



UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO

CENTRO TECNOLÓGICO

GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

GABRIELA AKSASCKI CAETANO

NATALIA SCHULTZ DE SOUZA

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO DA DIFUSIVIDADE TÉRMICA DO AÇO
INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S32304 SUBMETIDO A PROCESSO DE SOLDAGEM
TIG, EM FUNÇÃO DO TRATAMENTO TÉRMICO**

VITÓRIA

2016

GABRIELA AKSASCKI CAETANO

NATALIA SCHULTZ DE SOUZA

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO DA DIFUSIVIDADE TÉRMICA DO AÇO
INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S32304 SUBMETIDO A PROCESSO DE SOLDAGEM
TIG, EM FUNÇÃO DO TRATAMENTO TÉRMICO**

Projeto de Graduação II apresentado ao Curso de Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para graduação.

Orientador: Dr. Temístocles de Sousa Luz;

Coorientador: Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando.

VITÓRIA

2016

GABRIELA AKSASCKI CAETANO

NATALIA SCHULTZ DE SOUZA

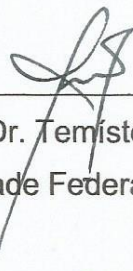
ESTUDO DO COMPORTAMENTO DA DIFUSIVIDADE TÉRMICA DO AÇO
INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S32304 SUBMETIDO A PROCESSO DE
SOLDAGEM TIG, EM FUNÇÃO DO TRATAMENTO TÉRMICO

Projeto de Graduação apresentado ao Departamento de Engenharia Mecânica
do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como
requisito parcial para obtenção do grau de Engenheiro Mecânico.

Entregue em 15 de novembro de 2016.

Aprovado em: 25/11/2016

COMISSÃO EXAMINADORA



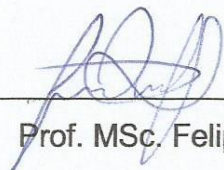
Prof. Dr. Temístocles de Sousa Luz
Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador



Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando
Universidade Federal do Espírito Santo
Coorientador



Prof. MSc. Leandro Entriger Falqueto
Universidade Federal do Espírito Santo
Examinador



Prof. MSc. Felipe de Oliveira Palácio
Instituto Federal do Espírito Santo
Examinador

AGRADECIMENTOS

À Deus toda honra e glória pela nossa vitória.

Aos nossos Pais, verdadeiros responsáveis por esta conquista, toda nossa gratidão.

Aos nossos irmãos, pela parceria, amizade e apoio.

Aos amigos que nos acompanharam durante os anos de graduação.

Ao nosso orientador, Dr. Temístocles de Sousa Luz, e coorientador, Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando, pelo auxílio, ensinamento e por nos acompanharem durante este projeto.

E aos colaboradores do Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais – TRICORRMAT – UFES.

RESUMO

O material candidato a revestimento externo dos receptáculos de contenção para transporte de substâncias que sejam fontes de alta radioatividade, em especial ^{99}Mo , para as indústrias radiofarmacêuticas, é o foco principal do presente trabalho. Onde são relatados os efeitos dos processos de soldagem TIG e tratamento térmico na difusividade térmica de amostras de um aço inoxidável duplex UNS S32304, faz-se necessário o conhecimento das propriedades desse material frente ao processo de fabricação com propósito de atender as normas de segurança de transportes de materiais radioativos. As amostras foram soldadas em pares seguindo um procedimento autógeno, utilizando argônio e nitrogênio como gás de proteção. Em seguida os pares soldados foram tratados termicamente à temperatura de 600°C seguido de resfriamento de uma em ar e a outra em água do mar. As propriedades mecânicas foram avaliadas pelo ensaio de microdureza Vickers e a caracterização microestrutural do material por microscopia óptica. A análise da difusividade térmica foi realizada com uso do método Flash Laser após as amostras serem submetidas ao processo de soldagem e posterior tratamento térmico. As regiões soldadas apresentaram valores de difusividade térmica superiores aos encontrados no metal base das amostras, o que pode ter sido influenciado pelo aumento do tamanho dos grãos nessas regiões.

Palavras chave: Aço inoxidável duplex UNS32304. Soldagem TIG. Tratamento térmico. Difusividade térmica. Método Flash Laser.

ABSTRACT

The potential material to be the outer covering of the contention receptacles with the goal of transporting highly radioactive substances, specially ^{99}Mo , to the radiopharmaceutical industries, is the main focus of this study. Where the effects are reported of the TIG welding process and heat treatment in the thermal diffusivity in samples of a duplex stainless steel UNS S32304, the knowledge of material properties, dealing with the fabrication process, is needed. The purpose is to conform to radioactive material standards. The samples were welded in pairs following an autogenous procedure using argon and nitrogen as protection gas. Then the welded pairs were heat treated at a temperature of 600 °C followed by cooling one in air and the other one in sea water. The mechanical properties were evaluated by Vickers micro hardness testing and microstructural characterization of the material by optical microscopy. The analyses of the thermal diffusivity was measured with the use of Laser Flash Method before the thermal treatment of the samples. The welding areas present higher values of the thermal diffusivity than the ones found in the base metal of the samples and this result could be influenced by the increase grain size.

Keywords: UNS32304 duplex stainless steel. TIG welding. Heat treatment. Thermal diffusivity. Laser flash method.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - (a) Container já comercializado, utilizado pela MDS Nordion no Canadá. (b) Esquema do container a ser fabricado.	14
Figura 2 - Microestrutura típica de aço inoxidável duplex, seção longitudinal à direção de laminação.	17
Figura 3 - Microestrutura esquemática do aço inoxidável duplex. Região clara: austenita. Região escura: ferrita. (a) fundido; (b) chapa laminada a quente.	18
Figura 4 - Diagrama de equilíbrio de fases para o aço inoxidável duplex UNS S32304.	19
Figura 5 - (a) Diagrama isotérmico da transformação de fases, típico dos aços inoxidáveis duplex. (b) Precipitação de fase que pode ocorrer em aços inoxidáveis duplex UNS S32304.	21
Figura 6 - Processo esquemático de soldagem TIG.	25
Figura 7 - Diagrama esquemático das mudanças microestruturais ocorridas na junta soldada de um AID.	26
Figura 8 - Amostra da liga UNS S32304 atacada com reagente Behara. As setas indicam a formação de austenitas de Widmanstätten, a presença de austenitas intragranulares e alotriomórficas.	27
Figura 9 - Ilustração retratando a cinética de transformação de fase e a interação da curva de resfriamento de uma solda de aço inoxidável duplex.	29
Figura 10 - Efeito do nitrogênio no gás de proteção de solda TIG nos AID's S31803/S32205. Região A: possibilidade de faíscas e porosidade. Região B: metal de solda "equilibrado". Região C: perda de nitrogênio e resistência ao pite reduzida.	30
Figura 11 - Tipos de indentação na microdureza Vickers, (a) impressão perfeita; (b) defeito de "afundamento"; (c) defeito de "aderência".	35

Figura 12 - Fita de aço inoxidável duplex UNS S32304 na condição como recebida. A seta indica a direção de laminação (DL).	36
Figura 13 - Fluxograma das etapas deste projeto	38
Figura 14 - Corpos de prova produzidos para microdureza e microscopia óptica.	39
Figura 15 - Esquema da bancada de medição para determinação de propriedades termofísica através do método Flash de laser do PRESLAB – UFES.	42
Figura 16 - Esquema de aquecimento da amostra desconsiderando os efeitos de perda de energia e pulso finito.	43
Figura 17 - Microscopia Ótica da amostra CR, ataque KOH 10N. A seta indica a direção de laminação.	44
Figura 18 - Micrografia da amostra soldada (com posterior tratamento térmico), destacando as morfologias típicas de soldagem dos aços duplex. Região da zona fundida. Ataque ácido oxálico 10%. Amostra T60.	46
Figura 19 - Micrografia da amostra soldada (com tratamento térmico posterior), destacando as morfologias típicas de soldagem dos aços duplex. Região da zona fundida. Ataque ácido oxálico 10%. Amostra T68.	46
Figura 20 - Micrografia da amostra soldada, com tratamento térmico posterior. Região do MB. Ataque KOH 10N. Amostra T68. Destaque para formação de γ_2	48
Figura 21 - Micrografia da amostra soldada, com tratamento térmico posterior. Região do MB. Ataque KOH 10N. Amostra T60. Destaque para formação de γ_2	48
Figura 22 - Microdureza Vickers. Carga de 10 gf. Amostra T60, resfriada em água do mar.	49
Figura 23 - Microdureza Vickers. Carga de 10 gf. Amostra T68 resfriado em ar.	50
Figura 24 – Indentações destacadas na amostra T68, fase ferrita. (a) ZAC (b) MB .	51
Figura 25 – Efeito do modo de resfriamento na comparação do resultado da microdureza por fases, em cada região do aço inoxidável duplex UNS S32304.	52

Figura 26 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra T60 na ZF em função do tempo de experimento.....	54
Figura 27 - Comparação da difusividade térmica para as amostras T60, T68 e como recebida.....	55
Figura 28 - Perfil de temperatura em resposta a um fluxo de calor. As linhas tracejadas representam os contornos de grãos; T_o a queda de temperatura no interior de um grão; T_{gb} a queda de temperatura causado pela resistência interfacial.	56
Figura 29 - Figura 14 - Condições de contorno para o desenvolvimento do método flash do pulso de energia.	63
Figura 30 - Medida de difusividade térmica de acordo com Parker <i>et al</i> (1961).....	67
Figura 31- Amostra T60. Ataque com ácido oxálico 10%, 8s. (a) Vista das três zonas. (b) ZF. (c) ZAC.	68
Figura 32 - Amostra T68. Ataque com ácido oxálico 10%, 8s. (a) Vista das três zonas. (b) ZF. (c) ZAC.....	69
Figura 33 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra T68 na ZF em função do tempo de experimento.....	74
Figura 34 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra T60 na ZAC em função do tempo de experimento.	75
Figura 35 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra T68 na ZAC em função do tempo de experimento.	75
Figura 36 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra T60 no MB em função do tempo de experimento.....	77
Figura 37 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra T68 no MB em função do tempo de experimento.....	77

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química fornecida pelo fabricante (% em massa).....	36
Tabela 2- Comparação da composição química do material estudado	37
Tabela 3- Parâmetros de soldagem	40
Tabela 4 - Identificação das amostras segundo as condições experimentais.	40
Tabela 5 - Dados fornecidos pelo fabricante do aço inoxidáveis UNS S32304.....	53
Tabela 6 - Difusividade térmica e erro por região das amostras estudadas.....	55
Tabela 7 - Medidas de dureza obtidas pelo ensaio de microdureza Vickers para amostra T60 (resfriada em água do mar), com a respectiva média e desvio padrão. Os valores destacados correspondem aos que fogem da tendência pelo critério de Chauvenet.	70
Tabela 8 – Novos valores de média e desvio padrão para amostra T60 (resfriada em água do mar), desconsiderando os valores eliminados pelo critério de Chauvenet. .	71
Tabela 9 - Medidas de dureza obtidas pelo ensaio de microdureza Vickers para amostra T68 (resfriada em ar), com a respectiva média e desvio padrão. Os valores destacados correspondem aos que fogem da tendência pelo critério de Chauvenet.	72
Tabela 10 - Novos valores de média e desvio padrão para amostra T68 (resfriada em ar), desconsiderando os valores eliminados pelo critério de Chauvenet.....	73

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AID - Aço inoxidável duplex

CA – Corrente alternada

CC – Corrente contínua

CR – Amostra como recebida

DEM - Departamento de Engenharia Mecânica

HV – *Vickers hardness* (microdureza Vickers)

KOH - Hidróxido de potássio

MB – Metal Base

PRESLAB - *High Pressure Laboratory* (Laboratório de altas pressões)

TIG - *Tungsten Inert Gas* (Soldagem com eletrodo de Tungstênio e gás inerte)

TRICORRMAT - Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais

UFES - Universidade Federal do Espírito Santo

UNS - *Unified Numbering System*

ZAC - Zona afetada pelo calor

ZACTB - Zona afetada pelo calor a temperaturas baixas

ZACTE - Zona afetada pelo calor a temperaturas elevadas

ZF - Zona fundida

LISTA DE SÍMBOLOS

δ – Fase ferrita

γ – Fase austenita

σ – Fase sigma

α – Difusividade térmica

κ – Condutividade térmica

ν – Viscosidade cinemática

ρ – Densidade

c_p – Calor específico

T – Temperatura

Q – Feixe de energia

g – Espessura da amostra

L – Dimensões da amostra

V – Acréscimo de temperatura na face posterior da amostra

τ - Duração do pulso de energia

γ_2 – Austenita secundária

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	14
2	OBJETIVO	16
2.1	OBJETIVO GERAL	16
2.2	OBJETIVO ESPECÍFICO	16
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
3.1	AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX (AID)	17
3.1.1	Tratamento térmico.....	20
3.2	SOLDAGEM DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX	24
3.2.1	Soldagem TIG.....	24
3.2.2	Microestrutura dos aços inoxidáveis duplex durante a soldagem.....	25
3.2.3	Efeito do nitrogênio no gás de proteção da solda.....	29
3.3	DIFUSIVIDADE TÉRMICA	30
3.3.1	Métodos de determinação da difusividade térmica.....	32
3.3.2	Método Flash Laser	33
3.4	DUREZA	34
3.4.1	Microdureza Vickers	34
4	MATERIAIS E MÉTODOS	36
4.1	MATERIAL	36
4.2	MÉTODOS	37
4.2.1	Preparação das amostras.....	39

4.2.2	Soldagem	39
4.2.3	Tratamento térmico.....	40
4.2.4	Microscopia óptica	40
4.2.5	Microdureza Vickers	41
4.2.6	Difusividade Térmica	41
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	44
5.1	MICROSCOPIA ÓPTICA	44
5.1.1	Amostra como recebida	44
5.1.2	Amostradas soldadas e tratadas	45
5.2	MICRODUREZA.....	49
5.2.1	Amostradas soldadas e tratadas	49
5.3	DIFUSIVIDADE TÉRMICA	53
5.3.1	Amostra como recebida	53
5.3.2	Amostras soldadas e tratadas	54
6	CONCLUSÃO	58
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	59
	REFERÊNCIAS	60
	ANEXO A	63
	APÊNDICE A.....	68
	APÊNDICE B.....	70
	APÊNDICE C	74

1 INTRODUÇÃO

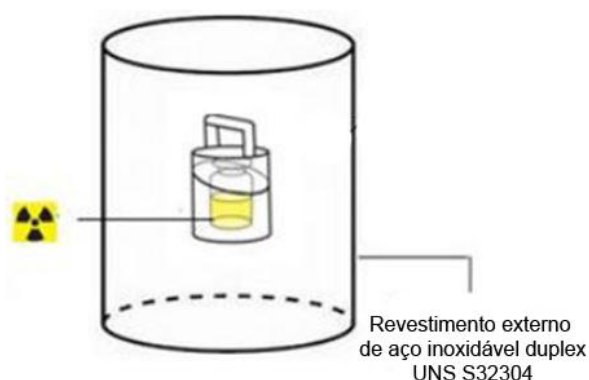
Aços inoxidáveis duplex (AID's) apresentam combinações de elevadas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão e, por isso, são considerados versáteis. São utilizadas nas indústrias química e petroquímica, nuclear, de papel e celulose, siderúrgicas, alimentícias e de geração de energia (MILAGRE, 2015).

A classe de aços inoxidáveis duplex apresenta uma microestrutura bifásica ferrita-austenita em proporções aproximadamente iguais a 50%, o que lhes confere boa resistência à corrosão sob tensão, alta resistência à corrosão intergranular, excelentes propriedades mecânica e boa soldabilidade (FOLKHARD, 1988).

Devido à combinação das boas propriedades, o aço inoxidável duplex mostrou que atende a altas exigências para fabricação do revestimento externo do receptáculo para transporte de materiais radioativos, conforme esquema da Figura 1, como a resistência mecânica e a propagação de impacto ou mitigação de ondas de choque (BETINI, *et al.* 2015). O transporte de substâncias que sejam fontes de alta radioatividade em recipientes de contenção é altamente estratégico. Portanto, a fabricação dos geradores de ^{99}Mo - $^{99\text{m}}\text{Tc}$ para os hospitais, requerem a necessidade do transporte do insumo ^{99}Mo em recipientes com características muito especiais e resistentes a impacto.



(a)



(b)

Figura 1 - (a) Container já comercializado, utilizado pela MDS Nordion no Canadá. (b) Esquema do container a ser fabricado.

Fonte: Adaptado de BETINI *et al.*, 2015.

O transporte de materiais radioativos seja por via aérea, marítima, ou terrestre, deve cumprir requisitos de segurança e proteção radiológica a serem atendidos desde a origem até o destino final das remessas, de forma a assegurar o adequado nível de controle da eventual exposição de pessoas, bens e meio ambiente aos efeitos nocivos das radiações ionizantes (CNEN-NE-5.01, 1988).

Visando atender as normas de segurança para utilização do material estudado no desenvolvimento desse receptáculo, este trabalho investigará o comportamento da difusividade térmica do aço inoxidável duplex UNS S32304, após o processo de soldagem TIG e tratamento térmico.

2 OBJETIVO

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a difusividade térmica em amostras de aço inoxidável duplex UNS S32304 submetidas ao processo de soldagem TIG, com gás de proteção Ar 98% + N₂ 2%, e tratadas termicamente a 600°C com resfriamento em água do mar e ar.

2.2 OBJETIVO ESPECÍFICO

- Avaliar o efeito da solda e tratamento térmico sobre a microdureza das amostras;
- Investigar a microestrutura resultante de cada processo, nas três regiões de estudo, zona fundida (ZF), zona afetada pelo calor (ZAC) e metal base (MB).
- Avaliar o comportamento da difusividade térmica das amostras utilizando o método Flash Laser;
- Associar os perfis de difusividade térmica encontrados com os processos executados no material.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX (AID)

Aços inoxidáveis duplex são definidos como ligas que contêm uma estrutura de duas fases, austenita e ferrita, e ambas as fases são presente em quantidades significativas e em, aproximadamente, frações de igual volume, Figura 2 (GUNN, 1997).

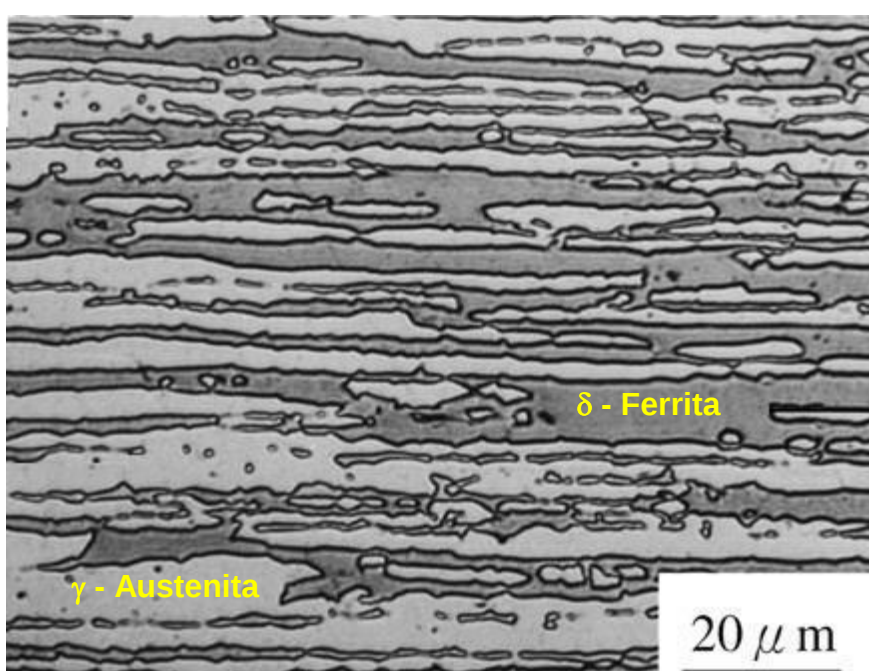


Figura 2 - Microestrutura típica de aço inoxidável duplex, seção longitudinal à direção de laminação. Fonte: Young *et al.*, 2007 *apud* REIS, 2013.

É comercialmente aceito que os AID's atinjam o teor de ferrita entre 30 a 70%, permitindo que cada uma das fases contribua de maneira considerável nas propriedades finais do aço (IMOA, 2009). A austenita contribui com a tenacidade ao impacto, enquanto a ferrita melhora a resistência à tração e soldabilidade. E ambas contribuem para uma elevada resistência à corrosão em geral. (MARTINS, 2005; SAHU *et al*, 2009 *apud* MACHADO, 2015; GUNN, 1997). Para atingir essa proporção, é necessário o controle da composição química, temperatura de recozimento e condições de resfriamento (MACHADO, 2015).

Além da composição química, a microestrutura bifásica dos aços inoxidáveis duplex também é alcançada mediante processamento termomecânico ao qual este material é submetido durante sua fabricação (AMARO, 2006). Os AID's são processados através de laminação a quente, realizada no campo bifásico ($\delta+\gamma$), seguido de tratamento de solubilização (que varia entre 1020 a 1100°C) e um resfriamento rápido até a temperatura ambiente (VAROL; BAESLACK; LIPPOLD, 1997).

A Figura 3 mostra a microestrutura típica do aço inoxidável duplex como fundido (a) e como laminado a quente (b), evidenciando a fase austenita (região clara) na matriz ferrítica (região escura).

