



Universidade Federal
do Espírito Santo

CENTRO TECNOLÓGICO

PROJETO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

JOÃO PEDRO CAMPOSTRINI DE SOUZA

JOÃO VICTOR SOARES CHAGAS

**EFEITO DO AQUECIMENTO LOCALIZADO SOBRE A MICROESTRUTURA DO
AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S32750**

VITÓRIA

2017

JOÃO PEDRO CAMPOSTRINI DE SOUZA
JOÃO VICTOR SOARES CHAGAS

**EFEITO DO AQUECIMENTO LOCALIZADO SOBRE A MICROESTRUTURA DO
AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S32750**

Trabalho de término de curso apresentado à disciplina Projeto de Graduação II, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para conclusão do curso.

Orientador: Dr. Temístocles de Sousa Luz.

VITÓRIA
2017

JOÃO PEDRO CAMPOSTRINI DE SOUZA

JOÃO VICTOR SOARES CHAGAS

EFEITO DO AQUECIMENTO LOCALIZADO SOBRE A MICROESTRUTURA DO
AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS S32750

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 21 de julho de 2017.

Aprovado em: _____

BANCA EXAMINADORA

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

Eng. Dr. Túlio Fernandes dos Santos
Petrobras
Examinador

Prof. Me. Pablo Altoé Amorim
Faculdades Integradas Espírito Santenses -
FAESA
Examinador

Vitória, 21 de Julho de 2017

AGRADECIMENTOS

A Deus por toda glória alcançada.

Aos pais, principais responsáveis por todas nossas vitórias.

Aos irmãos pela compreensão, suporte e incentivo durante todo o período de graduação.

Aos amigos que nos acompanharam nos momentos bons e nos ruins ao longo do curso.

Ao nosso orientador, Dr. Temístocles de Sousa Luz, pelos ensinamentos e por nos acompanhar do início ao fim do projeto.

Aos técnicos e funcionários do Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais – TRICORRMAT – UFES - pelo suporte durante o projeto.

RESUMO

A falha de serviço ocorrente em tubos de aços inoxidáveis duplex em aplicação *offshore* torna indispensável a adoção de medidas paliativas. No caso de falhas por fissura ou *pitting*, lança-se mão de um vedante polimérico. Entretanto, durante a parada programada é necessário remover esse vedante. O objetivo do aquecimento indutivo localizado é reduzir o tempo requerido para a remoção do vedante em comparação ao procedimento mecânico convencional. Neste trabalho, buscou-se investigar os efeitos do aquecimento no AID UNS S32750 e determinar se o processo térmico é prejudicial ao tubo. A análise foi realizada em amostras da área aquecida e da área não aquecida do tubo a fim de comparar as duas regiões. Observou-se a resistência mecânica, resistência a corrosão, o balanço de fase e as características microestruturais do material através, respectivamente, da microdureza Vickers, da técnica DL-EPR, da medição da fração volumétrica de ferrita e da técnica de microscopia ótica. A microdureza do material reduz com o aquecimento – mudança que não configura presença de precipitado. O teor de ferrita em ambas regiões indica equilíbrio de fase. Através dos dados obtidos a partir da técnica DL-EPR foi observado que o material não se mostrou sensitizado na área aquecida, ou seja, sem zonas empobrecidas em Cromo. A técnica de microscopia ótica corroborou os resultados anteriores, isto é, não apresentou quaisquer indícios significativos de fase deletéria nas duas regiões do material, apontando que o aquecimento localizado não se mostra prejudicial ao AID estudado.

Palavras-chave: Aço inoxidável duplex UNS S32750, aquecimento por indução, DL-EPR, microdureza Vickers.

ABSTRACT

Service failure on duplex stainless steel tubes in offshore applications makes palliative measures indispensable. In the case of cracking or pitting failures, a polymeric seal is used. However, during maintenance shutdown it is necessary to remove this seal, a process facilitated by the tube's localized heating. The purpose of the localized inductive heating is to reduce the time required for the removal of the seal compared to the conventional mechanical procedure. In this work, the effects of this heating on the duplex stainless steel UNS S32750 are investigated to determine whether the thermal process is harmful to the tube or not. The analysis were performed on samples from the heated area and unheated area of the tube in order to compare both regions. The mechanical resistance, corrosion resistance, phase balance and microstructural characteristics of the material were observed, respectively, by Vickers microhardness, DL-EPR technique, ferrite volumetric fraction measurement and optical microscopy technique. The microhardness of the material reduces with the heating - change that does not constitute presence of precipitate. The ferrite content in both regions indicates phase equilibrium. Using the data obtained from the DL-EPR technique it was observed that the material was not sensitized in the heated area, showing the same resistance to intergranular corrosion compared to the unheated area. The optical microscopy technique corroborated the previous results, showing no evidence of deleterious phase in both regions of the material, pointing out that the localized heating process is not harmful to the duplex stainless steel studied.

Keywords: Duplex stainless steel UNS S32750, inductive heating, DL-EPR, Vickers microhardness.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema ilustrativo da microestrutura do aço inoxidável duplex. Área clara: austenita; área escura: ferrita. (a) material laminado a quente aumentado 50x (b) material fundido aumentado 200x.	19
Figura 2. (a) Diagrama isotérmico da transformação de fases, típico dos aços inoxidáveis duplex. (b) Precipitação de fase que pode ocorrer em aços inoxidáveis duplex.....	21
Figura 3. Esquema da concentração de Cr em uma barreira ferrita/austenita contendo um carboneto $M_{23}C_6$	26
Figura 4. Ilustração do grau de sensitização em relação ao tempo de envelhecimento para o AID UNS S32750.	27
Figura 5. Curva de densidade de corrente em relação ao potencial, evidenciando o pico de ativação, o de reativação e sentido de formação.....	30
Figura 6. Material como recebido.	31
Figura 7. Vedação polimérica em um tubo de AISD.....	32
Figura 8. Sequência de remoção do vedante polimérico.	33
Figura 9. Especificação da zona aquecida e zona não aquecida.....	34
Figura 10. Regiões estabelecidas para análise. (a) Zona aquecida, (b) Zona não aquecida.....	35
Figura 11. Fluxograma das etapas do projeto.	36
Figura 12. Cortadeira metalográfica STRUERS Labotom - 3.....	37
Figura 13. (a) Amostra utilizada para o ensaio de DL-EPR. (b) Amostra utilizada para os ensaios metalográficos.....	37
Figura 14. Embutidora metalográfica.	38
Figura 15. Politriz DP-10 da Panambra.....	38
Figura 16. Esquema dos ataques químicos utilizados.	39
Figura 17. Microscópio ótico Nikon Eclipse MA200.....	40
Figura 18. Microdurômetro Pantec HDX.	41
Figura 19. Ferritoscópio Fischer modelo FMP30.....	41
Figura 20. a) Conector utilizado para promover o contato elétrico com a amostra. b) Detalhe do contato elétrico do eletrodo de trabalho.	42

Figura 21. Potenciostato AUTOLAB PGSTAT 302N.	42
Figura 22. Configuração do equipamento de ensaio.	43
Figura 23. Esquema da célula eletroquímica.	43
Figura 24. Esquema da célula eletroquímica.	44
Figura 25. Micrografia da amostra A14 da região que não foi aquecida. Região clara (austenita), região escura (ferrita). Ataque eletrolítico com KOH.	46
Figura 26. Micrografia da amostra A15 da região que não foi aquecida. Região clara (austenita), região escura (ferrita). Ataque eletrolítico com KOH.	46
Figura 27. Micrografia da amostra A8 da região que foi aquecida. Região clara (austenita), região escura (ferrita). Ataque eletrolítico com KOH.	47
Figura 28. Micrografia da amostra A11 da região que foi aquecida. Região clara (austenita), região escura (ferrita). Ataque eletrolítico com KOH.	48
Figura 29. Micrografia da amostra A2 da região aquecida. Ataque eletrolítico com NaOH.	49
Figura 30. Micrografia da amostra A11 da região aquecida. Ataque eletrolítico com NaOH.	50
Figura 31. Micrografia da amostra A7 da região aquecida. Ataque eletrolítico com NaOH.	50
Figura 32. Micrografia da amostra A14 da região não aquecida. Ataque eletrolítico com NaOH.	51
Figura 33. Fração volumétrica da ferrita nas amostras das duas regiões.	52
Figura 34. Valores médios de Microdureza Vickers. Carga de 10gf por 15s.	53
Figura 35. Indentação do ensaio de microdureza Vickers na fase ferrítica para carga de 10gf.	54
Figura 36. Indentação do ensaio de microdureza Vickers na fase austenítica para carga de 10gf.	54
Figura 37. Microdureza Vickers das amostras das duas regiões separadas por fase.	55
Figura 38. Testes univariáveis de significância para microdureza em relação a fase e região.	55
Figura 39. Amostra N1 ensaiada por DL-EPR em solução de 33% H ₂ SO ₄ + 0,5% HCL.	57
Figura 40. Relação Ir/Ia das amostras ensaiadas.	59

Figura 41. Curvas dos ensaios de DL-EPR do aço UNS S32750. (a) amostra AQ1, (b) amostra AQ2, (c) amostra AQ3, (d) amostra AQ4, (e) amostra N2 e (f) amostra N3.....	60
Figura 42. Amostra A3, zona aquecida. Ataque KOH, 5s. Vista lateral. (a) vista das três zonas, (b) ZF, (c) ZTA.	75
Figura 43. Ataque eletrolítico KOH, 5s. (a) A1 (vista lateral), (b) A5 (vista superior).	76
Figura 44. Ataque eletrolítico KOH, 5s. (a) A13 (vista superior), (b) A6 (vista lateral).	76
Figura 45. Amostra A3, zona aquecida. Ataque NaOH, 15s. Vista Lateral. (a) todas as zonas, (b) ZTA, (c) ZF.	77
Figura 46. Ataque eletrolítico NaOH, 15s. (a) A13 (vista superior), (b) A14 (vista lateral).	77
Figura 47. Ataque eletrolítico NaOH, 15s. Vista Lateral. (a) A9, (b) A2.....	78

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Intervalo de composição química de cada elemento do AISD UNS S32750.	31
Tabela 2. Posicionamento das amostras.	35
Tabela 3 - Reagentes utilizados para revelar características microestruturais do aço inoxidável super duplex UNS S32750.	39
Tabela 4. Dados dos ensaios DL-EPR.....	58
Tabela 5. Medidas do teor de ferrita obtidas com o ferritoscópio Fischer FMP30 para as amostras A1 e A2 (zona aquecida), com as respectivas médias e desvio padrão. Os valores destacados fogem da tendência e devem ser descartados segundo critério de Chauvenet.	71
Tabela 6. Medidas do teor de ferrita obtidas com o ferritoscópio Fischer FMP30 para as amostras A11 e A10 (zona aquecida) com as respectivas médias e desvio padrão. Os valores destacados fogem da tendência e devem ser descartados segundo critério de Chauvenet.....	71
Tabela 7. Medidas do teor de ferrita obtidas com o ferritoscópio Fischer FMP30 para as amostras N1 e N2 (zona não aquecida), com as respectivas médias e desvio padrão. Os valores destacados fogem da tendência e devem ser descartados segundo critério de Chauvenet.....	72
Tabela 8. Medidas do teor de ferrita obtidas com o ferritoscópio Fischer FMP30 para a amostra N3 (zona não aquecida), com a respectiva média e desvio padrão. Os valores destacados fogem da tendência e devem ser descartados segundo critério de Chauvenet.	72
Tabela 9. Valores corrigidos de média e desvio padrão para as amostras A2 e A10 (zona aquecida), desconsiderando os valores eliminados pelo critério de Chauvenet.	73
Tabela 10. Valores corrigidos de média e desvio padrão para as amostras N1 e N3 (zona não aquecida), desconsiderando os valores eliminados pelo critério de Chauvenet.....	73
Tabela 11. Valores corrigidos de média e desvio padrão para amostra A10 (zona aquecida), desconsiderando os valores eliminados pelo critério de Chauvenet.	74

LISTA DE ABREVIATURAS

AID	Aço inoxidável duplex
AISD	Aço inoxidável superduplex
C	Carbono
CCC	Cúbica de corpo centrado
CFC	Cúbica de face centrada
Cr	Cromo
CR ₂ N	Nitreto de cromo
Cu	Cobre
DL-EPR	Reativação potenciodinâmica eletroquímica de ciclo duplo
E _{CORR}	Potencial de corrosão
KOH	Hidróxido de potássio
Mn	Manganês
Mo	Molibdênio
N	Nitrogênio
NaOH	Hidróxido de sódio
Ni	Níquel
OCP	<i>Open circuit potencial</i>
P	Fósforo
i _a	Densidade de corrente anódica de ativação
i _r	Densidade de corrente anódica de reativação
S	Enxofre
Si	Silício
UNS	Sistema numérico unificado para metais e ligas
α'	Alfa linha
γ	Austenita
γ ₂	Austenita secundária
δ	Ferrita
σ	Sigma

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1. Expressão das perdas pela resistência.	25
--	----

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 OBJETIVO	17
2.1 OBJETIVO GERAL	17
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
3.1 AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX	18
3.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS	20
3.3 AQUECIMENTO POR INDUÇÃO	24
3.4 DUREZA	25
3.5 CORROSÃO INTERGRANULAR	26
3.6 REATIVAÇÃO ELETROQUÍMICA POTENCIODINÂMICA (EPR)	28
3.7 DL-EPR	30
4 MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1 MATERIAL ESTUDADO	31
4.2 AQUECIMENTO INDUTIVO E REMOÇÃO DA BANDAGEM POLIMÉRICA	32
4.3 MÉTODOS	33
4.4 ENSAIOS METALOGRAFICOS	36
4.4.1 Preparação das amostras	36
4.4.2 Microscopia ótica	40
4.5 MICRODUREZA	40
4.6 DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE FERRITA	41
4.7 ENSAIOS ELETROQUÍMICOS	42
4.7.1 Preparação das amostras	42
4.7.2 Ensaio de DL-EPR	42
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	45
5.1 MICROSCOPIA ÓTICA	45
5.1.1 Região não aquecida	45
5.1.2 Região aquecida	47

5.2	DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE FERRITA	52
5.3	MICRODUREZA	53
5.4	ENSAIO DL-EPR.....	57
6	CONCLUSÃO	63
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	64
8	REFERÊNCIAS	65
	APÊNDICE A.....	71
	DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE FERRITA.....	71
	APÊNDICE B.....	75
	MICROGRAFIAS DAS AMOSTRAS DA ZONA AQUECIDA E DA ZONA NÃO AQUECIDA.	75

1 INTRODUÇÃO

O crescente avanço das atividades de exploração e produção de petróleo *offshore* e o aumento da produtividade em meios mais agressivos alavancaram a procura por materiais que possuem elevadas propriedades mecânicas, assim como uma excelente resistência à corrosão em contato com estes meios. No amplo campo dos aços inoxidáveis existentes, as ligas de aço inoxidável superduplex (AISD) destacam-se por aliar estas propriedades, sendo também procuradas por outros segmentos industriais (REICK, POHL, PADILHA, 1992).

As propriedades superiores dos aços inoxidáveis duplex são obtidas através da composição química e de um tratamento termomecânico durante a conformação mecânica a aproximadamente 1200°C, originando uma microestrutura balanceada, composta de, aproximadamente, 50% de ferrita e 50% de austenita (SOLOMON, 1982; NOVAK, 1977). Porém, é interessante salientar que estes aços podem sofrer fenômenos de fragilização e perda de resistência à corrosão provocados pelo aquecimento localizado, tal como acontece em diversos processos de soldagem. A maioria dessas transformações está relacionada à ferrita (δ), pois a taxa de difusão nesta fase é aproximadamente 100 vezes maior do que na austenita (γ) (GUNN, 1997).

Das transformações de fase, no estado sólido, nos aços inoxidáveis duplex e superduplex pode-se frisar: os carbonetos de Cromo $M_{23}C_6$, a fase sigma σ , a fase α' (fragilização de 475°C), o nitreto de cromo e a austenita secundária, em função da maior probabilidade de existência em intervalos de tempo menores. Todas essas fases apresentam caráter fragilizante, seja por um aumento de dureza, seja por formação de zonas empobrecidas em cromo na microestrutura ou por alteração na composição química original (BRANDI, SILVEIRA, VASCONCELLOS, 2010).

Atualmente, em tubulações de arrefecimento em plataformas o uso dos aços inoxidáveis superduplex tem tomado proporções elevadas. A montagem de tais dutos é estabelecida principalmente por soldagem. Na região de união, geralmente, as propriedades do material são degradadas, o que pode levar a falhas em serviço. Nas situações onde a falha é patente, medidas paliativas tem de ser tomadas,

lançando-se mão de vedantes poliméricos em situações de fissuras ou perfurações por “pites”, de tal forma que, na próxima parada para manutenção, a camada polimérica deve ser removida.

A remoção, no entanto, complica-se em virtude da utilização de sistemas mecânicos para tal fim, o que muitas vezes onera o processo de reparo em função do tempo demandado. Assim, sugere-se uma nova metodologia para a remoção dessas “bandagens” poliméricas, através de aquecimento localizado, utilizando para tanto a indução, que permite um aquecimento rápido e localizado. O aquecimento permite a degradação da “bandagem” possibilitando sua remoção com maior facilidade, economizando tempo e mão de obra nesse procedimento. No entanto, o aquecimento localizado pode deteriorar as propriedades da liga, tendo em vista que este pode levar a precipitação de fases deletérias.

Visando comprovar a eficácia do método de remoção dos vedantes poliméricos por meio de um aquecimento indutivo, este trabalho investigará modificações na microestrutura, propriedades mecânicas e corrosivas do aço inoxidável superduplex UNS S32750 que foram submetidas a tal procedimento avaliando-se, deste modo, se houve dano metalúrgico a liga.

2 OBJETIVO

2.1 OBJETIVO GERAL

Determinar se foram comprometidas as propriedades desejáveis do AID UNS S32750 submetido a aquecimento por indução para retirada de bandagem polimérica.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Investigar a possível precipitação de fases deletérias após o processo de aquecimento por meio da técnica de microscopia ótica;
- Determinar se houve desequilíbrio de fase por meio da medição da fração volumétrica de ferrita nas amostras;
- Avaliar o efeito do aquecimento indutivo sobre a microdureza das amostras, tanto na fase ferrítica quanto na austenítica;
- Avaliar, através da técnica DL-EPR, se houve sensibilização das amostras devido ao aquecimento indutivo;

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

Os aços inoxidáveis duplex modernos são caracterizados por possuir uma microestrutura bifásica, austenita e ferrita, onde ambas as fases estão presentes em, aproximadamente, frações de igual volume (GUNN, 1997). A austenita é responsável pela boa tenacidade ao impacto, ao passo que a ferrita é responsável pela boa soldabilidade e resistência a tração (MARTINS; CASTELETTI, 2005; SAHU et al. 2009). Para obtenção das propriedades desejáveis do aço duplex, o teor de ferrita pode flutuar de 30 a 70%, permitindo que cada uma das fases contribua de maneira considerável nas propriedades finais do aço (IMOA, 2009). Para AID de alta liga, AISD, a proporção entre as fases tende mais ao equilíbrio devido a altas temperaturas de recozimento (GUNN, 1997).

