

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Dissertação de Mestrado

Influência da taxa de deformação e da temperatura na ductilidade a quente do aço  
inoxidável duplex UNS S32304

Autor: Emiliania Cristina Marques Arthuso  
Orientadores: Prof. Dr. Ronaldo A.N.M. Barbosa  
Eng. Dr. Tarcisio Reis de Oliveira

Maio de 2013

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Emiliana Cristina Marques Arthuso

Influência da taxa de deformação e da temperatura na ductilidade a quente do aço  
inoxidável duplex UNS S32304

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia  
Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais

Área de concentração: Metalurgia Física

Orientadores: Prof. Dr. Ronaldo A.N.M. Barbosa  
Eng. Dr Tarcisio Reis de Oliveira

Belo Horizonte – Minas Gerais  
Escola de Engenharia da UFMG  
Maio de 2013

## Dedicatória

Dedico este trabalho ao meu marido João Paulo que sempre esteve ao meu lado e por muitas vezes abriu mão de suas vontades para me apoiar na realização de mais esta etapa de minha vida.

## **Agradecimentos**

A Deus, que esteve sempre à frente dos meus passos, me fortalecendo e capacitando.

A minha família, que sempre me apoiou e incentivou em todos os momentos.

A Aperam South America por proporcionar esta oportunidade de aprendizado e desenvolvimento intelectual e profissional.

Ao gerente da Laminação de Tiras a Quente da Aperam, Luiz Otávio Torres Procópio, pela oportunidade, pelo apoio, e por acreditar no meu desenvolvimento como pesquisadora.

Ao gerente da Metalurgia de Inox, Alexandre Tadeu Lopes Serrano, pela disponibilidade e apoio.

Ao meu orientador professor Ronaldo Barbosa pela orientação, compreensão, paciência, disponibilidade, incentivo e ensinamentos transmitidos.

Ao Tarcisio Reis de Oliveira, pelo apoio, incentivo, direcionamento e orientação na busca e realização do mestrado.

Aos colegas Reginado Pinto Barbosa e Ricardo Augusto Faria pelo apoio e sugestões e discussões enriquecedoras.

A todos os técnicos do laboratório do Centro de Pesquisa da Aperam, colaboração e presteza na realização dos experimentos. Em especial, a Ricardo José Costa, Luciana Favarato, Michela Barony, Késsia, Hamlet Geraldo, Matusalém Egidio e Warlen.

Aos colegas da Laminação de Tiras a Quente e da Metalurgia de Inox da Aperam, pelo incentivo e ajuda nos momentos difíceis. Em especial aos que supriram minha ausência durante a realização do mestrado.

Às colegas de classe Daniela Rodrigues e Dirceni Amorim pelo apoio e companheirismo nessa longa jornada.

A todos que não foram mencionados aqui, mas mesmo assim não deixaram de ser muito importantes na execução deste trabalho.

## SUMÁRIO

Lista de figuras.....	iii
Lista de tabelas.....	vi
Lista de notações.....	vii
Resumo .....	ix
Abstract.....	x
1- Introdução.....	1
2- Objetivo .....	3
3- Revisão Bibliográfica .....	4
3.1 – Aços Inoxidáveis Duplex.....	4
3.1.1 – História dos Aços Inoxidáveis Duplex .....	4
3.1.2 – Composição Química dos Aços Inoxidáveis Duplex .....	7
3.1.3 – O Papel dos Elementos de Liga em Aços Inoxidáveis Duplex.....	9
3.1.4 – Processo de fabricação.....	12
3.1.4.1 – Elaboração .....	12
3.1.4.2 – Conformação a Quente .....	13
3.1.5 – Lei das Misturas.....	22
3.1.6 – Propriedades Mecânicas .....	23
3.2 – Mecanismos de Endurecimento .....	25
3.2.1 - Endurecimento por Precipitação.....	25
3.2.2 - Endurecimento por Deformação – Encruamento .....	26
3.2.3 - Endurecimento por Solução Sólida .....	28
3.2.4 - Endurecimento por Tamanho de Grão .....	29
3.3 – Mecanismos de amaciamento .....	29
3.3.1 - Recuperação .....	29
3.3.2 - Recristalização.....	31
3.3.3 - Recristalização dinâmica .....	32
3.3.4 - Recristalização estática.....	34
3.3.5 - Recristalização metadinâmica .....	34
3.4 – Torção a Quente.....	35
4- Metodologia.....	40
4.1- Material.....	40

4.2 – Método .....	41
4.2.1 – Tratamento Térmico .....	41
4.2.1.1- Pré-Teste.....	41
4.2.1.2 - Tratamento Térmico .....	42
4.2.2 – Torção a Quente.....	44
4.3 – Preparação das Amostras para Microscopia Ótica .....	47
4.3.1 – Tratamento Térmico .....	47
4.3.2 – Torção a Quente.....	48
4.4 - Técnicas para caracterização da Microestrutura e percentual da fase Austenita	49
5- Resultados.....	50
5.1 - Condição inicial da microestrutura.....	50
5.2 - Comportamento microestrutural após tratamento térmico.....	50
5.2.1- Pré-teste .....	50
5.2.2- Tratamento Térmico .....	53
5.2.2.1- Microestruturas após TratamentoTérmico .....	53
5.2.2.2- Percentual de Austenita após TratamentoTérmico.....	57
5.3 - Comportamento mecânico e microestrutural após Torção a quente.....	58
5.3.1- Curvas de escoamento plástico.....	58
5.3.2 - Microestruturas após torção a quente .....	62
6 - Discussão.....	68
6.1 - Microestruturas iniciais .....	68
6.2 - Curvas de escoamento plástico.....	71
6.3 - Microestruturas após torção a quente .....	79
6.3.1 - Influência da temperatura .....	79
6.3.1 - Influência da taxa de deformação .....	80
6.3.2 - Influência da deformação .....	81
7 - Conclusões.....	83
8- Referência Bibliográfica.....	84