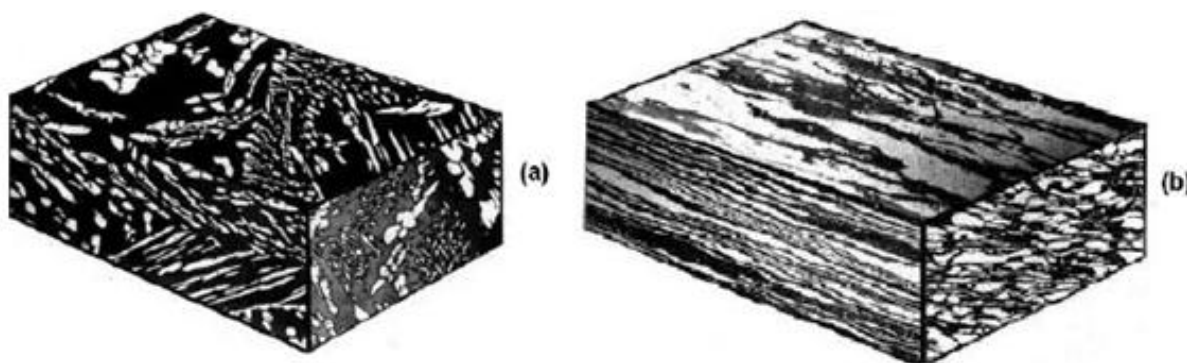


Figura 3 - Microestrutura esquemática do aço inoxidável duplex. Região clara: austenita. Região escura: ferrita. (a) fundido; (b) chapa laminada a quente.

Fonte: HEMMER; GRONG, 1999 *apud* CRONEMBERGER, 2013.

Para um melhor conhecimento desses aços, é necessário o estudo de seu diagrama de equilíbrio de fases, apresentado na Figura 4. Durante a solidificação dos aços inoxidáveis duplex, uma microestrutura completamente ferrítica (δ) é formada e a transformação parcial da austenita (γ) ocorre durante o resfriamento produzindo precipitados de austenita, que nucleia e cresce nos contornos de grão encontrando orientações cristalográficas favoráveis no interior dos grãos, na matriz de ferrita. Estes eventos, que ocorrem em temperaturas elevadas, são governados por difusão (AMARO, 2006; MILAGRE, 2015).

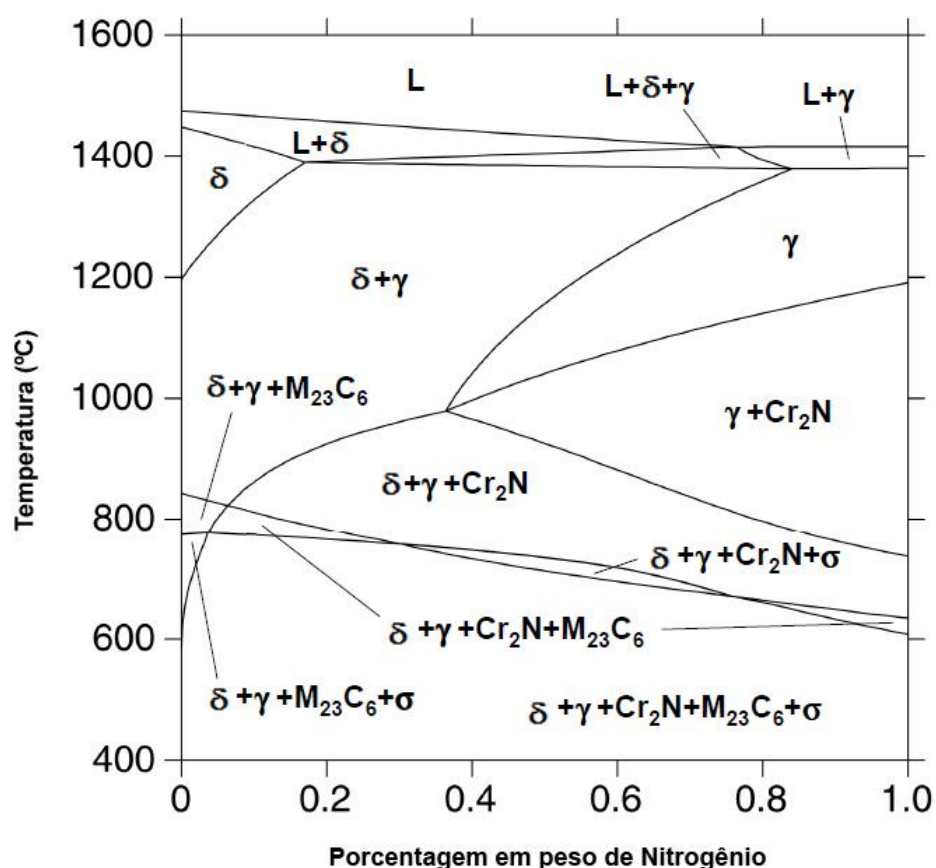


Figura 4 - Diagrama de equilíbrio de fases para o aço inoxidável duplex UNS S32304.

Fonte: Adaptado de LONDOÑO, 2001.

O diagrama mostrado na Figura 4 é utilizado como um guia para as transformações metalúrgicas, no entanto, é difícil prever a microestrutura de uma liga duplex. Isso porque a presença de elementos de liga podem levar a variação na fração da austenita e da ferrita devido a tendência de formação de segundas fases. Esses elementos são classificados como austenitizantes (ampliam o campo austenítico no diagrama de equilíbrio): N, Ni, Cu, Mn, C ou ferritizantes (ampliam o campo ferrítico): Cr, Mo, Si (IMOA, 2009; GUNN, 1997).

Além de influenciarem no balanço de fases, cada elemento de liga adicionado contribui com características específicas. Algumas são destacadas a seguir:

- Cromo: melhora a resistência à corrosão localizada, através da formação de uma película passiva de cromo estável (IMOA, 2009; GUNN, 1997).
- Molibdênio: contribui na resistência à corrosão por pite e em fresta (IMOA, 2009; GUNN, 1997).

- Nitrogênio: aumenta a resistência à corrosão por pite em frestas e aumenta a resistência do aço devido ao endurecimento por solução sólida intersticial, além de retardar a formação de intermetálicos (IMOA, 2009).
- Níquel: Confere um aumento significativo na tenacidade, conforme a maior quantidade de austenita precipitada (IMOA, 2009).

Os AID's são classificados em famílias, que variam com o desempenho da resistência à corrosão, dependendo do teor da liga podem ser divididos em cinco grupos: Lean Duplex, que não contém adição deliberada de Mo; Duplex padrão, responsável por mais de 80% do uso duplex; Duplex 25 Cr, com índice de resistência à corrosão por pites inferior a 40; Super Duplex, com maior quantidade de Mo e N comparado ao 25 Cr; e Hiper Duplex, liga alta com índice de resistência à corrosão por pites acima de 45 (IMOA, 2009).

O aço S32304, que será estudado neste trabalho, é classificado como Lean Duplex, porque não contém adição deliberada de Mo. Mesmo não apresentando melhores características de resistência à corrosão do que os aços inoxidáveis austeníticos padrões, a liga UNS S32304 está incluída entre os aços inoxidáveis de alto desempenho devido ao baixo carbono e alto nitrogênio, comum aos aços inoxidáveis duplex de segunda geração. Este grupo de AID pode ser soldados e oferece alta resistência mecânica e melhor resistência à corrosão sob tensão do que os aços AISI 316L e AISI 317L (KOVACH).

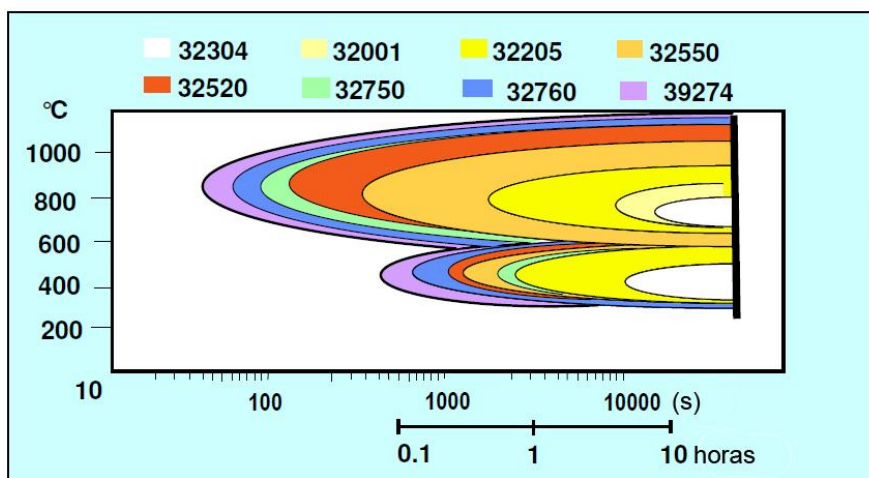
3.1.1 Tratamento térmico

O processo de fabricação estabelece o desenvolvimento de propriedades específicas nas ligas, porém, é possível induzir modificações suplementares em suas características pela aplicação de tratamentos térmicos adequados (CALLISTER, 2008). Essas modificações ocorrem pela alteração do tipo e proporção das fases presentes, pela variação da morfologia dos microconstituintes ou pela variação da concentração e distribuição de defeitos cristalinos, visando em muitos casos à remoção de tensões, aumento da resistência mecânica, melhora da ductilidade, usinabilidade, resistência ao desgaste, entre outros (MILAGRE, 2015).

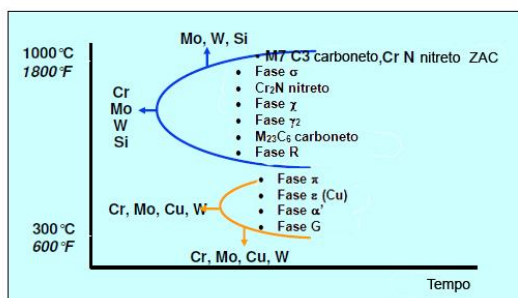
No entanto, não é possível alcançar todos esses objetivos simultaneamente, de forma que, na maioria das vezes, o desenvolvimento de uma determinada propriedade, envolve o prejuízo de outra (CRONEMBERGER, 2013).

Em aços inoxidáveis duplex podem ocorrer numerosas mudanças estruturais durante tratamento térmico. A maioria dessas transformações está relacionada à ferrita, pois a taxa de difusão nesta fase é consideravelmente mais alta que na austenita, principalmente por apresentar menor parâmetro de rede em sua estrutura cristalina (PARDAL, 2009).

Na Figura 5a, é possível identificar a influência dos parâmetros de tratamento térmico, tempo e temperatura, nas transformações de fases em aços inoxidáveis duplex. Enquanto na Figura 5b é possível visualizar os precipitados formados, onde a temperatura determina o tipo de transformação que irá ocorrer, e o tempo influencia na intensidade das mesmas.



(a)



(b)

Figura 5 - (a) Diagrama isotérmico da transformação de fases, típico dos aços inoxidáveis duplex. (b) Precipitação de fase que pode ocorrer em aços inoxidáveis duplex UNS S32304.

Fonte: CHARLES, 2007.

De uma forma geral, as ligas *lean duplex* UNS S32304 são menos propensas a precipitação de fases intermetálicas, pois exigem longo intervalo de tempo de exposição, 10 a 20 horas, para iniciar a transformação em temperaturas inferiores a 900 °C. Também são menos sensíveis ao endurecimento na faixa de temperatura entre 300 °C e 600 °C (GUNN, 2003; MILAGRE, 2015).

A formação de novas fases na microestrutura dos aços inoxidáveis duplex, além da ferrita e austenita, pode ocorrer devido à instabilidade desses materiais. Visto que, em determinadas temperaturas, o equilíbrio termodinâmico meta estável é quebrado e o material busca uma condição termodinâmica mais estável, por meio da precipitação de fases intermetálicas, levando ao desbalanceamento microestrutural entre ferrita e austenita (MARTINS, 2006).

Algumas fases são previstas pelo diagrama de equilíbrio de fase, como carbonetos ($M_{23}C_6$), nitretos (Cr_2N) e fase sigma (σ), Figura 5b. A precipitação de Cr_2N é mais frequente e reduz propriedades como resistência à corrosão e tenacidade em temperaturas em torno de 600 °C a 850 °C (CHARLES, 2010). Abaixo são descritas essas principais fases deletérias, formadas nas condições de estudo, e suas consequências para o desempenho do aço inoxidável duplex:

- Carbonetos ($M_{23}C_6$ e M_7C_3):

Nos aços inoxidáveis, diferentes tipos de carbonetos podem ser formados, entre os diversos precipitados, o carboneto $M_{23}C_6$, é o mais estudado, em razão da sua grande ocorrência. A precipitação de carbonetos causa um empobrecimento de cromo em regiões ao seu entorno ou até mesmo na própria matriz do material, resultando na perda de resistência à corrosão (LO, SHEK e LAI, 2009 *apud* PALÁCIO, 2011).

O tipo $M_{23}C_6$ pode se precipitar rapidamente entre 650°C e 950°C, nos aços duplex com alto teor de carbono (0,03%), predominantemente nos contornos δ/γ , onde a ferrita, rica em cromo, faz fronteira com a austenita, rica em carbono, favorecendo assim a precipitação dos carbonetos. Para os aços que contém um teor de carbono inferior a 0,02%, incluindo o aço inoxidável duplex UNS S32304, os carbonetos raramente são observados (GUNN, 1997).

- Nitretos (Cr_2N):

A precipitação de nitreto de cromo na ferrita é favorecida em aços com baixa fração volumétrica de austenita e ocorre com frequência em juntas soldadas resfriadas muito rapidamente. Durante o resfriamento a partir do campo ferrítico, ocorre uma competição entre a precipitação de austenita e de nitreto de cromo. Se a quantidade de austenita formada for próxima do valor de equilíbrio, praticamente todo o nitrogênio estará dissolvido nela. Como consequência, a quantidade de nitreto de cromo precipitado na ferrita é praticamente nula. Por outro lado, se a precipitação da austenita for retardada ou impedida, a ferrita torna-se supersaturada em nitrogênio, precipitando nitreto de cromo (SILVA, 2010; LONDOÑO, 1997).

Quanto à influência dos elementos de liga na precipitação dos nitretos nos aços inoxidáveis duplex, o Cr, Mo e W aceleram a sua cinética de precipitação. De maneira semelhante, o Mo e o W estendem o campo de precipitação destas fases para temperaturas mais elevadas. Em compensação, o Ni aumenta a fração de austenita, e, portanto reduz e retarda a precipitação de nitretos (CHARLES, 1991 *apud* LONDOÑO, 1997).

Os nitretos se precipitam preferencialmente nos contornos de grão δ/δ , mas também pode ocorrer no interior dos grãos ferríticos. Tem um forte efeito na resistência à corrosão, pois sua precipitação produz o empobrecimento de cromo no grão e nos seus contornos (JOSEFSSON *et al*, *apud* PALÁCIO, 2011).

- Fase sigma (σ):

Fase deletéria rica em cromo e em molibdênio, que se forma em temperaturas entre 600 e 1000°C, está associada à redução de importantes propriedades nos aços inoxidáveis duplex, tais como resistência à corrosão e tenacidade, pois apresenta elevada dureza e alta fragilidade (NILSSON, 1992).

As partículas de fase sigma nucleiam normalmente nas interfaces ferrita/austenita e crescem para o centro dos grãos de ferrita. A interface ferrita/austenita possui alta energia interfacial e é considerada o local mais favorável para a precipitação deste intermetálico (MARTINS, 2006).

Alguns elementos estabilizadores da ferrita, como cromo e molibdênio, favorecem a formação desta fase. Dessa maneira, a precipitação da fase sigma dá-se principalmente pela decomposição da ferrita que pode ocorrer através de uma reação eutetóide, formando sigma e austenita, esta última com teores mais baixos dos elementos Cr e Mo (SANTOS, 2012; LONDOÑO, 1997).

3.2 SOLDAGEM DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

Os aços inoxidáveis duplex têm sido desenvolvidos para terem uma excelente soldabilidade. Uma vez que grande parte das aplicações atuais desses aços envolve algum processo de soldagem (LONDOÑO, 1997).

A escolha de um processo de soldagem é feita com base nas partes a serem unidas, geometria da junta, a posição de soldagem, produção, propriedades mecânicas desejadas, grau de automatização, custo, etc. No caso de aços inoxidáveis duplex, todos os métodos de soldagem por fusão podem ser utilizados, no entanto, existem alguns cuidados que devem ser tomados durante o processo, para preservar as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão que estes materiais possuem (LONDOÑO, 1997; MILAGRE, 2015).

Neste trabalho, foi utilizado o processo TIG autógeno, que no caso de ligas duplex, é indicado na soldagem de ligas leves para chapas de pequena espessura e, em ambientes pouco corrosivos (GUNN, 1997).

3.2.1 Soldagem TIG

A tecnologia da soldagem é conhecida por ser o método mais confiável, prático e eficiente de junção de metais. É amplamente utilizado em indústrias nucleares, aeroespacial e automotiva em todo mundo (BETINI, *et al.*, 2015).

O processo TIG (*Tungsten Inert Gas*) utiliza como fonte de calor um arco elétrico mantido entre um eletrodo não consumível de tungstênio e a peça a ser soldada. A proteção da região de soldagem é feita por um fluxo de gás inerte. A soldagem pode

ser feita com ou sem metal de adição e pode ser manual ou automática (BRANDI,1992). A Figura 6 representa o processo esquemático da soldagem TIG.

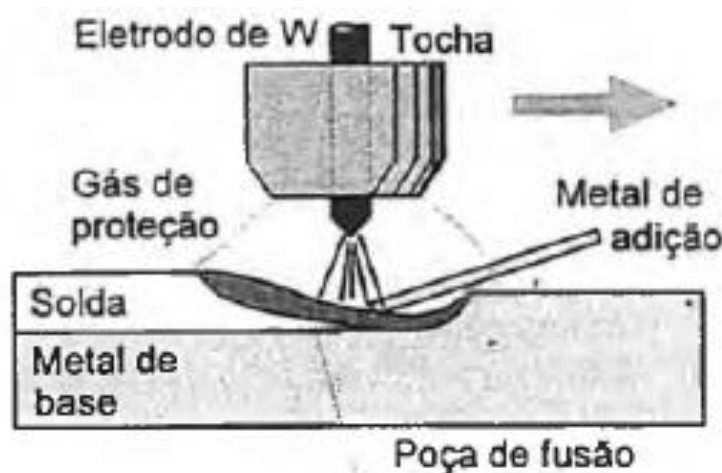


Figura 6 - Processo esquemático de soldagem TIG.

Fonte: MARQUES *et al.*, 2011.

O processo de soldagem TIG, é especialmente utilizado em cordões curtos de soldagem manual que promove uma solda de boa tenacidade e resistência à corrosão, quando realizada com controle de tempo, temperatura e boa proteção. Apresenta arco elétrico bastante estável, suave e produz, em geral, soldas com boa aparência e acabamento, que exigem pouca ou nenhuma limpeza após a operação (IMOA, 2009; MARQUES *et al.*, 2011).

Este processo é aplicado à maioria dos metais e suas ligas. Entretanto, em virtude do seu elevado custo, é usado principalmente na soldagem de metais ferrosos e aços inoxidáveis, na soldagem de peças de pequena espessura e no passe de raiz na soldagem de tubulações (MARQUES *et al.*, 2011).

3.2.2 Microestrutura dos aços inoxidáveis duplex durante a soldagem

Todos os aços inoxidáveis duplex resultam em uma estrutura totalmente ferrítica, no final da solidificação. Dependendo da composição, a fase ferrítica é estável durante uma faixa de elevadas temperaturas, antes de cair abaixo da temperatura da linha *solvus* da ferrita (linha de solubilidade no estado sólido) e antes que comece a formação da austenita. Essa faixa de estabilidade da ferrita pode ser observada na

Figura 7, que mostra as principais zonas de transformação de calor que ocorrem na junta soldada de um AID, na qual para um teor de 24% de Cr, a ferrita é estável no intervalo de 1210 °C a 1400°C, aproximadamente. A natureza da transformação da ferrita para austenita determina o equilíbrio ferrita-austenita final e a distribuição de austenita no metal de solda. A sequência de transformações para aços inoxidáveis duplex é: Líquido → Líquido + Ferrita → Ferrita → Ferrita + Austenita. (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

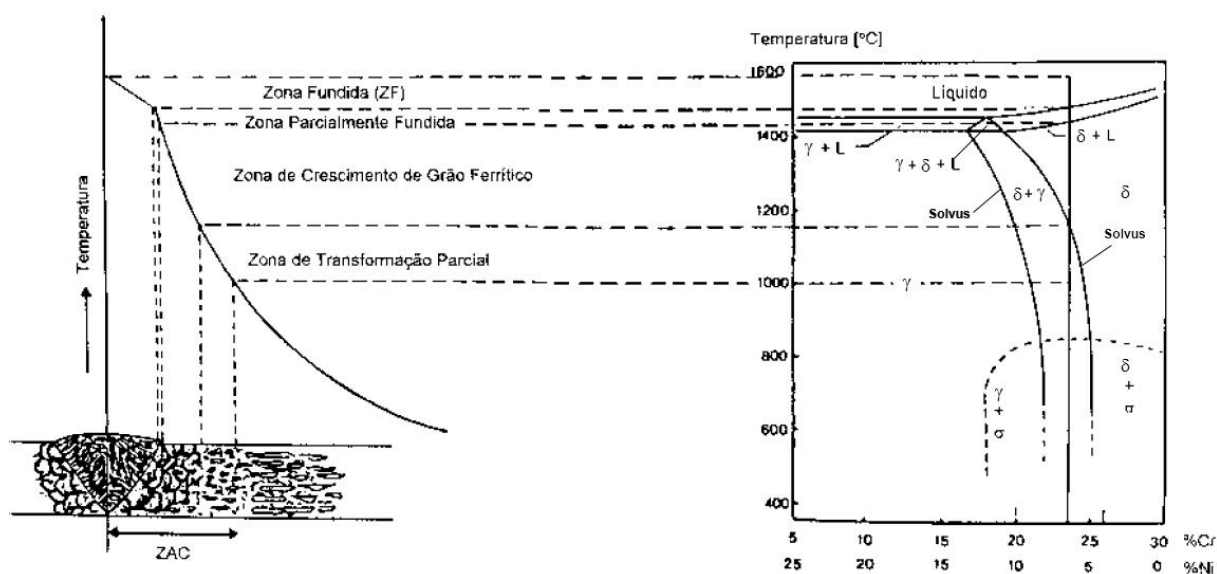


Figura 7 - Diagrama esquemático das mudanças microestruturais ocorridas na junta soldada de um AID.

