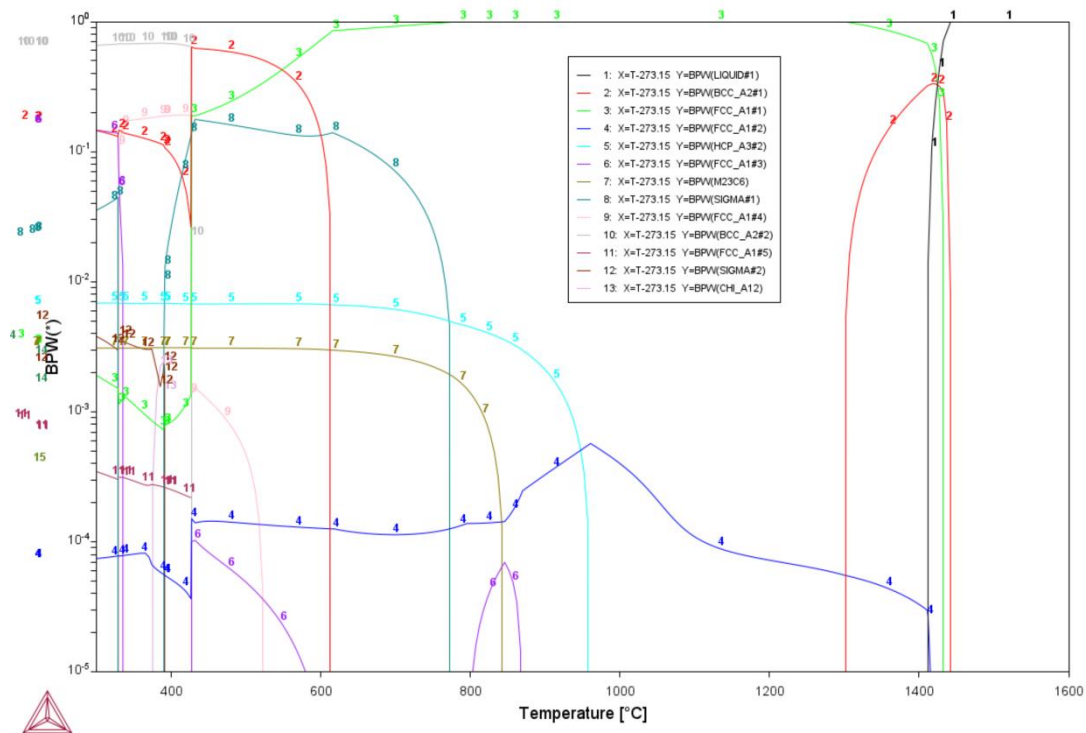


Figura 25 - Fração de fases em equilíbrio presentes nas amostras 3 e 4 do aço 304L deste trabalho, conforme a temperatura. Fonte: Própria autora.

4.3. MEDIÇÕES DE FERRITA DELTA

A partir do ferritoscópio calibrado com padrão de amostras do equipamento foram realizados ensaios para quantificação de ferrita nas 4 amostras avaliadas, cujos valores de ferrita delta medidos através desta técnica são apresentados na Tabela 5. Ela indica os resultados encontrados pelo ferritoscópio para as amostras em relação ao percentual de níquel, processo de tratamento térmico e espessura.

Tabela 5: Quantidade de ferrita delta encontrada nas amostras CP1, CP2, CP3 e CP4. Fonte: Própria autora.

Amostra	Tipo	Dimensão (mm)	Tratamento Térmico	Ferritoscópio
CP 1	Barra	50,8	Laminação	3,27%
CP 2	Bobina	14,29	Forno	0,13%
CP 3	Barra	25,4	Laminação	0,66%
CP 4	Bobina	11,11	Forno	0%

Tabela 6: Comparação da ferrita delta encontrada por ferritoscópio e pelo calculado no diagrama de Schaeffler. Fonte: Própria autora.

Amostra	Ferritoscopia	Schaeffler
CP 1	3,27%	1,72
CP 2	0,13%	1,72
CP 3	0,66%	1,50
CP 4	0%	1,50

Verificou-se que 3 das 4 amostras avaliadas apresentaram percentual de ferrita delta abaixo de 1% nas medidas por ferritoscópio. Apenas a amostra CP 1 apresentou teor de ferrita delta acima de 1%. A ferrita δ pode apresentar benefícios para algumas aplicações como por exemplo melhorar as condições de vazamento após a fundição, diminuir o potencial de corrosão sob tensão na presença de cloretos e melhorar as propriedades mecânicas. A presença da ferrita δ em aços inoxidáveis austeníticos trabalhados mecanicamente e totalmente solubilizados é esperada ser inferior a 3% (LIPPOLD ; KOTECKI, 2005 *apud* PASSOS; OTUBO, 2010; LEFFLER, 1998 *apud* PASSOS; OTUBO, 2010). Apesar da amostra CP 1 apresentar teor de ferrita delta de 3,27% na análise no ferritoscópio, tal fato possivelmente se deve a presença da amostra em 1200 °C durante o processo. Segundo o diagrama de equilíbrio desta corrida vemos a 1200° C o campo de ferrita delta. Diferentemente da amostra CP 2, que apesar da mesma composição química foi para o forno, onde permaneceu por 2

horas em 1050° C e resfriou rapidamente, estabilizando o campo austenítico. Já nos aços inoxidáveis austeníticos fundidos pode-se esperar de 5% a 20% (DAVIS, 1999 *apud* PASSOS, OTUBO, 2010). Com exceção dos fundidos, os aços inoxidáveis austeníticos não deveriam apresentar percentual de ferrita delta maior que 3%. Porém, como muitos produtos conformados são produzidos a partir de blocos fundidos, como é o caso de forjados, o percentual de ferrita delta pode resultar em valores superiores ao esperado de 2 a 3%. (PASSOS; OTUBO, 2010)