Para alcançar as melhores propriedades do aço, é importante controlar a composição química, temperatura de recozimento e condições de resfriamento (MACHADO, 2015). Além da composição química, a microestrutura bifásica dos AID também é alcançada através do processamento termomecânico ao qual este material é submetido durante sua fabricação (AMARO, 2006 apud CAETANO e SOUZA, 2016). Os AID's são processados por meio da laminação a quente, realizada no campo bifásico, seguindo de tratamento de solubilização (que varia entre 1020 a 1100°C) e um resfriamento rápido até que se atinja a temperatura ambiente (VAROL; BAESLACK; LIPPOLD, 1997 apud SOUZA; CAETANO, 2016).

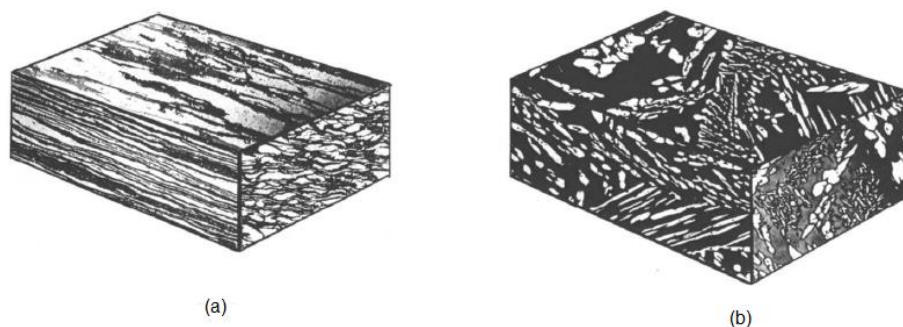


Figura 1. Esquema ilustrativo da microestrutura do aço inoxidável duplex. Área clara: austenita; área escura: ferrita. (a) material laminado a quente aumentado 50x (b) material fundido aumentado 200x.

Fonte: GUNN, 1997.

É difícil prever a microestrutura de uma liga duplex mesmo com o conhecimento completo do seu diagrama de fase. Isso ocorre devido aos efeitos dos elementos de liga. Estes podem levar ao desequilíbrio entre ferrita e austenita em virtude da tendência de formação de fases deletérias. Pode-se agrupar tais elementos em duas classes: austenitizantes (que ampliam o campo austenítico no diagrama de equilíbrio de fases): N, Ni, Cu, Mn, C ou ferritizantes (ampliam o campo ferrítico): Cr, Mo, Si (IMOA, 2009; GUNN, 1997).

Os elementos de liga conferem características específicas aos aços além de influenciarem no balanço entre austenita e ferrita. Alguns são citados a seguir:

- Cromo: aumenta a resistência a corrosão localizada pela formação de uma camada passiva de óxido de Cromo (GUNN, 1997).
- Molibdênio: aumenta a resistência a corrosão por pite e a corrosão intersticial (GUNN, 1997).
- Nitrogênio: melhora a resistência à corrosão por pite em frestas e a resistência do aço devido ao endurecimento por solução sólida intersticial. O Nitrogênio também retarda a formação de fases intermetálicas (IMOA, 2009).
- Níquel: aumenta a tenacidade conforme maior a quantidade de austenita precipitada (IMOA, 2009).

Os AID's são classificados em famílias dependendo do teor da liga, nos cinco grupos a seguir:

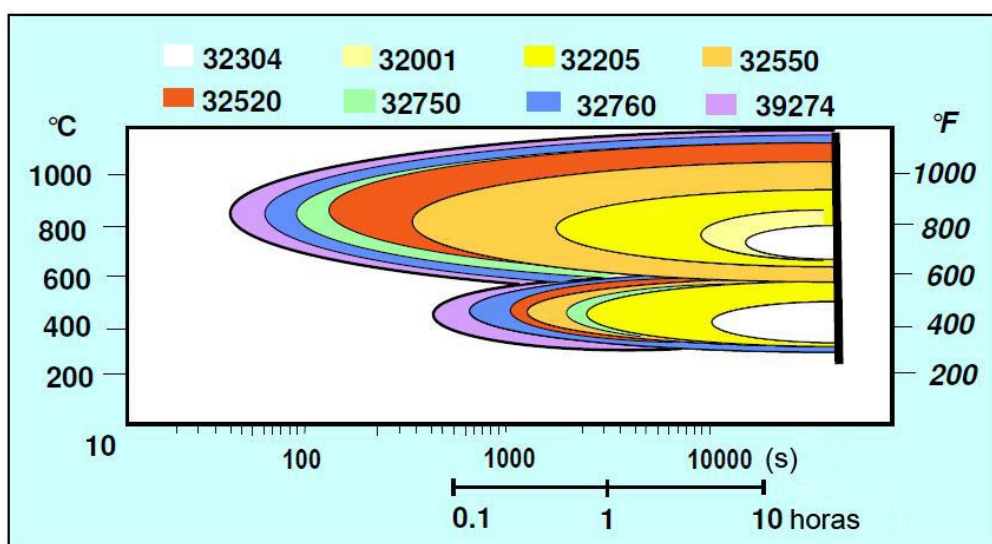
- Lean Duplex: não contém adição deliberada de Mo (IMOA, 2009);
- Duplex padrão: grupo mais comum de AID, representando 80% do uso de duplex (IMOA, 2009);
- Duplex 25 Cr: possuem índice de resistência à corrosão por pite inferior a 40 (IMOA, 2009);
- Superduplex: possuem maior quantidade de Mo e N comparado ao 25 Cr (IMOA, 2009);
- Hiperduplex: liga com índice de resistência a corrosão por pite superior a 45 (IMOA, 2009);

3.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS

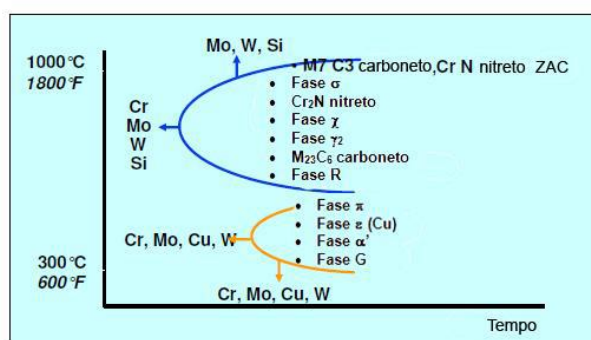
Durante o processo de fabricação desenvolvem-se as propriedades específicas das ligas, porém, é possível modificar tais propriedades por meio de um tratamento térmico adequado (CALLISTER, 2008). Essas modificações acontecem pela alteração do tipo e proporção de fases presentes (de acordo com o diagrama de equilíbrio de fases), pela variação da morfologia dos microconstituintes ou pela variação da concentração e distribuição de defeitos cristalinos, visando em muitos casos a remoção de tensões, aumento da resistência mecânica, aumento da resistência a corrosão no geral, melhora da ductilidade, entre outros (MILAGRE, 2015). É importante ressaltar que não é possível obter todos esses objetivos simultaneamente. Na maioria das vezes, a melhora de uma propriedade implica na deterioração de outra (CRONEMBERGER, 2013).

Muitas transformações de fase podem ocorrer durante o tratamento térmico em AID's, entretanto, há uma preocupação maior com a fase ferrítica. Isso porque a malha de sua estrutura, CCC, é menos compacta que a da austenita, CFC, isto é, a taxa de difusão é consideravelmente maior na ferrita. Vale lembrar que a solubilidade das fases intermetálicas diminui com a temperatura, aumentando a possibilidade de precipitação com o tratamento térmico (GUNN, 1997).

Na Figura 2, é possível visualizar os parâmetros do tratamento térmico, tempo e temperatura, nas transformações de fases em AID's. A temperatura determina o tipo de transformação que irá ocorrer ao passo que o tempo influencia na intensidade de tal transformação.



(a)



(b)

Figura 2. (a) Diagrama isotérmico da transformação de fases, típico dos aços inoxidáveis duplex. (b) Precipitação de fase que pode ocorrer em aços inoxidáveis duplex.

Fonte: CHARLES, 2007, apud CAETANO e SOUZA, 2016.

Nos AID's, podem surgir novas fases na microestrutura devido à instabilidade desses materiais. 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, o que leva ao desbalanceamento microestrutural entre ferrita e austenita (MARTINS, 2006).

O diagrama de equilíbrio de fase prevê algumas fases, como carbonetos ($M_{23}C_6$ e M_7C_3), nitretos (Cr_2N), fase sigma (σ) e austenita secundária (γ_2). A precipitação de nitretos (Cr_2N) é mais frequente e reduz propriedades como resistência a corrosão e tenacidade em temperaturas em torno de 600°C a 850°C (CHARLES, 2010). Abaixo são descritas as principais fases deletérias, formadas sob as condições de estudo, e suas consequências para o desempenho do AID:

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

Nos AID's com alto teor de carbono (0,03%), é comum a formação do carboneto $M_{23}C_6$. Esse carboneto precipita rapidamente entre 650 e 950°C, sendo necessário menos de um minuto para se formar a 800°C. A precipitação ocorre predominantemente na interface entre ferrita e austenita, onde a ferrita rica em Cr faz fronteira com a austenita rica em C. Além disso, o $M_{23}C_6$ também pode ser encontrado na interface ferrita-ferrita, na interface austenita-austenita e, com menor frequência, dentro dos grãos de austenita e ferrita. Esse precipitado já foi encontrado em diversas morfologias, no entanto, independente da morfologia sempre há uma zona empobrecida de Cr nos arredores (GUNN, 1997).

Por outro lado, o M_7C_3 é formado entre 950 e 1050°C nos contornos de grão. No entanto, como o carboneto leva 10 minutos para se formar, é fácil evitá-lo através de tratamentos térmicos adequados. Para aços que contém um teor de carbono inferior a 0,02%, os carbonetos raramente são observados (GUNN, 1997).

- Nitretos (Cr_2N):

A precipitação de nitreto de cromo ocorre mais frequentemente em aços com baixa fração volumétrica de austenita. Ao longo do resfriamento a partir do campo ferrítico, ocorre a competição entre a precipitação de austenita e de nitreto de Cr. O N só estará totalmente dissolvido na austenita se a última for formada em quantidade próxima ao valor de equilíbrio. Consequentemente, a quantidade de nitreto de Cr precipitado na ferrita é praticamente nula. Em outras palavras, caso a precipitação de austenita seja retardada ou impedida, a ferrita torna-se supersaturada em N, precipitando o nitreto de cromo (SILVA, 2010; LONDOÑO, 1997).

Quanto a 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).

A precipitação dos nitretos é favorecida nos contornos de grão ferrita-ferrita, mas também pode ocorrer no interior dos grãos de ferrita. Os nitretos de cromo tem forte efeito na resistência à corrosão, pois sua precipitação empobrece o Cr no grão e em seus contornos (PALÁCIO, 2011).

- Sigma (σ):

É um precipitado intermetálico rico em Cr e Mo que se forma entre 600 e 1000°C. A fase sigma está associada à redução de importantes propriedades nos AID's, tais como resistência a corrosão e tenacidade, pois apresenta elevada dureza e grande fragilidade (NILSSON, 1992). De acordo com NILSSON apud SOUZA et al. (2011) a precipitação de apenas 4% em volume da fase sigma pode resultar em um decréscimo de aproximadamente 90% na tenacidade.

A nucleação dessa fase ocorre na interface ferrita-austenita e cresce para o centro dos grãos de ferrita. A interface ferrita-austenita, devido à alta energia interfacial que possui, é considerada o local mais favorável para a precipitação deste intermetálico (MARTINS, 2006). Devido ao elevado teor de Cr e Mo nos AISD a fase σ pode se precipitar mesmo com baixos tempos de exposição a altas temperaturas. BARRETO et al. (2014) relatou a presença de fase sigma (σ) no aço UNS S32760 submetido ao tratamento térmico de envelhecimento a 850°C durante 1 min e 10 min.

- Austenita secundária (γ_2):

A formação de austenita secundária ocorre relativamente rápido e por diferentes mecanismos dependendo da temperatura. Abaixo de 650°C, o precipitado tem

composição similar à da ferrita que o circunda e sua formação se assemelha a formação martensítica – sem difusão. Entre 650 e 800°C, onde a difusão é mais rápida, austenita de Widmanstätten pode precipitar. A formação desse precipitado envolve difusão ao passo que o teor de Ni aumenta em relação a matriz ferrítica. Teores de Cr e N são menores que na austenita primária. Entre 700 e 900°C surge uma mistura eutetóide de austenita secundária e fase sigma. Similarmente, a austenita secundária que se forma na interface ferrita-austenita é carente de Cr, o que torna essas áreas suscetíveis a corrosão por pite (GUNN, 1997).

- Alfa linha (α'):

Trata-se da fase precipitada que surge nas menores temperaturas. Sua presença está associada ao endurecimento e ao fenômeno da fragilização a 475°C. Todas as ligas Fe-Cr que contêm entre 13 e 90% de Cr estão sujeitas a precipitação da fase alfa linha quando submetidas a temperaturas entre 350°C e 550°C. Essa fase causa o endurecimento progressivo, aumentando o limite de resistência do material, assim como promovendo a redução da tenacidade e da resistência à corrosão localizada em aços inoxidáveis. Os precipitados da fase α' são extremamente pequenos e podem ser identificados por meio da técnica de microscopia eletrônica de transmissão (SOUZA e PARDAL, 2009).

Apesar de todas suas implicações, o fenômeno de fragilização a 475°C é reversível. As ligas fragilizadas podem ter suas propriedades recuperadas pelo reaquecimento por meio de tratamentos térmicos, em temperaturas acima de 550°C, ou na temperatura de 675°C, ou acima por alguns minutos (GUNN, 1997).

3.3 AQUECIMENTO POR INDUÇÃO

Todos os metais conduzem eletricidade enquanto oferecem resistência ao fluxo da mesma. A resistência a este fluxo de corrente causa perda de potência em forma de calor. Isso acontece porque, de acordo com a lei de conservação de energia, a energia é transformada – não perdida. As perdas produzidas pela resistência são baseadas na seguinte formulação (HAIMBAUGH, 2016).

$$P = i^2 R$$

Equação 1. Expressão das perdas pela resistência.

i: intensidade da corrente elétrica.

R: resistência elétrica.

A partir do fato de que a quantidade de energia transformada em calor é proporcional ao quadrado da corrente, dobrar a corrente significa aumentar o fornecimento de calor.

Aquecedores por indução são utilizados para fornecer corrente elétrica alternada para uma bobina elétrica (bobina de indução). A bobina de indução cumpre o papel de fonte elétrica, que induz a corrente elétrica no metal a ser aquecido. Nenhum contato é requerido entre o metal a ser aquecido e a fonte de calor. A energia térmica é restrita a áreas localizadas ou zonas da superfície imediatamente adjacentes a bobina. Isso acontece porque a corrente alternada na bobina de indução gera um campo de força em torno de sua extensão. Quando a bobina é colocada próximo a uma amostra de metal, as linhas de força se concentram no ar entre a bobina e a amostra. A bobina funciona como um transformador primário enquanto a amostra funciona como um transformador secundário (HAIMBAUGH, 2016).

3.4 DUREZA

As propriedades mecânicas refletem a resposta do material a uma carga ou força aplicada, isto é, representam o comportamento do material quando submetido a um esforço mecânico. As principais propriedades mecânicas a serem consideradas são rigidez, resistência, dureza, ductilidade e tenacidade (CALLISTER, 2008).

É comum usar a dureza na especificação de materiais, nos estudos e pesquisas mecânicas e metalúrgicas e na comparação de diversos tipos de materiais. Define-

se dureza como a resistência do material a uma deformação plástica localizada (CALLISTER, 2008).

3.5 CORROSÃO INTERGRANULAR

Estudos sobre a sensitização nos AID's apontam que o mecanismo do ataque intergranular deriva de um mesmo fenômeno básico. Trata-se do empobrecimento em Cr da matriz em regiões adjacentes aos precipitados intermetálicos formados nos contornos de grão como, por exemplo, carbonetos e nitretos (GENTIL, 2011).

A razão da ocorrência do fenômeno da corrosão intergranular, é a formação de uma zona empobrecida em Cr ao longo dos contornos de grão devido a precipitação de carbonetos de Cr nesse local. Os átomos de Cr desta região, que se encontravam presentes na solução sólida no aço, difundem-se para os contornos de grão, regiões de maior energia, onde são formados os carbonetos, o que implica na redução da resistência a corrosão nesses locais (WOLYNEC, 2003). Este fenômeno é a sensitização propriamente dita e depende do teor de carbono do aço inoxidável e do tempo que ele é exposto à determinada temperatura (GENTIL, 2011).

A Figura 3 ilustra o teor de Cr ao longo dos grãos. É notório que o teor de Cr entre carboneto ($M_{23}C_6$) e a ferrita é menor em relação as regiões adjacentes. Isso é consequência da difusão do Cr ser 100 vezes mais rápida na ferrita que na austenita, o que implica num crescimento mais rápido do carboneto dentro da ferrita (SEDRIKS, 1996).

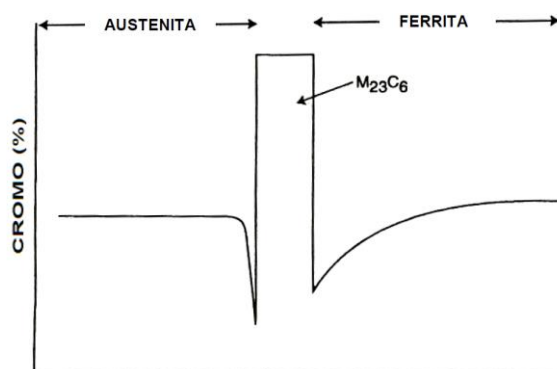


Figura 3. Esquema da concentração de Cr em uma barreira ferrita/austenita contendo um carboneto $M_{23}C_6$.

Fonte: SEDRIKS, 1996 apud SILVA, 2014.

Quando o aço inoxidável não está sensitizado, sua camada passiva protetora será eficiente durante determinado período de tempo, caso lhe seja imposto um determinado potencial eletroquímico antes do cotovelo da curva de polarização anódica. Se o aço estiver sensitizado, as regiões empobrecidas em Cr irão causar a ruptura da passividade com rapidez, tornando detectável uma elevada corrente de corrosão (WOLYNEC, 2003).

As causas da sensitização são várias, tais como tratamentos térmicos, soldagem, resfriamento lento através da faixa de temperatura de sensitização ou de condições de trabalho nesta mesma faixa (ZANETIC e FALLEIROS, 2001).

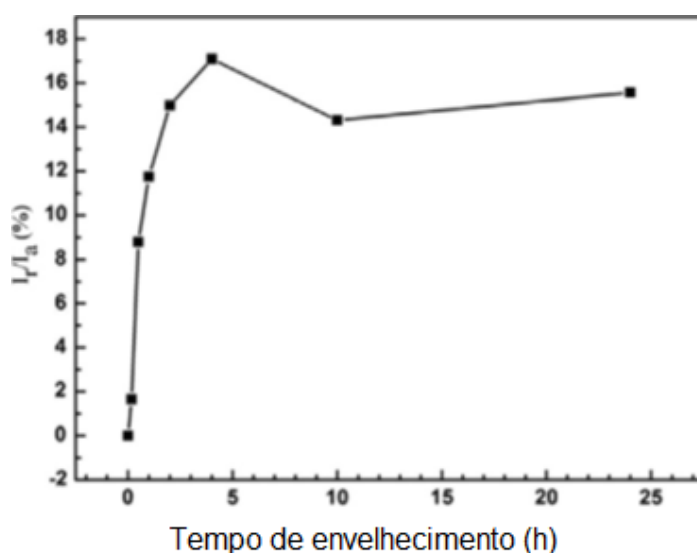


Figura 4. Ilustração do grau de sensitização em relação ao tempo de envelhecimento para o AID UNS S32750.