*Lista de figuras*

Figura 3.1 - Adicionando níquel, a estrutura cristalográfica muda de cúbica de corpo centrado (níquel pouco ou nenhum) para cúbica de face centrada (pelo menos 8% de níquel) (5).	11
Figura 3.2 - Aumentando o percentual de níquel, a microestrutura do aço inoxidável muda de ferrítica (a) para duplex (b) para austenítica (c) (5).	12
Figura 3.3 - Microtrinca intergranular entre ferrita e austenita no aço 2205 (16).	14
Figura 3.4 - Efeito da prelaminação na qualidade da borda para o AID 2205 (a) bobina de 5mm sem pré-laminação (b) bobina de 3mm com pré-laminação (16).	16
Figura 3.5 - Diagrama de fase Níquel-Cromo com o desejável limite de temperatura de laminação (7).	17
Figura 3.6 - Análise microestrutural da borda de uma chapa grossa de 15mm de espessura do aço 2304 (16). Seção longitudinal.	17
Figura 3.7 - Micrografias da estrutura inicial como lingotada (a) e (b) e como laminada após tratamento térmico (c) e (d) (22).	18
Figura 3.8 - Amostras deformadas por torção a quente para $\epsilon=1,6$ $\dot{\epsilon}=1s^{-1}$ , sendo obtidas (a), (b) e (c) como lingotadas e (d) como laminada (22).	19
Figura 3.9 - Curvas de tensão e deformação equivalentes determinadas por torção a quente entre 1000 °C e 1200°C e taxas de deformação de 0,1, 1 e 5s <sup>-1</sup> (20).	20
Figura 3.10 – Efeito do percentual de Nitrogênio na ductilidade a quente do aço inoxidável 2304 (23).	22
Figura 3.11 – Comparações da curva de tensão de pico do aço duplex (23Cr-4,8Ni-1,3Mn-0,095N) obtida por ensaio de torção a 1100°C e curva de tensão de pico usando as leis das misturas com dados obtidos das curvas de tensões de pico da ferrita e austenita da literatura (25)	23
Figura 3.12 - Comparação do limite de escoamento típicos de aços inoxidáveis duplex e austenítico 316L (6).	24
Figura 3.13 - Torção em uma barra sólida (29).	39
Figura 4.1 - Diagrama de Schaeffler ilustrando a posição das famílias de aços inoxidáveis em função do Cr e Ni equivalentes (17).	41
Figura 4.2 - Desenho esquemático do ensaio de tratamento térmico (pré-teste).	42
Figura 4.3 - Desenho esquemático do ensaio de tratamento térmico final.	43
Figura 4.4 - Foto do ensaio de tratamento térmico.	43
Figura 4.5 - Desenho esquemático do ensaio de torção a quente.	44
Figura 4.6 - Foto do ensaio de torção	46
Figura 4.7 - Dimensões do corpo de prova para ensaio de torção.	46
Figura 4.8 - Esquema da região de análise da microestrutura nos corpos de prova submetidos aos ensaios de torção a quente.	48
Figura 4.9 - Esquema da região de análise da microestrutura nos corpos de prova submetidos aos ensaios de torção a quente.	49
Figura 5.1 - Microestrutura na condição como fornecido. Austenita 48% $\pm 30\%$ .	50
Figura 5.2 - Microestrutura após TT a 1250°C por 5 minutos. Austenita 26,6% $\pm 10\%$ .	51
Figura 5.3 - Microestrutura após TT a 1250°C por 15 minutos. Austenita 22,8% $\pm 10\%$ .	52

Figura 5.4 - Microestrutura após TT a 1250°C por 30 minutos. Austenita 23,2% ± 3%.	52
Figura 5.5 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 900°C. Austenita 28% ± 2,5%.	53
Figura 5.6 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 950°C. Austenita 30% ± 2,9%.	54
Figura 5.7 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 1000°C. Austenita 29% ± 2,4%.	54
Figura 5.8 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 1050°C. Austenita 25% ± 2,6%.	55
Figura 5.9 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 1100°C. Austenita 23% ± 3,2%.	55
Figura 5.10 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 1150°C. Austenita 23% ± 2%.	56
Figura 5.11 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 1200°C. Austenita 20% ± 2,6%.	56
Figura 5.12 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 1250°C. Austenita 18% ± 2,6%.	57
Figura 5.13 - % de Austenita para Tt variando de 900 a 1250°C sem tempo de espera.	58
Figura 5.14 – Curvas de escoamento plástico na Tt a 1000°C, 1100°C e 1200°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 0,1s <sup>-1</sup> .	59
Figura 5.15 – Curvas de escoamento plástico na Tt a 1000°C, 1100°C e 1200°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 1s <sup>-1</sup> .	59
Figura 5.16 – Curvas de escoamento plástico na Tt a 1000°C, 1100°C e 1200°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 5s <sup>-1</sup> .	59
Figura 5.17 – Curvas da variação da tensão de pico deformada nas Tt a 1000°C, 1100°C e 1200°C e $\dot{\epsilon}$ de 0,1s <sup>-1</sup> , 1s <sup>-1</sup> e 5s <sup>-1</sup> .	61
Figura 5.18 – Curvas da variação da ductilidade a quente deformada com $\dot{\epsilon}$ de 0,1s <sup>-1</sup> , 1s <sup>-1</sup> e 5s <sup>-1</sup> em função da Tt 1000°C, 1100°C e 1200°C.	61
Figura 5.19 – Curvas da variação da ductilidade a deformada na Tt a 1000°C, 1100°C e 1200°C em função da $\dot{\epsilon}$ 0,1s <sup>-1</sup> , 1s <sup>-1</sup> e 5s <sup>-1</sup> .	62
Figura 5.20 - Microestrutura após deformação na Tt 1000°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 0,1s <sup>-1</sup> .	63
Figura 5.21 - Microestrutura após deformação na Tt 1100°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 0,1s <sup>-1</sup> .	64
Figura 5.22 - Microestrutura após deformação na Tt 1200°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 0,1s <sup>-1</sup> .	64
Figura 5.23 - Microestrutura após deformação na Tt 1000°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 1s <sup>-1</sup> .	65
Figura 5.24 - Microestrutura após deformação na Tt 1100°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 1s <sup>-1</sup> .	65
Figura 5.25 - Microestrutura após deformação na Tt 1200°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 1s <sup>-1</sup> .	66
Figura 5.26 - Microestrutura após deformação na Tt 1000°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 5s <sup>-1</sup> .	66
Figura 5.27 - Microestrutura após deformação na Tt 1100°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 5s <sup>-1</sup> .	67
Figura 5.28 - Microestrutura após deformação na Tt 1200°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 5s <sup>-1</sup> .	67
Figura 6.1 – Percentual das fases austenita e ferrita do aço duplex UNS S32304 na composição química estudada em função da temperatura. Calculado via Termo-calc.	68
Figura 6.2 - Microestrutura na Tt 1050°C por um te de 300 segundos. Austenita 42% ± 3%.	70
Figura 6.3 – Microtrinca na Tt 1100°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 0,1s <sup>-1</sup> .	73
Figura 6.4 – Microtrinca na Tt 1100°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 0,1s <sup>-1</sup> . Sem ataque.	73
Figura 6.5 – Microtrinca Tt 1100°C a uma $\dot{\epsilon}$ de 0,1s <sup>-1</sup> . Sem ataque.	74