A partir das fórmulas apresentadas foi encontrado o percentual de ferrita nas corridas A e B, com o cálculo de Cr_{eq} e Ni_{eq} a partir da composição química indicada, e relacionado os valores medidos experimentalmente com ferritoscópico e valores oriundos dos diagramas constitutivos de Schaeffler e De Long.

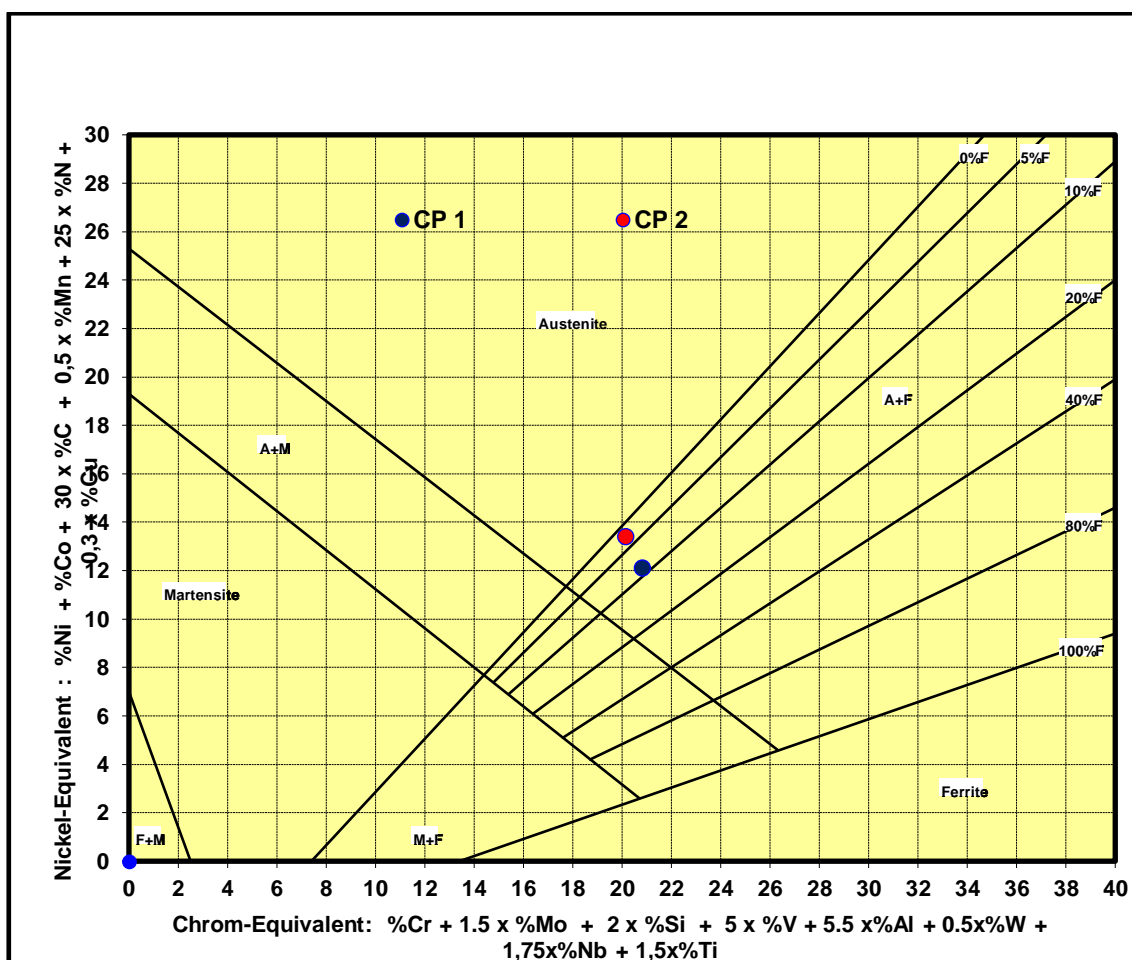


Figura 26: Diagrama de Schaeffler e DeLong calculado para as corridas A e B. Fonte: Própria autora.

Experimentalmente, os valores obtidos foram bastante inferiores aos previstos nos diagramas de Schaeffler e De Long, fato que se deve a estes

diagramas terem por parâmetro materiais soldados, enquanto aqueles avaliados neste trabalho são produtos laminados e solubilizados.

No caso específico do aço inoxidável 304, o diagrama de Schaeffler prevê que a microestrutura resultante será totalmente austenítica. No entanto, sabe-se experimentalmente que, em certas condições pode ocorrer a formação de ferrita delta, como quando a soldagem é realizada em altas temperaturas e velocidades de resfriamento lentas, quando há um desequilíbrio na composição química ou quando há contaminação da superfície do metal de base ou do material de adição.