Fonte: HONG et al. 2012.

Ensaio realizados por Hong *et al.* (2012) mostram, na Figura 4, como o grau de sensitização (I_i/I_a) muda para amostras do aço UNS S32750 com o tempo de envelhecimento. É possível notar que o valor de I_i/I_a aumenta rapidamente de 0 a 17,1% para amostra envelhecida por 4h a 900°C. Isso se deve a presença de fase sigma, que gera zonas empobrecidas de Cr e, conseqüentemente, a redução da resistência a corrosão intergranular para amostras severamente sensitizadas.

Durante sua formação, Cr e Mo difundem da ferrita para o crescimento de fase sigma, implicando em zonas empobrecidas de Cr e Mo em torno dessa fase. Essas áreas, que contém baixa concentração de Cr e Mo e grande de Ni, sofrem precipitação de austenita secundária. Essa é a fase onde o empobrecimento é mais severo, resultando num aumento do valor de I_r/I_a . Apesar disso, é importante salientar que o aumento do tempo de envelhecimento reduz timidamente o valor de I_r/I_a . Isso pode ser explicado pelo fato de, em razão de possuir composição química de um aço de alta liga em relação aos outros AID's, a cinética de transporte do Cr e Mo é muito mais rápida, portanto as zonas empobrecidas em Cr recuperam a composição original devido a difusão do Cr e Mo da fase sigma para a austenita secundária depois de 10h de envelhecimento (HONG et al. 2012).

É conhecido que a distribuição de elementos de liga em cada fase determina a susceptibilidade da corrosão intergranular em AID's. Por um lado, com o aumento do tempo de envelhecimento, as amostras de UNS S32750 se tornam mais propensas a corrosão intergranular por causa do aumento de precipitados e o elevado empobrecimento de elementos como Cr e Mo nas regiões próximas a esses precipitados. Por outro lado, a susceptibilidade do UNS S32750 a corrosão intergranular pode ser retardada através da difusão de Cr e Mo da matriz para as zonas empobrecidas (HONG et al. 2012).

A técnica eletroquímica de reativação potenciocinética, EPR, é o método mais comum para se avaliar a susceptibilidade à corrosão intergranular em AID's.

3.6 REATIVAÇÃO ELETROQUÍMICA POTENCIODINÂMICA (EPR)

O teste EPR é aplicado aos mais diversos tipos de materiais: aços inoxidáveis austenítico, ferrítico, martensíticos e duplex, à base de níquel, aços inoxidáveis de alta liga e aos aços carbono de baixa liga (ČÍHAL et al. 2007).

É interessante utilizar os métodos eletroquímicos devido a rapidez com a qual podem ser executados e pela enorme gama de informações que podem ser extraídas de cada ensaio. A base do método de polarização eletroquímica é a

representação da dependência funcional da densidade da corrente em resposta a alterações de potencial aplicado (ČÍHAL et al. 2007).

As técnicas de reativação potenciodinâmica são rápidas, não destrutivas e respondem a efeitos combinados de determinados fatores que influenciam nas propriedades do material, além de serem sensíveis o suficiente para detectar alterações na estrutura após tratamento térmico (ČÍHAL et al. 2001). Utiliza-se esta técnica para detectar a susceptibilidade de aços inoxidáveis e ligas à corrosão intergranular e a corrosão sob tensão e os estudos de precipitação nos contornos de grãos e outras alterações locais da estrutura e composição da liga. Através do EPR, a amostra é testada em soluções ácidas, na maioria das vezes constituído por uma mistura de ácido sulfúricos e tiocianato de potássio (ČÍHAL et al. 2007).

Dentre as técnicas de reativação, pode-se citar:

- SL-EPR: Single-loop electrochemical potentiodynamic reactivation;
- DL-EPR: Double-loop electrochemical potentiodynamic reactivation.

O método DL-EPR é mais comumente utilizado em relação ao SL-EPR, pois o último é sensível a inclusões não metálicas, pites na superfície e requer polimento da amostra até 1 μ m. Por outro lado, o DL-EPR é insensível a estas variáveis, já que a etapa de ativação limpa a superfície da amostra. O método DL-EPR apresenta melhor reprodutividade que o SL e é mais sensível no que tange a sensitização.

É suficiente utilizar os testes eletroquímicos potenciodinâmicos para detectar mudanças estruturais nos materiais tratados termicamente, que vão muito além dos aços inoxidáveis somente (ČÍHAL e ŠTEFEC, 2001). O DL-EPR também tem a vantagem de obter um valor quantitativo do grau de sensitização ao invés de apenas uma avaliação qualitativa com ataques metalográficos (LOPEZ et al. 1997).

3.7 DL-EPR

O ensaio se resume em polarizar anodicamente a amostra, a partir do potencial de corrosão (E_{corr}), até um potencial onde o material encontra-se passivo com uma taxa de varredura constante. Uma vez atingido este potencial, a amostra é polarizada novamente até o potencial de corrosão no sentido reverso. Neste ensaio, a reativação a partir de um potencial de passivação é precedida por uma polarização anódica. Como resultado, se o material estiver sensitizado, dois picos de densidade de corrente anódica podem ser obtidos: um de ativação, i_a , e outro de reativação, i_r , como mostrado na Figura 5.

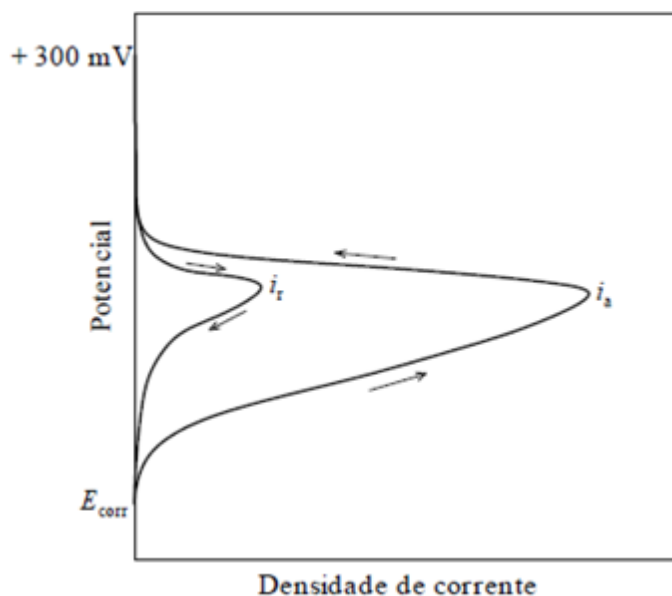


Figura 5. Curva de densidade de corrente em relação ao potencial, evidenciando o pico de ativação, o de reativação e sentido de formação.

Fonte: SILVA, 2014.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Com intuito de investigar o efeito do aquecimento indutivo na microestrutura, resistência à corrosão e propriedades mecânicas do aço inoxidável superduplex UNS S32750, foram avaliadas microdurezas das amostras, a presença de zonas empobrecidas em cromo nas microestruturas e as frações volumétricas de ferrita. O detalhamento sobre a liga utilizada, procedimentos e ensaios realizados serão listados a baixo.

4.1 MATERIAL ESTUDADO

O material estudado é um AISD UNS S32750 recebido na forma tubular, com 220 mm de diâmetro e 3,85 mm de espessura, onde na região do corte (Figura 6), havia uma bandagem polimérica de contenção, sendo que a mesma foi removida por meio de um aquecimento por indução.



Figura 6. Material como recebido.

Composição química nominal é dada pela tabela a seguir:

Tabela 1. Intervalo de composição química de cada elemento do AISD UNS S32750.

Composição química (% em peso)								
Cr	Ni	Mo	Mn	C	S	P	Si	N
24,0-26,0	6,0-8,0	3,0-5,0	1,0	0,03	0,02	0,035	0,80	0,24-0,32

Fonte: Souza e Pardal, 2010.

Posteriormente a placa foi cortada em amostras de tamanhos variados para realização dos ensaios.

4.2 AQUECIMENTO INDUTIVO E REMOÇÃO DA BANDAGEM POLIMÉRICA

O material estudado neste trabalho foi utilizado em uma tubulação de arrefecimento de uma plataforma da Petrobrás e apresentou problema de corrosão por pites em uma de suas juntas soldadas, ocasionando vazamentos. Nesses casos usa-se uma vedação polimérica (Figura 7) para cessar o vazamento até a próxima parada programada para manutenção da plataforma, onde a vedação será retirada e poderá ser feita uma soldagem de reparo ou o descarte do material.



Figura 7. Vedação polimérica em um tubo de AISD.

A sequência de imagens apresentadas na Figura 8 a seguir foi obtida através de um vídeo a que se teve acesso e apresenta o passo-a-passo com que o vedante polimérico do material estudado neste trabalho foi removido. Primeiramente fez-se um aquecimento indutivo com um equipamento que utiliza a tecnologia RPR de remoção de revestimentos durante cerca de 50 segundos, o que foi suficiente para fazer com que vedante fosse degradado e pudesse ser removido com bastante facilidade. Alguns segundos após o aquecimento ter sido encerrado foi medida a temperatura no local através de um pirômetro, e esta apresentou um valor de 255°C,

porém, essa medida é bastante imprecisa, podendo o nível de temperatura atingida ser bem mais elevado. De acordo com que foi visto na seção 3.2, a exposição destes materiais a altas temperaturas pode levar a precipitação de fases deletérias que irão deteriorar as propriedades do material. Após o aquecimento o vedante é removido apenas com o uso de uma espátula, o que implica em uma remoção que demanda muito menos tempo em relação à remoção mecânica convencional por meio de lixadeiras, sendo, deste modo, bastante vantajosa.



Figura 8. Sequência de remoção do vedante polimérico.

4.3 MÉTODOS

Com o objetivo de avaliar o efeito do aquecimento localizado na microestrutura e nas propriedades corrosivas e mecânicas do AISD UNS S32750 foram retiradas duas placas do material recebido, uma da região do tubo que foi submetida ao aquecimento localizado e outra da área que não foi exposta ao calor (Figura 9).

Foram realizados ensaios para se observar possíveis perdas de propriedades mecânicas, alterações microestruturais e formação de zonas empobrecidas em Cr no material aquecido e não aquecido, e, desta forma, comparar os resultados dos testes que foram realizados nas duas áreas. Através destes ensaios, poderão ser observadas mudanças significativas das propriedades da área aquecida em relação a não aquecida, de modo a julgar a viabilidade desse procedimento de remoção das bandagens poliméricas.



Figura 9. Especificação da zona aquecida e zona não aquecida.

Foi cortada da parte do tubo que foi exposta ao calor (conforme mostra a Figura 9) uma placa de 170 mm de comprimento e 55 mm de largura que foi dividida em três regiões para fins de análise. A zona não foi aquecida, que foi cortada da ponta do tubo, foi chamada de região quatro.

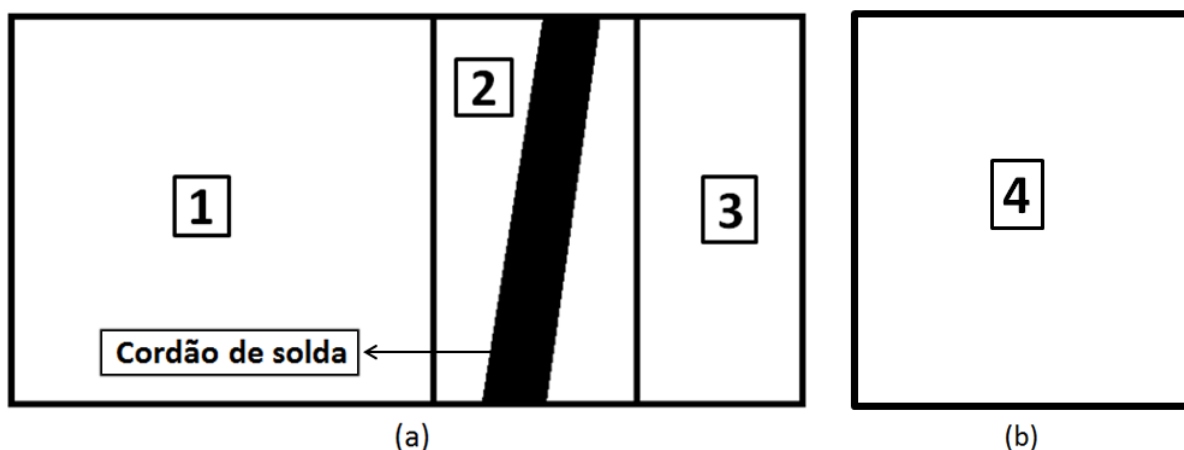


Figura 10. Regiões estabelecidas para análise. (a) Zona aquecida, (b) Zona não aquecida.

Para o completo entendimento dos resultados e das análises que serão feitas adiante é de suma importância a compreensão de onde foi retirada cada amostra, dentre as duas áreas que estão sendo analisadas. Desta forma, a tabela 2 a seguir mostra a localização destas. Todas as amostras foram retiradas de forma aleatória em suas respectivas regiões.

Tabela 2. Posicionamento das amostras.

Região	Microscopia Ótica e Microdureza	Ensaio de DL-EPR
1	A6, A7, A8, A9, A10, A11	AQ1, AQ2, AQ3, AQ4
2	A3, A5.	-
3	A1, A2.	-
4	A13, A14, A15	N1, N2, N3.

O interesse do trabalho foi pautado na região aquecida do metal de base, pois a junta soldada já apresentava problema de corrosão por pites. O objetivo da análise é julgar se em caso de ser feita uma soldagem de reparo e o material for reutilizado, o material de base terá as propriedades necessárias para tal aplicação, sem apresentar problemas.

Os procedimentos iniciais foram o corte e preparo das amostras. Depois disso foram feitas as primeiras micrografias, medição da microdureza, e medição de fração volumétrica de ferrita. Por último foi realizado o ensaio DL-EPR e feito um ataque químico para revelar a possível presença de fases deletérias.

A seguir, um fluxograma simples (figura 11) que representa as etapas em que as análises foram conduzidas.

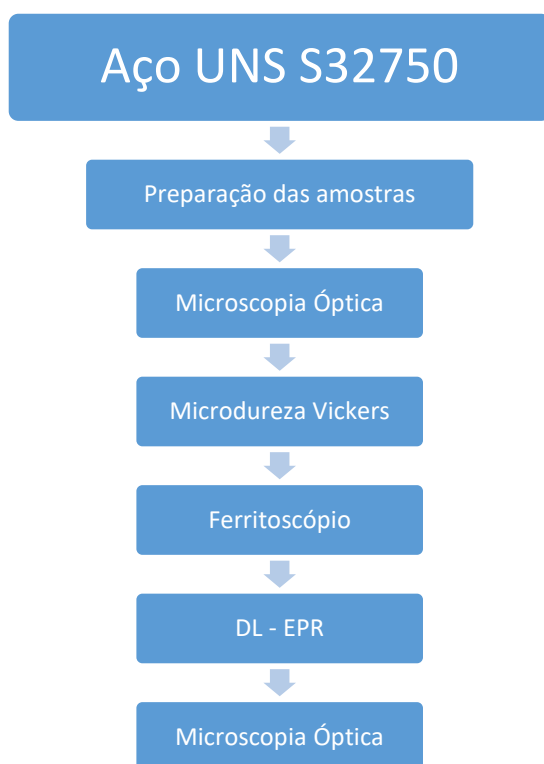


Figura 11. Fluxograma das etapas do projeto.

4.4 ENSAIOS METALOGRAFICOS

4.4.1 Preparação das amostras

Toda a preparação das amostras foi realizada no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). Para o corte das amostras foi utilizada a Cortadeira Metalográfica STRUERS Labotom – 3 (Figura 12).



Figura 12. Cortadeira metalográfica STRUERS Labotom - 3.

Foram cortados corpos de prova de dois tamanhos diferentes (conforme Figura 13) sendo que as de maior largura foram usadas para o ensaio de DL-EPR e as de menor largura para os ensaios metalográficos.

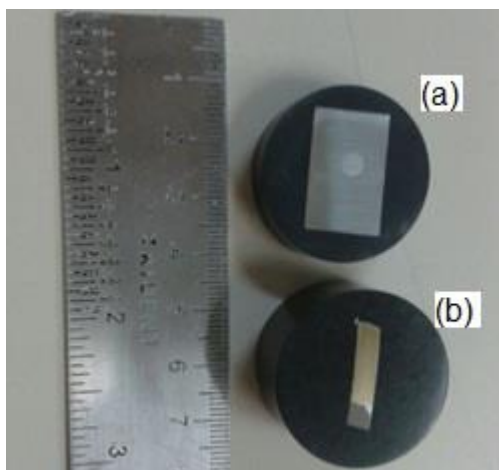


Figura 13. (a) Amostra utilizada para o ensaio de DL-EPR. (b) Amostra utilizada para os ensaios metalográficos.

Após serem cortadas as amostras foram embutidas a quente em baquelite sendo utilizada a embutidora metalográfica PRE 30Mi da Arotec (Figura 14).



Figura 14. Embutidora metalográfica.

Após o embutimento, as amostras foram lixadas até a lixa de granulometria #1200 e polidas com pasta de alumina com granulometria média de $1\mu\text{m}$. Utilizou-se a Politriz DP-10 da Panambra (Figura 15).



Figura 15. Politriz DP-10 da Panambra.

Após ser feita uma análise preliminar, foram determinados os tipos de ataques químicos mais adequados para serem realizados, os quais estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 - Reagentes utilizados para revelar características microestruturais do aço inoxidável super duplex UNS S32750.

Ataque	Composição	Objetivo
Hidróxido de Potássio (KOH)	15g de KOH em 100ml de H ₂ O destilada. Ataque eletrolítico: amostra no anodo, aplicação de 2,5V durante 5s. Temperatura ambiente.	Revelar a microestrutura e fases deletérias.
Hidróxido de Sódio (NaOH)	40g de NaOH em 100ml de H ₂ O destilada. Ataque eletrolítico: amostra do anodo, aplicação de 3V durante 15s. Temperatura ambiente.	Revelar a microestrutura e fases deletérias.

Para realização dos ataques eletrolíticos foi utilizada a fonte de potência MPL1303 (Figura 16). Após o término de cada ataque a amostra era lavada em água, depois limpa com álcool e secada com auxílio de um soprador de ar aquecido.



Figura 16. Esquema dos ataques químicos utilizados.

4.4.2 Microscopia ótica

Depois de preparadas, as amostras foram observadas no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), com o auxílio do microscópio ótico Nikon Eclipse MA200 (Figura 17).



Figura 17. Microscópio ótico Nikon Eclipse MA200.