Fonte: ATAMERT & KING, 1992 *apud* LONDOÑO, 2001.

Metais de solda de AID's contêm uma mistura de austenita e ferrita. Uma vez que a ferrita é estável no estado sólido a uma temperatura elevada, e durante o resfriamento, ao atingir a linha *solvus*, inicia a transformação da ferrita em austenita ao longo dos contornos de grãos ferríticos. Isto ocorre por um processo de nucleação e geralmente resulta na cobertura completa dos contornos de grãos ferríticos por austenita. Essas regiões quando saturadas favorecem a formação da austenita em direção ao interior dos grãos, formando as diferentes morfologias da austenita, conforme destacados na Figura 8 (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

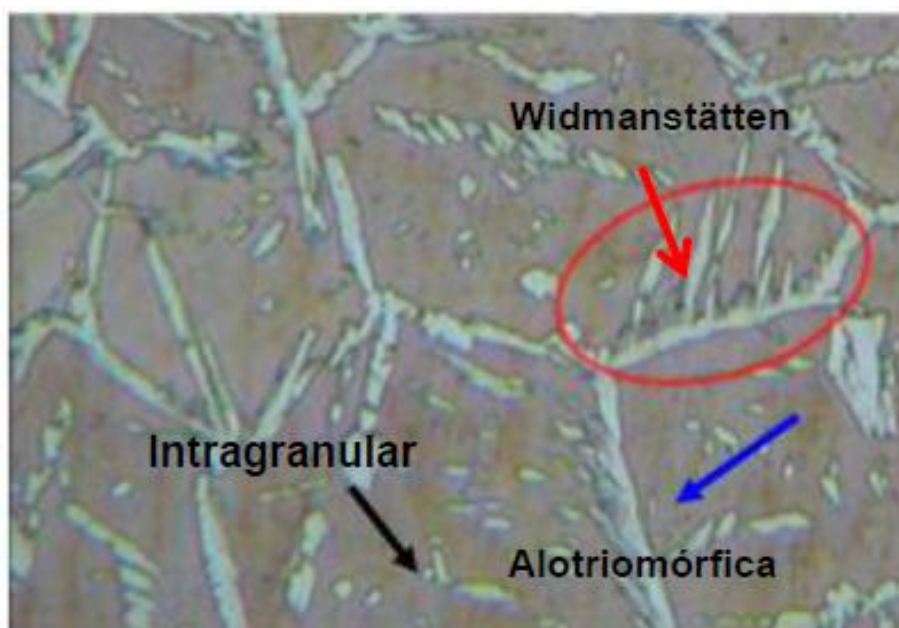


Figura 8 - Amostra da liga UNS S32304 atacada com reagente Behara. As setas indicam a formação de austenitas de Widmanstätten, a presença de austenitas intragranulares e alotriomórficas.

Fonte: Adaptado de PALÁCIO, 2011.

As diferentes morfologias de austenita nos AID's podem ser classificadas de acordo com a morfologia descrita por Dubé (1948) para a ferrita nos aços de baixo carbono (DUBÉ *apud* MACHADO, 2015; LONDOÑO, 2001):

- Alotriomórfica no contorno de grão: a nucleação é nos contornos de grão da austenita e cresce de forma rápida preferencialmente ao longo destes contornos. É a primeira ferrita a se precipitar ao longo de praticamente todos os contornos de grão das austenitas.
- Placas laterais de Widmanstätten: possuem formato de placas ou agulhas bastante finas, e crescem dentro da austenita, a partir dos contornos de grão da austenita ou das ferritas alotriomórficas de contorno de grão.
- Widmanstätten intragranulares: podem ser placas ou agulhas formadas no interior dos grãos de austenita. Semelhante às outras estruturas do tipo Widmanstätten, apresentam orientação preferencial e relação de orientação com a austenita.

As estruturas obtidas na ZF e na ZAC dependem entre outros fatores da história térmica a que é submetida cada uma destas regiões. No decorrer do aquecimento e do resfriamento durante o processo de soldagem de um AID, ocorrem mudanças

microestruturais no material, que devem ser controladas de modo que as propriedades da junta soldada sejam as melhores possíveis (LONDOÑO,1997).

A ZAC dos AIDs pode ser dividida em duas sub-regiões: a submetida a temperaturas elevadas (ZACTE), que é a região delimitada pelas temperaturas *solvus* da ferrita e a temperatura *solidus* da liga, onde o aço duplex torna-se quase completamente ferrítico no aquecimento, e a outra submetida a temperaturas baixas (ZACTB), que atinge temperaturas abaixo da *solvus* da ferrita, onde o equilíbrio de fase manteve-se substancialmente inalterado, porém, com diferentes frações volumétricas finais de austenita (LONDOÑO, 1997; GUNN, 2003).

A precisão no tempo de resfriamento garante a manutenção das propriedades desejáveis no AID após a solda, já que taxas elevadas de resfriamento retarda a transformação de ferrita para austenita, aumentando o teor de ferrita e promovendo a precipitação de carbonetos e nitretos de cromo na ZAC e na ZF, o que prejudica a tenacidade e a resistência à corrosão da solda. Por outro lado, um resfriamento muito lento e submetido por longo tempo às temperaturas entre cerca de 600 e 1000°C pode levar a precipitação de compostos intermetálicos, prejudicando também as propriedades mecânicas e químicas da solda, comportamento esse explicado pela Figura 9 que relacionam a taxa de resfriamento com a microestrutura final do processo de soldagem (LIPPOLD; KOTECKI, 2005; SILVA, 2010).

Para reduzir a quantidade de ferrita na ZF, além do controlo durante o resfriamento, é comum o uso de uma mistura Ar-N₂ como gás de proteção, visto que o nitrogênio é um elemento de liga estabilizador da fase austenítica, garantindo o equilíbrio de fases na microestrutura final.

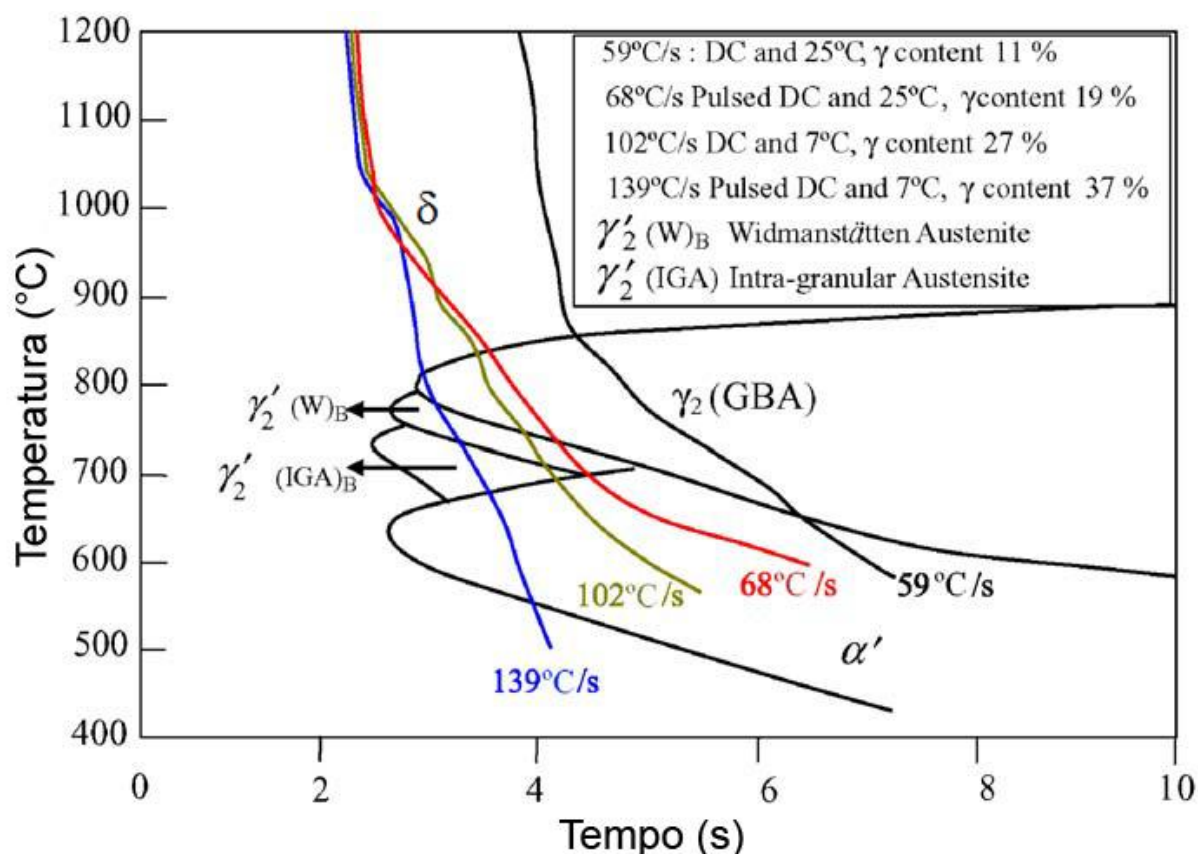


Figura 9 - Ilustração retratando a cinética de transformação de fase e a interação da curva de resfriamento de uma solda de aço inoxidável duplex.

Fonte: Adaptado de WANG, S.H.*et al.*, 2006.

3.2.3 Efeito do nitrogênio no gás de proteção da solda

O nitrogênio influencia a microestrutura e as propriedades do metal de solda, portanto faz-se necessário seu controle durante a soldagem. O nitrogênio da liga é muitas vezes perdido, devido sua baixa solubilidade na poça de fusão, resultando em um metal de solda rico em ferrita. A pressão parcial de nitrogênio no gás de proteção, e conseqüentemente a perda de nitrogênio a partir da poça de fusão, podem ser modificados por meio de adição de nitrogênio no gás de proteção (GUNN, 1997; WIKTOROWICZ E CROUCH, 1994).

Entretanto, se a proporção de nitrogênio no gás de proteção ultrapassar os valores recomendados, a pressão parcial no gás de proteção vai ultrapassar o da poça de fusão, e o nível de nitrogênio da poça vai subir, resultando em um metal de solda rico em austenita. Além disso, muito nitrogênio pode resultar em porosidade no

metal de solda, que pode ser analisado pela Figura 10, que relaciona a porcentagem de nitrogênio no metal de solda e no gás de proteção (GUNN, 1997; WIKTOROWICZ E CROUCH, 1994).

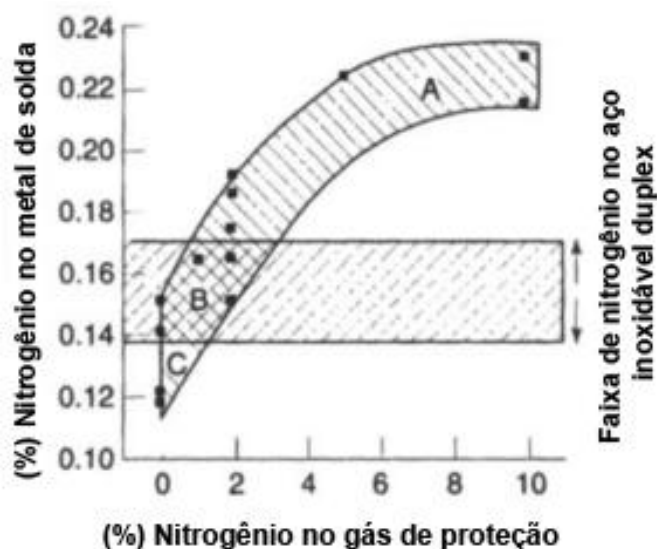


Figura 10 - Efeito do nitrogênio no gás de proteção de solda TIG nos AID's S31803/S32205. Região A: possibilidade de faíscas e porosidade. Região B: metal de solda "equilibrado". Região C: perda de nitrogênio e resistência ao pite reduzida.

Fonte: Adaptado de GUNN, 2007.

3.3 DIFUSIVIDADE TÉRMICA

As três propriedades físicas mais importantes de um material são: difusividade térmica, condutividade térmica e calor específico. Estas propriedades relacionam o comportamento do material à gradientes de temperaturas e propagação do calor (ALMEIDA, 2013).

A difusividade térmica (α) mede a capacidade de o material conduzir energia térmica em relação à capacidade de armazená-la (INCROPERA *et al.*, 2007), ou seja,

$$\text{Difusividade térmica} = \frac{\text{Capacidade de conduzir calor}}{\text{Capacidade de armazenar calor}} \quad (1)$$

Portanto, o estudo da difusividade é fundamental para o entendimento da influência dessa propriedade na cinética de transformação de fase do aço inoxidável duplex,

Figura 9, na qual o processo difuso do fluxo de calor oriundo da soldagem contribui para microestrutura final do material.

As propriedades termo físicas da matéria incluem duas categorias distintas: as propriedades de transporte e as propriedades termodinâmicas. As propriedades de transporte incluem os coeficientes das taxas de difusão, como a condutividade térmica (κ) para a transferência de calor, e a viscosidade cinemática (ν) para a transferência de momento. As propriedades termodinâmicas dizem respeito ao estado de equilíbrio de um sistema, como a densidade (ρ) e o calor específico (c_p). (INCROPERA *et al.*, 2007)

A difusividade térmica é definida pela relação entre a condutividade térmica e o calor específico volumétrico. Esta grandeza expressa a rapidez de mudança da temperatura do material, quando submetido à variação de temperatura externa (ALVES *et al.*, 2006). Possui como unidade m^2/s , e pode ser expressa como:

$$\alpha = \frac{\kappa}{\rho c_p} \quad (2)$$

Quando uma porção de certa substância é aquecida, o calor gerado pelo aquecimento tende a se propagar em todas as direções até que se atinja o equilíbrio térmico. Essa propagação de calor vai ser diferente, para diferentes substâncias, devido aos vários tipos de interações que podem ocorrer entre a matéria e a energia térmica (SAWADA, 2000).

Portanto, materiais com elevados valores de difusividade térmica responderão rapidamente a mudança nas condições térmicas a eles impostas, enquanto que materiais com os valores de difusividade térmica reduzidos responderão mais lentamente, levando mais tempo para atingir uma nova condição de equilíbrio (INCROPERA *et al.*, 2007)

Com relação ao aço duplex, ou outras substâncias sólidas, a propagação de calor ocorre predominantemente por condução. Esse mecanismo de propagação não altera fisicamente as propriedades do material e, o calor é transmitido por ondas

originadas por vibrações dos átomos que compõem a rede cristalina (TOULOUKIAN, 1974).

A medição da difusividade térmica neste projeto tem o objetivo de avaliar o quanto à soldagem e o tratamento térmico interferem na transferência de calor no material, já que o mesmo está sendo estudado como candidato a revestimento do receptáculo para transporte de material radioativo, e em situações extremas pode ser exposto a altas temperaturas.

3.3.1 Métodos de determinação da difusividade térmica

Os métodos para medir a difusividade térmica, são classificados em duas categorias, de acordo com o regime de troca de calor utilizado: Método do Fluxo de Calor Periódico e Método do Fluxo de Calor Transiente (ROUVER, 2013):

- Método do Fluxo de Calor Periódico: uma fonte de calor provoca a variação da temperatura periodicamente numa das extremidades da amostra, atingido o equilíbrio térmico após um determinado tempo. A difusividade térmica é determinada através de medidas de temperatura em diferentes pontos da amostra. Este método apresenta como desvantagens a exigência de um longo tempo para atingir as condições de equilíbrio e o fato de que a temperatura ambiente precisa ser mantida constante durante a realização do experimento.
- Método do Fluxo de Calor Transiente: um pulso de energia de curta duração é incidido sobre uma das faces da amostra. A difusividade é determinada a partir da medição do aumento de temperatura na face oposta à aplicação da fonte de calor. As principais vantagens deste método é o curto tempo para realização das medidas, minimizando perdas de calor, além do uso de amostras com pequenas dimensões. A técnica mais comum para realização deste método é Flash Laser introduzido por Parker *et al* (1961), que foi utilizado para o desenvolvimento deste projeto.

3.3.2 Método Flash Laser

O método Flash Laser, desenvolvido por Parker *et al* (1961), consiste em aplicar um pulso de energia radiante, intenso e curto, uniformemente sobre a face de uma pequena amostra. O pulso de energia difunde unidirecionalmente para a face oposta, obtendo-se um registro do transiente de elevação de temperatura nesta face. A difusividade é calculada a partir da espessura da amostra, e do tempo requerido para a temperatura da face oposta atingir a metade da excursão de temperatura (GROSSI *et al*, 2007).

Através do equacionamento desenvolvido por Parker *et al* (1961), demonstrado no ANEXO A, é possível determinar a difusividade térmica como sendo:

$$\alpha_0 = 1,38 \frac{L^2}{\pi^2 t_{\frac{1}{2}}} \quad (3)$$

Onde $t_{\frac{1}{2}}$ é o tempo necessário para que o aumento de temperatura na face oposta da amostra atinja a metade do seu valor máximo.

Assim, conhecendo as dimensões da amostra (L) e o tempo em que o aumento da temperatura seja metade do valor máximo, é possível encontrar a difusividade térmica.

O modelo de Parker faz algumas considerações objetivando a simplificação do método analítico, no entanto, tais aproximações podem gerar erros consideráveis nas medidas de difusividade. Para obter medidas mais precisas de difusividade térmica através da utilização do método flash é necessário fazer uso de algumas correções que levam em conta as perdas de calor que ocorrem durante a realização do experimento, bem como os efeitos de tempo finito de pulso (ROUVER, 2013).

Portanto, quando a duração do pulso de energia (τ) é comparável ao tempo característico de difusão do material, o pulso não pode ser considerado instantâneo. Assim a energia é entregue mais lentamente e o aumento da temperatura da amostra é retardado, o que faz com que o valor de $t_{\frac{1}{2}}$ também aumente, diminuindo

o valor obtido para a difusividade térmica. Este efeito é chamado de efeito de tempo finito de pulso (ROUVER, 2013).

Para correção dos resultados gerados pelos efeitos acima, utiliza-se um fator de correção, que é a razão entre o tempo de entrega do pulso de energia do laser (τ) e o tempo de subida da temperatura no material. A correção também deve ser feita em relação à largura do pulso. No caso deste trabalho a largura temporal do pulso foi de 4,2 vezes maior que o permitido, influenciando na curvatura da subida. O fator de maior contribuição no aumento da incerteza da difusividade térmica é o tempo de duração do pulso do laser, sugere-se a utilização de pulso na ordem de $1\mu\text{s}$ para se obter uma precisão de 1% (ALMEIDA, 2013). Neste trabalho o tempo foi de $500\mu\text{s}$. Assim, o valor real da difusividade térmica deverá sofrer uma correção dada por:

$$\alpha = \alpha_0 \left(4,2 \frac{\tau}{t_1} \right) \quad (4)$$

3.4 DUREZA

As propriedades mecânicas definem o comportamento do material quando submetido a esforços, ou seja, refletem a relação entre sua resposta ou deformação a uma carga ou força aplicada. As principais propriedades a considerar em projetos são rigidez, resistência, dureza, ductilidade e tenacidade (CALLISTER, 2008).

A dureza é largamente utilizada na especificação de materiais, nos estudos e pesquisas mecânicas e metalúrgicas e na comparação de diversos materiais. Pode ser definida como a resistência do material a uma deformação plástica localizada (CALLISTER, 2008; SOUZA,1982).

3.4.1 Microdureza Vickers

O ensaio de microdureza é aplicado para a determinação da dureza de constituintes individuais de uma microestrutura, de materiais frágeis, de peças pequenas ou extremamente finas. No ensaio, um penetrador piramidal de diamante é forçado

contra a superfície do corpo de prova, empregando uma carga menor que 1 kgf. A impressão resultante é observada sob um microscópio e medida (CALLISTER, 2008; SOUZA, 1982).

Como em outros casos de dureza, as impressões Vickers podem ocasionar erros, quando as impressões não apresentam seus lados retos. A Figura 11 demonstra os principais casos, (b) ocorre devido ao afundamento do metal em torno das faces planas do penetrador, resultando em uma diagonal maior que o real, já o (c) é causado por uma aderência do metal em volta das faces do penetrador, resultando uma diagonal menor que o valor real (DIETER, 1961).

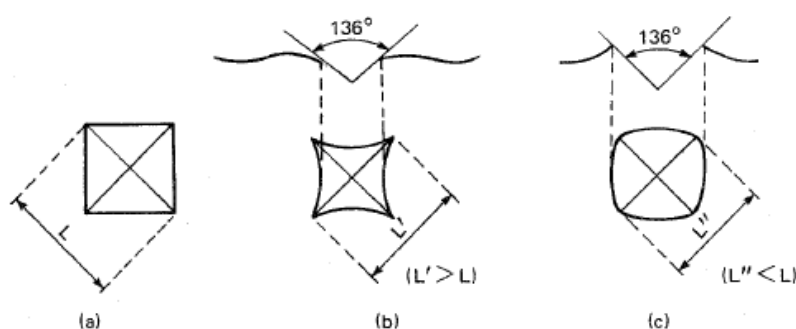


Figura 11 - Tipos de indentações na microdureza Vickers, (a) impressão perfeita; (b) defeito de "afundamento"; (c) defeito de "aderência".

Fonte: Adaptado de DIETER, 1961.