4.4. ENSAIOS MECÂNICOS

4.4.1. Dureza

As propriedades mecânicas do aço inoxidável austenítico está diretamente relacionada com a presença desta fase. Os valores de dureza nas amostras do aço inoxidável austenítico laminado e solubilizado e os valores médios para cada condição são mostrados na Tabela 7.

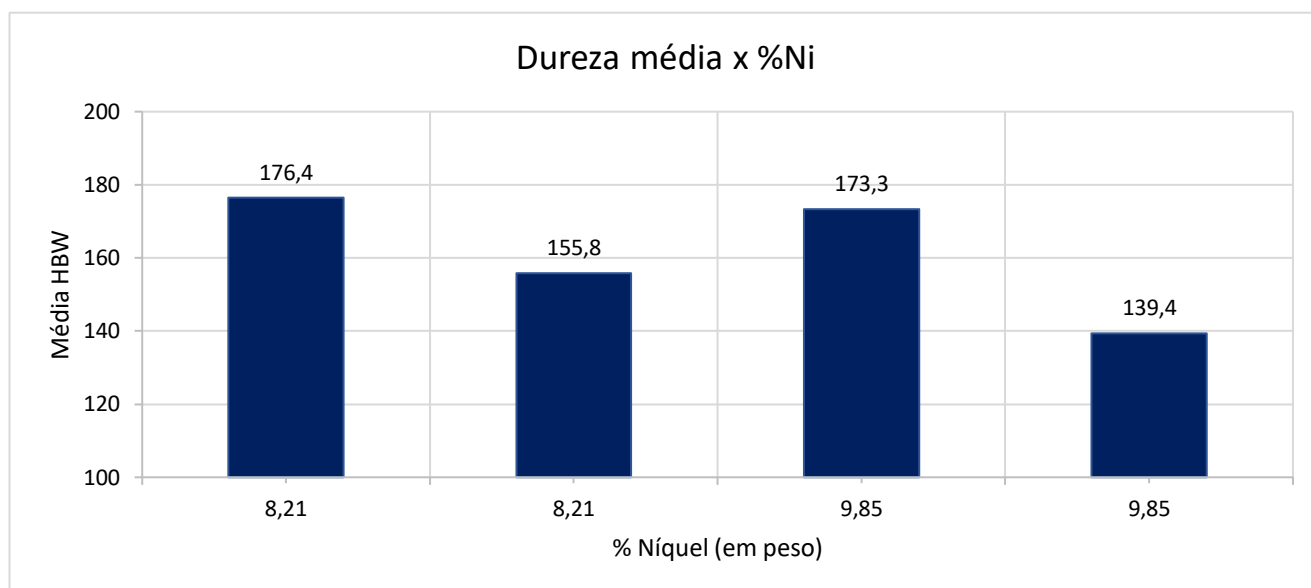
Tabela 7: Valores de dureza nas amostras. Fonte: Própria autora.

Amostra	Ensaio ASTM E10		Média HBW	%Ni	TT	%FD
CP 1	174	178,7	176,4	8,21	Laminação	3,27%
CP 2	156,7	154,9	155,8	8,21	Forno	0,66%
CP 3	173,2	173,3	173,3	9,85	Laminação	0,13%
CP 4	137,4	141,4	139,4	9,85	Forno	0%

Verifica-se dureza maior nas amostras que não sofreram tratamento prévio de solubilização.

É possível observar um decréscimo nos valores de dureza Brinell da amostra 1 para a amostra 2, assim como da amostra 3 para a amostra 4, conforme a figura 27. Aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis permitem a existência de martensita induzida por deformação nas ligas 304L. Dependendo dos parâmetros de laminação, a presença de martensita possui como característica fundamental uma elevada densidade de discordâncias em sua

microestrutura, limitando sua movimentação e, em consequência, afeta a dureza



da amostra.

Porém, os parâmetros e laminação considerados são ineficazes na formação de martensita induzida nas amostras, além de as análises por imagem e análise em ferritoscópio não apresentarem martensita. Os valores encontrados de dureza nas amostras 2 e 4 comprovam as evidências do tratamento de solubilização, que promove a diminuição da dureza para melhorar a usabilidade do aço. Além disso, o tratamento de solubilização remove tensões devidas aos tratamentos mecânicos a frio ou a quente, melhora propriedades mecânicas tais como ductilidade e tenacidade, modifica as características elétricas e magnéticas, ajusta o tamanho de grão e produz uma microestrutura definida.

Portanto, pelo fato de não possuírem martensita em sua morfologia, é possível atribuir a maior dureza ao maior refino de grão. Desta forma, evidencia-se também que as alterações do teor de níquel não exerceram influência significativa na dureza.

Observa-se pela figura 28 uma linearidade em relação ao percentual de ferrita delta e dureza. Conforme aumenta o teor de ferrita, aumenta também a dureza. Porém, poucos pontos foram avaliados, sendo necessário mais pontos para afirmar o impacto da ferrita delta nas propriedades mecânicas da liga.