4.5 MICRODUREZA

O ensaio de microdureza foi realizado utilizando-se um microdurômetro Pantec HDX-1000TM (Figura 18) do Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) da UFES, segundo a norma NM ISO 6507:2008 e foi utilizado um penetrador do tipo Vickers, com uma carga de 10gf e duração de aplicação de 15s. Utilizou-se o valor da carga de 10 gramas porque se deseja avaliar apenas a dureza de cada fase. Como os grãos eram muito pequenos devido a fina microestrutura, essa carga foi a que se adequou à análise.

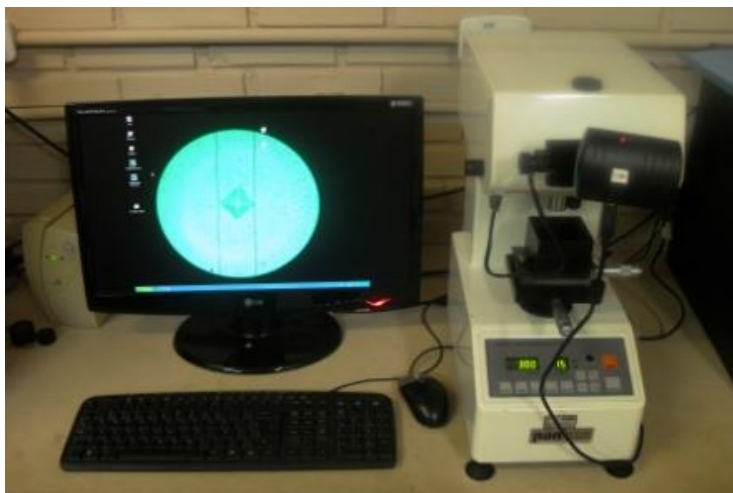


Figura 18. Microdurômetro Pantec HDX.

Para cada amostra foram feitas 20 (vinte) medições distribuídas aleatoriamente na microestrutura. O ataque químico feito para facilitar a visualização da microestrutura foi descrito no item 4.4.1.

4.6 DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE FERRITA

Para determinar a fração volumétrica de ferrita utilizou-se um Ferritoscópio Fischer modelo FMP30 (Figura 19), que foi calibrado previamente com padrões rastreáveis. Foram realizadas 10 medições de maneira aleatória na área submetida ao aquecimento localizado e na área que não foi aquecida.



Figura 19. Ferritoscópio Fischer modelo FMP30.

4.7 ENSAIOS ELETROQUÍMICOS

4.7.1 Preparação das amostras

Para preparação dos eletrodos de trabalho primeiramente foi feito o embutimento das amostras com uma camada de baquelite menos espessa do que normalmente é utilizado, depois foi feito um lixamento até a lixa #600. Foi utilizada uma conexão tipo “jacaré” para promover o contato elétrico com a amostra (Figura 20).

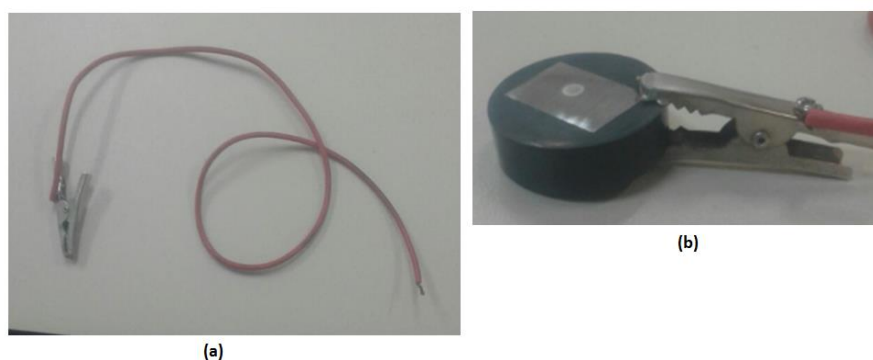


Figura 20. a) Conector utilizado para promover o contato elétrico com a amostra. b) Detalhe do contato elétrico do eletrodo de trabalho.

4.7.2 Ensaio de DL-EPR

As análises de polarização eletroquímica de reativação cíclica (DL-EPR) foram feitas utilizando o potenciostato AUTOLAB PGSTAT 302N (Figura 21), no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES).



Figura 21. Potenciostato AUTOLAB PGSTAT 302N.

A configuração do equipamento montando e funcionando é mostrada a seguir conforme a Figura 22.

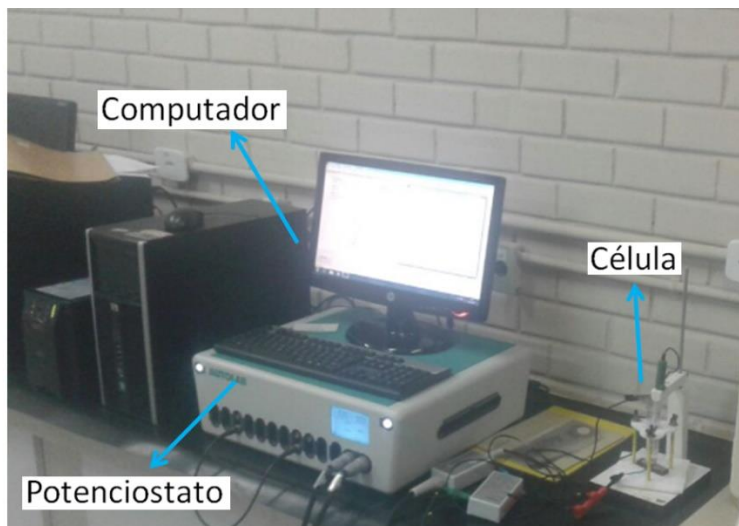


Figura 22. Configuração do equipamento de ensaio.

A célula eletroquímica utilizada consistia em um eletrodo de trabalho (WE), um contra eletrodo de platina (CE) e um eletrodo de referência de calomelano saturado (RE), conforme mostra o desenho esquemático a seguir (Figura 23).

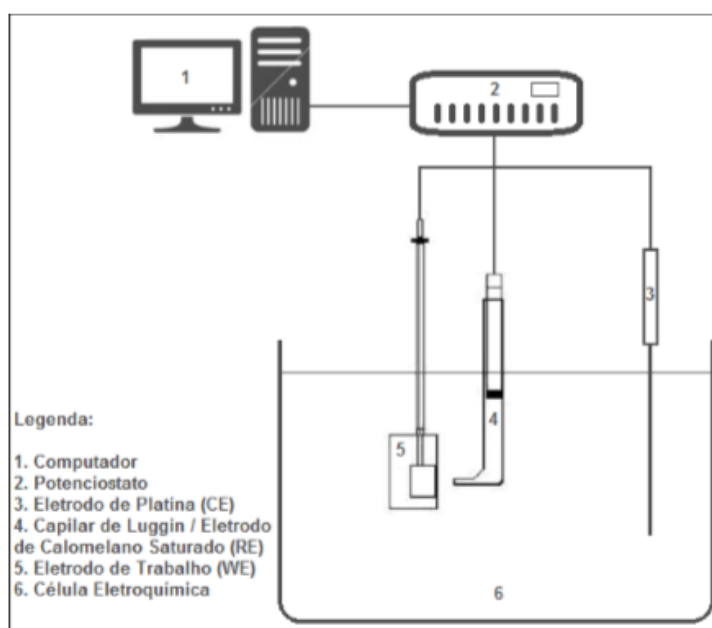


Figura 23. Esquema da célula eletroquímica.

Fonte: SILVA, 2014.

Uma corrente é imposta pelo potenciostato e circula entre o eletrodo de trabalho (WE) e o eletrodo de platina (CE) através do eletrólito. Baseado nos estudos de Pardal (2009) e Amadou et al. (2001) utilizou-se uma solução com 33% H_2SO_4 + 0,5% HCL.

Antes de dar início aos ensaios a célula eletroquímica (idealizada por Pardal, 2009) era montada (Figura 24) e testada com auxílio do software NOVA 1.8 para checar se todas as conexões estavam montadas de forma correta. Inicialmente amostras ficaram imersas na solução por 30 minutos até obter valores estáveis do potencial de circuito aberto (Open Current Potencial - OCP) para cada ensaio (SILVA, 2014).

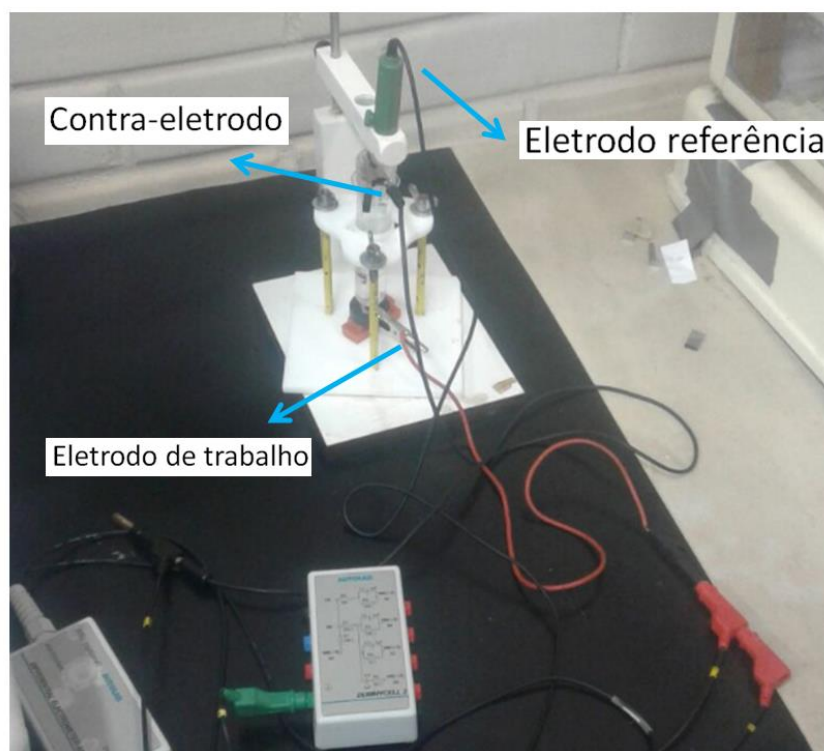


Figura 24. Esquema da célula eletroquímica em funcionamento.

Fonte: PARDAL, 2009.

Após a determinação do OCP da amostra, o potenciostato então começa a induzir uma polarização anódica no eletrodo de trabalho com uma taxa de 0,5 mV/s, até atingir um potencial de 750 mV maior que o OCP medido. Este valor foi utilizado a fim de garantir a passivação estável da amostra. Feito isto, a polarização é invertida na direção catódica e a varredura é feita até o OCP novamente (SILVA, 2014).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 MICROSCOPIA ÓTICA

As imagens que serão apresentadas a seguir foram obtidas através de microscopia ótica com o intuito de observar as diferenças microestruturais induzidas no aço inoxidável superduplex UNS S32750 pelo aquecimento indutivo localizado em relação à região que não sofreu aquecimento.

5.1.1 Região não aquecida

As Figuras 25 e 26 apresentam a microestrutura na seção transversal do material na região que não sofreu aquecimento. A estrutura bifásica é característica de um aço inoxidável superduplex composta por ferrita (escura) e austenita (região clara). Pode-se observar que os grãos apresentam-se alongados na direção de laminação.

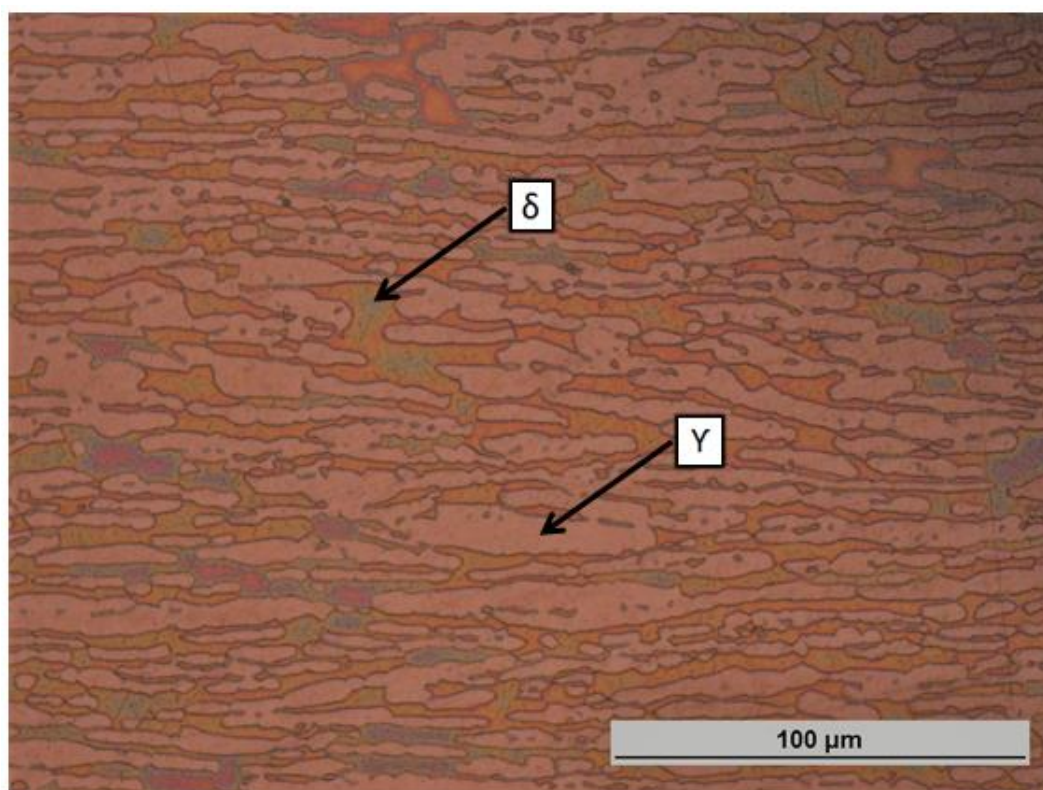


Figura 25. Micrografia da amostra A14 da região que não foi aquecida. Região clara (austenita), região escura (ferrita). Ataque eletrolítico com KOH.

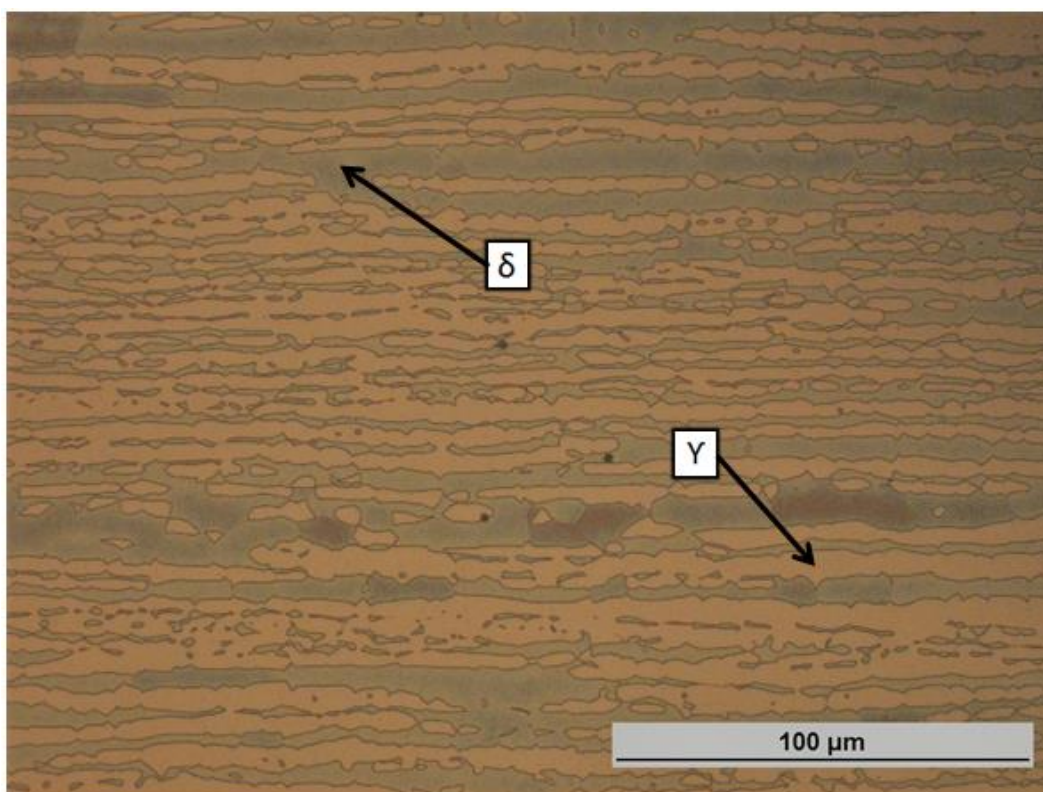


Figura 26. Micrografia da amostra A15 da região que não foi aquecida. Região clara (austenita), região escura (ferrita). Ataque eletrolítico com KOH.

5.1.2 Região aquecida

As Figuras 27 e 28 apresentam as micrografias da seção transversal de algumas amostras da região que foi submetida ao aquecimento indutivo. Pode-se perceber que a morfologia das fases permaneceu inalterada, apresentando uma estrutura bifásica com os grãos alongados na direção de laminação, assim como as amostras da zona não aquecida apresentadas na seção anterior.

Não foram observadas diferenças visuais significativas nas frações volumétricas nos campos austenítico e ferrítico, o que indica que o balanço de fase foi mantido. Também não é verificada a presença de nenhum precipitado através do ataque com KOH, porém algumas fases em função de sua dimensão, sua visualização em microscopia ótica é dificultada. A fase alfa linha (α') não pode ser percebida devido ao fato de seu fenômeno de formação ser de dimensão nanométrica e ainda possuir uma estrutura cristalina CCC e parâmetro de rede similar ao da matriz ferrítica, tornando difícil sua distinção (SILVA, 2014).

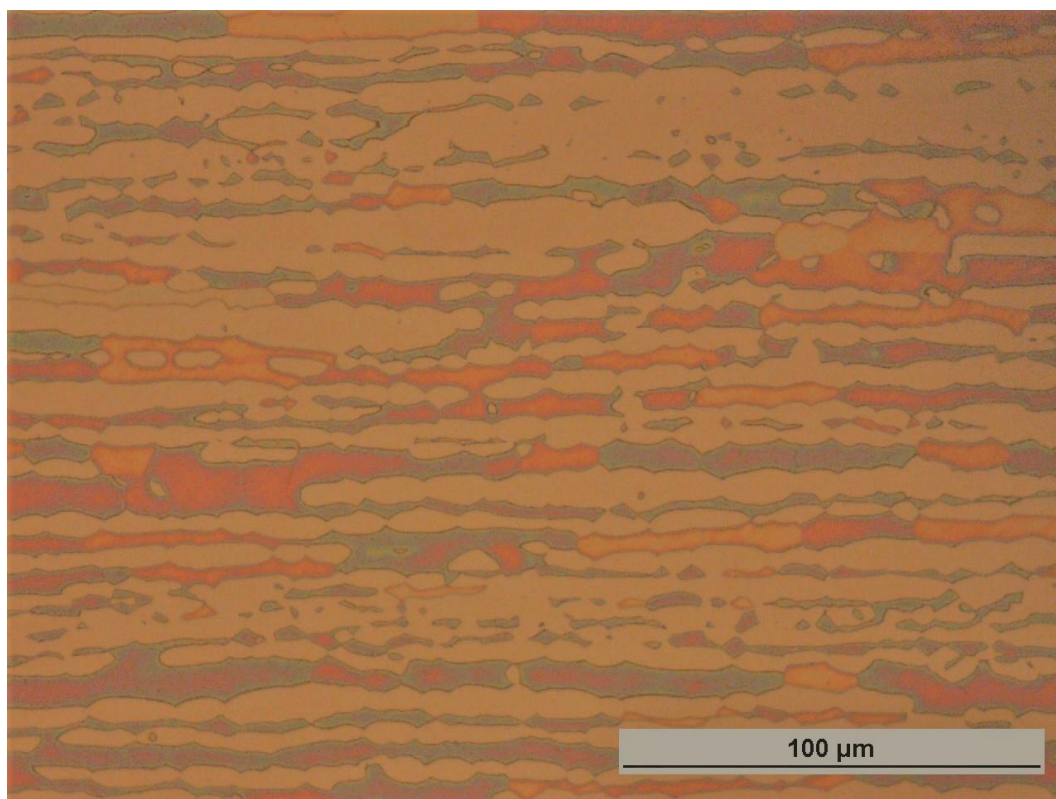


Figura 27. Micrografia da amostra A8 da região que foi aquecida. Região clara (austenita), região escura (ferrita). Ataque eletrolítico com KOH.