A preparação do corpo de prova deve ser feita metalograficamente, em função da pequena carga a ser aplicada. Outro cuidado a ser tomado é com relação ao polimento, onde o eletrolítico deve ser usado preferencialmente para aumentar a nitidez da impressão e evitar o encruamento do metal na superfície, que afetaria o resultado (SOUZA, 1982).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

O objetivo dessa pesquisa foi investigar os efeitos do processo de soldagem na difusividade térmica de um aço inoxidável duplex UNS S32304 submetido à tratamentos térmicos. Além da difusividade, foram medidas as microdurezas e analisadas as microestruturas das amostras. O detalhamento sobre a liga utilizada como objeto de investigação deste trabalho será apresentado abaixo.

4.1 MATERIAL

O material estudado foi um aço inoxidável duplex de baixa liga UNS S32304 recebido em forma de fitas, com dimensões de 72,0 mm de largura por 1,8 mm de espessura, conforme Figura 12. A composição química, conforme especificado pelo fabricante, é mostrada na Tabela 1.

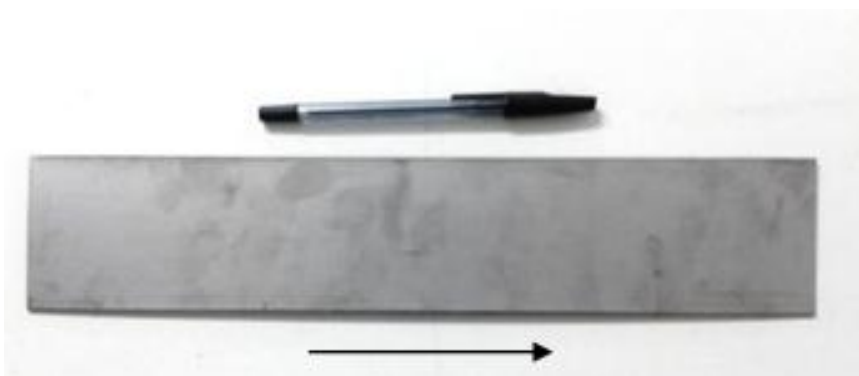


Figura 12 - Fita de aço inoxidável duplex UNS S32304 na condição como recebida. A seta indica a direção de laminação (DL).

Fonte: MILAGRE, 2015.

Tabela 1 - Composição química fornecida pelo fabricante (% em massa).

%C	%Mn	%Si	%P	%S	%Cr	%Ni	%Mo	Nppm	%Ti	%Cu	%Co	PREN*
0,016	1,4	0,25	0,023	0,001	22,2	3,52	0,255	1030	0,0041	0,4171	0,09	24,691

**Pitting Resistance Equivalent Number* (Índice de resistência à corrosão por pites).

Essa composição química foi comprova por Machado (2015) e Milagre (2015), por meio da espectroscopia por fluorescência de raios X (FRX), conforme exposto na Tabela 2.

Tabela 2- Comparação da composição química do material estudado

Elemento	%Cr	%Ni	%Mn	%Cu	%Mo
FRX	22,552	3,473	1,565	0,362	0,244
Fabricante	22,200	3,520	1,400	0,417	0,255
Normalizado*	21,5-24,5	3,0-5,5	2,5(máx)	0,05-0,6	0,05-0,6

*Fonte: IMO A, 2009.

Os valores encontrados estão próximos ao informado pelo fabricante e ambos encontram-se dentro da faixa especificado pela norma IMO A, 2009. A análise da composição química é essencial para garantir que o material de estudo corresponde com o proposto no projeto de fabricação do receptáculo, ou seja, com o aço inoxidável duplex UNS S32304.

4.2 MÉTODOS

Como objetivo de quantificar e comparar o efeito da soldagem e do tratamento térmico nas amostras analisadas do aço inoxidável duplex UNS S32304, foram avaliados os parâmetros de microdureza e difusividade térmica e estes foram correlacionados entre si.

Inicialmente foi realizada a preparação das amostras, soldagem TIG dos corpos de prova e tratamento térmico a 600°C, onde uma amostra foi resfriada em água do mar e a outra em ar. Esses procedimentos foram realizados por Machado (2015) e Milagre (2015).

Após os procedimentos iniciais, foi realizada a microscopia óptica para avaliar a caracterização microestrutural, seguido do ensaio de microdureza Vickers, onde as indentações foram realizadas nas regiões de MB, ZAC e ZF. A difusividade térmica também foi quantificada e correlacionada com os procedimentos anteriores.

A Figura 13 apresenta o fluxograma, de forma simplificada, das etapas utilizadas no trabalho.

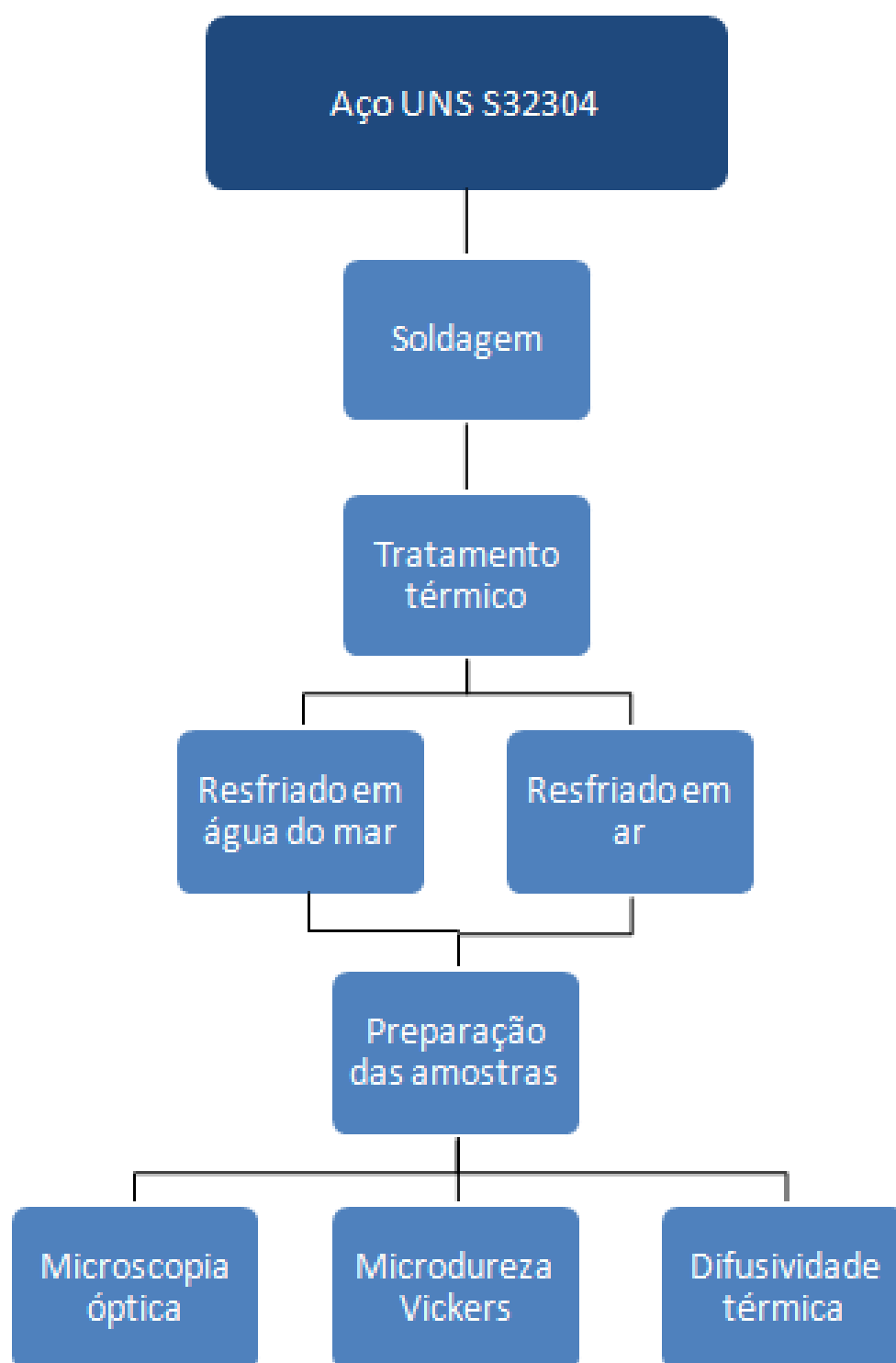


Figura 13 - Fluxograma das etapas deste projeto

4.2.1 Preparação das amostras

Foi realizado o corte das amostras no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) do Departamento de Engenharia Mecânica (DEM) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). Em seguida foi feito a usinagem para retirar rebarbas e as superfícies foram lixadas e polidas, com técnicas usuais de metalografia.

Posteriormente foi realizado o embutimento, na embutidora metalográfica do TRICORRMAT, para deixar as superfícies da amostra planas e paralelas, evitar abaulamento e facilitar o manejo durante o polimento e as análises seguintes. Foi utilizado um polímero termofixo.

Os corpos de prova embutidos podem ser vistos na Figura 14. As amostras analisadas neste trabalho correspondem ao perfil lateral, conforme destacado.

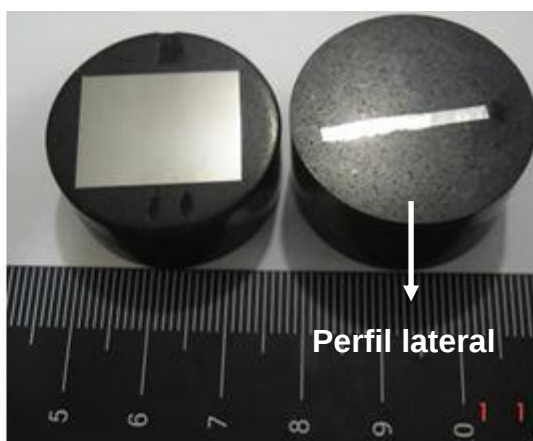


Figura 14 - Corpos de prova produzidos para microdureza e microscopia óptica.

Fonte: MACHADO, 2015.

4.2.2 Soldagem

Os corpos de prova foram soldados em pares seguindo um procedimento autógeno através do processo TIG, utilizando corrente pulsada e com eletrodo negativo, executados no laboratório de Soldagem do DEM da UFES. Os parâmetros da soldagem seguem a Tabela 3.

Tabela 3- Parâmetros de soldagem

Corrente média	143 A
Tensão	13 V
Velocidade	35 cm/min

O gás de proteção utilizado foi uma mistura de argônio (Ar) e 2% de nitrogênio (N₂), com vazão de 10 l/min. Utilizou-se a mesma variação de composição para o gás de purga. A dimensão final dos corpos de prova foi 72 x 72 mm.

4.2.3 Tratamento térmico

Tratamentos isotérmicos foram realizados nas amostras a fim de verificar o efeito da temperatura no aço UNS S32304. O tratamento ocorreu em forno tipo mufla programável, no *High Pressure Laboratory* (PRESLAB) do Departamento de Física da UFES, à temperatura de 600°C com duração de 8 horas.

Após o término do tempo do tratamento térmico, as amostras foram retiradas do forno e uma foi resfriada em ar e a outra em água do mar retirada do litoral de Vitória, Espírito Santo. A Tabela 4 apresenta as condições de tratamento e nomenclatura das amostras utilizadas neste trabalho.

Tabela 4 - Identificação das amostras segundo as condições experimentais.

Identificação	Temperatura de Tratamento	Resfriamento
T60	600°C	Água do mar
T68	600°C	Ar

4.2.4 Microscopia óptica

As amostras utilizadas para caracterização do material, através da microscopia óptica, foram preparadas de forma a favorecer a observação de sua microestrutura. O procedimento de preparação das amostras envolveu as etapas de lixamento, com lixas de granulometrias variando de 220 a 1200 mesh, de polimento, com alumina (1μ e 0,3μ) e de ataque eletrolítico.

Para o metal base e a zona afetada pelo calor, a microestrutura foi revelada através do ataque 10N de KOH, 2,5V por 20s. Já a região da solda, o ataque foi realizado

com solução de ácido oxálico 10%, 6V durante 8s, ambos seguidos de secagem por aspersão de álcool etílico PA com evaporação estimulada por ar quente.

A microestrutura foi observada através de um microscópio óptico digital do Laboratório TRICORRMAT da UFES, com uso de lentes de aumento de 200 e 500x.

4.2.5 Microdureza Vickers

O ensaio de microdureza foi realizado em um microdurômetro Pantec, modelo HXD – 1000TM pertencente ao Laboratório TRICORRMAT - UFES, segundo a norma NM ISO 6507:2008, com carga de 10gf. A carga aplicada foi definida em função do tamanho de grão do material, para garantir menor influência da região de contornos de grãos nas medições.

Para cada amostra, foram realizadas 30 (trinta) indentações em cada fase da microestrutura, distribuídas aleatoriamente ao longo das regiões: MB, ZAC e ZF. Para facilitar à distinção das fases ferrítica e austenítica, as amostras foram submetidas a ataques químicos conforme citado no item 4.2.4.

4.2.6 Difusividade Térmica

As medidas de difusividade térmica foram realizadas no laboratório PRESLAB da UFES, com temperaturas fixas (298K ou 25°C) e conhecidas. A especificação dos equipamentos da bancada experimental, demonstrada pela Figura 15, para realização da medição através do método flash, foi descrito por Almeida (2013), conforme segue a diante:

- Laser: responsável pela emissão do pulso de energia sobre a superfície da amostra. Possui comprimento de onda igual a 10^{-6} m de intensidade $10\sqrt{2}$ w/m² e diâmetro igual 2 mm;
- Termopar: responsável por realizar a análise da variação de temperatura. É do tipo J, com detecções de 0°C a 480°C;
- Placa amplificadora: responsável por amplificar o sinal vindo do termopar e enviá-lo ao computador. Modelo BD T422. Possui relação de amplificação

1/1000. O sinal é convertido por um conversor modelo PCI 711 AD 8 bits que trabalha com uma variação de tensão de $\pm 5V$;

- Computador: da marca IBM, é responsável pela aquisição dos dados e confecção do gráfico: diferença de potencial x tempo. O programa utilizado é o DIFU 3A, produzido pelo Laboratório PRESLAB, da UFES.

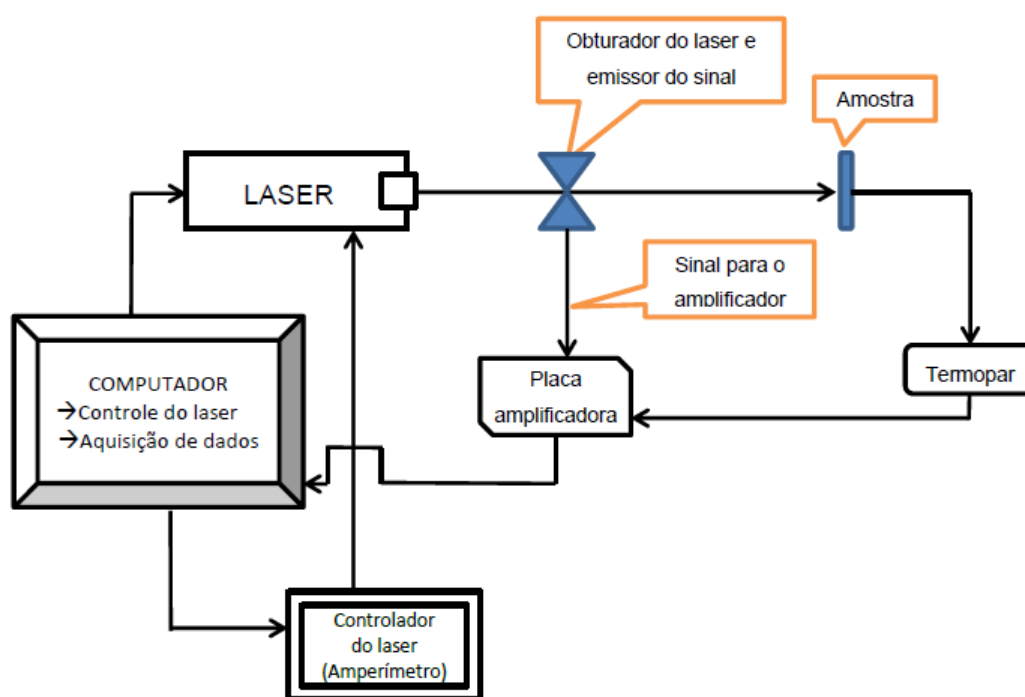


Figura 15 - Esquema da bancada de medição para determinação de propriedades termofísica através do método Flash de laser do PRESLAB – UFES.

Fonte: ALMEIDA, 2003.

O método consiste em aquecer levemente a face frontal de uma amostra em formato de disco, por um feixe de laser, que foi colocada em um suporte isolante e nela fixada o termopar, que monitora o aumento da temperatura de uma face em relação à outra.

Na face de incidência do feixe de laser há um aumento da temperatura, que se difunde através da amostra, resultando num aumento da temperatura na face oposta. A Figura 16 ilustra o comportamento da energia sobre a amostra.

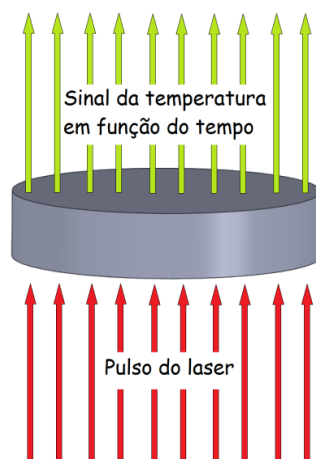


Figura 16 - Esquema de aquecimento da amostra desconsiderando os efeitos de perda de energia e pulso finito.

Fonte: ALMEIDA, 2003.

O termopar coleta a radiação emitida pela face oposta da amostra e transmite para um amplificador, logo para um conversor de sinal e para o computador que processa os dados em volts por tempo.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nessa seção, serão apresentados os resultados da caracterização do aço inoxidável duplex UNS S32304, submetido ao processo de soldagem TIG e posterior tratamento térmico. Os principais resultados obtidos foram através das seguintes análises: microestrutura após soldagem e tratamento térmico, microdureza das fases ferrítica e austenítica e difusividade térmica do material soldado e tratado.

5.1 MICROSCOPIA ÓPTICA

5.1.1 Amostra como recebida

Inicialmente são apresentadas as microestruturas do aço como recebido (CR), os seguintes resultados foram obtidos por Milagre (2015). A Figura 17 apresenta a estrutura característica de um aço inoxidável duplex, composta por ferrita (região atacada, escura) e austenita (região não atacada, clara). Foi utilizado o ataque KOH 10N para revelar a microestrutura da amostra.

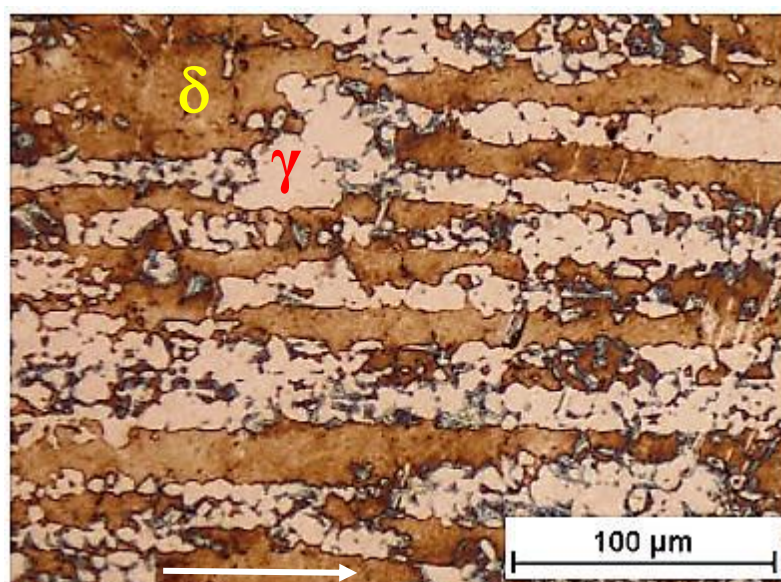


Figura 17 - Microscopia Ótica da amostra CR, ataque KOH 10N. A seta indica a direção de laminação.

Fonte: MILAGRE, 2015.

Os grãos apresentam-se alongados na direção de laminação. Não foi observada a presença de fases deletérias, apenas ilhas de austenita envoltas em uma matriz ferrítica (MILAGRE, 2015).

5.1.2 Amostras soldadas e tratadas

As Figuras 18 e 19 apresentam as imagens ampliadas da ZF de cada amostra após estas terem sido submetidas ao processo de soldagem e posterior tratamento térmico a 600°C. Foi possível visualizar nas amostras a concentração de precipitados no interior da ferrita.

Esses precipitados podem ser consequência do processo de soldagem autógena, onde o aumento da temperatura seguido de resfriamento provoca uma elevada quantidade de ferrita e, por consequência, a intensa precipitação de nitretos de cromo e/ou carbonetos (SILVA, 2010). Os precipitados identificados correspondem a nitreto de cromo, conforme verificado na literatura por Londoño, 2001; Machado, 2015 e Palácio, 2011.