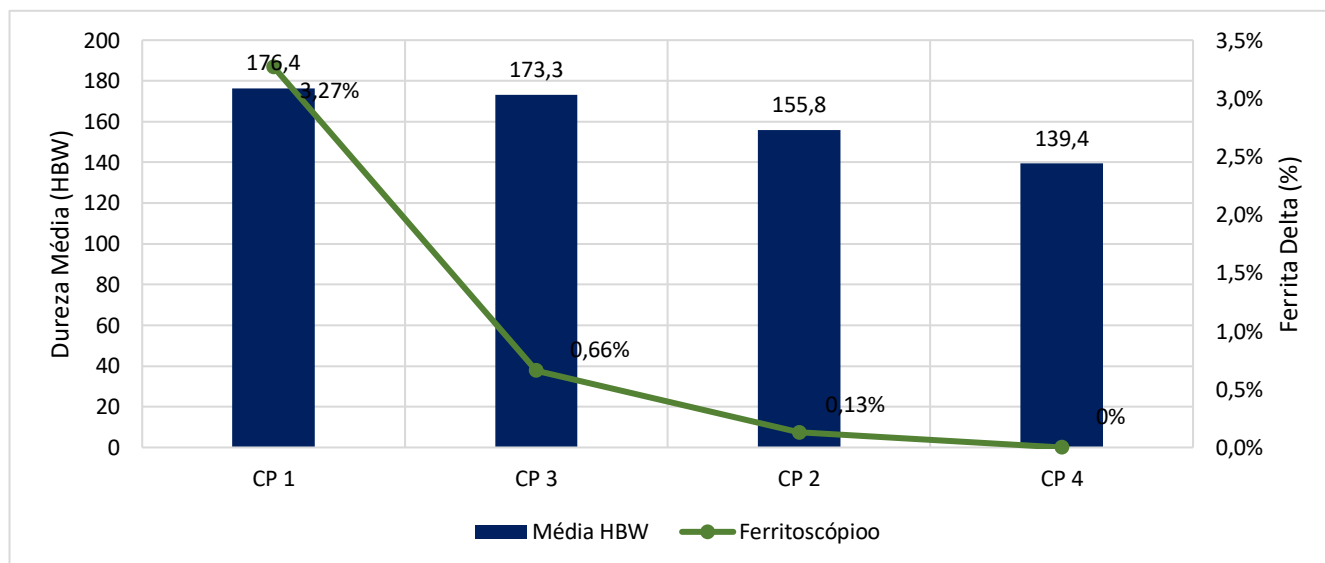
Figura 27: Dureza média em relação ao percentual de Níquel. Fonte: Própria autora.

Figura 28: Dureza média em relação ao percentual de Níquel. Fonte: criada pela autora.

4.4.2. Tração

A Figura 29 demonstra o resultado obtido do limite de resistência e limite de escoamento de cada amostra avaliada (barras e bobinas, laminadas e solubilizadas). Já a Figura 30 apresenta a relação de teor de níquel com as propriedades mecânicas. Por sua vez, na Figura 31 é apresentado o limite de escoamento e limite de resistência em função do teor de ferrita delta. A presença de níquel nos aços inoxidáveis austeníticos é o que promove a estabilização da fase austenítica. Em contrapartida, a área austenítica praticamente desaparece para teores de cromo em 18% (CHIAVERINI, 1988; SILVA; MEI, 2006).

Um compilado das propriedades avaliadas estão apresentadas também



na tabela 8.

Tabela 8: Propriedades avaliadas nas 4 amostras. Fonte: Própria autora.

%Ni	TT	%FD	Amostra	Limite de Resistência (MPa)	Limite de escoamento 0,2% (MPa)	Limite de escoamento 1% (MPa)	Alongamento (%)
8,21	Laminação	7,83	CP 1	655.0	313	372	48.7
8,21	Forno	7,83	CP 2	584.0	227	292	63.7

9,85	Laminação	2,97	CP 3	633.0	330	352	48.5
9,85	Forno	2,97	CP 4	558.0	219	276	65.7

De acordo com a literatura, para o aço inoxidável 304L no estado recozido, tem-se $LE = 170$ MPa e $LR = 450$ MPa. Os valores obtidos nos ensaios para as ligas solubilizadas, tanto para a liga com 8,21% de Ni como para a liga com 9,85% de Ni, foram compatíveis com os dados fornecidos pela literatura.

Comparando as curvas de tensão x deformação de engenharia do corpo de prova laminado e com tratamento térmico de solubilização, é percebido uma diminuição nas propriedades de tensão de escoamento e resistência à tração no material solubilizado. Esta redução se deve à diminuição da fração volumétrica da ferrita delta, que atua como mecanismo de travamento das discordâncias, cuja movimentação é responsável pela deformação plástica do material.

Com a redução da fração de ferrita delta presente, menores valores de tensões serão necessários para dar início à deformação plástica e menor será o valor máximo da tensão aplicada que o material suporta. Desta forma, os valores das tensões de escoamento e de resistência máxima a tração da amostra solubilizada serão inferiores. A ductilidade, porém, tem um aumento no material solubilizado, pois o material possui uma maior capacidade de se deformar plasticamente até a sua ruptura. Isto corresponde os valores de dureza encontrados, que diminuem após a solubilização.