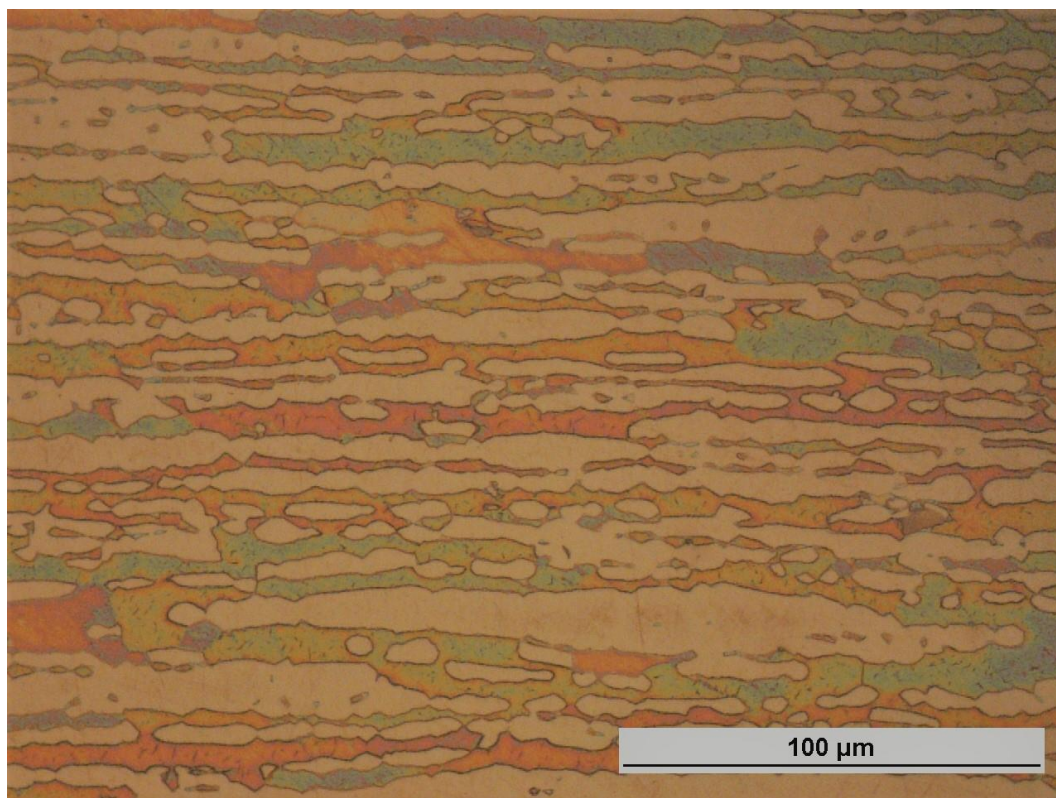


Figura 28. Micrografia da amostra A11 da região que foi aquecida. Região clara (austenita), região escura (ferrita). Ataque eletrolítico com KOH.

Pode-se observar a precipitação de austenita na forma de “ilhas” dentro do campo ferrítico, tanto nas micrografias da zona não aquecida (Figuras 27 e 28) como nas amostras da zona aquecida apresentadas acima, de modo que esses precipitados possam ser pré-existent, podendo não estar relacionados com o aquecimento localizado. A austenita formada no interior do grão ferrítico pode indicar a formação e austenita secundária, porém, a diferenciação entre as austenitas primária (γ) e secundária (γ_2) só poderia ser feita através de um ataque eletrolítico HNO_3 com duas etapas e posterior análise no MEV-EC. Esta diferenciação é possível devido à diferença de composição química entre as austenitas primária e secundária, que gera comportamentos bastante distintos frente ao ataque eletrolítico mencionado (LONDOÑO, 2001).

A fase γ_2 é formada a partir da ferrita (δ) absorve Ni e rejeita Cr e Mo o que estimula a formação de precipitados ricos nesses compostos, como a fase sigma (σ), por exemplo. Uma das maneiras de formação da austenita secundária é entre contornos de grão da austenita (γ) e da ferrita (δ) que são locais preferencialmente

empobrecidos em Cr, especialmente se neles existem precipitados com Cr_2N (PARDAL, 2009). Em contrapartida, em estudos realizados por RAMÍREZ (2001), sobre AID e AISD, foram demonstrados dois mecanismos de formação da austenita secundária. O primeiro simplesmente mostra que a fase cresce a partir da austenita que já existe. O outro mecanismo, no entanto, é a nucleação a partir do interior da fase ferrítica, no interior dos nitretos de cromo previamente precipitados ou a partir de inclusões presentes na fase. A presença de γ_2 provoca uma melhora na tenacidade da liga, mas estudos mostram algumas evidências de que há uma diminuição na resistência à corrosão por pites, fenômeno que pode ser explicado pelo baixo teor de N na austenita secundária (PARDAL e SOUZA, 2009 apud LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

As Figuras 29, 30, 31 e 32 a seguir apresentam micrografias de amostras das duas zonas na seção transversal utilizando um ataque eletrolítico NaOH com intuito de revelar fases deletérias baseado na norma ASTM A 923.

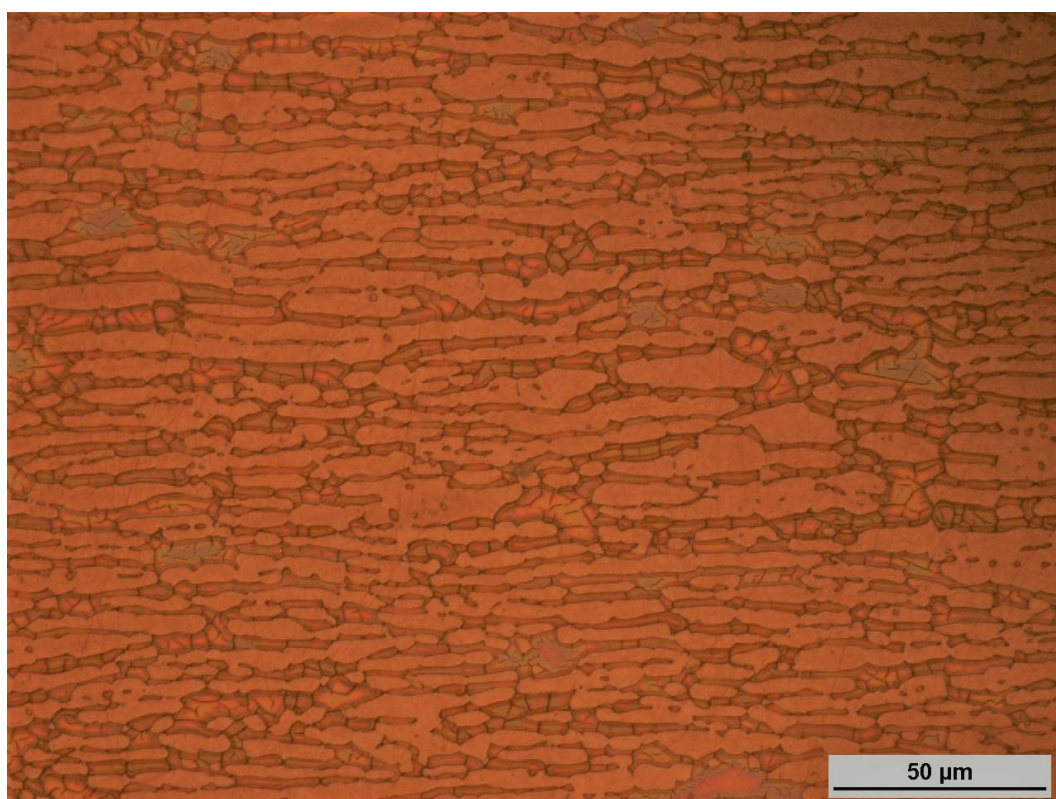


Figura 29. Micrografia da amostra A2 da região aquecida. Ataque eletrolítico com NaOH.

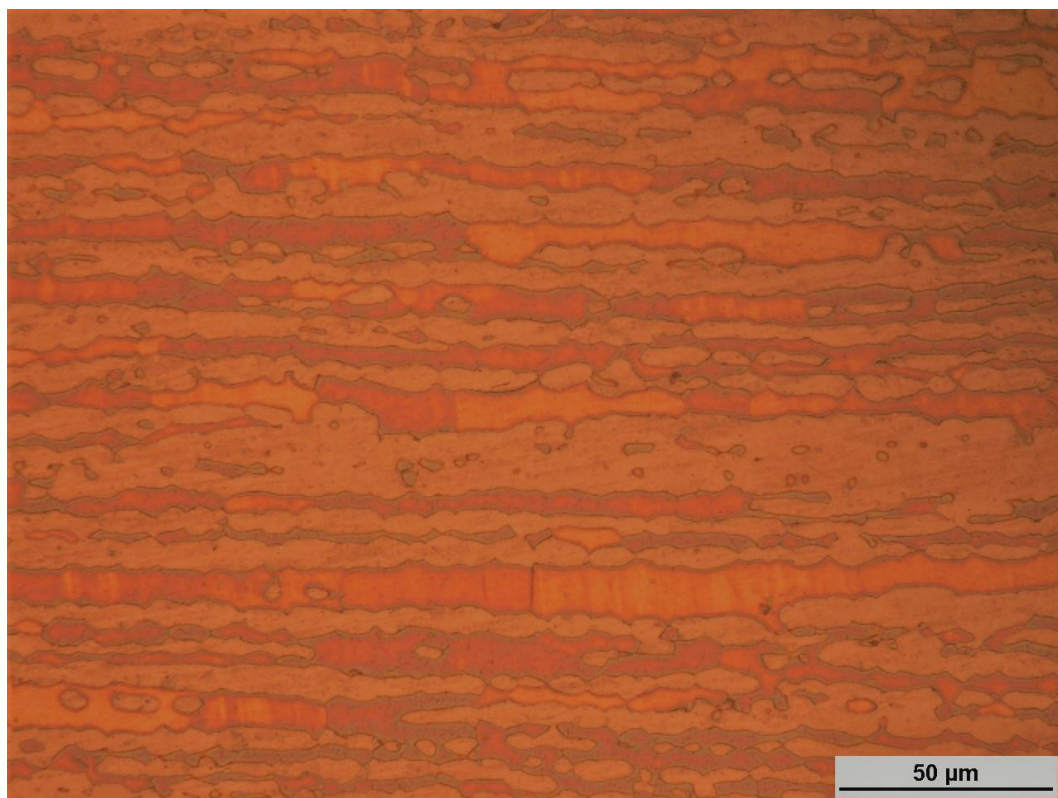


Figura 30. Micrografia da amostra A11 da região aquecida. Ataque eletrolítico com NaOH.

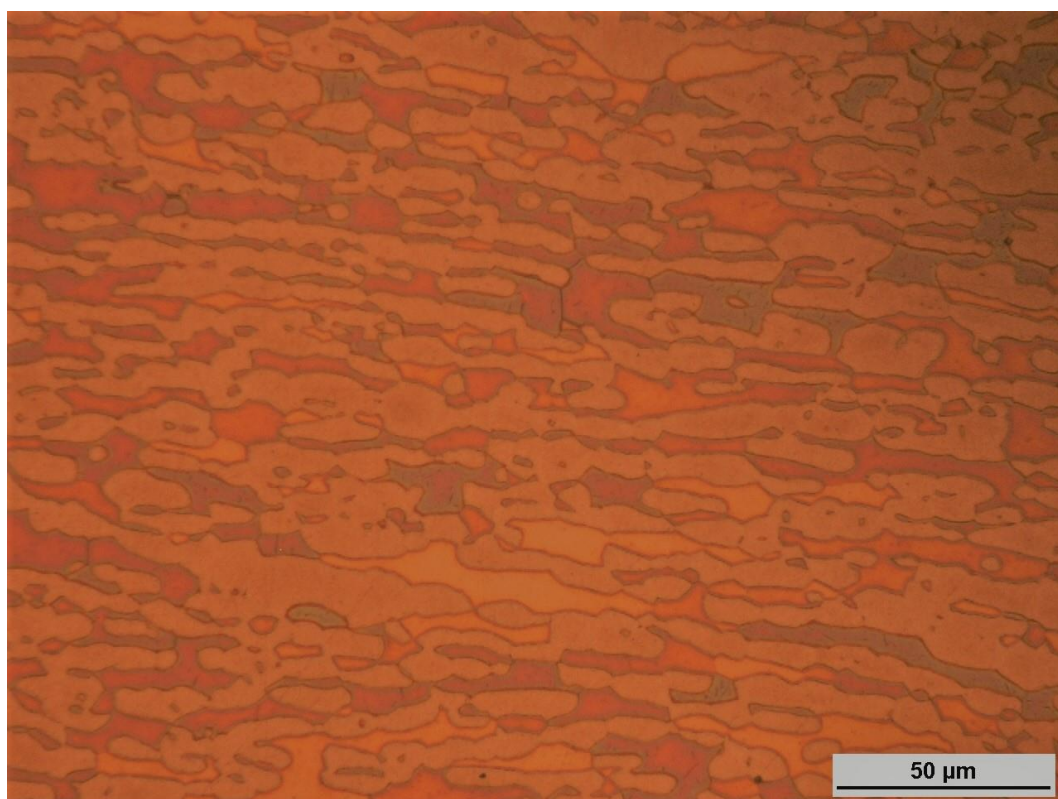


Figura 31. Micrografia da amostra A7 da região aquecida. Ataque eletrolítico com NaOH.



Figura 32. Micrografia da amostra A14 da região não aquecida. Ataques eletrolítico com NaOH.

As microestruturas bifásicas apresentadas em todas as micrografias são clássicas dos AISD, fase mais escura corresponde a ferrita (δ) e a fase mais clara a austenita (γ). De acordo com a norma ASTM A 923 uma liga que esteja afetada com grandes índices de precipitação de fases deletérias apresentará manchas pretas bem nítidas nos contornos de grão e em precipitados dentro da fase ferrítica (δ). A solubilidade do carbono e do nitrogênio, nos AID's, se torna menor com a diminuição da temperatura e ambos os elementos concentram-se preferencialmente na austenita, devido à alta solubilidade e o elevado número de sítios tetraédricos. A ferrita pode dissolver pequenas quantidades desses elementos em seus sítios octaédricos, devido a isso, a formação de nitretos e carbonetos ocorre na ferrita e nos contornos de grão na interface ferrita-austenita (KNYAZEVA et al. 2013 apud MACHADO, 2015).

Pode-se perceber que não há presença de manchas pretas tanto nos contornos de grão da interface γ / δ como dentro a fase ferrítica, nas amostras da zona aquecida e zona não aquecida, o que é um indício de que não há presença de fases deletérias em quantidades significativas.

5.2 DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE FERRITA

A figura 33 apresenta os resultados de fração volumétrica de ferrita para amostras que não foram aquecidas e para aquelas submetidas ao aquecimento indutivo. A fim de eliminar valores que fogem da tendência, capazes de representar erros na medição, utilizou-se o critério de Chauvenet (APÊNDICE A). É possível verificar que os valores de porcentagem de ferrita não sofrem distorções acentuadas para as amostras das duas regiões.

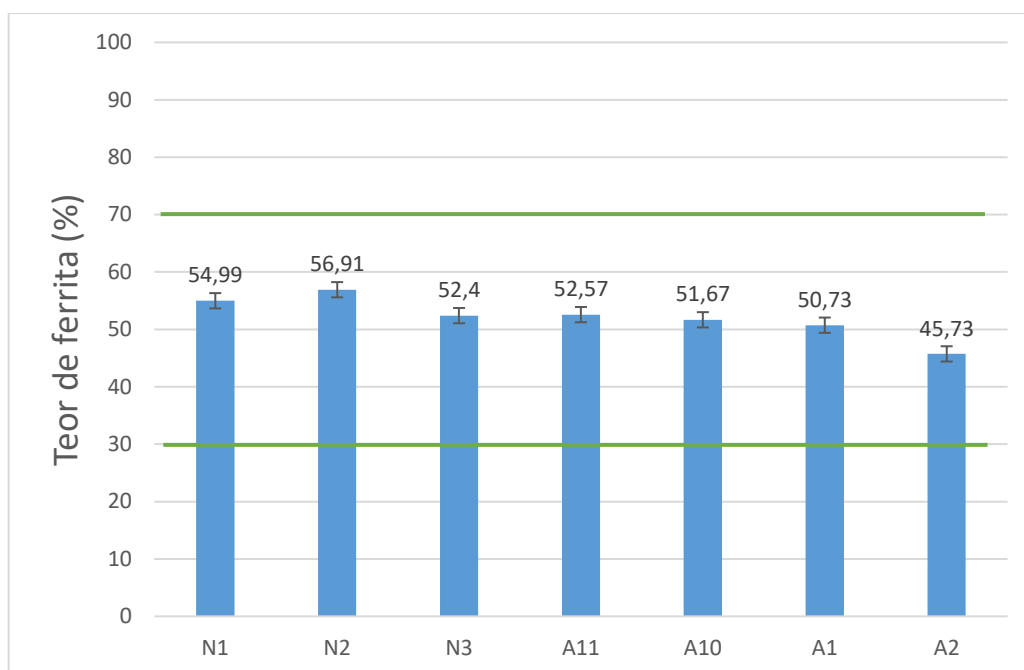


Figura 33. Fração volumétrica da ferrita nas amostras das duas regiões.

Segundo (IMOA, 2009), para que o AID não sofra alterações prejudiciais em suas propriedades é recomendável que a fração volumétrica de ferrita esteja entre 30% e 70%. Portanto, os valores encontrados na análise das amostras evidenciadas na Figura 33 revelam que a proporção de fase das amostras está dentro do limite aceitável.

Dado que o AID UNS S32750 foi submetido a aquecimento localizado, é possível justificar a manutenção do equilíbrio de fases por meio da ausência de frações volumétricas significativas de fases deletérias ao longo do material (MARTINS, 2006).