A formação de precipitados também está relacionada com modo de resfriamento da ZF, que é relativamente rápido, onde a quantidade de austenita formada se distancia do valor de equilíbrio e o nitrogênio, que não consegue chegar até a austenita, precipita na ferrita como nitreto de cromo (LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

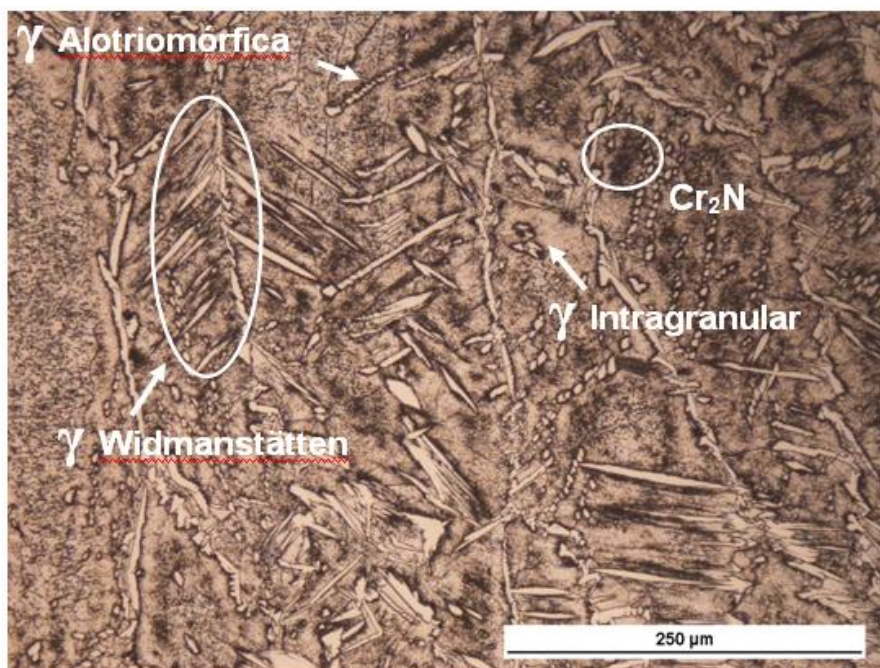


Figura 18 - Micrografia da amostra soldada (com posterior tratamento térmico), destacando as morfologias típicas de soldagem dos aços duplex. Região da zona fundida. Ataque ácido oxálico 10%. Amostra T60.

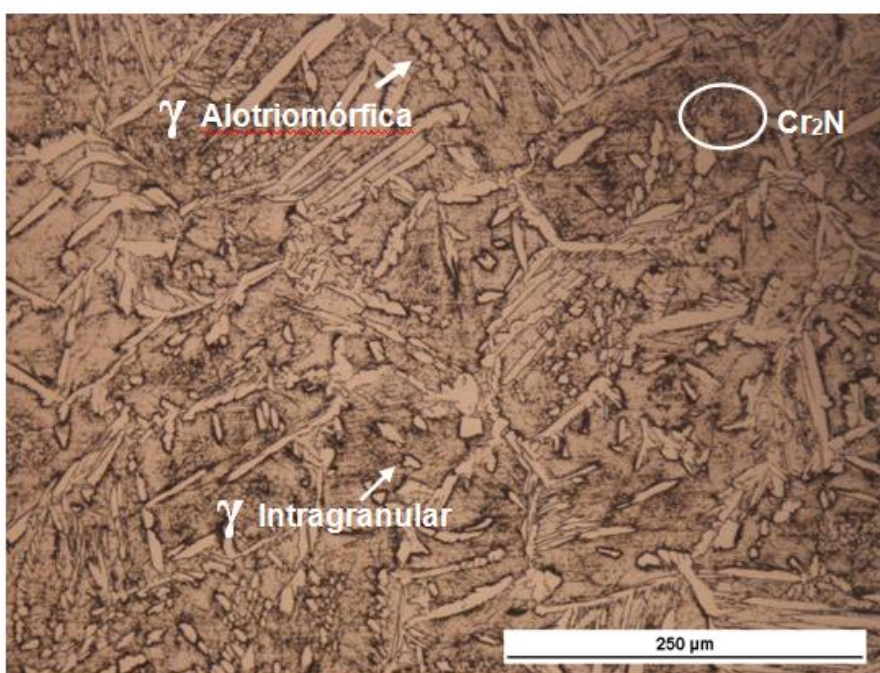


Figura 19 - Micrografia da amostra soldada (com tratamento térmico posterior), destacando as morfologias típicas de soldagem dos aços duplex. Região da zona fundida. Ataque ácido oxálico 10%. Amostra T68.

As morfologias alotriomórfica, intragranulares da austenita e Widmanstätten, Figura 18, também foram identificadas, assim como observado por Londoño (2001), Machado (2015) e Milagre (2015). A formação das morfologias finas de austenita é influenciada pela alta taxa de resfriamento, em função dos altos gradientes de temperatura que ocorrem nos processos de soldagem. Visualmente a presença da morfologia de Widmanstätten é mais evidente na amostra resfriada em água do mar, visto que essa formação é favorecida por altas taxas de resfriamento.

A precipitação de nitreto de cromo também foi observada nas interfaces δ/γ . O grão grosseiro da ferrita e a alta taxa de resfriamento resultam na formação dessa fase nos contornos de grão δ/δ , δ/γ e no interior do grão ferrítico, como observado na microscopia óptica (JANG *et al apud* MILAGRE, 2015). A ZAC das amostras foi omitida por apresentar características similares a ZF. As micrografias das amostras estão no APÊNDICE A.

O MB não sofreu interferência do calor gerado no processo de soldagem, portanto suas características microestruturais estão relacionadas apenas com o tratamento térmico realizado. Conforme as Figuras 20 e 21, não houve alterações perceptíveis na morfologia das fases, mantendo-se basicamente uma microestrutura bifásica, com grãos alongados e pequenas ilhas de austenita formadas no interior da matriz ferrítica, indicando a formação de austenita secundária, como também observado por Machado (2015).

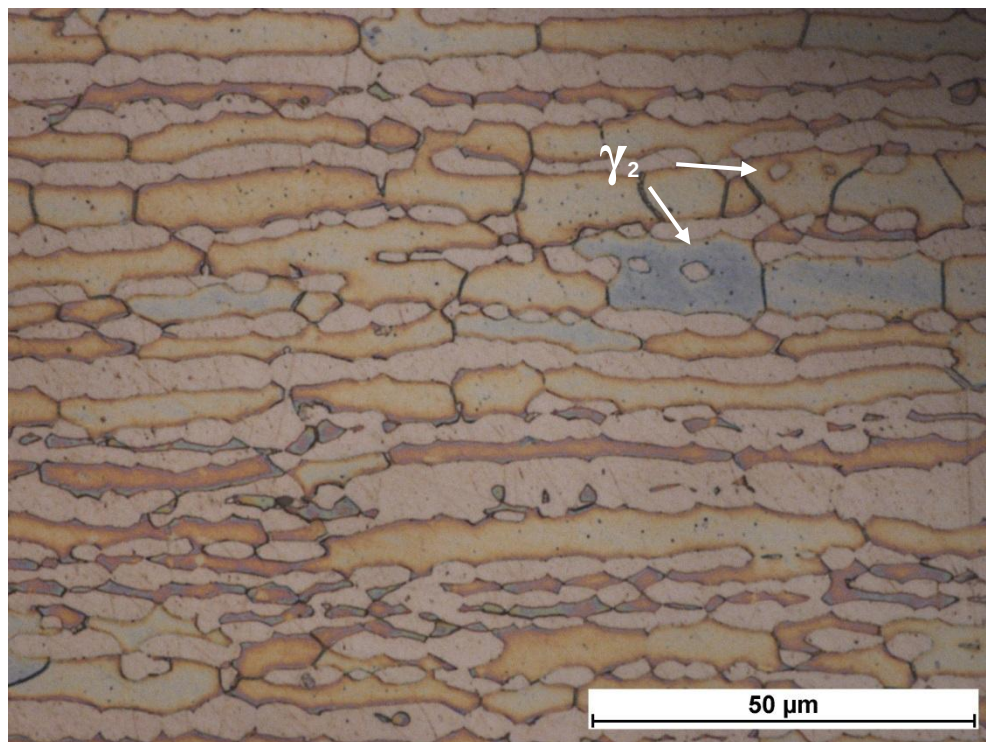


Figura 20 - Micrografia da amostra soldada, com tratamento térmico posterior. Região do MB. Ataque KOH 10N. Amostra T68. Destaque para formação de γ_2 .

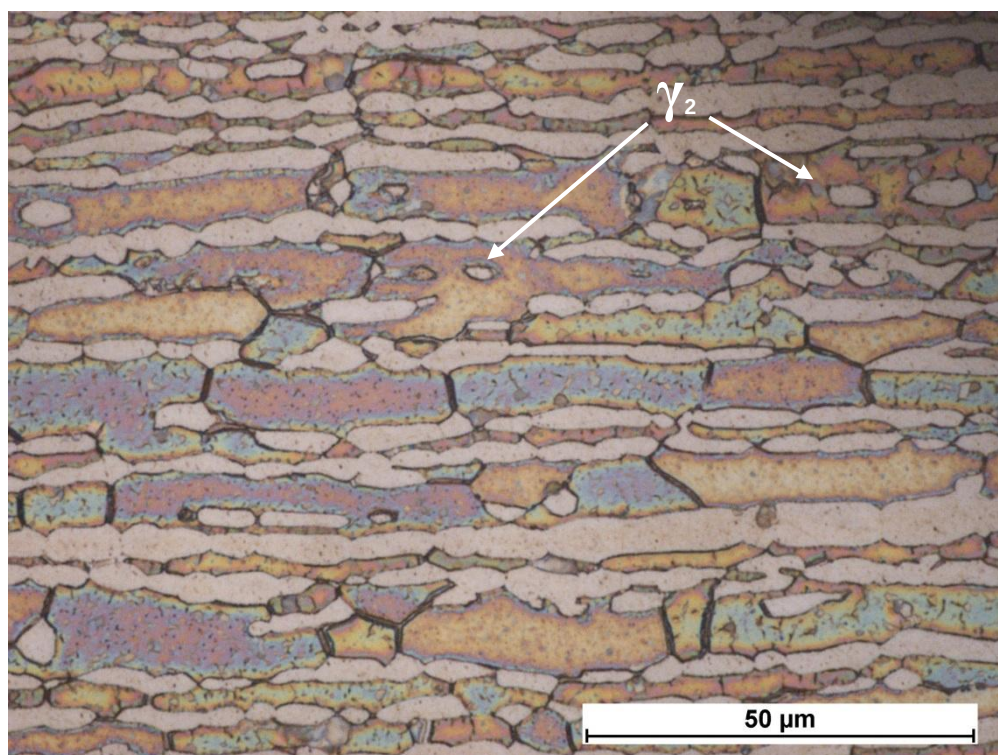


Figura 21 - Micrografia da amostra soldada, com tratamento térmico posterior. Região do MB. Ataque KOH 10N. Amostra T60. Destaque para formação de γ_2 .

5.2 MICRODUREZA

5.2.1 Amostras soldadas e tratadas

As Figuras 22 e 23 apresentam os resultados da microdureza Vickers realizados nas amostras T60 e T68, respectivamente. Foram feitas 10 medições em cada fase, onde os valores coletados encontram-se no APÊNDICE B, e para eliminar as medidas que estão fora da tendência, que podem representar erros de medição, foi utilizado o critério de Chauvenet, que utiliza a razão entre o desvio individual e desvio padrão para eliminar valores duvidosos. Os valores expostos representam a dureza média para cada fase em cada região, sem incluir os pontos eliminados, e a barra de erros o desvio padrão de cada média.

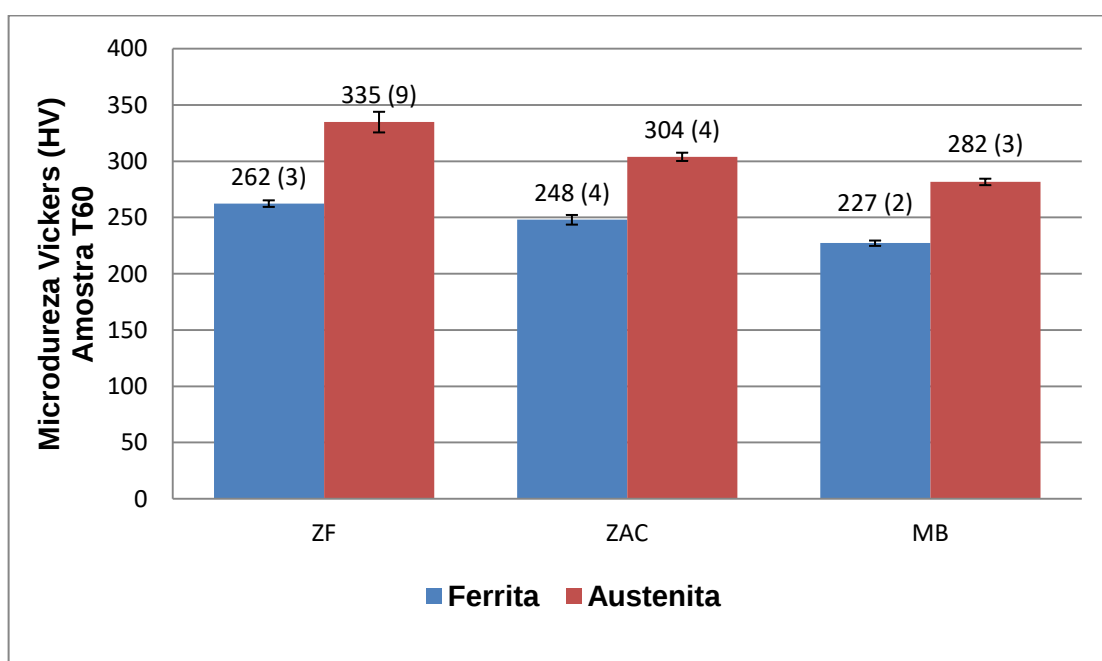


Figura 22 - Microdureza Vickers. Carga de 10 gf. Amostra T60, resfriada em água do mar.

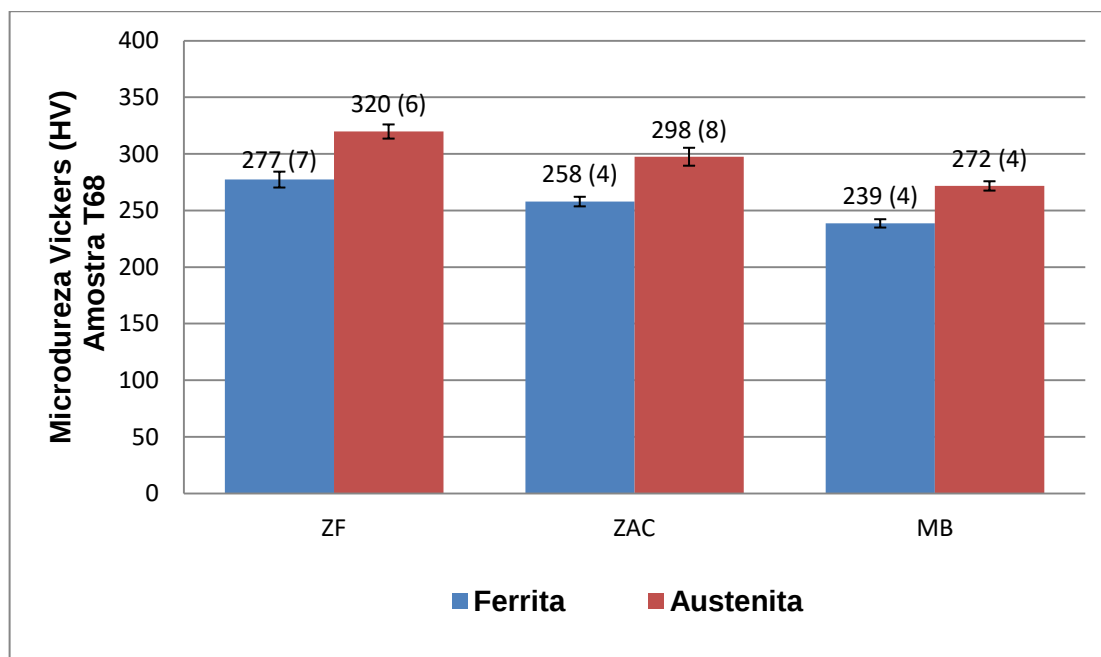


Figura 23 - Microdureza Vickers. Carga de 10 gf. Amostra T68 resfriado em ar.

Em ambas as condições de resfriamento a dureza na ZF do aço duplex e na ZAC apresenta-se maior do que a dureza no metal base (Figuras 22 e 23). Acredita-se que tal fenômeno seja devido à tensão induzida pelo aquecimento e pelo resfriamento (GUNN, 1997).

Na austenita, o endurecimento próximo à zona fundida pode estar relacionado à difusão do átomo de nitrogênio por solução sólida intersticial, que, como o carbono, age endurecendo a região em que se encontra dissolvido. Em função de seu arranjo cristalino e parâmetros de rede, a austenita dissolve cinco vezes mais nitrogênio que a ferrita. Em regiões afastadas a dureza reduz porque a difusão do nitrogênio é mais lenta devido às baixas temperaturas atingidas (HOVARTH *et al.*, 1998 *apud* MILAGRE, 2015). Outra possibilidade para aumento de dureza da austenita esta relacionada à medição. Como o ataque diferencia apenas austenita de ferrita, qualquer austenita secundária precipitada pode ter sido mensurada, influenciando na dureza final da austenita (MACHADO, 2015).

O aumento de dureza da ferrita está associado à solução sólida substitucional e ao endurecimento por precipitação que é causado pela baixa solubilidade do composto de nitrogênio na ferrita, conforme identificado por Hovarth *et al.* (1998). A precipitação também pode ocorrer devido à perda de nitrogênio da austenita para a formação de Cr_2N , comprovado pelas Figuras 18 e 19, que destacam a

concentração de precipitados de Cr_2N na ferrita (HOVARTH *et al.*, 1998 *apud* MACHADO, 2015; MILAGRE, 2015). Os contornos entre diferentes fases (precipitado e matriz) em uma liga são defeitos planares e interferem na movimentação de discordâncias, provocando o aumento de resistência e dureza (ARTHUSO, 2013).

Ainda com relação à ferrita, os valores de dureza aqui apresentados comparados a outros trabalhos realizados por Palácio (2011), Machado (2015) e Milagre (2015) para o mesmo aço inoxidável duplex UNS S32304, foram levemente maiores. Tal resultado pode ser influência do perfil lateral, região nas amostras aqui analisadas, as quais apresentam grãos menores (Figura 3b). Esse aumento de dureza pode ter sofrido interferência dos contornos de grão que, segundo Londoño (1997) e Callister (2008), é uma região de precipitação por nucleação de nitretos de cromo devido a seus maiores níveis de energia. A Figura 24 destaca as indentações realizadas na amostra T68, comprovando que o tamanho das impressões é muito próximo ao tamanho dos grãos. A amostra T60 apresentou comportamento semelhante.

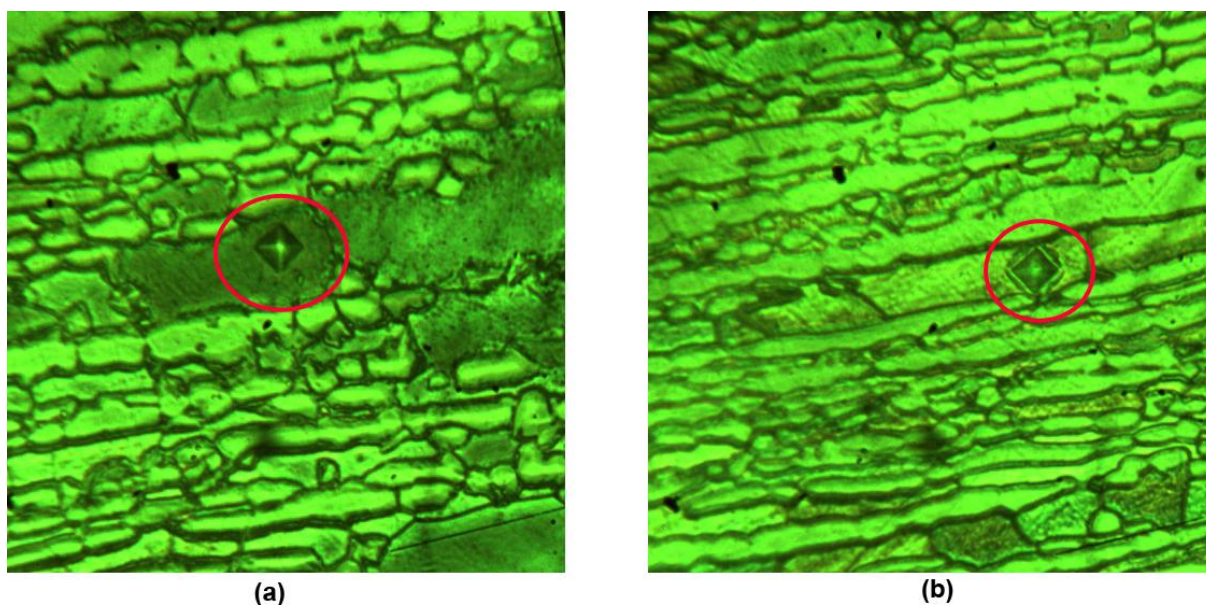


Figura 24 – Indentações destacadas na amostra T68, fase ferrita. (a) ZAC (b) MB

Para comparação da dureza entre as amostras levando em consideração o modo de resfriamento, foi feita uma análise de variância (ANOVA), Figura 25.