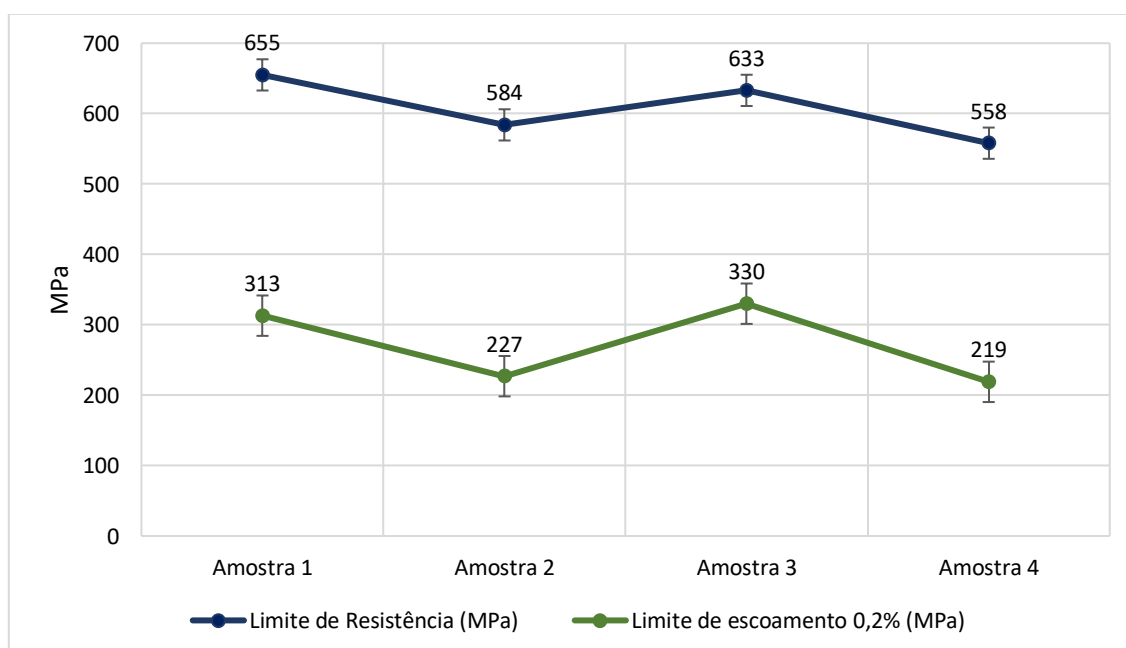


Figura 29: Propriedades mecânicas das amostras CP1, CP2, CP3 e CP4. Fonte: Própria autora.

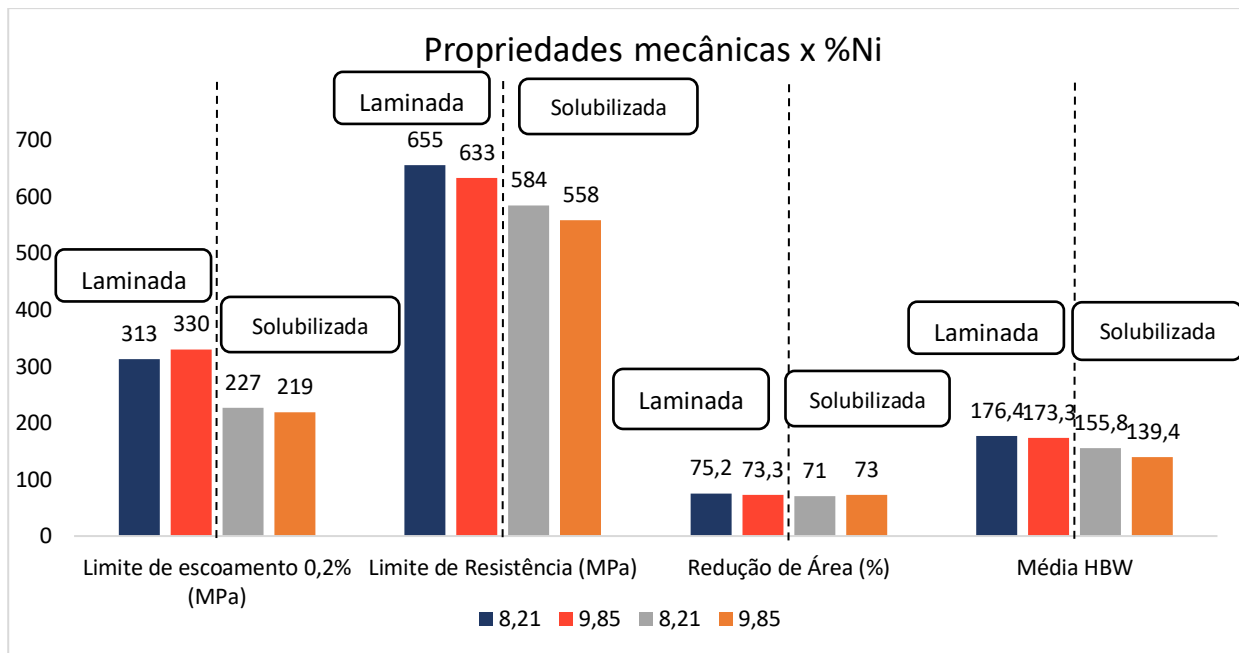


Figura 30: Relação do teor de Ni das amostras CP1, CP2, CP3 e CP4. Fonte: Própria autora.