5.3 MICRODUREZA

A Figura 34 apresenta os valores de microdureza para a região submetida ao aquecimento indutivo e para a região que não sofreu aquecimento. Era esperado que a microdureza na austenita fosse maior que na ferrita para ambas regiões. Isso porque, como o nitrogênio é estabilizador da austenita, mais átomos de nitrogênio estão propensos a se dissolver nessa fase. Deste modo, o efeito de endurecimento por solução sólida intersticial é mais acentuado na austenita que na ferrita, por isso, a microdureza da austenita é maior que na ferrita (MACHADO, 2015).

Foram realizadas 20 medições de microdureza para cada fase nas amostras A15, A8, A6 e A5. Para a Figura 34, a fim de eliminar valores que fogem da tendência, capazes de representar erros na medição, utilizou-se o critério de Chauvenet. Esse critério utiliza a razão entre o desvio individual e desvio padrão para eliminar valores duvidosos.

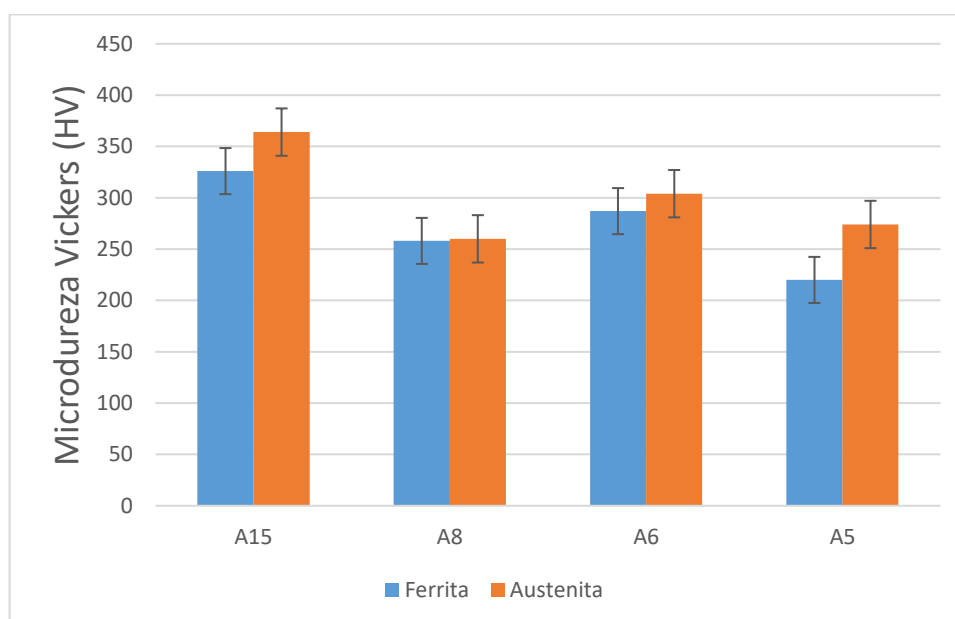


Figura 34. Valores médios de Microdureza Vickers. Carga de 10gf por 15s.

Houve uma preocupação com a confiabilidade dos valores de microdureza obtidos. Erros associados a cargas muito pequenas são intrínsecos ao ensaio, uma vez que dificultam a medição precisa das diagonais da indentação. Quanto menor a carga, mais imprecisa é a medição das diagonais da impressão devido a limitações do equipamento. Como evidenciado pela Figura 35, a carga é tão pequena que a impressão no material, em virtude da morfologia do mesmo, foi irregular, impedindo que um dado de microdureza fosse extraído de tal impressão.



Figura 35. Indentação do ensaio de microdureza Vickers na fase ferrítica para carga de 10gf.

Outro fator que pode ter causado a irregularidade nos dados foi o tamanho do grão do material, como mostrado na Figura 36. Como os grãos são pequenos e pouco espaçados, algumas impressões atingiam o contorno de grão, o que é outra fonte de imprecisão.

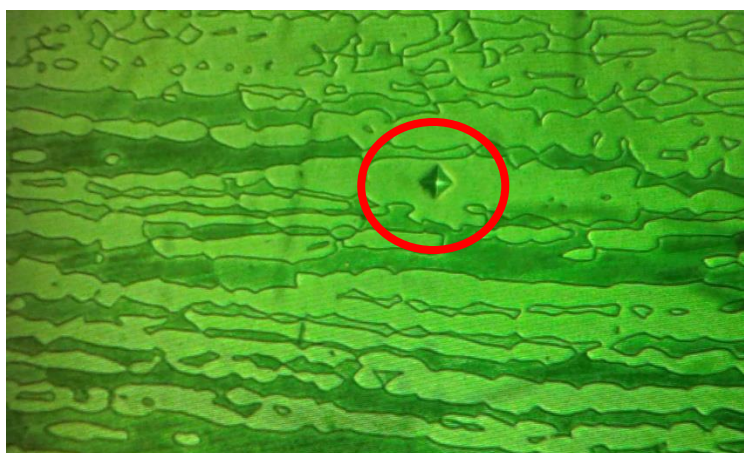


Figura 36. Indentação do ensaio de microdureza Vickers na fase austenítica para carga de 10gf.

Para constatar a confiabilidade dos dados obtidos nos ensaios de microdureza, realizou-se uma análise estatística mais profunda de tais dados com a análise de variância (ANOVA).

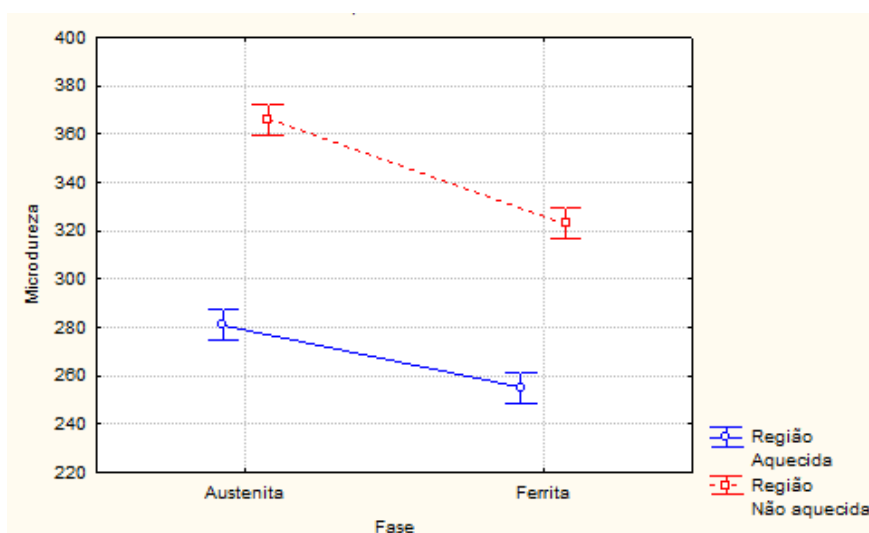


Figura 37. Microdureza Vickers das amostras das duas regiões separadas por fase.

A figura 37 mostra que de fato as duas regiões apresentam valores de microdureza bem distintos. A região aquecida possui valores menores de microdureza, corroborando a análise feita anteriormente.

Effect	SS	Degr. of Freedom	MS	F	p
Intercept	22529370	1	22529370	35222,92	0,000000
Fase	71668	1	71668	112,05	0,000000
Região	350476	1	350476	547,94	0,000000
Fase*Região	4510	1	4510	7,05	0,008460
Error	150951	236	640		

Figura 38. Testes univariáveis de significância para microdureza em relação a fase e região.

Da Figura 38, nota-se que $p < 0,05$, o que de acordo com Rossi e Mirtchev, 2016, indica que os ensaios realizados nas diferentes amostras não são estatisticamente iguais, isto é, existe uma correlação entre a fase e a região. Essa análise leva a crer

que podem haver desvios no resultado final, sendo impossível quantificar com exatidão a alteração de microdureza do material, muito embora, de modo geral, é sabido que a microdureza reduziu com o processo de aquecimento.

A redução de microdureza com o aquecimento pode estar associada a fases deletérias pré-existentes do processo de fabricação. Desta forma, o aquecimento agiu no sentido de eliminar tais fases deletérias. A fragilização por precipitação de fase α' , por exemplo, pode ocorrer em AID entre 300°C e 550°C e é caracterizada pelo endurecimento progressivo e redução da tenacidade ao impacto e à corrosão (SOUZA e PARDAL, 2010). Os precipitados ricos em Cr, α' , reduzem a mobilidade das discordâncias e geram micro cavidades muito próximas na fase ferrítica (SOUZA e PARDAL, 2010). Por outro lado, a resistência à corrosão nesses locais diminui pronunciadamente em razão da existência de locais, em torno desses precipitados, empobrecidos em Cr (PARK e KWON, 2002). Portanto, se ao longo do processo de fabricação houve a precipitação dessa fase, o reaquecimento pode ter agido no sentido de reverter o processo de fragilização a 475°C.

Os ataques químicos realizados no presente trabalho não foram capazes de detectar tais precipitados em quantidades significativas, seja na área que não foi aquecida ou na área aquecida. Devido a pequena dimensão dos mesmos, a técnica de microscopia ótica não é capaz de identificá-los (SOUZA e PARDAL, 2010). No entanto, o ensaio DL-EPR é capaz de identificar zonas empobrecidas de Cr e, conseqüentemente, confirmar a presença de quaisquer fases deletérias em ambas as regiões estudadas.

Existe também a possibilidade de que essa redução de dureza esteja associada a um provável alívio de tensões após o processo de aquecimento. Talvez o material, antes de qualquer tipo de aquecimento, já apresentasse elevadas tensões residuais provenientes do processo de fabricação, e o aquecimento agiu no sentido de aliviar o aço inoxidável superduplex s32750. No entanto, essa hipótese requer uma investigação mais aprofundada para ser validada.

5.4 ENSAIO DL-EPR

A Figura 39 apresenta o ensaio de ciclo duplo na amostra N1. As setas em preto indicam o sentido da varredura, que começa no potencial de aproximadamente -0,350 mV_{SCE} referente ao OCP, passa por um pico de densidade de corrente de ativação (i_a) equivalente ao potencial de -0,200 mV_{SCE} e depois segue até um potencial de 0,350 mV_{SCE} onde a película passiva se encontra estável. Após isso o sentido do ensaio é invertido passando por uma densidade de corrente de reativação máxima (i_r) equivalente a um potencial de -0,250 mV_{SCE} e retorna para o OCP.

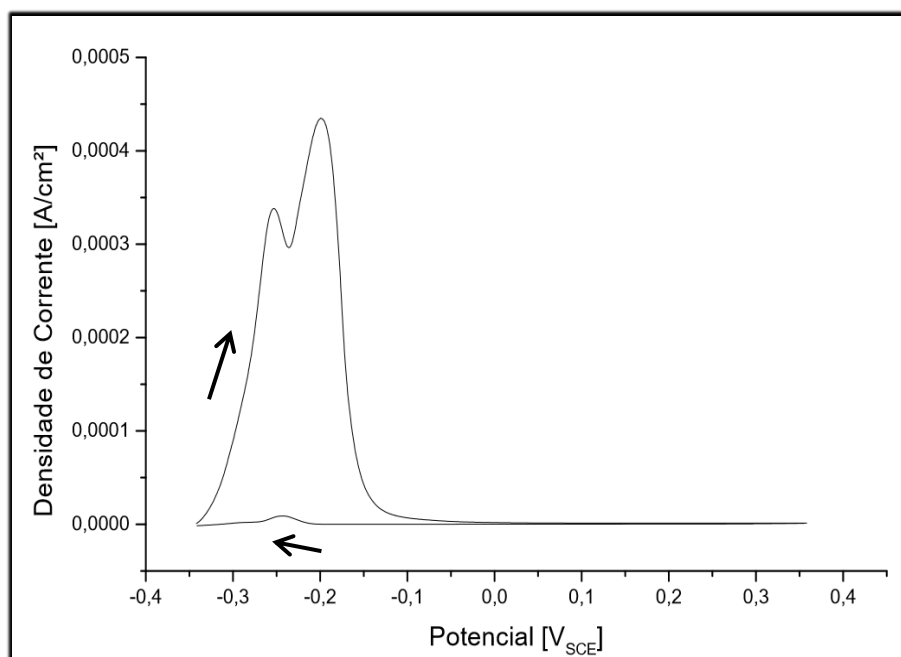


Figura 39. Amostra N1 ensaiada por DL-EPR em solução de 33% H₂SO₄ + 0,5% HCL.

A Tabela 4 abaixo apresenta dados coletados nos ensaios de DL-EPR para todas as amostras. Foi utilizada uma solução de 33% H₂SO₄ + 0,5% HCL a 25°C. Realizou-se um teste em cada amostra.

Tabela 4. Dados dos ensaios DL-EPR.

Amostras	OCP médio [V]	Desvio Padrão OCP [V]	I_r/I_a (máx)
AQ1	- 0,34096	0,007373	0,00860
AQ2	- 0,35013	0,004005	0,0194
AQ3	- 0,35595	0,003372	0,0153
AQ4	- 0,34388	0,006504	0,0161
N1	- 0,34624	0,003315	0,0206
N2	- 0,34528	0,004321	0,044
N3	- 0,33690	0,007493	0,0193

LOPEZ et al. (2009) apud SILVA (2014) analisaram através do ensaio de DL-EPR no aço UNS S31803 envelhecido em 675°C a 900°C a influência da fase (σ) na resistência a corrosão em diferentes tempos de tratamento térmico e foi considerado que o material estará susceptível a corrosão intergranular quando I_r/I_a for maior que 0,05. SILVA (2014) também considera que I_r/I_a menor que 0,05 implica em um material que não apresentará presença de zonas empobrecidas em cromo na microestrutura.

Em um estudo realizado por AMADOU et al. (2001) sobre parâmetros otimizados para detectar corrosão intergranular através do ensaio de DL-EPR no aço UNS S32150 é considerado que em temperaturas iguais ou menores que 500°C uma relação de $I_r/I_a * 100 < 15\%$ leva a uma baixa sensitização e baixa formação de zonas empobrecidas em cromo na microestrutura. De acordo com ARIKAN e DORUK (2008) o aumento de I_r/I_a está relacionado à precipitação da fase sigma.

Tendo como base as referências citadas acima, considerou-se neste trabalho como parâmetro de análise, que, para o material estar susceptível a corrosão intergranular e formação de zonas empobrecidas em cromo na microestrutura em quantidades suficientes para deteriorar a resistência à corrosão do aço, a relação I_r/I_a seria superior a 0,05.

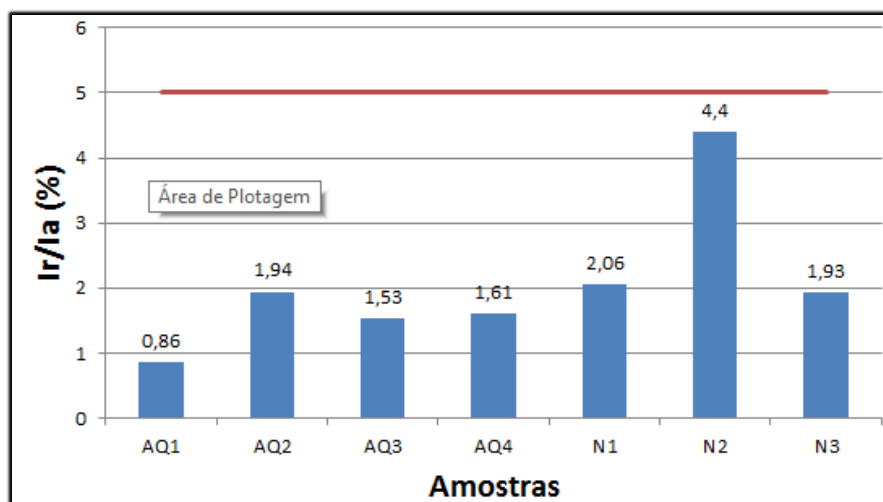


Figura 40. Relação Ir/Ia das amostras ensaiadas.

Como pode ser observado na Figura 40 em nenhuma das amostras o apresentou Ir/Ia superior a 5% o que de acordo com SILVA (2014) sugere que o material manteve-se protegido não havendo o rompimento do filme que o protege em nenhuma das fases e a concentração de fases deletérias presentes no material não foi suficiente para deteriorar a resistência à corrosão intergranular do aço UNS S32750. A justificativa desse comportamento se deve a dois fatores: 1) As fases deletérias presentes eram encontradas em proporções muito pequenas fazendo com que o empobrecimento em Cr e Mo não fosse significativo para a resistência a corrosão do material. 2) O tempo e temperatura que o material foi submetido durante aquecimento indutivo não foi suficiente para ocorrer à formação de fases deletérias.

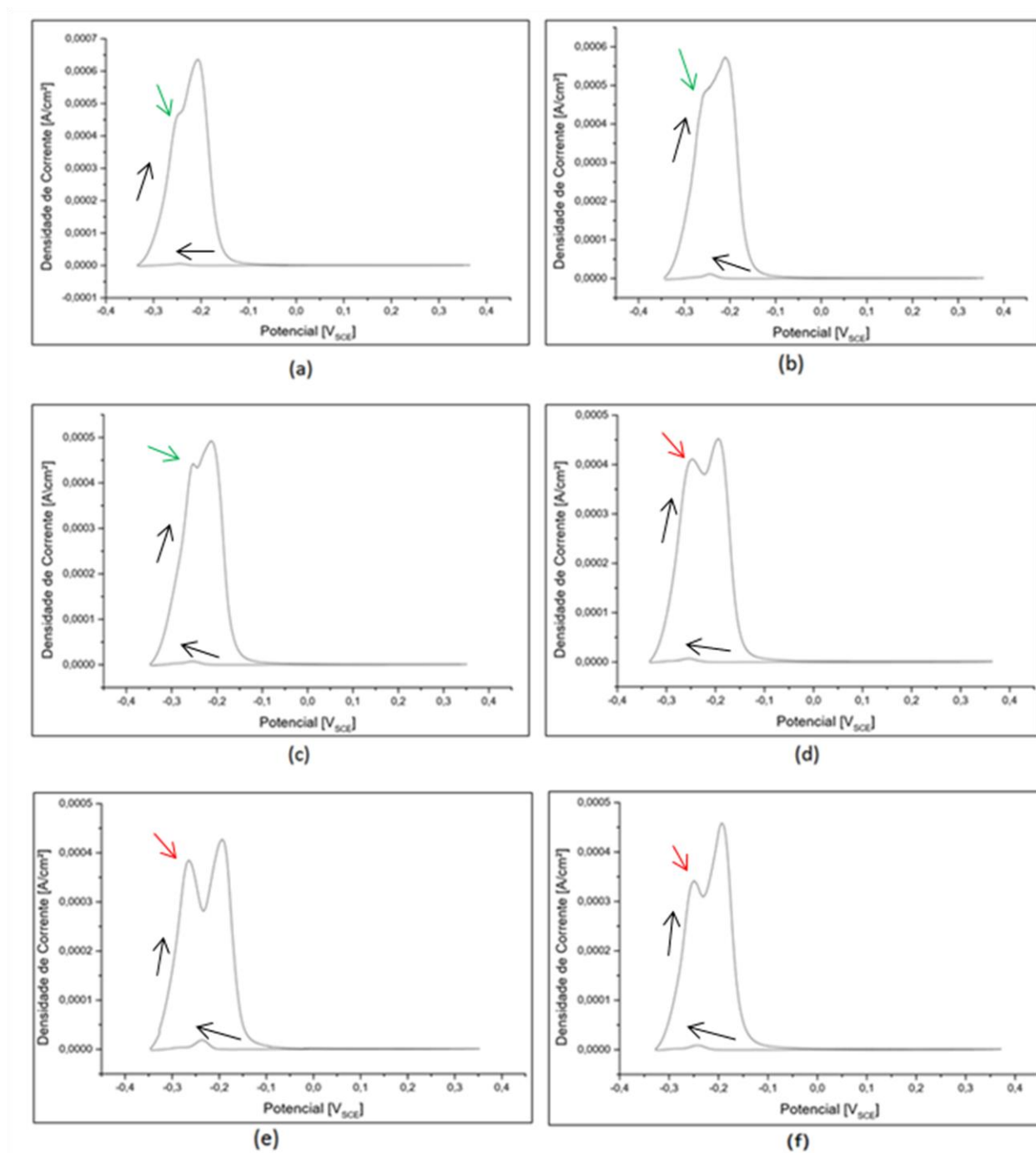


Figura 41. Curvas dos ensaios de DL-EPR do aço UNS S32750. (a) amostra AQ1, (b) amostra AQ2, (c) amostra AQ3, (d) amostra AQ4, (e) amostra N2 e (f) amostra N3.