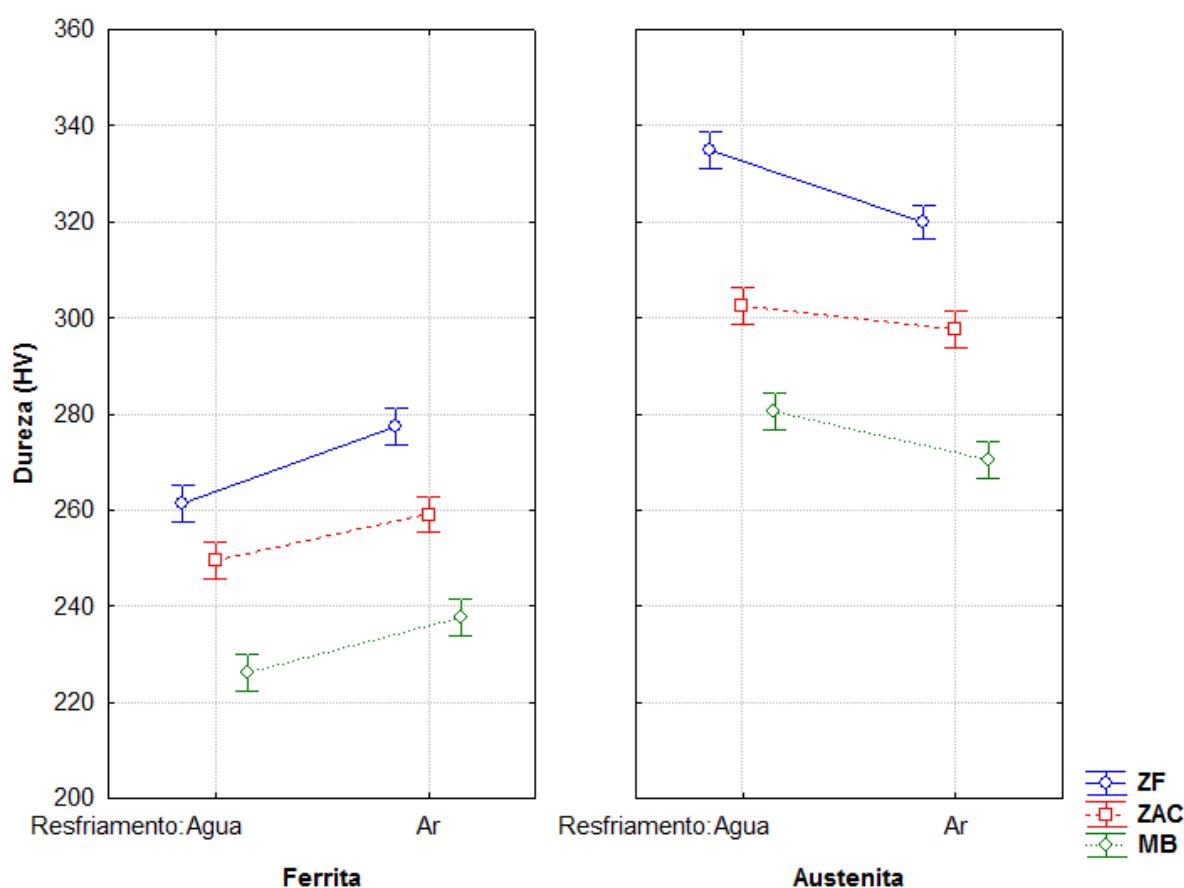


Figura 25 – Efeito do modo de resfriamento na comparação do resultado da microdureza por fases, em cada região do aço inoxidável duplex UNS S32304.

Para ferrita, a amostra resfriada ao ar apresentou maior dureza, conforme demonstrado na Figura 25, devido à formação de precipitados na microestrutura, que pode estar relacionado ao tempo de resfriamento. Visto que, quanto maior o tempo de resfriamento, maior é a exposição da amostra a altas temperaturas. Além disso, a ferrita é enriquecida com Cr e Mo, que são conhecidos por promover a precipitação de fases intermetálicas, e tem a solubilidade diminuída conforme o decréscimo de temperatura, aumentando a precipitação durante o tratamento térmico (GUNN, 1997). Otárola *et al*, 2005 *apud* Cronemberger, 2013, acrescentou que a taxa de resfriamento pode afetar ambas as variáveis, temperatura e tempo, no diagrama TTT (Figura 5b), pois, durante um resfriamento lento, as fases formadas durante o tratamento térmico continuam evoluindo, assim como também novas transformações podem ocorrer quando domínios com temperaturas menores são atravessados.

Para austenita, a amostra resfriada em água do mar apresentou maior dureza nas regiões afetadas pela solda, Figura 25. O que pode ser explicado pelas altas velocidades de resfriamento, que podem gerar austenitas descontínuas que crescem em direção ao centro do grão de ferrita, como austenita de Widmanstätten, Figura 18 (VAROL, 1992 *apud* LONDOÑO, 1997), e provocam a decomposição da ferrita em austenita por reação martensítica, uma fase metaestável extremamente dura, que pode se formar em tratamentos isotérmicos em temperaturas abaixo de 650°C (GUNN, 1997).

5.3 DIFUSIVIDADE TÉRMICA

A análise da difusividade térmica a seguir apresenta resultados experimentais realizados com a metodologia, descrita no tópico 4.2.6, e equipamentos do PRESLAB - UFES. Para efeitos comparativos foram analisadas as três regiões de cada amostra, ZF, ZAC e MB, submetidas ao processo de soldagem e posterior tratamento térmico.

5.3.1 Amostra como recebida

Com o propósito de obter um parâmetro para análise da influência da soldagem e do tratamento térmico, a difusividade térmica do aço inoxidável UNS S32304 na condição como recebida foi calculada através de dados fornecidos pelo fabricante do material (Tabela 5).

Tabela 5 - Dados fornecidos pelo fabricante do aço inoxidáveis UNS S32304.

Condutividade térmica a 100°C	17 W/m.K
Calor específico	450 J/Kg.K

Pela Equação 2, tem-se:

$$\alpha = 4,364 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

5.3.2 Amostras soldadas e tratadas

Os dados de difusividade térmica, obtidos através do método Flash Laser são expostos graficamente conforme Figura 26, que representa a zona fundida da amostra T60. Para as demais zonas de ambas as amostras, os gráficos acompanhados da análise, se encontram no APÊNDICE C.

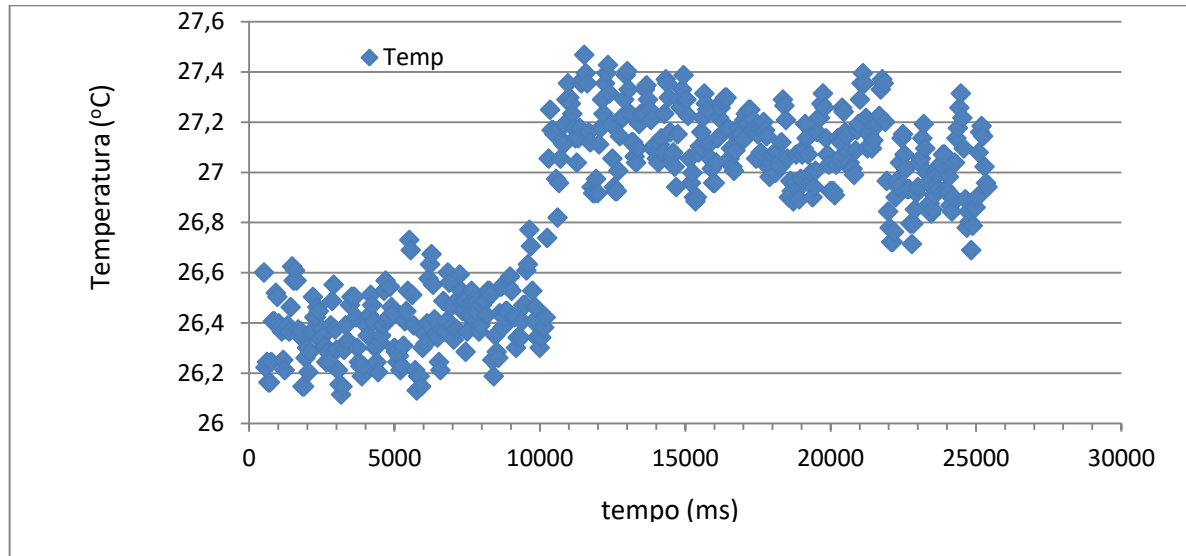


Figura 26 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra T60 na ZF em função do tempo de experimento.

Analisando o gráfico da Figura 26 e os dados coletados experimentalmente, tem-se que $t_{final} = 10,761\text{ s}$ e $t_{inicial} = 10,149\text{ s}$. A espessura de ambas as amostras é conhecida, $L = 0,002101\text{ m}$. Assim:

$$t_{\frac{1}{2}} = \frac{\Delta t}{2} = t_{final} - t_{inicial} = 0,306\text{ s}$$

Pela Equação 3, tem-se:

$$\alpha_0 = 2,017 \times 10^{-6}\text{ m}^2/\text{s}$$

Realizando a correção de tempo finito de pulso, Equação 4, e considerando o erro de 5% da bancada experimental, tem-se:

$$\alpha = 1,384 \times 10^{-5}\text{ m}^2/\text{s}$$

$$Erro = 6,921 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$

De forma análoga, para todas as regiões de ambas as amostras, os valores de difusividade térmica foram calculados e descritos na Tabela 6.

Tabela 6 - Difusividade térmica e erro por região das amostras estudadas.

Região	T60 (água do mar)		T68 (ar)	
	$\alpha \text{ (m}^2/\text{s)}$	Erro (m ² /s)	$\alpha \text{ (m}^2/\text{s)}$	Erro (m ² /s)
ZF	$13,84 \times 10^{-6}$	$0,69 \times 10^{-6}$	$16,50 \times 10^{-6}$	$0,82 \times 10^{-6}$
ZAC	$5,52 \times 10^{-6}$	$0,28 \times 10^{-6}$	$8,90 \times 10^{-6}$	$0,44 \times 10^{-6}$
MB	$4,12 \times 10^{-6}$	$0,21 \times 10^{-6}$	$4,50 \times 10^{-6}$	$0,22 \times 10^{-6}$

Para fim de comparação, a Figura 27 ilustra graficamente os valores de difusividade térmica, com a barra de erros, de acordo com os dados da Tabela 6. A linha tracejada se refere ao valor de difusividade térmica para a amostra do material conforme recebido, de acordo com as especificações do fabricante.

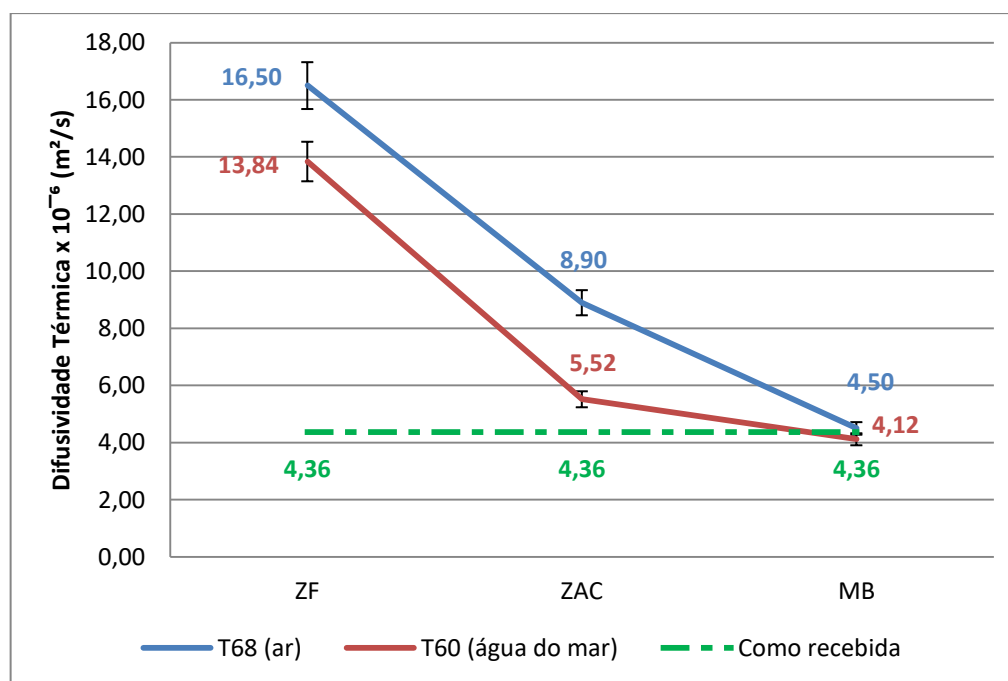


Figura 27 - Comparação da difusividade térmica para as amostras T60, T68 e como recebida.

É possível observar na Figura 27 que os valores de difusividade térmica das amostras soldadas e tratadas apresentam o mesmo comportamento, crescentes no sentido metal base $\rightarrow$ zona fundida. Nota-se também que o procedimento de soldagem promoveu um aumento da difusividade na ZF e ZAC, enquanto no MB,

que só foi influenciado pelo tratamento térmico, não apresentou alteração significativa da propriedade.

O aumento da difusividade na ZF e na ZAC pode estar relacionado com aumento do tamanho dos grãos causado pelas altas temperaturas geradas no processo de soldagem e tratamento térmico. Conforme observado por Campagnoli *et al* (2010), que afirmam que o principal efeito do tratamento térmico é aumentar o tamanho do grão e aumentar o tamanho das fase secundárias. Comportamento também comprovado por Yang *et al* (2002) que correlacionaram a variação da difusividade térmica com o tamanho de grãos em nanocristais de zircônia estabilizada com ítrio.

Contornos de grãos e/ou de fases podem desempenhar um papel importante no controle do transporte térmico em materiais policristalinos devido à resistência térmica interfacial, resistência térmica de contorno, que resulta em uma descontinuidade de temperatura nas interfaces entre grãos na presença de um gradiente térmico (YANG *et al*, 2002). Esse comportamento é demonstrado na Figura 28, que representa de forma esquemática o perfil de temperatura unidimensional em uma amostra policristalina em resposta a um fluxo de calor. A descontinuidade da temperatura entre grãos é consequência da resistência térmica interfacial, que resulta em uma redução da condutividade térmica do sistema, que é diretamente proporcional a difusividade térmica, provada pela Equação 2.

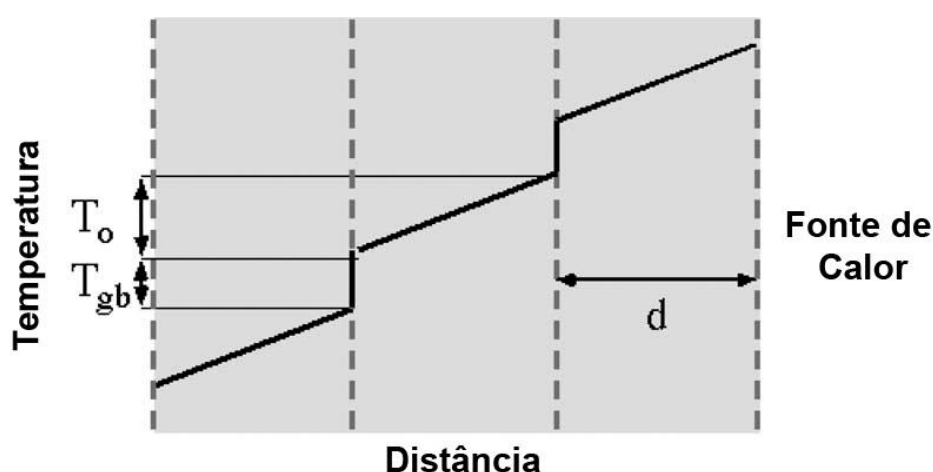


Figura 28 - Perfil de temperatura em resposta a um fluxo de calor. As linhas tracejadas representam os contornos de grãos; T_o a queda de temperatura no interior de um grão; T_{gb} a queda de temperatura causada pela resistência interfacial.

Fonte: Adaptado de YANG *et al*, 2002.

Esse comportamento também foi comprovado por Rouver (2013), que afirmou que um maior tamanho de grão representa uma menor resistência ao transporte de energia térmica, e Almeida (2013), que relacionou o tamanho do grão com a difusividade térmica, afirmando que quanto maior o tamanho dos grãos, menor o número de junções entre eles, portanto menos resistência à propagação do calor.

Sendo assim, a redução dos contornos de grãos, causada pelo aumento do tamanho do grão, resulta em uma menor resistência interfacial e consequentemente aumento na difusividade térmica.

Com relação ao tratamento térmico, a amostra resfriada em ar apresentou maior difusividade térmica, o que pode ser explicado pelo aumento do tamanho dos grãos da austenita, devido ao maior de tempo para nucleação dessa fase.

6 CONCLUSÃO

O estudo demonstrou que o comportamento da difusividade térmica, em cada região analisada, é influenciado pelo aumento do tamanho de grão associado ao processo de soldagem e tratamento térmico. Quanto maior o tamanho médio do grão menos regiões de contornos, assegurando assim o aumento da difusividade térmica.

A análise microestrutural das duas amostras tratadas termicamente a 600°C indicou a presença de nitretos de cromo na ferrita e formação de austenita secundária, que são consequências do aumento da temperatura na soldagem seguido de resfriamento rápido.

Para austenita, foi observada as morfologias de Widmanstätten, alotriomórficas e intragranulares, sendo que a de Widmanstätten foi mais acentuada na amostra resfriada em água do mar, em resposta as altas taxas de resfriamento.

Observou-se que em relação à microdureza Vickers ambas as amostras apresentaram comportamento crescente em direção à ZF, comportamento esse relacionado à tensão induzida pelo aquecimento e pelo resfriamento. Sendo a dureza da fase austenita maior que a ferrita, em função da maior solubilidade do nitrogênio nesta fase e da interferência da austenita secundária no ensaio de microdureza.

Ao relacionarmos o modo de resfriamento após o tratamento térmico de 600°C, verificamos que na amostra resfriada em ar, a ferrita apresentou maior dureza devido ao tempo de exposição à altas temperaturas, favorecendo assim a precipitação de fases deletérias. A austenita apresentou maior dureza na amostra resfriada em água do mar, devido à morfologia de Widmanstätten, concordando com o ensaio microestrutural.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se avaliar o efeito da radiação nas propriedades do material, devido à exposição da parte externa do receptáculo a pequenas doses de radiação gama durante o carregamento do material radioativo.

Analisar com maior profundidade a influência do tamanho do grão na difusividade térmica do material, através de uma avaliação quantitativa.

Realizar ensaios de nanodureza, a fim de reduzir as incertezas das medições geradas pelos contornos de grãos.

REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, L. C. **Estudo da Difusividade Térmica em Amostras Cerâmicas de $\text{Ca}_{2-x}\text{Y}_x\text{MnReO}_6$ com x entre 0 e 0,3.** Dissertação de Mestrado. Vitória: Universidade Federal do Espírito Santo, 2013.
- ALVES, Cézar Braga; BIRAL, Paula Maria; CARRA, Thales Andrés. **Difusividade térmica de um solo incorporado com resíduo de E.T.A.** Sorocaba: Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho”, 2006.
- AMARO, Lucinda Oliveira. **Estudo da Resistência à Corrosão do Aço Inoxidável Duplex UNS S31803 ou SAF 2205 Submetido a Processo de Soldagem.** Dissertação de mestrado. Fortaleza: Universidade Federal do Ceará, 2006.
- ARTHUSO, Emiliana C. M. **Influência da taxa de deformação e da temperatura na ductilidade a quente do aço inoxidável duplex UNS S32304.** Dissertação de mestrado. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 2013.
- BETINI, Evandro G. *et al.* **Study of the temperature distribution on welded thin plates of duplex steel to be used for the external clad of a cask for transportation of radiopharmaceuticals products.** São Paulo, 2015.
- BRANDI, Sérgio Duarte. WAINER, Emílio. MELLO, Fábio Décourt Homem de. **Soldagem: Processos e Metalurgia.** Edgard Blucher, 1992.
- CALLISTER, William D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução.** John Wiley & Sons, 2008.
- CAMPAGNOLI, Elena., *et al.* **Thermal diffusivity of traditional and innovative sheet steels.** Defect and Diffusion Forum. Trans Tech Publications, p.893-898, 2010.
- CHARLES, J. CHEMELLE, P. **The history of duplex developments, nowadays DSS properties and duplex market future trends.** 8th Duplex stainless steels conference, Beaune, 2010.
- CHARLES, J. **Duplex Stainless Steels, a review after DSS '07 held in GRADO.** ARCELOR MITTAL STAINLESS, 2007.
- CNEN - COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR. **CNEN NE 5.01: Transporte de Materiais Radioativos** - Resolução CNEN 013/88. Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação. Agosto, 1988.
- CRONEMBERGER, Maria Eurenice Rocha. **Efeito da solubilização na microestrutura e na resistência à corrosão de um aço inoxidável duplex.** Dissertação de Mestrado. Poços de Caldas: Universidade Federal de Alfenas, 2013.
- DIETER, George E. **Metallurgy and Mechanical Engineering,** McGraw-Hill Book Company, 1961.
- FOLKHARD, Erich. **Welding Metallurgy of Stainless Steels.** 1ª Ed. New York, 1988.

GROSSI, P. A. *et al.* **Metodologia para a estimativa da incerteza de medição da difusividade térmica pelo método do Flash Laser**. In: Anais do 8º Congresso Iberoamericano de Engenharia Mecânica, Cusco. 2007.

GUNN, Robert N. **Duplex Stainless Steel: Microstructures, Properties and application**, Abington Publishing. Cambridge, 1997.

IMO - INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION. **Orientações práticas para processamento dos aços inoxidáveis Duplex**. 2ª Ed. Londres, 2009.

INCROPERA, Frank P; *et al.* **Fundamentos de transferência de calor e massa**. John Wiley & Sons, 2007.

KOVACH, C.W. **Duplex high performance stainless steels**. In: High Performance Stainless Steels. Nickel Development Institute.

LIPPOLD, J.C.; KOTECKI, D.J. **Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steel**. Hoboken, New Jersey, USA: John Wiley & Sons, 2005.

LONDOÑO, Antonio José Ramirez. **Estudo da precipitação de nitreto de cromo e fase sigma por simulação térmica da zona afetada pelo calor na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex**. Dissertação de Mestrado. São Paulo: Universidade de São Paulo, 1997.