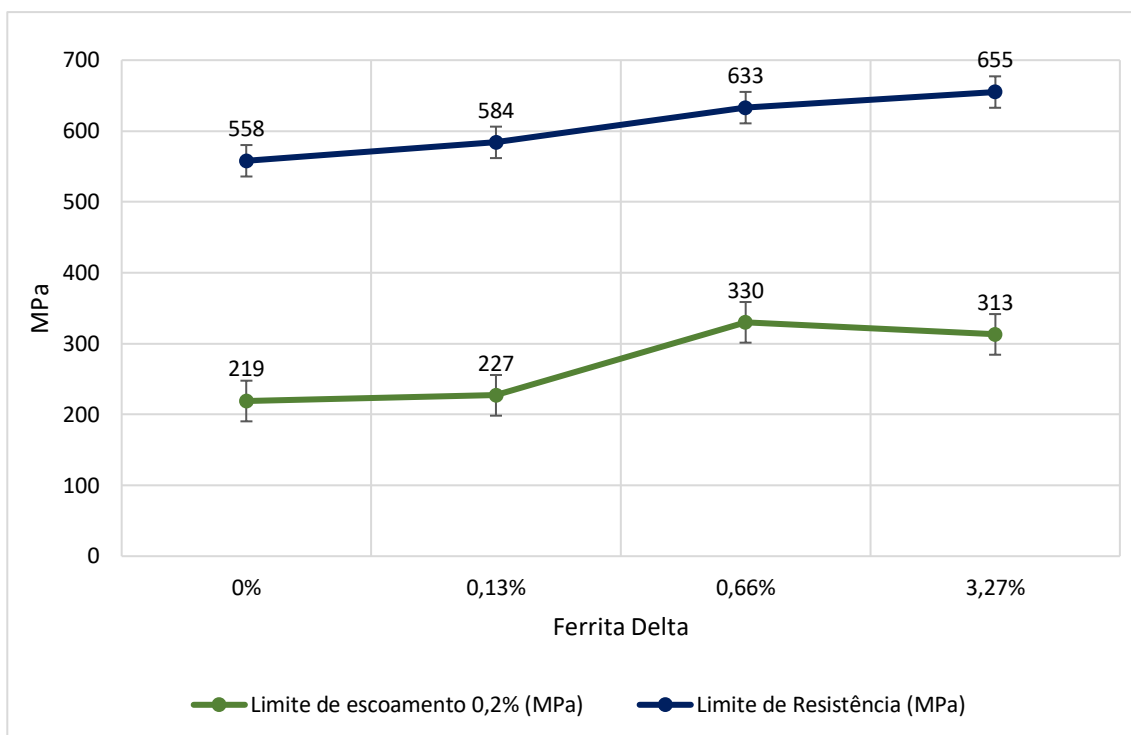


Figura 31: Propriedades mecânicas das amostras CP1, CP2, CP3 e CP4. Fonte: Própria autora.

Na comparação entre os resultados das amostras laminadas e solubilizadas e as respectivas propriedades mecânicas encontradas é percebido uma queda nas propriedades de resistência à tração e tensão de escoamento no material solubilizado. Pode-se atribuir esta redução à diminuição da fração volumétrica da ferrita delta, pois esta atua como mecanismo de bloqueio das discordâncias, cuja movimentação é responsável pela deformação plástica do material. Tendo um menor teor de ferrita delta, menor é a tensão necessária para iniciar a deformação plástica e, conseqüentemente, menor será o valor máximo da tensão aplicada que material suportará.

Dessa maneira, os valores das tensões de escoamento e de resistência máxima a tração das amostras solubilizadas serão inferiores. Porém, a ductilidade, a qual aumenta no material solubilizado, deve-se ao material possuir maior capacidade de deformar-se plasticamente até a sua ruptura. Isto está de acordo com os valores de dureza encontrados, em que o valor desta propriedade diminui após a solubilização.

5. CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos e das análises realizadas foi possível obter as seguintes conclusões:

- A microestrutura do material é típica dos aços inoxidáveis austeníticos e apresenta-se monofásica constituída por uma matriz de grãos de austenita com formatos poligonais;
- Obteve-se baixa correlação entre os percentuais de ferrita delta medidos e os previstos no diagrama de Schaeffler e De Long;
- As medições via ferritoscopia apresenta facilidade na aquisição de dados, porém as medições carecem de fatores de correção para baixos valores percentuais de ferrita;
- Tratamentos térmicos realizados entre 1050 e 1200 °C mostraram-se efetivos para solubilizar ferrita delta residual de produtos siderúrgicos comerciais. Pode-se também observar a redução do tamanho de alguns grãos após o tratamento térmico de solubilização, isto pode ter acontecido por um processo de recristalização na temperatura de tratamento a 1200 °C;
- O comportamento em tração do material solubilizado diminui com relação a resistência mecânica, mas a ductilidade aumenta na condição tratada. O material sem tratamento de solubilização apresentou propriedades opostas ao material com tratamento, com resistência máxima e de escoamento superior;
- As análises das propriedades mecânicas concluem que o material que não sofreu tratamento de solubilização em forno apresenta uma resistência mecânica e de escoamento maior, além de menor ductilidade. O menor alongamento, pode estar associado com uma maior concentração de ferrita delta. Verificou-se também que o material sem tratamento de solubilização apresenta uma dureza maior que o mesmo material tratado termicamente. Este fato pode ser resultado de seu menor tamanho de grão, já que praticamente não há carbonetos existentes no interior dos grãos para serem dissolvidos.
- Também é possível observar que as amostras solubilizadas apresentam menor quantidade de ferrita e o aspecto da ferrita também difere das amostras não solubilizadas devido a sua dissolução e esferoidização

(fenômeno este característico de sistemas controlados por difusão que resulta na diminuição de interfaces, buscando-se um estado de menor energia) após o tratamento de solubilização. Em aços inoxidáveis fundidos, a diminuição da ferrita delta melhora a conformabilidade do material. Ao contrário dos soldados, o alto teor de ferrita fragiliza o material quando está ausente o tratamento térmico de solubilização;

- Deve-se, portanto, estar atento quando da especificação desses materiais para controle da fração volumétrica de ferrita δ correta, já que nos aços inoxidáveis austeníticos os elementos de liga ferritizantes, tais como Cr, Mo, W, Nb, tendem a favorecer a formação da ferrita δ e, conseqüentemente, a precipitação de fases intermetálicas fragilizantes.