- Figura 6.6 – Microtrinca na Tt 1000°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $1\text{s}^{-1}$ . Seção transversal sem ataque. 75
- Figura 6.7 – Microtrinca na Tt 1100°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $1\text{s}^{-1}$ . Seção transversal sem ataque. 75
- Figura 6.8 – Comparação da tensão de pico para o aço duplex UNS S32304 deste estudo (R) e o resultado levando se em conta a lei das misturas (M). ..... 78

*Lista de tabelas*

Tabela 3.1 – Composição química dos aços inoxidáveis duplex (% em peso) (5) (6). ....	5
Tabela 3.2 – Composição Química do aço 2304 (23).....	21
Tabela 3.3 - Comparação da ductilidade de Aços Inoxidáveis Duplex e Austeníticos de acordo com os requisitos da ASTM A 240 (15). ....	25
Tabela 4.1 – Composição química do aço estudado (% em peso).....	40
Tabela 4.2 – Condições de Temperaturas e taxas de deformação testadas.....	45

*Lista de notações*

2205	UNS S32205
2304	UNS S32304
AID	Aços inoxidáveis duplex
AOD	Descarburização por Argônio e Oxigênio
C	Carbono
Cr	Cromo
Cr <sub>(eq)</sub>	Cromo equivalente
Cu	Cobre
DRV	Recuperação dinâmica
DRX	Recristalização dinâmica
DSS	Duplex stainless steel
EFE	Energia de falha de empilhamento
$\varepsilon_{eq}$	Deformação equivalente
$\dot{\varepsilon}$	Taxa de deformação
$\varepsilon$	Deformação
$\varepsilon_t$	Deformação total
$\varepsilon_a$	Deformação aplicada
$\varepsilon_c$	Deformação crítica
$\varepsilon_p$	Deformação de pico
$\theta$	Deformação angular
Fe	Ferro
$f\gamma$	Fração volumétrica da fase austenita
$f\alpha$	Fração volumétrica da fase ferrita
GBS	Deslizamento no contorno de grão
L	Comprimento útil do corpo de prova
Mn	Manganês
Mo	Molibdênio
m	Coefficiente de sensibilidade à mudança na taxa de deformação angular,
n	Coefficiente de sensibilidade à mudança na deformação angular.
Nr	Número de rotações
Ñr	Número de rotações por segundo
N	Nitrogênio
Ni	Níquel
Ni <sub>(eq)</sub>	Níquel equivalente
PREN	Número equivalente de resistência ao pite
R	Raio do corpo de prova
Si	Silício
SRX	Recristalização estática
Ta	Temperatura ambiente
Te	Temperatura de encharque
te	Tempo de ensaio
t <sub>t</sub>	Tempo de torção
Tf	Temperatura de fusão
Tt	Temperatura de teste
$\sigma_{eq}$	Tensão equivalente
$\sigma_p$	Tensão de pico

$\sigma_{\text{duplex}}$	Tensão de pico do duplex
$\sigma_{\gamma}$	Tensão de pico da fase austenita
$\sigma_{\alpha}$	Tensão de pico da fase ferrita
$\Gamma$	Torque
VOD	Descarburização a Vácuo por Oxigênio
W	Vanádio
ZAC	Zona Afetada pelo Calor

## *Resumo*

Aços inoxidáveis duplex (AID) tem duas fases dúcteis, isto é, ferrita e austenita, com uma proporção de cada fase de cerca de 50%. A principal vantagem em comparação com outros aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos é a excelente combinação de alta resistência mecânica e resistência à corrosão com boa conformabilidade e soldabilidade. Infelizmente, AID apresentam em geral, uma baixa ductilidade a quente e como consequência, defeitos superficiais como trincas de bordas e lascas são sempre suscetíveis, o que torna o processo de fabricação do AID complexo na etapa de laminação a quente. O ensaio de torção a quente foi utilizado neste estudo para avaliar a influência da temperatura e da taxa de deformação na ductilidade a quente do AID UNS S32304 numa faixa de temperatura entre 1000 e 1200°C e taxas de deformação entre 0,1 a 5s<sup>-1</sup>. A baixa ductilidade foi devida à formação de trincas na interface entre a ferrita e a austenita e está relacionada principalmente a diferença de comportamento mecânico entre as fases austenita e ferrita durante a deformação. O aumento da temperatura resultou no aumento da ductilidade a quente. O aumento na taxa de deformação resultou na diminuição da ductilidade a quente.

*Abstract*

Duplex stainless steels (DSS) have two ductile phases, i.e. ferrite and austenite, with a balance around 50% of each phase. The main advantage in comparison with other austenitic and ferrite stainless steels is the excellent combination of high strength and corrosion resistance together with good formability and weldability. Unfortunately, DSS present in general a poor hot workability and as a consequence, surface defects as edge cracks and slivers are always susceptible, what became complex the fabrication process of the DSS during the stage of hot rolling. Hot torsion tests were subjected in this study to evaluate the hot ductility of DSS UNS S32304 at a temperature range of 1000 to 1200°C and strain rate from 0.1 to 5s<sup>-1</sup>. The low ductility was attributed to the crack formation at the austenite and ferrite interface and is mainly related to the difference in mechanical behavior between austenite and ferrite phases during deformation. The increase in temperature resulted in higher ductility. The increase in the deformation rate resulted in lower ductility.