LONDOÑO, Antonio José Ramirez. **Precipitação de Fases Intermetálicas na ZAC de Soldagens Multipasse de Aços Inoxidáveis Duplex**. Tese de Doutorado. São Paulo: Universidade de São Paulo, 2001.

MACHADO, Caruline de Souza Carvalho. **Perfis de tensão residual do aço duplex UNS S32304 submetido a diferentes processos de soldagem TIG e condições de tratamento térmico**. Dissertação de Mestrado. Vitória: Universidade Federal do Espírito Santo, 2015.

MARQUES, P.V.; MODENESI, P.J.; BRACARENSE, A.Q.; **Soldagem fundamentos e tecnologia**. 3ª Ed. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 2011.

MARTINS, Marcelo. **Caracterização microestrutural mecânica e resistência à corrosão do aço inoxidável super duplex ASTM A890 / A890M Grau 6A**. Tese de Doutorado. São Carlos: Universidade de São Paulo, 2006.

MILAGRE, Mariana Xavier. **Perfis de tensão residual do aço duplex UNS S32304 submetido a processo de soldagem TIG e diferentes condições de tratamento térmico de têmpera**. Dissertação de Mestrado. Vitória: Universidade Federal do Espírito Santo, 2015.

NILSSON, J.-O. **Super duplex stainless steels**. Materials Science and Technology. Sweden, p. 685-700, 1992.

PALÁCIO, F. O. **Estudo do efeito de parâmetros do processo GTAW pulsado na resistência à corrosão intergranular e por pite do aço inoxidável duplex UNS S32304**. Dissertação de mestrado. Vitória: Universidade Federal do Espírito Santo, 2011.

PARDAL, Juan Manuel. **Efeitos dos Tratamentos Térmicos nas Propriedades Mecânicas, Magnéticas e na Resistência à Corrosão de Aços Inoxidáveis Superduplex**. Tese de Doutorado. Niterói: Universidade Federal Fluminense, 2009.

PARKER, W. J.; *et al.* **Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity**. U.S. Naval Radiological Defense Laboratory, San Francisco, 1961.

REIS, Thompson Junior Avila. **Efeito de tratamentos isotérmicos às temperaturas de 475°C e 850°C na microestrutura e na resistência à fadiga de um aço inoxidável duplex UNS S32304**. Dissertação de mestrado. Ouro Preto: Rede Temática em Engenharia de Materiais, 2013.

ROUVER, Anderson do Nascimento. **Determinação da influência do contorno de grão na medida de difusividade térmica em cerâmicas supercondutoras $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$** . Dissertação de Mestrado. Vitória: Universidade Federal do Espírito Santo, 2013.

SANTOS, Camila Zangerolame. **Estudo da tensão residual através de difração de raios X em aço inoxidável duplex submetido a diferentes tratamentos térmicos**. Vitória: Universidade Federal do Espírito Santo, 2012.

SAWADA, Lidia. **Determinação da difusividade térmica de cristais de BaLiF_a puro e dopado**. Dissertação de Mestrado. São Paulo: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 2000.

SILVA, Samuel Deoterionio da. **Efeito do tratamento térmico pós-soldagem no comportamento em corrosão e nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex uns s32304**. Dissertação de mestrado. Vitória: Universidade Federal do Espírito Santo; 2010.

SOUZA, Sérgio Augusto. **Ensaaios mecânicos de materiais metálicos: Fundamentos teóricos e práticos**. 5ª Ed. São Paulo, 1982.

TOULOUKIAN, Y.S.; *et al.* **Thermophysical Properties of Matter – Thermal Diffusivity**. New York, 1974.

VAROL, I.; BAESLACK III, W.A.; LIPPOLD, J.C. **Characterization of Weld Solidification Cracking in a Duplex Stainless Steel**. Materials Characterization. v 39, p 555-573, 1997.

WANG, S. H. *et al.* **Gamma phase transformation in pulsed GTAW weld metal of duplex stainless steel**. Materials Science and Engineering A 420, p 26–33, 2006.

WIKTOROWICZ, R.; CROUCH, J. **Shielding gas developments for TIG welding of duplex and super duplex stainless steels**. Welding and metal fabrication. V 62, no. 9, pages 379-382. 1994.

Yang, Ho.-Soon., *et al.* **Interfacial Thermal Resistance in Nanocrystalline Yttria-Stabilized Zirconia**. Acta Materialia, v. 50, n. 9, p. 2309-2317, 2002.

ANEXO A

Dedução da difusividade térmica segundo Parker et al (1961)

Assumindo o corpo de prova como um disco conforme esquema da Figura 29, onde a análise de temperatura em suas faces é feita em função do espaço e do tempo, $T(x,t)$, que após receber o pulso do laser está sobre uma diferença de temperatura entre suas faces (ALMEIDA, 2013):

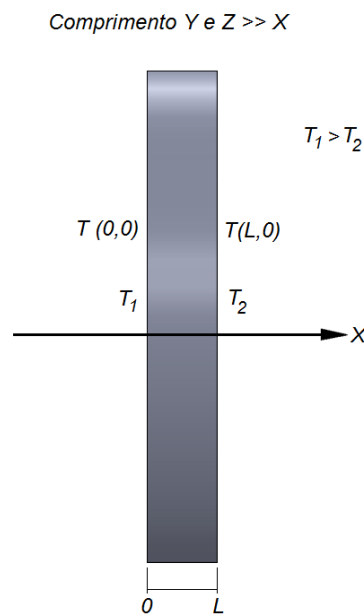


Figura 29 - Figura 14 - Condições de contorno para o desenvolvimento do método flash do pulso de energia.

Fonte: ALMEIDA, 2013.

Como há um gradiente de temperatura entre as faces e considerando o sistema unidimensional, devido às condições de contorno adiabáticas, podemos utilizar a série de Fourier para a resolução do problema:

$$T(x,t) = \frac{a_0}{2} + \sum_{n=1}^{\infty} \left[a_n \cos \frac{n\pi x}{L} + b_n \sin \frac{n\pi x}{L} \right] \quad (5)$$

Para o intervalo $0 < x < L$, a função $T(x,t)$ comporta-se como uma função par, portanto podemos representá-la como uma soma de cossenos:

$$T(x, t) = \frac{a_0}{2} + \sum_{n=1}^{\infty} \left[a_n(t) \cos \frac{n\pi x}{L} \right] \quad (6)$$

Pelas fórmulas de Euler-Fourier:

$$a_n = \frac{1}{L} \int_{-L}^L T(x, t) \cos \frac{n\pi x}{L} dx \quad (7)$$

Pelo conceito de integrais simétricas para funções pares:

$$a_n = \frac{2}{L} \int_0^L T(x, t) \cos \frac{n\pi x}{L} dx \quad (8)$$

Para n=0:

$$a_0 = \frac{2}{L} \int_0^L T(x, t) dx \quad (9)$$

Utilizando a equação do transporte de calor:

$$\frac{\partial T(x, t)}{\partial t} = \alpha^2 \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} \quad (10)$$

Onde α é a difusividade térmica.

Substituindo a equação 6 no lado direito equação 10:

$$\alpha^2 \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} = -\alpha^2 \sum_{n=1}^{\infty} a_n(t) \frac{n^2 \pi^2}{L^2} \cos \frac{n\pi x}{L} \quad (11)$$

$$\frac{\partial T(x, t)}{\partial t} = - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{da_n(t)}{dt} \cos \frac{n\pi x}{L} \quad (12)$$

Substituindo as equações 11 e 12 na equação 10 e utilizando a regra da ortogonalidade:

$$\frac{2}{L} \int_0^L \cos \frac{m\pi x}{L} \sum_{n=1}^{\infty} \left(a_n(t) \frac{n^2 \pi^2 \alpha}{L^2} + \frac{da_n(t)}{dt} \right) \cos \frac{n\pi x}{L} dx = 0 \quad (13)$$

Manipulando:

$$\frac{2}{L} \sum_{n=1}^{\infty} \left(a_n(t) \frac{n^2 \pi^2 \alpha}{L^2} + \frac{da_n(t)}{dt} \right) \underbrace{\int_0^L \cos \frac{m\pi x}{L} \cos \frac{n\pi x}{L} dx}_{\delta_{mn} \text{ para } m=n} = 0 \quad (14)$$

Multiplicando por $\frac{L}{2}$, tem-se:

$$a_n(t) \frac{n^2 \pi^2 \alpha}{L^2} + \frac{da_n(t)}{dt} = 0 \quad (15)$$

Integrando:

$$\int_0^t \frac{1}{a_n(t)} da_n(t) = \frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2} \int_0^t dt \quad (16)$$

$$\ln[a_n(t)] - \ln[a_n(0)] = \frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2} \quad (17)$$

$$a_n(t) = a_n(0) \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \quad (18)$$

Substituindo a equação 18 na equação 8 e na equação 9:

$$a_n(0) = \frac{2}{L} \int_0^L T(x, 0) \cos \frac{n\pi x}{L} dx = \frac{2}{L} \int_0^L T(x, 0) \quad (19)$$

Substituindo na equação 6:

$$T(x, t) = \frac{1}{L} \int_0^L T(x, 0) dx + \frac{2}{L} \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \cos \frac{n\pi x}{L} \int_0^L T(x, 0) \cos \frac{n\pi x}{L} dx \quad (20)$$

Considera-se que um pulso sob a forma de um feixe de energia Q [J/m²] é instantaneamente e uniformemente absorvido em uma camada fina (g) do corpo de prova em $x=0$ de espessura L [m], e que as propriedades termo físicas são constantes com o pequeno aumento de temperatura. Também se assume que a condução de calor no corpo de prova é unidimensional, e que as perdas de calor podem ser desprezadas. Sob estas condições, a distribuição de temperatura neste instante pode ser dada por:

$$T(x, 0) = \begin{cases} \frac{Q}{\rho C_p g}, & 0 < x < g \\ 0, & g < x < L \end{cases} \quad (21)$$

A partir desta condição inicial, a temperatura na face oposto do sólido para qualquer instante de tempo e $g = L$, pode ser descrita como:

$$T(x, t) = \frac{Q}{\rho C_p L} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \cos \frac{n\pi x}{L} \sin \frac{n\pi g}{L} \right] \quad (22)$$

Já que g é muito pequena para materiais opacos, a aproximação pode ser feita:

$$\sin \frac{n\pi g}{L} \approx \frac{n\pi g}{L} \quad (23)$$

Assim:

$$T(L, t) = \frac{Q}{\rho C_p L} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \right] \quad (24)$$

Definindo os parâmetros adimensionais:

$$V(L, t) = \frac{T(L, t) - T_0}{T_m - T_0} = \frac{\Delta T(L, t)}{\Delta T_m} \quad (25)$$

$$\omega = \frac{\pi^2 \alpha t}{L^2} \quad (26)$$

$V(L, t)$ é o acréscimo adimensional da temperatura na face posterior da amostra, e ω um parâmetro adimensional. Assim, a equação 25 pode ser escrita como:

$$V(L, t) = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \omega) \quad (27)$$

De acordo com a equação acima, Parker *et al* (1961) plotou o gráfico apresentado na Figura 30, no qual sugeriu que quando V for igual a 0,5, ω é igual a 1,38.

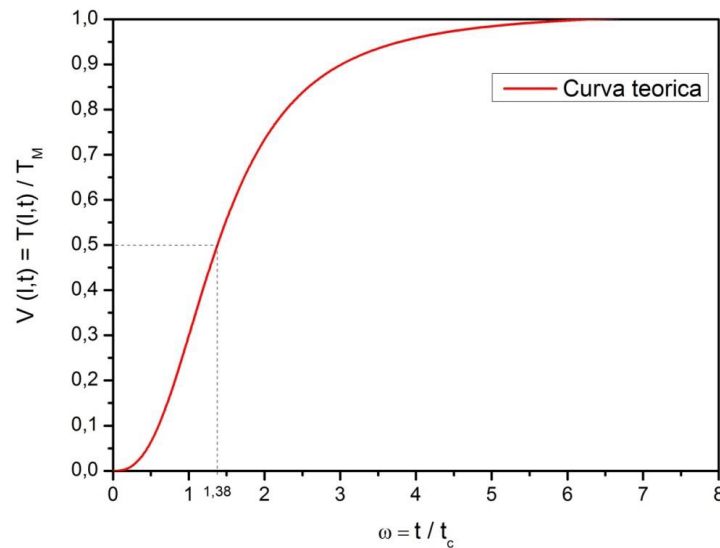


Figura 30 - Medida de difusividade térmica de acordo com Parker *et al* (1961).

Substituindo ω igual a 1,38 na equação 26, obtém-se:

$$\alpha_0 = 1,38 \frac{L^2}{\pi^2 t_1} \quad (28)$$

APÊNDICE A

Micrografia das amostras soldadas com posterior tratamento térmico a 600°C

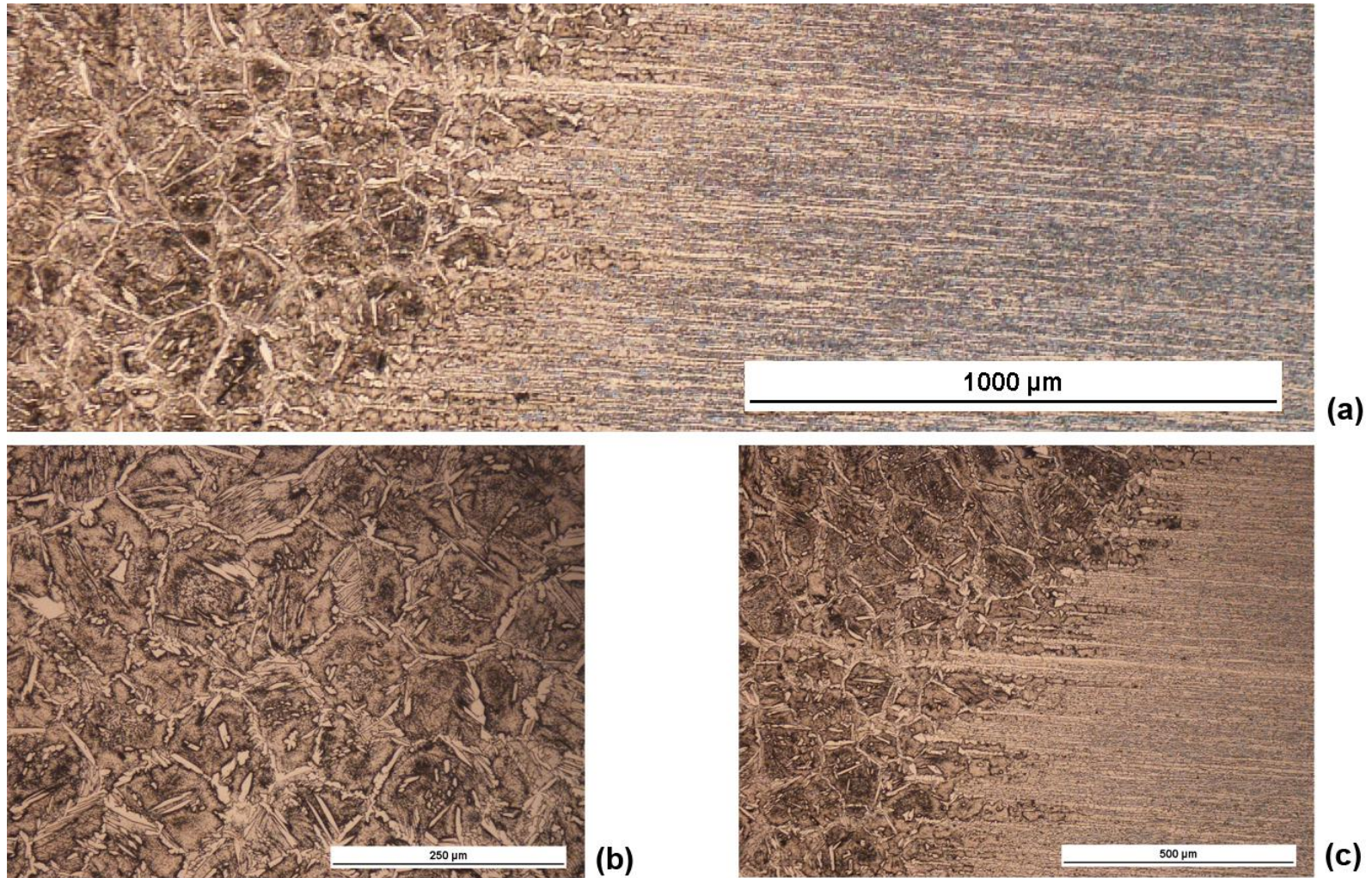


Figura 31- Amostra T60. Ataque com ácido oxálico 10%, 8s. (a) Vista das três zonas. (b) ZF. (c) ZAC.

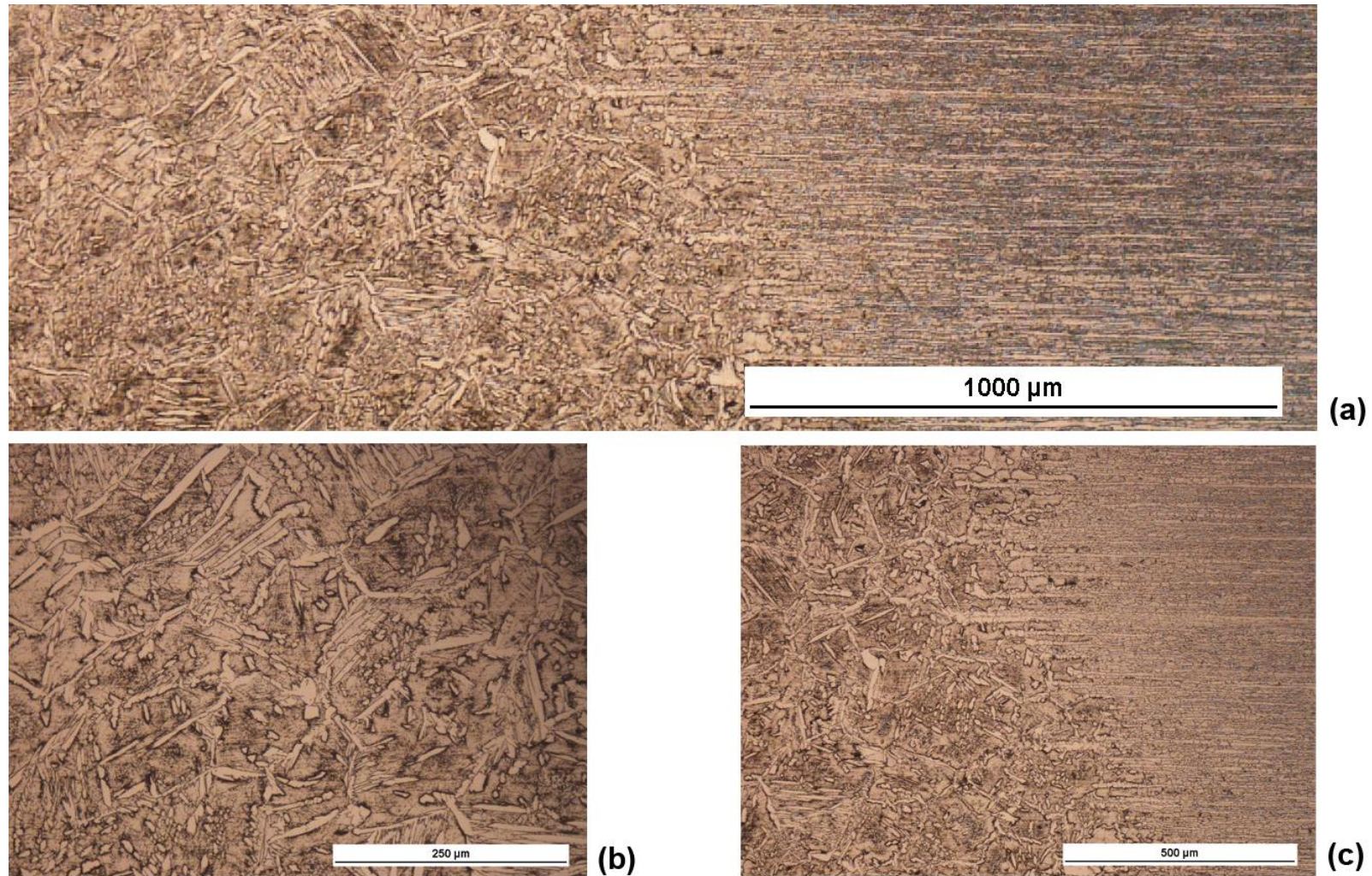


Figura 32 - Amostra T68. Ataque com ácido oxálico 10%, 8s. (a) Vista das três zonas. (b) ZF. (c) ZAC.

APÊNDICE B

Medidas de microdureza Vickers

Tabela 7 - Medidas de dureza obtidas pelo ensaio de microdureza Vickers para amostra T60 (resfriada em água do mar), com a respectiva média e desvio padrão. Os valores destacados correspondem aos que fogem da tendência pelo critério de Chauvenet.