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY OF MATERIALS. **Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys**. 10.ed. ASM International, 1990.

ARINOX COMERCIAL LTDA. *Composição do aço inox*. Home, Blog 2 de fevereiro de 2015. Disponível em: < <https://arinox.com.br/blog/composicao-do-aço-inox/>> Acesso em 07 ago. 2022.

BERGAMI, L. B.; CRETON, S. M. Caracterização mecânica e microestrutural do aço inoxidável duplex uns s31803 submetido a diferentes tratamentos térmicos. 2017. 75f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória – ES, 2017.

CARBÓ, H. M. **Aços inoxidáveis: aplicações e especializações**. ArcelorMittal Inox Brasil: São Paulo, 2008. Disponível em: < <http://guides.com.br/home/wp-content/uploads/2011/12/inonx-apost-tec.pdf> > Acesso em 06 ago. 2022.

CARVALHO, L. G. et al. *A dilatometric study of the phase transformations in 300 and 350 maraging steels during continuous heating rates*. **Materials Research**, v. 16, n. 4, p. 740-744, 2013.

CASTRO, G. M. Estudo da oxidação a quente no aço inoxidável ferrítico ABNT 430. 2005. 139f. Tese (Mestrado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte – MG, 2005.

CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos**. 6. Ed. São Paulo: ABM, 1988.

DURAND-CHARRE, M. *Plain Carbon and Low Alloy Steels*. In: **Microstructure of Steels and Cast Irons**. Berlin: Springer-Verlag, 2004.

FEITOSA, A. L. M. Efeito da laminação a frio na reversão parcial da 50artensite em austenita durante tratamento térmico de envelhecimento de aço maraging 350. 72f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2020.

FERREIRA, R. C. Estudo da formação da fase sigma em aços inoxidáveis austeníticos: foco nas ligas AISI 317, 317L e 317LN. 2009. 72f. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

FRANÇA, B. G.; PESSANHA, E. C.; GONÇALVES, R. B.; TERRONTES, L. A. H. Influência da ferrita delta nas propriedades mecânicas de um aço inoxidável soldado. In: CONGRESSO ABM, 67, 2012. Rio de Janeiro. **Anais...**Rio de Janeiro: ABM, 2012.

FRANZOTTI, T. C. Comparativo da resistência à corrosão por pite e do comportamento mecânico de aços inoxidável dúplex SAF 2205 e SAF 2507. Projeto de Iniciação Científica, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, s.d.

GENTIL, V. **Corrosão**. 4ª. Ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2003.

GUILHERME, L. H. Influência da fase sigma na corrosão em microrregiões de juntas soldadas por processos MIG do aço inoxidável AISI 316L. 2016, 197f. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2016. Disponível em: < https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/18/18158/tde-31102017-151817/publico/Tese_Guilherme_LuisH.pdf > Acesso em 22 jan. 2023.

GUILHERME, L. H.; OLIVEIRA, M. F. *O estado da arte da precipitação de fase sigma em aços inoxidáveis austeníticos: foco na liga AISI 316L*. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS – CBECiMat, 2012, São Paulo. **Anais...** São Paulo: Documentar, 2012.

GUILHERME, L. H.; BENEDETTI, A. V.; FUGIVARA, C. S.; MAGNABOSCO, R.; OLIVEIRA, M. F. *Effect of MAG welding transfer mode on sigma phase precipitation and corrosion performance of 316L stainless steel multi-pass welds*. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 5, p. 10537-10549, 2020. Disponível em: < https://repositorio.fei.edu.br/bitstream/FEI/3416/1/Magnabosco_pdf > Acesso em: 22 jan. 2023.

LIMA, G. B. G. D. Avaliação da influência do processo de têmpera e revenimento sobre a resistência à corrosão do aço inoxidável martensítico AISI 420. 2009. 75f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Universidade Federal de Santa Catarina, Blumenau, 2019.

LIMA, R. I; BRUNATTO; S. F.; HENKE, S. L. *Influência da fase sigma na resistência à cavitação em solda de reparo de aço inoxidável austenítico AISI 309L*. **Soldag. insp.**, São Paulo, v.26, 2021. Disponível: < http://old.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0104-92242021000100213>. Acesso em 07/02/2023.