## 1- Introdução

Os aços inoxidáveis duplex (AID) são definidos como uma família de aços inoxidáveis formados por duas fases dúcteis: ferrita e austenita com uma proporção de cada fase em torno de 50%. Estes aços apresentam uma atrativa combinação de excelentes propriedades mecânicas com excelente resistência à corrosão adequadas para aplicações em ambientes marinhos, indústrias de papel, celulose e petroquímicas.

Historicamente a fabricação do aço inoxidável duplex apresenta como principal problema a baixa ductilidade a quente deste material, como consequência direta da sua microestrutura austeno-ferrítica, o que resulta em trincas de borda. A presença de duas fases dúcteis na microestrutura, mas que se comportam de forma muito diferente em relação à deformação a quente, leva facilmente a condições de produzir defeitos graves que só podem ser evitados dentro de uma estreita janela de processamento. Estudos publicados na literatura nos permitem esclarecer um pouco os motivos deste comportamento. A ductilidade a quente pobre dos AID pode ser devida a diferentes fatores como: o balanço de fases (1), a distribuição, o tamanho e a forma da segunda fase (2), e possivelmente também na diferença na reologia entre ferrita e austenita (3) (4).

O AID mais utilizado é o UNS S32205 por apresentar maior resistência mecânica e elevada resistência à corrosão. Isso se deve ao elevado teor de liga em torno de 22% de cromo, 5% de níquel e 3% de molibdênio. No entanto o AID UNS S32304 vem aumentando sua participação no mercado pelo seu menor custo comparado ao UNS S32205, pois possui menor percentual de níquel, em torno de 3,5% e pouco molibdênio,

em torno de 0,3% . Ele pode ser aplicado em substituição aos outros aços inoxidáveis 316 e 304 com redução de custo e peso dos equipamentos. O mercado brasileiro vem apresentando uma demanda crescente dos AID devido ao recente aumento das atividades de exploração de petróleo e gás e as exigências das indústrias de papel e celulose. Até 2008, todo o AID utilizado no país era importado. Em 2009, este aço começou a ser produzido no país pela empresa APERAM SOUTH AMERICA.

Uma das dificuldades de se entender a baixa ductilidade a quente dos AID é o fato de haver poucos estudos publicados na literatura relacionados a este tópico. Quando se fala em AID, uma gama muito grande de artigos é encontrada descrevendo dois principais temas: a precipitação de fase intermetálica ( $\sigma$ ) nos processos de soldagem, mais relacionado ao aço UNS S32205, e estudos de resistência à corrosão voltados para a aplicação destes aços em diversos meios corrosivos.

Entre os estudos publicados, os métodos mais utilizados para a avaliação da ductilidade a quente são o ensaio de torção a quente e o de compressão plana. O ensaio de compressão plana é o que mais se aproxima do processo de laminação, que é o processo industrial de maior interesse no assunto, mas não pode dar as deformações totais do processo de laminação, sendo estas possíveis apenas com o ensaio de torção. Portanto, o objetivo deste projeto será o estudo da ductilidade a quente do AID UNS S32304 na faixa de temperatura entre 1000 e 1200°C.

## **2- Objetivo**

- Avaliar a influência da temperatura e da taxa de deformação na ductilidade a quente do aço inoxidável duplex UNS S32304.

### **3- Revisão Bibliográfica**

#### ***3.1 – Aços Inoxidáveis Duplex***

##### ***3.1.1 – História dos Aços Inoxidáveis Duplex***

Os aços inoxidáveis duplex, ou seja, aqueles com uma microestrutura mista de cerca de proporções iguais de austenita e ferrita, já existem há mais de 80 anos. As primeiras séries foram ligas de cromo, níquel e molibdênio. O primeiro aço inoxidável duplex forjado foi produzido na Suécia em 1930 e foi usado na indústria de papel sulfite. Estes aços foram desenvolvidos para reduzir os problemas de corrosão intergranular dos aços inoxidáveis austeníticos de alto carbono. Lingotes de duplex foram produzidos na Finlândia, em 1930, e uma patente foi concedida na França em 1936 para o precursor do que viria a ser conhecido como Uranus 50 conforme tabela 3.1. Uma das primeiras séries de duplex desenvolvida especificamente para melhorar a resistência a corrosão sob tensão em ambientes com cloreto foi o 3RE60 (5).

O tipo AISI 329 tornou-se bem estabelecido após a Segunda Guerra Mundial e foi usado extensivamente para tubo de trocador de calor para a produção de ácido nítrico. Em anos subsequentes, aços duplex forjados e fundidos foram usados para uma variedade de processos e aplicações da indústria, incluindo navios, trocadores de calor e bombas.

Esta primeira geração de aços inoxidáveis duplex possuía características boas de desempenho, mas tinha limitações na condição soldada. A zona afetada pelo calor da solda (ZAC) tinha baixa resistência mecânica por causa da ferrita excessiva e significativamente menor resistência à corrosão do que o metal base. Estas limitações

confinaram o uso da primeira geração de aços inoxidáveis duplex, sob a condição de não soldados, para algumas aplicações específicas.

Tabela 3.1 – Composição química dos aços inoxidáveis duplex (% em peso) (5) (6).