ZONA FUNDIDA							ZONA AFETADA PELO CALOR						METAL BASE					
Ferrita + Nitreto			Austenita				Ferrita + Nitreto			Austenita			Ferrita			Austenita		
Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR		Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR
252,84	-8,59	2,10	335,49	0,68	0,07		247,38	-2,24	0,35	289,80	-12,75	2,25	227,19	0,90	0,25	276,63	-3,90	0,87
264,33	2,90	0,71	319,13	-15,69	1,71		247,38	-2,24	0,35	303,93	1,39	0,25	227,19	0,90	0,25	283,10	2,57	0,57
264,33	2,90	0,71	335,49	0,68	0,07		258,49	8,88	1,37	303,93	1,39	0,25	232,00	5,71	1,56	283,10	2,57	0,57
264,33	2,90	0,71	335,49	0,68	0,07		247,38	-2,24	0,35	296,74	-5,81	1,03	222,53	-3,76	1,02	283,10	2,57	0,57
264,33	2,90	0,71	335,49	0,68	0,07		247,38	-2,24	0,35	303,93	1,39	0,25	227,19	0,90	0,25	270,38	-10,16	2,27
264,33	2,90	0,71	335,49	0,68	0,07		263,96	14,35	2,22	303,93	1,39	0,25	227,19	0,90	0,25	283,10	2,57	0,57
258,49	-2,94	0,72	344,15	9,33	1,02		247,35	-2,27	0,35	303,93	1,39	0,25	218,01	-8,28	2,26	283,10	2,57	0,57
264,33	2,90	0,71	319,13	-15,69	1,71		247,38	-2,24	0,35	311,39	8,85	1,56	227,19	0,90	0,25	283,10	2,57	0,57
258,49	-2,94	0,72	344,15	9,33	1,02		247,38	-2,24	0,35	303,93	1,39	0,25	227,19	0,90	0,25	276,63	-3,90	0,87
258,49	-2,94	0,72	344,15	9,33	1,02		242,08	-7,53	1,16	303,93	1,39	0,25	227,19	0,90	0,25	283,10	2,57	0,57
Média			261,43				249,61			302,54			226,29			280,53		
Desvio Padrão			4,09				6,47			5,66			3,67			4,47		

Tabela 8 – Novos valores de média e desvio padrão para amostra T60 (resfriada em água do mar), desconsiderando os valores eliminados pelo critério de Chauvenet.

ZONA FUNDIDA							ZONA AFETADA PELO CALOR						METAL BASE					
Ferrita + Nitreto			Austenita				Ferrita + Nitreto			Austenita			Ferrita			Austenita		
Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR		Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR
264,33	2,90	0,99	335,49	0,68	0,07		247,38	-2,24	0,52	303,93	1,39	0,38	227,19	0,90	0,38	276,63	-3,90	1,37
264,33	2,90	0,99	319,13	-15,69	1,71		247,38	-2,24	0,52	303,93	1,39	0,38	227,19	0,90	0,38	283,10	2,57	0,90
264,33	2,90	0,99	335,49	0,68	0,07		258,49	8,88	2,07	296,74	-5,81	1,59	232,00	5,71	2,41	283,10	2,57	0,90
264,33	2,90	0,99	335,49	0,68	0,07		247,38	-2,24	0,52	303,93	1,39	0,38	222,53	-3,76	1,59	283,10	2,57	0,90
264,33	2,90	0,99	335,49	0,68	0,07		247,38	-2,24	0,52	303,93	1,39	0,38	227,19	0,90	0,38	283,10	2,57	0,90
258,49	-2,94	1,01	335,49	0,68	0,07		247,35	-2,27	0,53	303,93	1,39	0,38	227,19	0,90	0,38	283,10	2,57	0,90
264,33	2,90	0,99	344,15	9,33	1,02		247,38	-2,24	0,52	311,39	8,85	2,41	227,19	0,90	0,38	283,10	2,57	0,90
258,49	-2,94	1,01	319,13	-15,69	1,71		247,38	-2,24	0,52	303,93	1,39	0,38	227,19	0,90	0,38	276,63	-3,90	1,37
258,49	-2,94	1,01	344,15	9,33	1,02		242,08	-7,53	1,75	303,93	1,39	0,38	227,19	0,90	0,38	283,10	2,57	0,90
			344,15	9,33	1,02													
Média	262,39		334,81				248,02			303,96			227,21			281,66		
Desvio Padrão	2,92		9,16				4,30			3,66			2,37			2,85		

Tabela 9 - Medidas de dureza obtidas pelo ensaio de microdureza Vickers para amostra T68 (resfriada em ar), com a respectiva média e desvio padrão. Os valores destacados correspondem aos que fogem da tendência pelo critério de Chauvenet.

ZONA FUNDIDA							ZONA AFETADA PELO CALOR						METAL BASE					
Ferrita + Nitreto			Austenita				Ferrita + Nitreto			Austenita			Ferrita			Austenita		
Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR		Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR
276,63	-0,76	0,11	319,13	-0,74	0,12		258,49	-0,60	0,11	311,39	13,81	1,75	236,96	-0,58	0,11	270,38	-0,08	0,01
276,63	-0,76	0,11	311,39	-8,48	1,35		258,49	-0,60	0,11	289,80	-7,78	0,98	247,38	9,84	1,96	270,38	-0,08	0,01
276,63	-0,76	0,11	327,15	7,29	1,16		252,84	-6,25	1,14	289,80	-7,78	0,98	227,19	-10,35	2,06	258,49	-11,97	2,09
289,80	12,41	1,77	311,39	-8,48	1,35		252,84	-6,25	1,14	296,74	-0,84	0,11	236,96	-0,58	0,11	276,63	6,17	1,08
264,33	-13,05	1,86	319,13	-0,74	0,12		258,49	-0,60	0,11	296,74	-0,84	0,11	236,96	-0,58	0,11	270,38	-0,08	0,01
270,38	-7,01	1,00	311,39	-8,48	1,35		258,49	-0,60	0,11	311,29	13,71	1,73	236,96	-0,58	0,11	270,38	-0,08	0,01
283,10	5,71	0,82	319,13	-0,74	0,12		258,49	-0,60	0,11	296,74	-0,84	0,11	236,96	-0,58	0,11	270,38	-0,08	0,01
276,63	-0,76	0,11	327,15	7,29	1,16		252,84	-6,25	1,14	289,80	-7,78	0,98	236,96	-0,58	0,11	276,63	6,17	1,08
283,10	5,71	0,82	319,13	-0,74	0,12		270,38	11,28	2,06	296,74	-0,84	0,11	242,08	4,55	0,91	276,63	6,17	1,08
276,63	-0,76	0,11	327,15	7,29	1,16		264,33	5,24	0,95	296,74	-0,84	0,11	236,96	-0,58	0,11	264,33	-6,12	1,07
			319,13	-0,74	0,12		264,33	5,24	0,95									
			327,15	7,29	1,16													
Média	277,38		319,87				259,09			297,58			237,54			270,46		
Desvio Padrão	7,01		6,26				5,49			7,92			5,02			5,72		

Tabela 10 - Novos valores de média e desvio padrão para amostra T68 (resfriada em ar), desconsiderando os valores eliminados pelo critério de Chauvenet.

ZONA FUNDIDA							ZONA AFETADA PELO CALOR						METAL BASE					
Ferrita + Nitreto			Austenita				Ferrita + Nitreto			Austenita			Ferrita			Austenita		
Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR		Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR	Medida	Di	ΔR
276,63	-0,76	0,11	319,13	-0,74	0,12		258,49	-0,60	0,14	311,39	13,81	1,75	236,96	-0,58	0,16	270,38	-0,08	0,02
276,63	-0,76	0,11	311,39	-8,48	1,35		258,49	-0,60	0,14	289,80	-7,78	0,98	247,38	9,84	2,68	270,38	-0,08	0,02
276,63	-0,76	0,11	327,15	7,29	1,16		252,84	-6,25	1,48	289,80	-7,78	0,98	236,96	-0,58	0,16	276,63	6,17	1,50
289,80	12,41	1,77	311,39	-8,48	1,35		252,84	-6,25	1,48	296,74	-0,84	0,11	236,96	-0,58	0,16	270,38	-0,08	0,02
264,33	-13,05	1,86	319,13	-0,74	0,12		258,49	-0,60	0,14	296,74	-0,84	0,11	236,96	-0,58	0,16	270,38	-0,08	0,02
270,38	-7,01	1,00	311,39	-8,48	1,35		258,49	-0,60	0,14	311,29	13,71	1,73	236,96	-0,58	0,16	270,38	-0,08	0,02
283,10	5,71	0,82	319,13	-0,74	0,12		258,49	-0,60	0,14	296,74	-0,84	0,11	236,96	-0,58	0,16	276,63	6,17	1,50
276,63	-0,76	0,11	327,15	7,29	1,16		252,84	-6,25	1,48	289,80	-7,78	0,98	242,08	4,55	1,24	276,63	6,17	1,50
283,10	5,71	0,82	319,13	-0,74	0,12		264,33	5,24	1,24	296,74	-0,84	0,11	236,96	-0,58	0,16	264,33	-6,12	1,49
276,63	-0,76	0,11	327,15	7,29	1,16		264,33	5,24	1,24	296,74	-0,84	0,11						
			319,13	-0,74	0,12													
			327,15	7,29	1,16													
Média	277,38		319,87				257,97			297,58			238,69			271,79		
Desvio Padrão	7,01		6,26				4,23			7,92			3,67			4,12		

APÊNDICE C

Medidas da difusividade térmica das amostras segundo dados experimentais

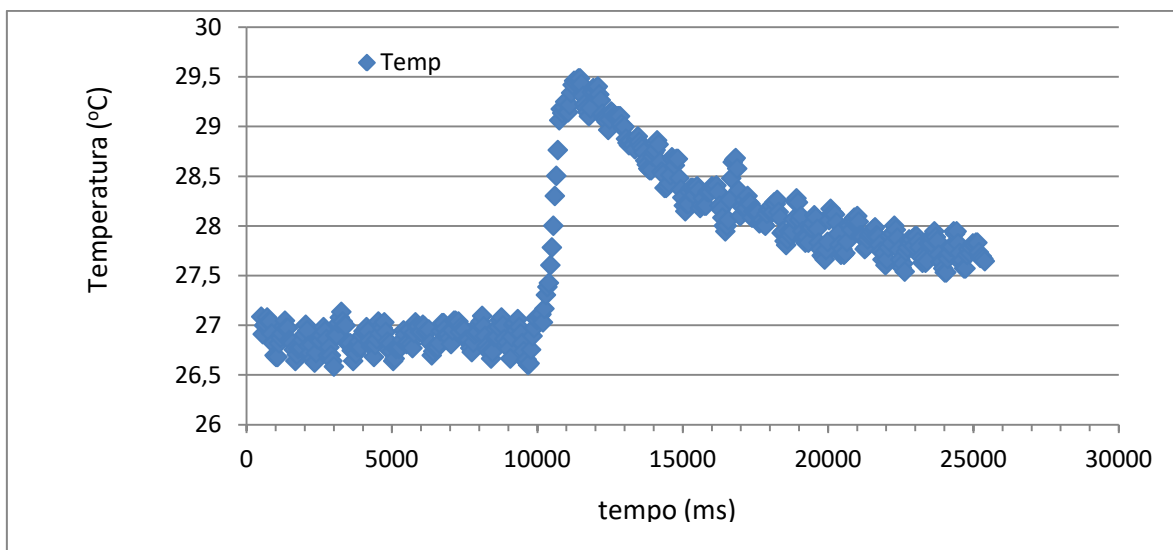


Figura 33 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra T68 na ZF em função do tempo de experimento.

Analisando de forma análoga o gráfico da Figura 33 tem-se que $t_{final} = 10,761s$ e $t_{inicial} = 10,2 s$. Assim:

$$t_{\frac{1}{2}} = 0,281 s$$

Pela Equação 3, tem-se:

$$\alpha_0 = 2,200 \times 10^{-6} m^2/s$$

Realizando a correção de tempo finito de pulso, Equação 4, a difusividade térmica será:

$$\alpha = 1,647 \times 10^{-5} m^2/s$$

$$Erro = 8,237 \times 10^{-7} m^2/s$$

As Figuras 34 e 35 apresentam o comportamento da ZAC, das amostras T60 e T68, respectivamente.

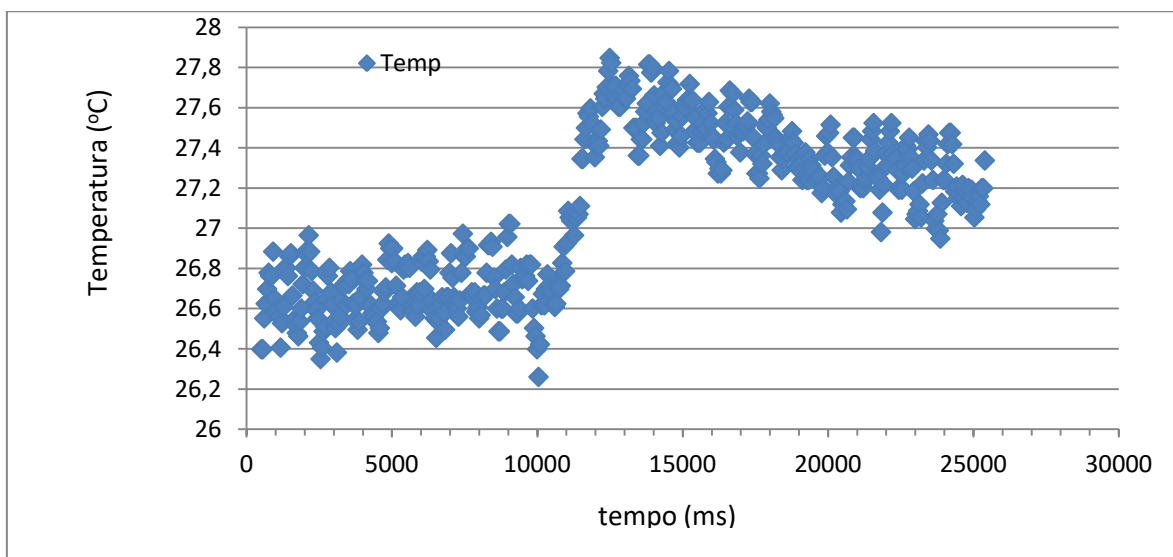


Figura 34 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra T60 na ZAC em função do tempo de experimento.

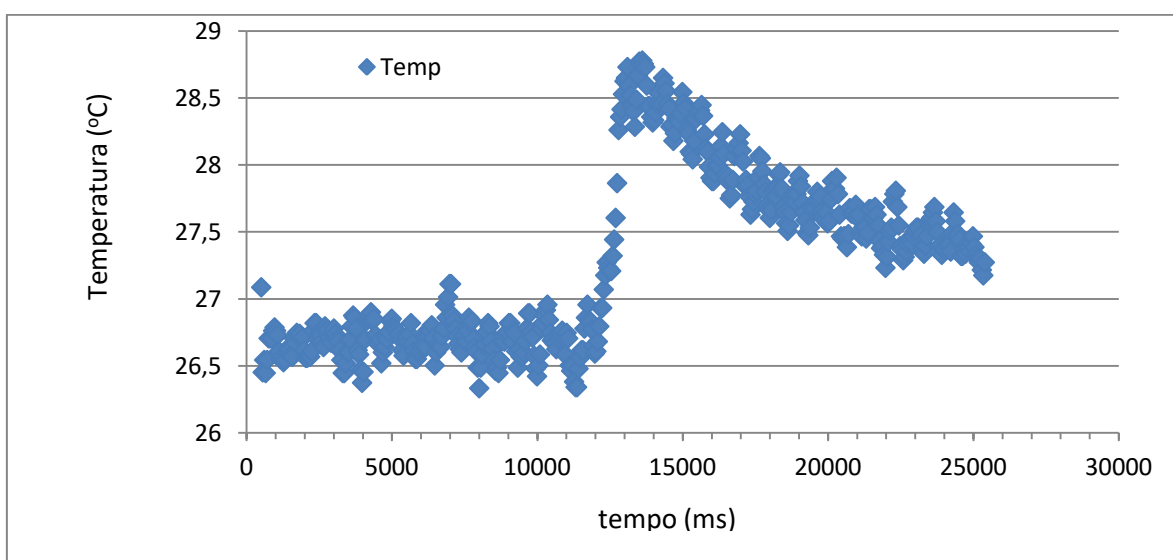


Figura 35 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra T68 na ZAC em função do tempo de experimento.

Analisando o gráfico da Figura 34 tem-se que $t_{final} = 11,679s$ e $t_{inicial} = 10,710 s$. Assim:

$$t_{\frac{1}{2}} = 0,454 s$$

Pela Equação 3, tem-se:

$$\alpha_0 = 1,274 \times 10^{-6} m^2/s$$

Realizando a correção de tempo finito de pulso, Equação 4, a difusividade térmica será:

$$\alpha = 5,522 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$Erro = 2,761 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$

Analisando o gráfico da Figura 35 tem-se que $t_{final} = 11,6,903 \text{ s}$ e $t_{inicial} = 12,138 \text{ s}$.

Assim:

$$t_{\frac{1}{2}} = 0,383 \text{ s}$$

Pela Equação 3, tem-se:

$$\alpha_0 = 1,614 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

Realizando a correção de tempo finito de pulso, Equação 4, a difusividade térmica será:

$$\alpha = 8,859 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$Erro = 4,430 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$

As Figuras 36 e 37 apresentam o comportamento do MB, das amostras T60 e T68, respectivamente.

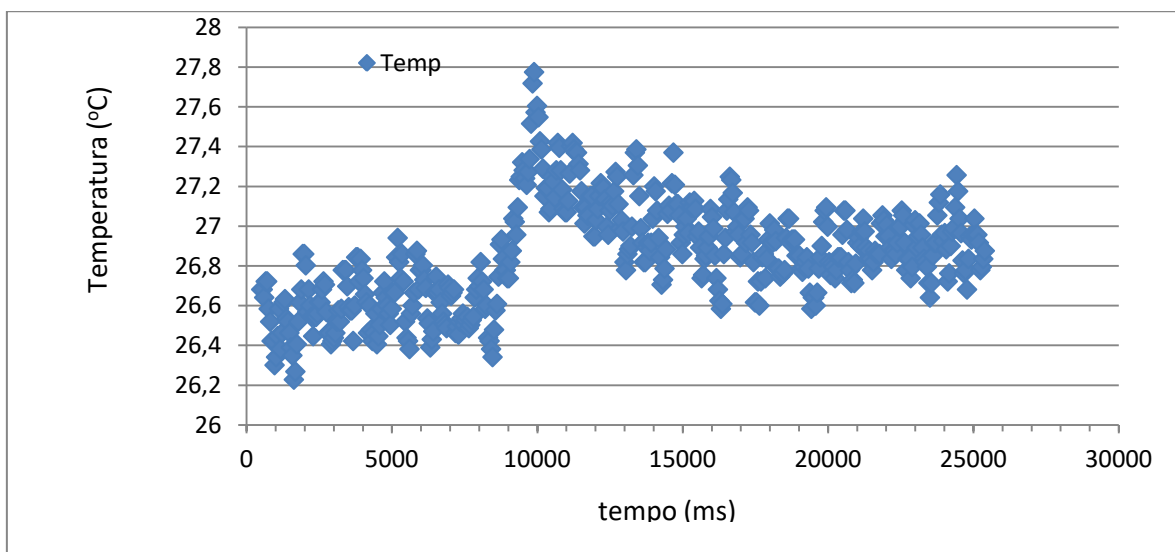


Figura 36 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra T60 no MB em função do tempo de experimento.

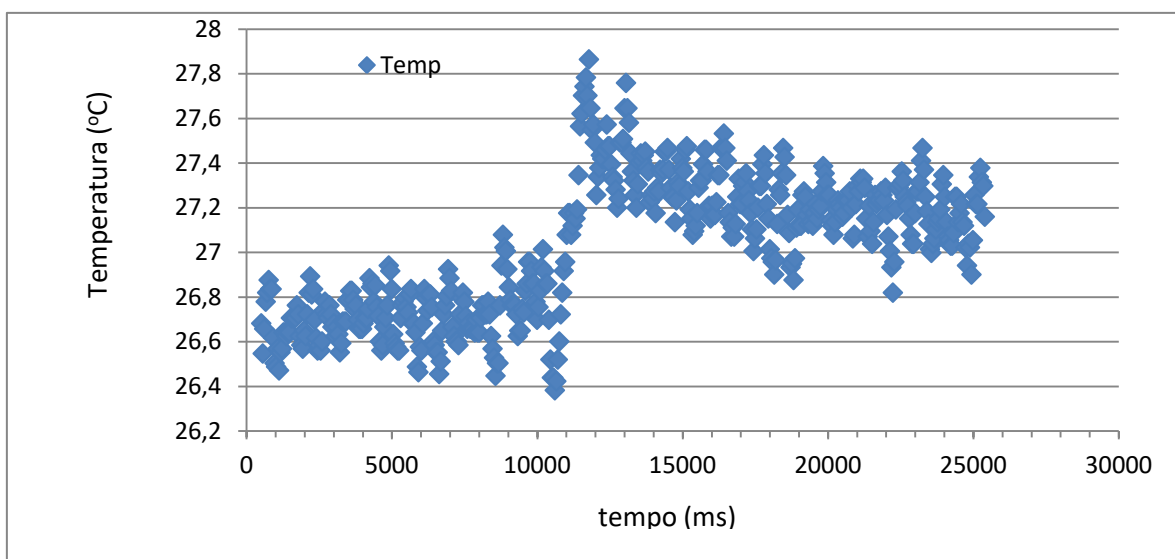


Figura 37 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra T68 no MB em função do tempo de experimento.

Analisando o gráfico da Figura 36 tem-se que $t_{final} = 9,690 \text{ s}$ e $t_{inicial} = 8,568 \text{ s}$.

Assim:

$$t_{\frac{1}{2}} = 0,561 \text{ s}$$

Pela Equação 3, tem-se:

$$\alpha_0 = 1,100 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

Realizando a correção de tempo finito de pulso, Equação 4, a difusividade térmica será:

$$\alpha = 4,118 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$Erro = 2,059 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$

Por fim, analisando o gráfico da Figura 37 tem-se que $t_{final} = 11,938 \text{ s}$ e $t_{inicial} = 10,863 \text{ s}$. Assim:

$$t_{\frac{1}{2}} = 0,5381 \text{ s}$$

Pela Equação 3, tem-se:

$$\alpha_0 = 1,148 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

Realizando a correção de tempo finito de pulso, Equação 4 a difusividade térmica será:

$$\alpha = 4,486 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$Erro = 2,243 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$