A Figura 41 apresenta os demais gráficos dos ensaios das amostras estudadas.

Analisando os gráficos pode-se perceber que todas as amostras apresentaram picos de reativação muito pequenos, sendo que o maior destes é observado na amostra N2. BARRETO et al (2014) em um estudo com o ensaio de DL-EPR para detectar a presença de fase sigma no aço inoxidável superduplex UNS S32760 observou que o pequenos picos de reativação levam a baixa ou até mesmo inexistência de fase sigma, que causa zonas empobrecidas em Cr e Mo na estrutura. Para SOUZA e PARDAL (2010) a ausência de picos de reativação significa que o material é resistente à corrosão.

As amostras não aquecidas, como mostrado na Figura 40, apresentam valores de I_r/I_a levemente maiores que as amostras aquecidas, indicando, mesmo que timidamente, uma redução da susceptibilidade a sensitização com o aquecimento indutivo. Seria necessário um maior espaço amostral para corroborar esse comportamento, no entanto, a hipótese de que o material estaria sujeito a tensões residuais do processo de fabricação é uma explicação cabível para essa suposta “melhora” na resistência a corrosão do aço inoxidável superduplex estudado. É importante ressaltar que uma investigação mais aprofundada é essencial para confirmar a hipótese supracitada.

As amostras AQ1, AQ2 e AQ3 apresentaram um “ombro” em suas respectivas curvas em potenciais por volta de $-0,250 \text{ mV}_{\text{SCE}}$, que estão indicados pela seta verde, esse comportamento também foi notado por SILVA (2014).

Por outro lado as amostras AQ4, N1, N2 e N3 apresentaram a formação de um segundo pico de ativação indicado pelas setas vermelhas. Segundo SOUZA e PARDAL (2010) a existência destes picos pode ser atribuída às possíveis mudanças na morfologia ou transformação das fases, que propiciaram a formação de duas camadas de passivação na superfície do material. TAVARES et al. (2005) em um estudo sobre o aço UNS S31803 tratado isotermicamente a 550°C durante 300h sugere que a formação de dois picos de ativação durante o ensaio de DL-EPR se deve ao fato de existirem duas fases ricas em cromo nessa condição.

MAGNABOSCO et al. (2009) apud SILVA (2014) mostraram que curvas de polarização do aço UNS S31803 em solução ácida apresentaram dois picos de ativação distintos indicando que o que apresenta o menor potencial corresponde a fase δ e o com potencial mais alto a fase γ . Em um recente estudo sobre avaliação de métodos eletroquímicos na corrosão de AISD realizado por ASSIS et al. (2012) foi constatado que o pico menos nobre corresponde a fase δ e o mais nobre a fase γ .

Nenhuma das curvas apresentou dois picos de reativação, o que de acordo com a literatura é um indício de que não existam fases deletérias em abundância no material. A existência destes tem sido relatada com frequência em trabalhos recentes. BARRETO et al. (2014) notou a presença de dois picos de reativação no aço inoxidável super duplex UNS S32760 envelhecido a 850°C a partir de 30 minutos. AMADOU et al. (2004) utilizando uma solução de 33% H_2SO_4 + 0,3% HCl em um ensaio de ciclo duplo no aço UNS S32150 envelhecido a 750°C durante 10h também observou a presença de 2 picos de reativação.

SOUZA e PARDAL (2010) em um estudo sobre AISD detectaram a presença de dois picos de reativação em um material previamente deformado e envelhecido durante 100h, o autor afirmou que estes resultados indicam a coexistência de precipitação de duas fases deletérias com diferentes características e morfologias.

6 CONCLUSÃO

Pode-se observar com os resultados obtidos através da medição da microdureza Vickers que houve alteração nos dados entre a zona aquecida e não aquecida. Há uma redução de dureza na região aquecida em relação a outra região. Isso pode ser explicado tanto pela presença de fases deletérias pré-existentes, como por uma redução de tensões residuais provenientes do processo de fabricação. Na primeira hipótese, o aquecimento agiu no sentido de eliminar fases deletérias pré-existentes; na segunda, o aquecimento indutivo funcionou como um tratamento térmico de alívio de tensões. Independente da causa, é possível afirmar que a resistência mecânica do aço inoxidável duplex sujeito a aquecimento indutivo não foi deteriorada.

Com relação aos ensaios de DL-EPR, as amostras de ambas as zonas apresentaram uma relação de $I_t/I_a < 5\%$, apontando que não há formação de zonas empobrecidas em Cr na microestrutura e o material não está susceptível a corrosão intergranular.

Os dados obtidos através da medição da fração volumétrica de ferrita indicaram que o balanço de fase se manteve dentro de valores desejáveis (entre 30% e 70%). A técnica de microscopia óptica serviu para confirmar os resultados obtidos. A análise metalográfica não detectou a presença significativa de fases deletérias nas amostras estudadas, validando os resultados dos outros ensaios.

Portanto, pode-se concluir que não houve precipitação de fases intermetálicas em quantidade significativa para deteriorar as propriedades mecânicas e corrosivas da liga ou seu balanço de fase, apontando que o processo de remoção das bandagens poliméricas por meio do aquecimento indutivo é viável.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Parametrizar o aquecimento indutivo de modo que seja possível remover a bandagem ao passo que o tubo de aço inoxidável superduplex s32750 preserve suas propriedades desejáveis.
- Averiguar as condições do AISD s32750 logo após o processo de conformação mecânica no que tange a tensões residuais e fases precipitadas para que seja possível determinar a razão de sua alteração na dureza.

8 REFERÊNCIAS

AMADOU, T; BRAHAM, C; SIDHOM, H. **Double Loop Electrochemical Potentiokinetic Reactivation Test Optimization in Checking of Duplex Stainless Steel Intergranular Corrosion Susceptibility.** Volume 35S Paris, France. Outubro 2001.

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 - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2006.

ARIKAN, M. E.; DORUK, M. **Determination of Susceptibility to Intergranular Corrosion of UNS 31803 Type Duplex Stainless Steel by Electrochemical Reactivation Method.** Turkish J. Eng. Env. Sci., [S.l.], v. 32, 2008.

BARRETO, Abraão Danilo Gomes; ANDRADE, Tathiane Caminha; SILVA, Cleiton Carvalho; MIRANDA, Hélio Cordeiro de. **Utilização do equipamento de ensaio EPR-DL de campo na detecção de fase sigma.** Tecnol. Metal. Mater. Miner., São Paulo, v. 11, n. 2, p. 146-154, abr./jun. 2014.

BRANDI, Sérgio Duarte; SILVEIRA, Lauro M.Y.; VASCONCELLOS, Daniel L.B. **Aplicação da norma ASTM A923-Prática A para identificação de fases intermetálicas em junta soldada de aço inoxidável superduplex UNS 32750.** REM: R. Esc. Minas, Ouro Preto, 63(1): 153-158, jan. mar. 2010.

CAETANO, G. A.; SOUZA, N. S. de. **Estudo do comportamento da difusividade térmica do aço inoxidável duplex UNS S32304 submetido ao processo de soldagem TIG, em função do tratamento térmico.** Projeto de Graduação, Universidade Federal do Espírito Santo, 2016.

CALLISTER, William D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução.** John Wiley & Sons, 2008.

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. **Past, present and future of duplex stainless steels.** Duplex'07, Grado, Italy. 2007.

CHARLES, J.; BERNHARDSSON, S. **Super duplex stainless steels: Structure and properties.** In: DUPLEX STAINLESS STEELS'91, Beaune, Proceedings. Ed: Charles, J.; Bernhardsson, S. Les Ulis, France, Les Éditions de physique, v.1, p.3-48, 1991.

ČÍHAL, V.; BLAHETOVÁ, M.; KALABISOVÁ, E.; KRHUTOVÁ, Z.; LASEK, S. **Applications of electrochemical polarization reactivation method: EPR test.** Journal of nuclear materials, 2007.

ČÍHAL, V.; ŠTEFEC, R. **On the development of the electrochemical potentiokinetic method.** Electrochimica Acta, 46, p. 3867–3877, 2001.

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.

GENTIL, V. **Corrosão.** 4^a. ed. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora, 2011.

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

HAIMBAUGH, R. E. **Practical Induction Heat Treatment. Chapter 2 – Theory of Heating by induction.** ASM - American Society of Metals. 2001.

HONG, J.; HAN, D.; TAN, H.; LI, J.; JIANG, Y. **Evaluation of aged duplex stainless steel UNS S32750 susceptibility to intergranular corrosion by optimized double loop electrochemical potentiokinetic reactivation method.** Department of Materials Science of Fudan University. 2012.

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

Influence of o-phase on mechanical properties and corrosion resistance of duplex stainless steels, Corrosion Science, Volume 41, Issue 8, 1 August 1999, Pages 1615-1631, ISSN 0010-938X.

KNYAZEVA, M; POHL, M. **Duplex Steels. Part II: Carbides and Nitrides Metallography, Microestructure and Analysis,** 2013.

LIPPOLD, J.C.; KOTECKI, D.J. **Welding metallurgy and weldability of stainless steels.** John Wiley & Sons, Inc, 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. Universidade de São Paulo, 1997.

LOPEZ, N.; CID, M.; PUIGGALI, M.; AZKARATE, I; PELAYO, A. **Double Loop Electrochemical Potentiodynamic Reactivation Test to Austenitic and Duplex Stainless Steels.** Materials Science and Engineering. Vol. A229 (1997). 123-128, 1997.

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.

MAGNABOSCO R, SANTOS D.C.; MELO E.B. **Relation between microstruture and selective corrosion of duplex stainless steel submitted to heated hydrochloric acid.** In: Proceedings of EUROCORR 2009; 2009; Nice. Paris: CEFRACOR, 2009.

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, 1992.

NOVAK, C.J. **Structure and constitution of wrought austenitic stainless steel.** In: Handbook of stainless steel, (Ed.). PECKNER, D. & BERNSTEIN, I.M. USA: Mc Graw-Hill, 1977. p. 4-1 a 4-78, 687p.

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, J M. **Efeitos dos tratamentos térmicos nas Propriedades Mecânicas, Magnéticas e na Resistência à Corrosão de Aços Inoxidáveis Superduplex,** 2009.

PARK, C.J.; KWON, H.-S. **Effects of Aging at 475°C on Corrosion Properties of Tungsten Cointaining Duplex Stainless Steels.** Corrosion Science. Vol. 44 2817 2830, 2002.

RAMÍREZ LONDOÑO, A.J. **Precipitação de fases intermetálicas e austenita secundária na ZAC de soldagens multipasse de aços inoxidáveis duplex.** Tese de doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2001.

REICK, W.; POHL, M.; PADILHA, A.F. **O desenvolvimento dos aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex.** In: CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS, 47. 1992, Belo Horizonte. Anais. Belo Horizonte: ABM, 1992. Vol 48, Nº409.

ROSSI, F.; MIRTICHEV, V. **Statistics for food scientists.** Kraft Foods, Illinois. Chapter 4 – Analysis of variance (ANOVA). 2016.

SAHU, J.K., KRUPP, U., GHOSH, R.N., CHRIST, H.J. **Effect of 475°C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel.** Materials Science & Engineering. 2009.

SEDRIKS, A. J. **Corrosion of stainless steels.** 2nd ed. 1996.

SILVA, Christiano Honorato Pereira e. **Estudo do efeito da temperatura de do tempo de tratamento térmico na corrosão localizada do aço inoxidável duplex UNS S31803.** Tese de mestrado, UFES, 2014.

SILVA, Samuel Deoterônio 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.

SOLOMON, H.D., KOCH, E.F. **High temperature precipitation of alpha prime in a multicomponent duplex stainless steel.** Scripta Metallurgica, v. 13, n. 10, p. 971-974, 1979.

SOUZA, Juliana Primio Básilio de; PARDAL, Juan Manoel. **Análise da Resistência à Corrosão por Pite em Soldas de Reparo pelo Processo TIG em Aço Inoxidável Superduplex UNS S32750.** PGMEC, Niterói, RJ, Brasil, 2010.

TAVARES, S.S.M.; TERRA, V.F.; NETO, P. DE LIMA; MATOS, D.E. **Corrosion resistance evaluation of the UNS S31803 duplex stainless steels aged at low temperatures (350 to 550°C) using DL-EPR tests.** Journal of Materials Science, p. 4025 – 4028, 2005.

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.

WOLYNEC, S. **Técnicas Eletroquímicas em Corrosão.** Vol. 49. 2003.

ZANETIC, S.T.; FALLEIROS N.A. **Determinação do Grau de Sensitização de Aços Inoxidáveis Austeníticos pelo método DL-EPR.** FATEC-SP, 2001.

APÊNDICE A

Determinação da fração volumétrica de ferrita.

Tabela 5. Medidas do teor de ferrita obtidas com o ferritoscópio Fischer FMP30 para as amostras A1 e A2 (zona aquecida), com as respectivas médias e desvio padrão. Os valores destacados fogem da tendência e devem ser descartados segundo critério de Chauvenet.

Amostra A1					Amostra A2				
Nº	X_i	$(X_i - \bar{X})^2$	r	Status	Nº	X_i	$(X_i - \bar{X})^2$	r	Status
1	48,3	5,9049	0,858657	Ok	1	46,50	0,1369	0,228395	Ok
2	54,4	13,4689	1,29682	Ok	2	45,00	1,2769	0,697531	Ok
3	48,7	4,1209	0,717314	Ok	3	44,40	2,9929	1,067901	Ok
4	47,6	9,7969	1,106007	Ok	4	45,20	0,8649	0,574074	Ok
5	54,7	15,7609	1,402827	Ok	5	46,40	0,0729	0,166667	Ok
6	52,2	2,1609	0,519435	Ok	6	49,70	12,7449	2,203704	Rejeitado
7	49,1	2,6569	0,575972	Ok	7	47,70	2,4649	0,969136	Ok
8	47,5	10,4329	1,141343	Ok	8	44,70	2,0449	0,882716	Ok
9	53,4	7,1289	0,943463	Ok	9	45,20	0,8649	0,574074	Ok
10	51,4	0,4489	0,236749	Ok	10	46,50	0,1369	0,228395	Ok
Média			50,73		Média			46,13	
Desvio Padrão			2,83		Desvio Padrão			1,62	
Para valores de $r > 1,96$ o valor será descartado.					Para valores de $r > 1,96$ o valor será descartado.				

Tabela 6. Medidas do teor de ferrita obtidas com o ferritoscópio Fischer FMP30 para as amostras A11 e A10 (zona aquecida) com as respectivas médias e desvio padrão. Os valores destacados fogem da tendência e devem ser descartados segundo critério de Chauvenet.

Amostra A11					Amostra A10				
Nº	X_i	$(X_i - \bar{X})^2$	r	Status	Nº	X_i	$(X_i - \bar{X})^2$	r	Status
1	53,50	0,8649	0,645833	Ok	1	61,8	11,2896	1,212996	Ok
2	51,60	0,9409	0,673611	Ok	2	57,4	1,0816	0,375451	Ok
3	53,40	0,6889	0,576389	Ok	3	59,7	1,5876	0,454874	Ok
4	53,00	0,1849	0,298611	Ok	4	58,9	0,2116	0,166065	Ok
5	51,60	0,9409	0,673611	Ok	5	59,1	0,4356	0,238267	Ok
6	50,30	5,1529	1,576389	Ok	6	60,1	2,7556	0,599278	Ok
7	55,00	5,9049	1,6875	Ok	7	60,2	3,0976	0,635379	Ok
8	52,80	0,0529	0,159722	Ok	8	55,5	8,6436	1,061372	Ok
9	50,90	2,7889	1,159722	Ok	9	52,2	38,9376	2,252708	Rejeitado
10	53,60	1,0609	0,715278	Ok	10	59,5	1,1236	0,382671	Ok
Média			52,57		Média			58,44	
Desvio Padrão			2,16		Desvio Padrão			2,77	
Para valores de $r > 1,96$ o valor será descartado.					Para valores de $r > 1,96$ o valor será descartado.				

Tabela 7. Medidas do teor de ferrita obtidas com o ferritoscópio Fischer FMP30 para as amostras N1 e N2 (zona não aquecida), com as respectivas médias e desvio padrão. Os valores destacados fogem da tendência e devem ser descartados segundo critério de Chauvenet.

Amostra N1					Amostra N2				
Nº	Xi	(Xi - X)²	r	Status	Nº	Xi	(Xi - X)²	r	Status
1	55,50	0,0009	0,013889	Ok	1	57,90	0,9801	0,210638	Ok
2	54,90	0,3249	0,263889	Ok	2	57,10	0,0361	0,040426	Ok
3	52,60	8,2369	1,328704	Ok	3	57,90	0,9801	0,210638	Ok
4	53,60	3,4969	0,865741	Ok	4	59,80	8,3521	0,614894	Ok
5	57,20	2,9929	0,800926	Ok	5	61,80	23,9121	1,040426	Ok
6	54,30	1,3689	0,541667	Ok	6	61,00	16,7281	0,870213	Ok
7	53,80	2,7889	0,773148	Ok	7	61,70	22,9441	1,019149	Ok
8	55,50	0,0009	0,013889	Ok	8	49,70	51,9841	1,534043	Ok
9	57,50	4,1209	0,939815	Ok	9	52,80	16,8921	0,874468	Ok
10	59,80	18,7489	2,00463	Rejeitado	10	49,40	56,4001	1,597872	Ok
Média			55,47		Média			56,91	
Desvio Padrão			2,16		Desvio Padrão			4,7	
Para valores de $r > 1,96$ o valor será descartado.					Para valores de $r > 1,96$ o valor será descartado.				

Tabela 8. Medidas do teor de ferrita obtidas com o ferritoscópio Fischer FMP30 para a amostra N3 (zona não aquecida), com a respectiva média e desvio padrão. Os valores destacados fogem da tendência e devem ser descartados segundo critério de Chauvenet.