Nome	UNS N°	EN N°	C	Cr	Ni	Mo	N	Mn	Cu	W
<b>Primeira geração</b>										
329	S32900	1.4460	0.08	23.0 - 28.0	2.5-5.0	1.0-2.0	-	1.00		
3RE60	S31500	1.4417	0.030	18.0-19.0	4.3-5.2	2.50-3.00	0.05-0.1			
Uranus	S32404		0.04	20.5-22.5	5.5-8.5	2.0-3.0	-	2.00	1.00-2.00	
<b>Segunda geração</b>										
<b>Lean Duplex</b>										
	S32001	1.4482	0.030	19.5-21.5	1.0-3.0	0.6	0.05-0.17	4.0-6.0	1.0	
	S32101	1.4162	0.04	21.0-22.0	1.35-1.7	0.1-0.8	0.2-0.25	4.0-6.0	0.1-0.8	
	S32202	1.4062	0.03	21.5-24.0	1.0-2.8	0.45	0.18-0.26	2.00	-	
	S82011		0.03	20.5-23.5	1.0-2.0	0.1-1.0	0.15-0.27	2.0-3.0	0.5	
2304	S32304	1.4362	0.03	21.5-24.5	3.0-5.5	0.05-0.60	0.05-0.20	2.50	0.05-0.60	
		1.4655	0.03	22.0-24.0	3.5-5.5	0.1-0.6	0.05-0.20	2.00	1.0-3.0	
<b>Standard</b>										
	S32003		0.030	19.5-22.5	3.0-4.0	1.5-2.0	0.14-0.2	2.00	-	-
2205	S31803	1.4462	0.030	21.0-23.0	4.5-6.5	2.5-3.5	0.08-0.20	2.00	-	-
2205	S32205	1.4462	0.030	22.0-23.0	4.5-6.5	3.0-3.5	0.14-0.20	2.00	-	-
<b>25 Cr</b>										
	S31200		0.030	19.5-22.5	3.0-4.0	1.5-2.0	0.14-0.20	2.00	-	-
DP-3	S31260		0.030	24.0-26.0	5.5-7.5	5.5-7.5	0.10-0.30	1.00	0.20-0.80	0.10-0.50
	S32506		0.030	24.0-26.0	5.5-7.2	3.0-3.5	0.08-0.2	1.00	-	0.1-0.5
	S32520	1.4507	0.030	24.0-26.0	5.5-8.0	3.0-4.0	0.20-0.350	1.50	0.50-2.00	-
UR 52	S32550	1.4507	0.030	24.0-26.0	5.5-8.0	3.0-5.0	0.20-0.35	1.50	0.50-3.00	-
<b>Superduplex</b>										
2507	S32750	1.4410	0.030	24.0-26.0	6.0-8.0	3.0-5.0	0.24-0.32	1.2	0.50	-
Zeron	S32760	1.4501	0.030	24.0-26.0	6.0-8.0	3.0-4.0	0.20-0.30	1.0	0.50-1.00	0.50-1.00
	S32808		0.030	27.0-27.9	7.0-8.2	0.8-1.2	0.30-0.40	1.1	-	2.1-2.5
	S32906		0.030	28.0-30.0	5.8-7.5	1.5-2.6	0.30-0.40	0.80-1.5	0.8	-
	S32950		0.030	26.0-29.0	3.5-5.2	1.0-2.5	0.15-0.35	2.00	-	-
DP - 3W	S39274		0.030	24.0-26.0	6.8-8.0	2.5-3.5	0.24-0.32	1.0	0.20-0.80	1.50-2.50
	S39277		0.025	24.0-26.0	6.5-8.0	3.0-4.0	0.23-0.33	0.80	1.2-2.0	0.8-1.2
		1.4477	0.030	28.0-30.0	5.8-7.5	1.5-2.6	0.30-0.40	0.8-1.5	<0.8	-
<b>Hiperduplex</b>										
	S32707		0.030	26.0-29.0	5.5-9.5	4.0-5.0	0.30-0.50	1.5	1.0	-
	S33207		0.030	29.0-33.0	6.0-9.0	3.0-5.0	0.40-0.60	1.5	1.0	-

Durante os últimos anos da década de 60 e os primeiros de 70, ocorreram dois fatos importantes que alavancaram o desenvolvimento e uso dos aços inoxidáveis duplex. Primeiro, foi o aumento da demanda de aços inoxidáveis por causa do desenvolvimento da indústria petrolífera em águas oceânicas, juntamente com a falta de níquel, que elevou o preço das ligas inoxidáveis austeníticas. Segundo, a produção de aços melhorou drasticamente em 1968 com a descoberta das técnicas de refino por VOD

(Vacuum Oxygen Decarburisation) e AOD (Argon Oxygen Decarburisation) (5) (7). Estas técnicas abriram a possibilidade de um amplo espectro de novos aços inoxidáveis. Entre os avanços possíveis com a entrada do AOD no processo de produção, está a adição deliberada de nitrogênio como elemento de liga. A adição de Nitrogênio torna possível uma ZAC com mais tenacidade e com resistência à corrosão que se aproxima do metal base na condição soldada.

A segunda geração de aços inoxidáveis duplex é definida por suas ligas de nitrogênio. Este novo desenvolvimento comercial, que começou no final dos anos 1970, coincidiu com o desenvolvimento de campos de gás e de petróleo *offshore* no Mar do Norte e a demanda por aço inoxidável de excelente resistência à corrosão por cloreto, boa fabricação e de alta resistência. O aço duplex 2205 se tornou o carro-chefe da segunda geração de duplex e foi usado extensivamente para tubos de extração de gás, aplicações em plataformas *offshore*, indústrias química, fotográfica, de papel e de tintas e equipamentos para dessulfuração (8).

A elevada resistência mecânica dos aços inoxidáveis duplex permite reduzir a espessura e peso nas plataformas e provem um incentivo considerável para o uso destes aços inoxidáveis. Assim como os aços inoxidáveis austeníticos, os aços inoxidáveis duplex são uma família de aços, que variam seu desempenho em resistência a corrosão em função de seu teor liga. O PREN, (Número Equivalente de Resistência ao Pite) é utilizado para comparar o desempenho de resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex. É dado pela equação (3.1)

$$PREN = \%Cr + 3.3 (\%Mo + 0.5\%W) + 16\%N \quad (3.1)$$

O desenvolvimento dos aços inoxidáveis duplex continuou, e podendo atualmente pode ser dividido em cinco grupos (6):

- *lean* duplex, como o 2304, que não contém adição deliberada de Mo;
- 2205, o aço carro chefe (*standard*), respondendo por mais de 80% do uso de duplex;
- duplex 25 Cr como o aço 255 e com PREN menor que 40;
- superduplex (PREN 40-45), com 25-26% de Cr com maior percentual de Mo e N em comparação com os aços de 25 Cr, incluindo aços tais como 2507.
- hiperduplex definido como um aço duplex de alta liga com um PREN acima de 45

### 3.1.2 – Composição Química dos Aços Inoxidáveis Duplex

Os aços inoxidáveis duplex contem uma mistura de grãos ferríticos e austeníticos. Uma microestrutura completamente ferrítica é formada durante a solidificação. Uma transformação parcial para austenita ocorre durante o resfriamento produzindo partículas de austenita em uma matriz ferrítica.