MORAIS, V. L. Estudo comparativo da deformação a frio e da resistência à corrosão nos aços inoxidáveis austeníticos AISI 201 E ASI 304. 2010. 166f. Dissertação (Mestrado) - Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

MOURA, J. P. *Análise de crimes ambientais provenientes de derramamentos por corrosão em dutos e sua relação com o licenciamento ambiental nas atividades de exploração e produção de petróleo on shore*. Instituto Internacional de Educação Superior (IIES), Blog, Últimas Notícias, 21 de junho de 2011. Disponível em: < <https://www.doutoradoemestrado.com.br/nova-edicao/analise-de-crimes-ambientais-provenientes-de-derramamentos-por-corrosao-em-dutos-e-sua-relacao-com-o-licenciamento-ambiental-nas-atividades-de-exploracao-e-producao-de-petroleo-on-shore/> > Acesso em 06 ago. 2022.

PAREDES, R. S. C. **Aços inoxidáveis: metalurgia e soldabilidade**. UFPA – Departamento de Engenharia Mecânica/Laboratório de Aspensão Térmica e Soldagem Especiais, 2020. Disponível em: <

<http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/TM315/Conte%FAdos%20/CURSO%20DE%20A%C7OS%20INOXID%C1VEL%20Atualizado.doc.pdf> > Acesso em 07 ago. 2022.

PASSOS, D. de O.; OTUBO, J. *A influência da ferrita delta em aços inoxidáveis austeníticos forjados*. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 63, n. 01, p. 57-63, 2010. Disponível em: <
<https://www.scielo.br/j/rem/a/BvJNd8yF7pw6fbyvgMkfXrK/?format=pdf&lang=pt>
> Acesso em 21 jan. 2023.

PESSANHA, E. de C. Quantificação da ferrita delta e avaliação da relação microestrutura/propriedades de um aço inoxidável austenítico 347 soldado. 2011, 95 f. Dissertação (Mestrado) - Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, 2011.

PINHEIRO, B. R. Estudo sobre adição de elementos de liga e do tratamento térmico de solubilização para melhorar as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão dos aços AISI 304 submetidos a elevadas temperaturas. 2021. 62f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2021.

REBELATTO, R. Estudo da microestrutura de aço inoxidável austenítico ASTM A351 HK40 proveniente de um suporte de tubos de um forno com 200.000 horas de serviço. 2013. 75f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) - Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2013.

ROXADELLI, F.; RAMOS, R. B. Influência da rugosidade no comportamento ao desgaste de aços inoxidáveis nitretados para uso em biomateriais. 2019. 76f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) - Departamento acadêmico de Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2019.

SABARÁ, E. W. F. Caracterização microestrutural e avaliação da resistência à corrosão de aços inoxidáveis austeníticos utilizados em aplicações como biomateriais. 2013. Dissertação (mestrado) - Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de São João del-Rei, São João del-Rei, 2013.
SANCHES, Leonardo Paiva. Estudo comparativo quanto a resistência à corrosão entre os aços inoxidáveis utilizados em trocadores de calor. Monografia – DEMMPOLI/UFRJ, Rio de Janeiro, 2009.

SANTOS, F. A. M. Estudo da ocorrência de ferrita delta em aços inoxidáveis austeníticos, com ênfase em chapas do aço AISI 304, em diferentes etapas do processamento industrial. 2022, 115f. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Universidade de São Paulo, São paulo, 2022.

SILVA, A. L.; MEI, P. R.. **Aços e ligas especiais**. 3. ed. Sumaré: Blucher, 2010.
SILVA, J. M. O. Influência dos parâmetros de tratamentos térmicos de um aço maraging 350. 2021. 62f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) - Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2021.

SOUZA, J. F. P. Propriedades mecânicas de aços inoxidáveis austeníticos nitretados submetidos à hidrogenação catódica. 2006. 108f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

TAVARES, C. F. Influência da composição química e da espessura da peça fundida na quantidade e distribuição de ferrita delta em aços inoxidáveis austenítico, 2008. 77f. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica de São Paulo, Universidade Federal do São Paulo, São paulo, 2008.

TEBECHERANI, C. T. P. **Aços inoxidáveis**. s.d. Instituto Federal Sul-Rio-Grandense, Home, Aline Caldas Gonçalves, Materiais de Construção Mecânica. Disponível em: < http://www2.pelotas.ifsul.edu.br/~adccg/lib/exe/fetch.php?media=artigo_para_pi_pesystem_sobre_inox1.pdf >. Acesso em 08 ago. 2022.

VALLE, C. R.; MATSCHINSKE, M. G. Influência do tratamento térmico de solubilização na transformação martensítica do aço inoxidável austenítico AISI 304L. 2019, 47f. Projeto Final (Graduação) - Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, Rio de Janeiro, 2019.

VIEIRA, F. B. E. Análise microestrutural da resistência à corrosão de aço inoxidável ferrítico AISI 430. 2016. 46f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) - Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2016. Disponível em: < <https://app.uff.br/riuff/bitstream/handle/1/2301/francovieira1.pdf?sequence=1&isAllowed=y> > Acesso em 06 ago. 2022.

WOLYNEC, S. **Noções básicas de eletroquímica**. São Paulo: USP, 2002. Disponível em: < https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/6170907/mod_resource/content/1/material%20de%20estudo.pdf > Acesso em 06 ago. 2022.

ZWUICK ROELL LTDA. *Ensaio de dureza Brinell conforme ISO 6506 / ASTM E10*. Home, Setores da Indústria, Metal, Normas para metais, Ensaio de dureza conforme Brinell em metais, s. d. Disponível em: <<https://www.zwickroell.com/pt/branchen/metall/normen-metall/ensaio-brinell-iso-6506/>> Acesso em 22 jan. 2023.