Amostra N3				
Nº	Xi	(Xi - X)²	r	Status
1	53,00	1,7689	0,423567	Ok
2	53,60	3,7249	0,61465	Ok
3	51,30	0,1369	0,117834	Ok
4	53,30	2,6569	0,519108	Ok
5	49,40	5,1529	0,72293	Ok
6	45,10	43,1649	2,092357	Rejeitado
7	55,80	17,0569	1,315287	Ok
8	54,90	10,4329	1,028662	Ok
9	50,30	1,8769	0,436306	Ok
10	50,00	2,7889	0,531847	Ok
Média			51,67	
Desvio Padrão			3,14	
Para valores de $r > 1,96$ o valor será descartado.				

Tabela 9. Valores corrigidos de média e desvio padrão para as amostras A2 e A10 (zona aquecida), desconsiderando os valores eliminados pelo critério de Chauvenet.

Amostra A2					Amostra A10				
Nº	Xi	(Xi – X)²	r	Status	Nº	Xi	(Xi – X)²	r	Status
1	46,5	0,5929	0,706422	Ok	1	61,8	7,1289	1,483333	Ok
2	45	0,5329	0,669725	Ok	2	57,4	2,9929	0,961111	Ok
3	44,4	1,7689	1,220183	Ok	3	59,7	0,3249	0,316667	Ok
4	45,2	0,2809	0,486239	Ok	4	58,9	0,0529	0,127778	Ok
5	46,4	0,4489	0,614679	Ok	5	59,1	0,0009	0,016667	Ok
6	47,7	3,8809	1,807339	Ok	6	60,1	0,9409	0,538889	Ok
7	44,7	1,0609	0,944954	Ok	7	60,2	1,1449	0,594444	Ok
8	45,2	0,2809	0,486239	Ok	8	55,5	13,1769	2,016667	Rejeitado
9	46,5	0,5929	0,706422	Ok	9	59,5	0,1369	0,205556	Ok
Média			45,73		Média			59,13	
Desvio Padrão			1,09		Desvio Padrão			1,8	
Para valores de r > 1,91 o valor será descartado.					Para valores de r > 1,91 o valor será descartado.				

Tabela 10. Valores corrigidos de média e desvio padrão para as amostras N1 e N3 (zona não aquecida), desconsiderando os valores eliminados pelo critério de Chauvenet.

Amostra N1					Amostra N3				
Nº	Xi	(Xi – X)²	r	Status	Nº	Xi	(Xi – X)²	r	Status
1	55,50	0,2601	0,312883	Ok	1	53	0,36	0,265487	Ok
2	54,90	0,0081	0,055215	Ok	2	53,6	1,44	0,530973	Ok
3	52,60	5,7121	1,466258	Ok	3	51,3	1,21	0,486726	Ok
4	53,60	1,9321	0,852761	Ok	4	53,3	0,81	0,39823	Ok
5	57,20	4,8841	1,355828	Ok	5	49,4	9	1,327434	Ok
6	54,30	0,4761	0,423313	Ok	6	55,8	11,56	1,504425	Ok
7	53,80	1,4161	0,730061	Ok	7	54,9	6,25	1,106195	Ok
8	55,50	0,2601	0,312883	Ok	8	50,3	4,41	0,929204	Ok
9	57,50	6,3001	1,539877	Ok	9	50	5,76	1,061947	Ok
Média			54,99		Média			52,4	
Desvio Padrão			1,63		Desvio Padrão			2,26	
Para valores de r > 1,91 o valor será descartado.					Para valores de r > 1,91 o valor será descartado.				

Tabela 11. Valores corrigidos de média e desvio padrão para amostra A10 (zona aquecida), desconsiderando os valores eliminados pelo critério de Chauvenet.

Amostra A10				
Nº	Xi	(Xi – X)²	r	Status
1	61,8	4,8841	1,753968	Ok
2	57,4	4,7961	1,738095	Ok
3	59,7	0,0121	0,087302	Ok
4	58,9	0,4761	0,547619	Ok
5	59,1	0,2401	0,388889	Ok
6	60,1	0,2601	0,404762	Ok
7	60,2	0,3721	0,484127	Ok
8	59,5	0,0081	0,071429	Ok
Média			51,67	
Desvio Padrão			3,14	
Para valores de $r > 1,85$ o valor será descartado.				

APÊNDICE B

Micrografias das amostras da zona aquecida e da zona não aquecida.

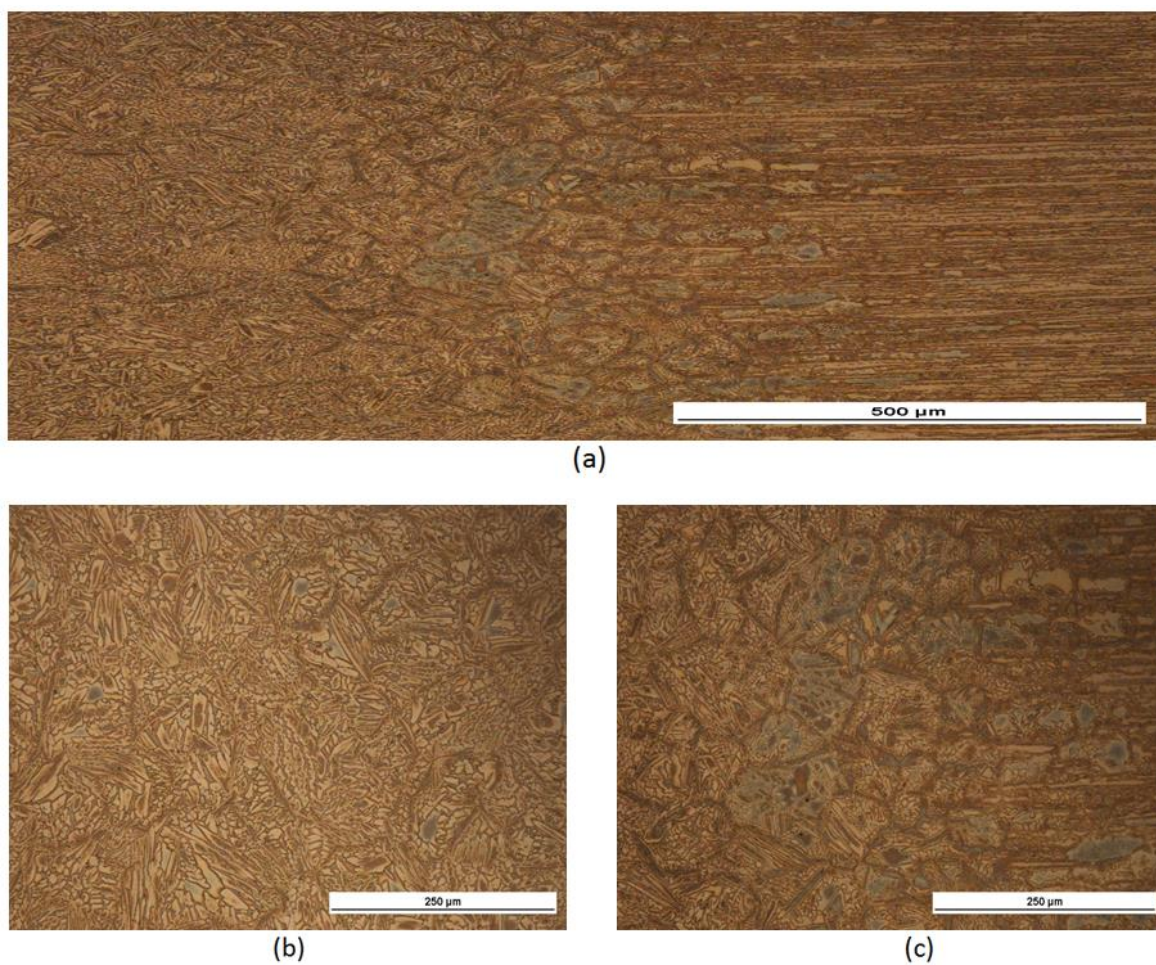


Figura 42. Amostra A3, zona aquecida. Ataque eletrolítico KOH, 5s. Vista lateral. (a) vista das três zonas, (b) ZF, (c) ZTA.

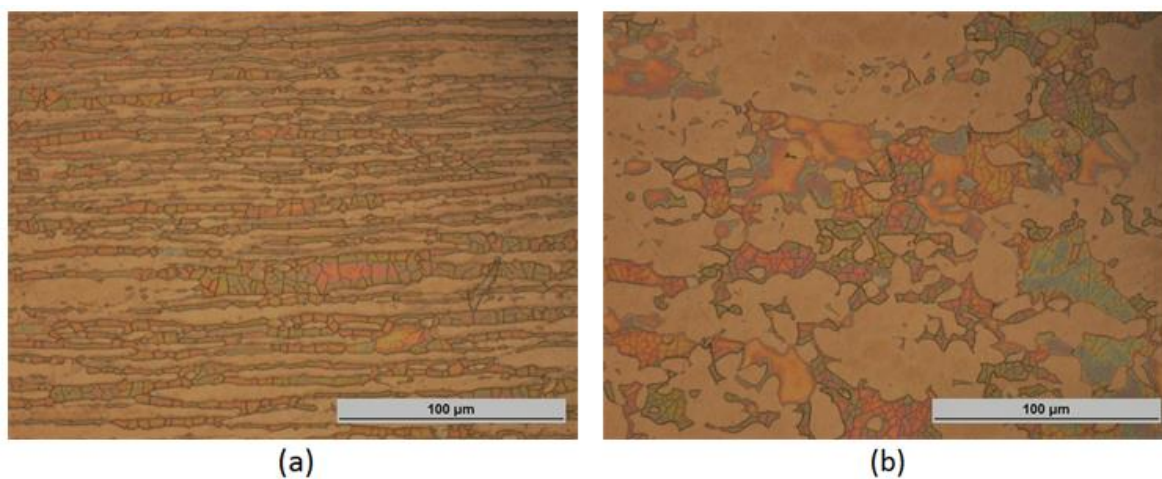


Figura 43. Ataque eletrolítico KOH, 5s. (a) A1 (vista lateral), (b) A5 (vista superior).

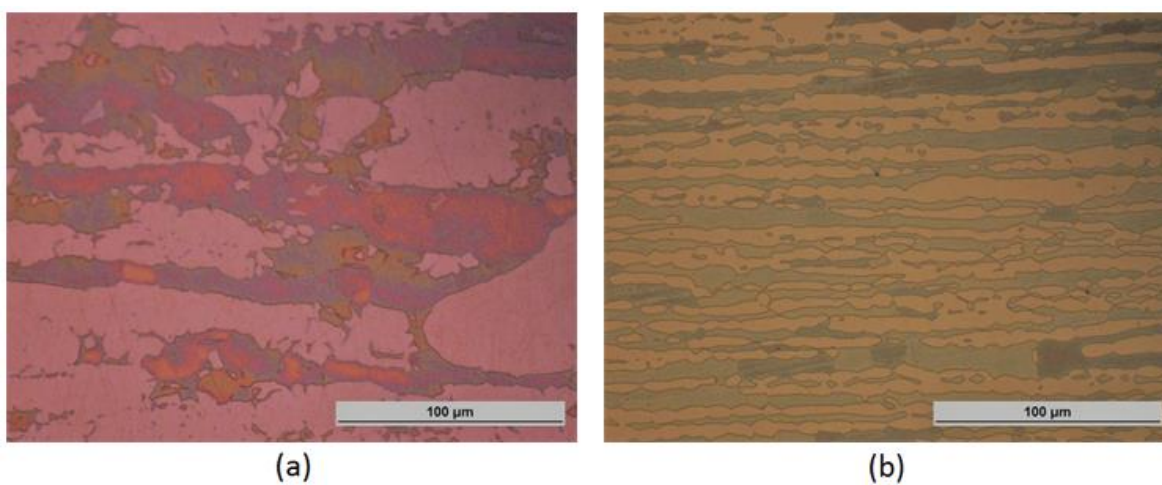


Figura 44. Ataque eletrolítico KOH, 5s. (a) A13 (vista superior), (b) A6 (vista lateral).

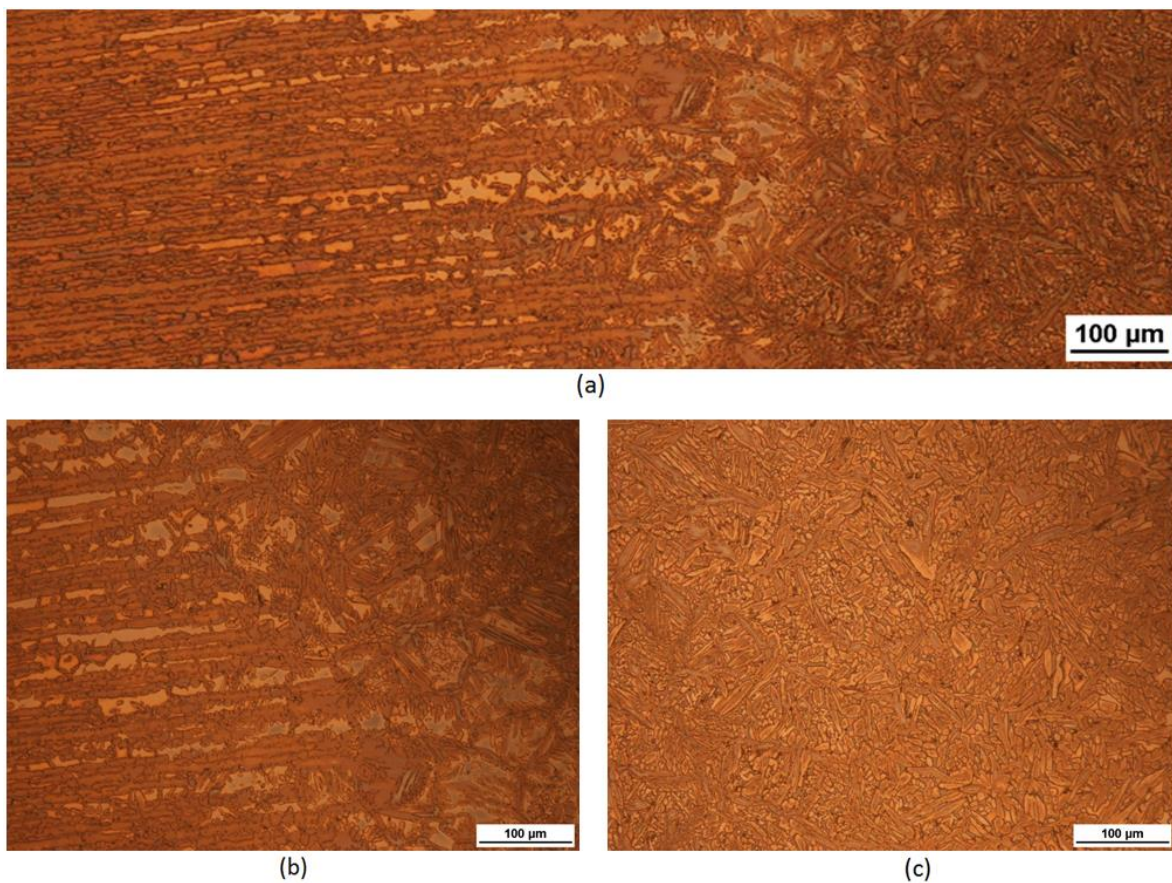


Figura 45. Amostra A3, zona aquecida. Ataque eletrolítico NaOH, 15s. Vista Lateral. (a) todas as zonas, (b) ZTA, (c) ZF.

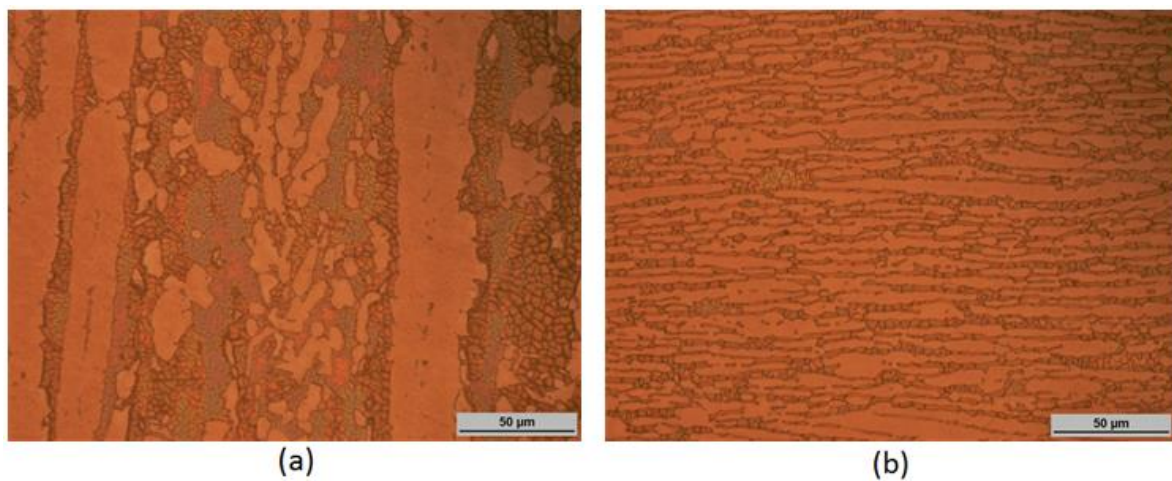


Figura 46. Ataque eletrolítico NaOH, 15s. (a) A13 (vista superior), (b) A14 (vista lateral).

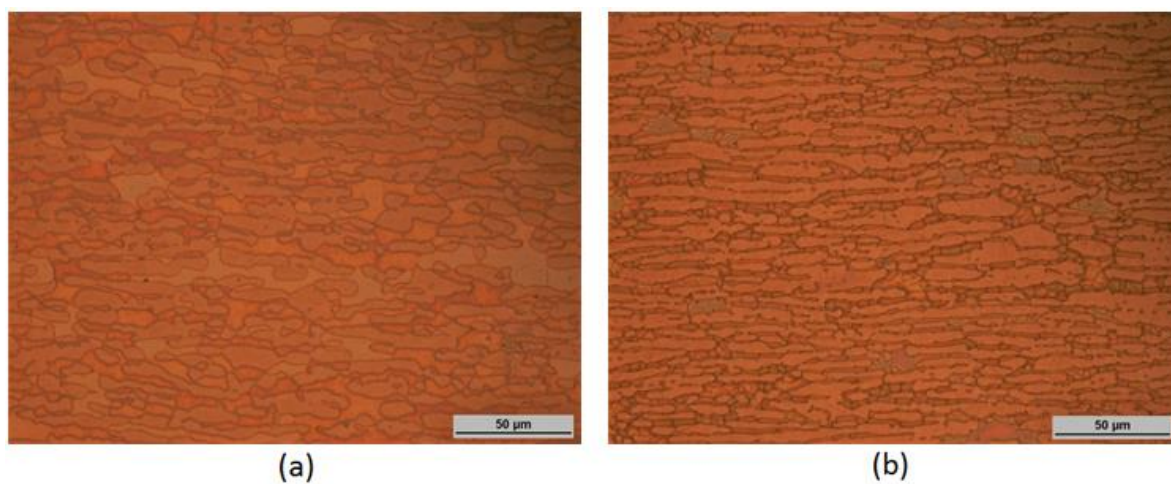


Figura 47. Ataque eletrolítico NaOH, 15s. Vista Lateral. (a) A9, (b) A2.