As características mais marcantes desses aços resultam da atuação de mecanismos que dependem da composição química de cada liga, ou seja, dos efeitos de elementos de liga em solução sólida substitucional, em solução sólida intersticial, e da fração volumétrica de cada uma das fases (9).

A existência da microestrutura bifásica nos aços inoxidáveis duplex é determinada pela partição preferencial dos elementos de liga que compõem as fases ferrita e austenita,

principalmente pelos teores de cromo (Cr) e níquel (Ni). Elementos de liga como o níquel, cobre (Cu), manganês (Mn) e nitrogênio (N) tendem a promover a formação da austenita. Esses elementos estão concentrados preferencialmente nessa fase e são chamados de gamagêneos. Por outro lado, elementos de liga como o cromo, molibdênio e silício (Si) tendem a promover a formação da ferrita e estão concentrados preferencialmente nessa fase e são chamados de alfa-gêneos (10) (11). Havendo um aumento na fração volumétrica da ferrita, haverá uma diminuição na concentração de Cr e Mo na mesma, e a resistência à corrosão do material diminuirá (12).

É aceito que as propriedades favoráveis do AID podem ser alcançadas para um balanço de fase na faixa de 30 a 70% de ferrita e austenita. No entanto, os aços inoxidáveis duplex são mais comumente considerados como tendo quantidades aproximadamente iguais de ferrita e austenita, com produção comercial atual, apenas um pouco favorecendo a austenita para melhores características de processamento e resistência. As interações dos principais elementos de liga, particularmente o cromo, nitrogênio, molibdênio e níquel, são bastante complexas. Para conseguir uma estrutura duplex estável que responde bem ao tratamento dado e processos de fabricação, cuidados devem ser tomados para obter o nível correto de cada um desses elementos (5)

Numerosas mudanças microestruturais podem ocorrer no AID durante os tratamentos térmicos. Mas essas transformações ocorrem mais facilmente na fase ferrita, devido à maior taxa de difusão; aproximadamente 100 vezes maior do que da fase austenita. Essa maior taxa de difusão é uma consequência da estrutura cristalina cúbica de corpo centrado da ferrita (7).

A transformação de fase no estado sólido de ferrita em austenita é a principal mudança estrutural que ocorre durante o processamento mecânico a quente desses aços. Esta transformação ocorre por nucleação e crescimento em altas temperaturas (acima de 650°C). A cinética de crescimento da austenita é controlada por difusão na interface ferrita/austenita (13). A variação da proporção de austenita transformada de um aço duplex pode ser estimada a partir de curvas de transformação em função do tempo e da temperatura (14).

### *3.1.3 – O Papel dos Elementos de Liga em Aços Inoxidáveis Duplex*

A seguir será apresentada uma breve revisão dos efeitos dos elementos de liga mais importantes nas propriedades mecânicas, físicas e de corrosão dos aços inoxidáveis duplex.

**Cromo:** Um mínimo de cerca de 10,5% de cromo é necessário para formar um filme passivo estável de cromo que é suficiente para proteger um aço contra a corrosão atmosférica leve. A resistência a corrosão de um aço inoxidável aumenta com aumento do teor de cromo. O cromo é um elemento ferritizante, o que significa que a adição de cromo estabiliza a estrutura cúbica de corpo centrado do ferro. Para maior teor de cromo, mais níquel é necessário para formar uma estrutura austenítica ou duplex (austenítica-ferrítica). Um teor mais alto de cromo também promove a formação de fases intermetálicas. Geralmente, há pelo menos 18% Cr em aços inoxidáveis austeníticos e pelo menos 22% na segunda geração dos aços inoxidáveis duplex. O cromo também aumenta a resistência à oxidação em temperaturas elevadas. Este efeito

do cromo é importante por causa de sua influência sobre a formação e remoção de carepa de óxidos resultantes de tratamento térmico ou soldagem. Os aços inoxidáveis duplex são mais difíceis de decapar do que os aços inoxidáveis austeníticos (5).

**Molibdênio:** O molibdênio atua juntamente com o cromo promovendo resistência à corrosão por cloreto nos aços inoxidáveis. Quando o percentual de cromo de um aço inoxidável é pelo menos 18%, adições de molibdênio se torna cerca de três vezes mais eficaz que adições de cromo contra corrosão por pites e em frestas em ambientes contendo cloretos segundo a equação 3.1. O molibdênio é um elemento ferritizante e também aumenta a tendência de um aço inoxidável para formar fases intermetálicas prejudiciais. Portanto, é geralmente restrito a menos que cerca de 5% em aços inoxidáveis duplex (5).

**Nitrogênio:** O nitrogênio aumenta a resistência à corrosão por pites e em frestas em aços inoxidáveis austeníticos e duplex. Ele também aumenta a resistência mecânica substancialmente e, de fato, é a solução sólida mais eficaz no endurecimento do aço. Retarda a formação de fases intermetálicas o suficiente para permitir o processamento e fabricação dos aços inoxidáveis duplex. É adicionado para aumentar a resistência à corrosão de aços inoxidáveis austeníticos e duplex que contem cromo e molibdênio para compensar suas tendências de formarem fase sigma. O nitrogênio é um elemento austenitizante e pode substituir parte do níquel no aço inoxidável austenítico. Em aços inoxidáveis duplex, o nitrogênio é adicionado normalmente quase ao seu limite de solubilidade, e a quantidade de níquel é ajustada para atingir o desejado equilíbrio de

fases. Os elementos ferritizantes, cromo e molibdênio, são balanceados pelos austenitizantes, níquel e nitrogênio, para obter a estrutura duplex (5).

Níquel: O níquel é um estabilizador da austenita, o que significa que a sua adição em ligas ferro-base promove uma mudança da estrutura cristalina do aço inoxidável de cúbica de corpo centrado (ferrita) para cúbica de face centrada (austenita) como mostra a figura 3.1. Os aços inoxidáveis ferríticos contêm pouco ou nenhum percentual de níquel, aços inoxidáveis duplex contêm uma quantidade intermediária de níquel entre 4 a 7%, e aços da série 300 - inoxidável austenítico, contêm pelo menos 7% de níquel. A estrutura cúbica de face centrada é responsável pela resistência mecânica excelente dos aços inoxidáveis austeníticos. Sua presença em cerca de metade da microestrutura dos aços inoxidáveis duplex aumenta sua resistência mecânica em relação aos aços inoxidáveis ferríticos.

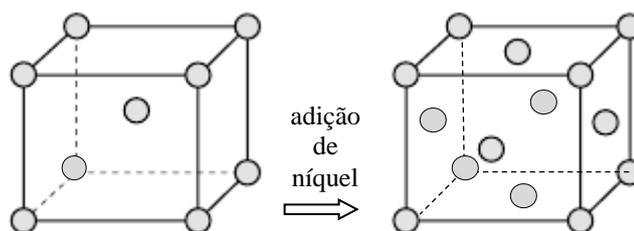


Figura 3.1 - Adicionando níquel, a estrutura cristalográfica muda de cúbica de corpo centrado (níquel pouco ou nenhum) para cúbica de face centrada (pelo menos 8% de níquel) (5).

A figura 3.2 ilustra a mudança na microestrutura à medida que se adiciona níquel. O aço inoxidável duplex, com o seu teor de níquel intermediário, tem uma microestrutura em que alguns grãos são ferríticos e alguns são austeníticos, idealmente, com quantidades iguais de cada. A adição de níquel atrasa a formação de fases intermetálicas prejudiciais em aços inoxidáveis austeníticos mas é muito menos eficaz do que o nitrogênio em retardar sua formação em aços inoxidáveis duplex.

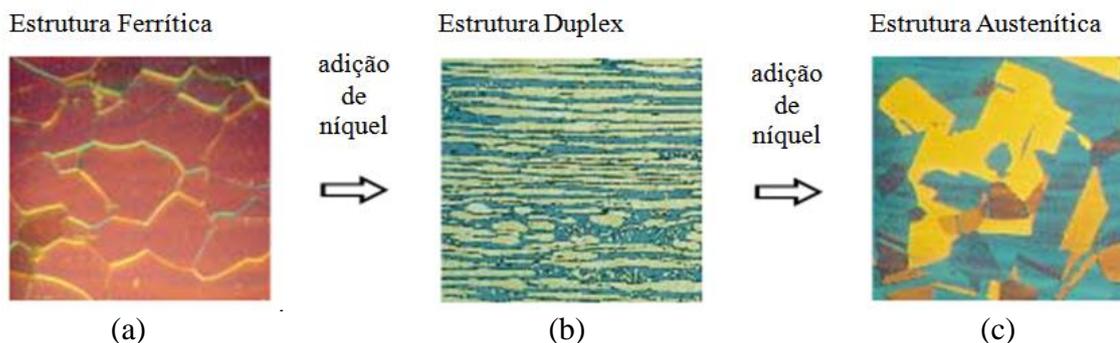


Figura 3.2 - Aumentando o percentual de níquel, a microestrutura do aço inoxidável muda de ferrítica (a) para duplex (b) para austenítica (c) (5).

### 3.1.4 – Processo de fabricação

#### 3.1.4.1 – Elaboração

Durante o processamento dos AID na Aciaria é necessário um controle muito rigoroso do teor de fósforo, enxofre, carbono e nitrogênio para garantir o atendimento à norma ASTM A240 (15). A escolha rigorosa da matéria-prima é muito importante para garantir o teor de fósforo final. Isto inclui o minério de ferro (ferro-gusa pré-tratado), cal e adições de liga (FeCr, FeMo, etc) no refino primário. A fim de obter o conteúdo de enxofre muito baixo, o carvão tem sido usado ao invés de coque como elemento redutor nos altos-fornos. Outros pontos importantes dizem a respeito do ferro-gusa pré-tratado e a escolha correta da cal (16).

O controle do teor de carbono é considerado como um desafio por causa do cromo elevado (cerca de 22% em peso) nestes aços. A melhor prática para isso é através do processo VOD, embora seja possível obtê-lo por AOD. A escolha deste processo tem uma importância elevada para obter o conteúdo de nitrogênio (16).

#### *3.1.4.2 – Conformação a Quente*

A quantidade de deformação a que um material metálico pode ser submetido sem falhar durante o processamento metalúrgico depende fundamentalmente do material, das condições de deformação e das características do processo empregado. O esforço requerido para trabalhar um dado material até diferentes níveis de deformação é uma resposta da estrutura desse material às condições impostas.

Durante a deformação a quente, mecanismos de endurecimento como o encruamento e mecanismos de amaciamentos como a recuperação e recristalização dinâmica podem operar concomitantemente na estrutura do material metálico. Esses mecanismos influenciam diretamente os níveis de ductilidade e de resistência mecânica apresentadas pelos materiais metálicos durante a deformação a quente. Quando os mecanismos de endurecimento predominam, a resistência mecânica do material é aumentada enquanto que a ductilidade decresce. Entretanto, quando os mecanismos de amaciamentos predominam, a resistência decresce enquanto a ductilidade é aumentada.

A resistência mecânica dos materiais deve ser bem conhecida para que sejam projetados equipamentos com potências necessárias para a conformação mecânica. Por outro lado, a ductilidade exerce um papel muito importante na deformação a quente do material, pois pode ser utilizada para indicar direções alternativas para se alcançar melhores níveis de trabalhabilidade. Esta otimização pode ser alcançada através de variações da composição química do material, ou das condições de deformação como a temperatura e a taxa de deformação.

Os AID são normalmente utilizados como chapas grossas. No entanto, a produção de bobinas a frio e a quente tem aumentado desde a última década (17). Os principais desafios encontrados na laminação a quente referem-se a trinca de borda, resultado da bem-conhecida ductilidade a quente pobre dos AIDs. Defeitos de ductilidade a quente podem surgir de muitas causas e são principalmente manifestados como borda serrilhada e lascas. O AID 2304 normalmente apresenta os dois defeitos. A micrografia do aço 2205 ilustrada na figura 3.3 apresenta micro trinças intergranulares nas interfaces entre ferrita (escura) e austenita (clara) na região da borda do esboço oriundo da laminação de desbaste.

De uma forma geral, é bem conhecido que durante a deformação a quente de materiais polifásicos, o comportamento mecânico depende das características plásticas de cada uma das fases, das proporções, distribuições e formas das fases, além da natureza dos contornos que separam estas fases. A presença da ferrita e austenita no AID torna o processamento mecânico a quente desses materiais mais crítico, e leva, em muitos casos, a falha do material (18) (19).

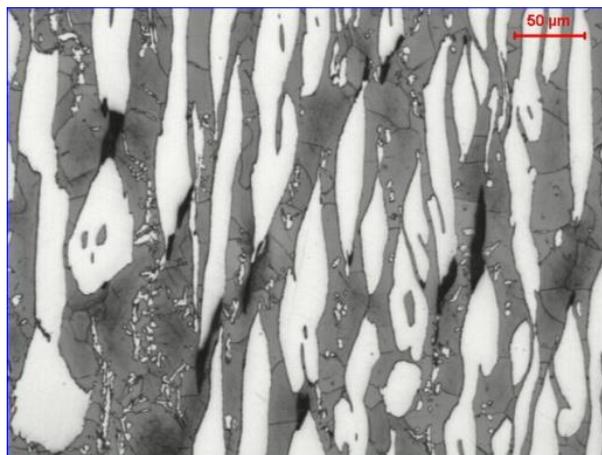


Figura 3.3 - Microtrinca intergranular entre ferrita e austenita no aço 2205 (16).

Durante a deformação a quente, a ferrita efetivamente passa por recuperação dinâmica, portanto, a sua sub-estrutura consiste de subgrãos bem poligonizados. Em contraste, o processo de restauração dinâmica é suprimido na fase austenita. A subestrutura da austenita contém redes de deslocações densas e irregulares e a recristalização dinâmica é observada apenas em temperaturas muito altas. A ductilidade a quente do AID é limitada pela ocorrência de trinca na interface ferrita/austenita, no entanto, melhora com o aumento da temperatura e com a diminuição da taxa de deformação (20).

Em alguns testes de tração a quente e exame fractográfico os resultados confirmaram que impurezas tais como S, C, P, N e O podem facilmente segregar na interface ferrita/austenita e enfraquecer a força interfacial e a ductilidade a quente (21).

A maior ductilidade do 2205 em comparação com o 2304 talvez possa ser devida a uma redução na incompatibilidade no comportamento do escoamento plástico das duas fases, pois o Mo particionado para a fase ferrita causa endurecimento por solução sólida e retarda o processo de recuperação dinâmica na ferrita. É possível que o Mo também possa influenciar tanto a forma e a distribuição da fase austenita, podendo aumentar a coesão da interface austenita / ferrita que deve suprimir a propagação da trinca (20).

Uma das formas de reduzir a ocorrência de trinca de bordas em materiais planos é a inclusão da etapa de pré-laminação da placa para uma espessura menor, em torno de 150mm. A figura 3.4 ilustra o efeito da pré-laminação na qualidade da borda para o AID 2205.

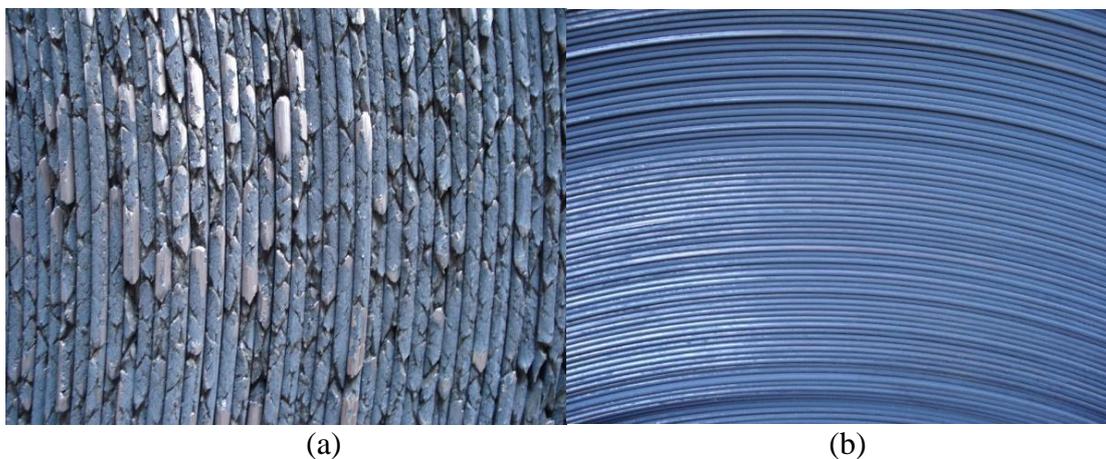


Figura 3.4 - Efeito da prelaminação na qualidade da borda para o AID 2205 (a) bobina de 5mm sem pré-laminação (b) bobina de 3mm com pré-laminação (16).

A laminação a partir de placa pré-laminada, permite obter temperaturas mais elevadas durante a laminação e também uma menor redução por passe (16). Quanto maior a temperatura inicial de laminação, mais passes ocorrerão enquanto a microestrutura dominante for ferrita conforme ilustrado na figura 3.5 pelo retângulo cinza. No entanto, não é fácil trabalhar com elevada temperatura e baixa redução por passe. Aumentando o número de passes implica em maior perda de temperatura e mais austenita é formada. O aumento na temperatura e no tempo de reaquecimento leva ao risco de fluência das placas dentro do forno, o que pode ocasionar interrupção no processo de laminação a quente.

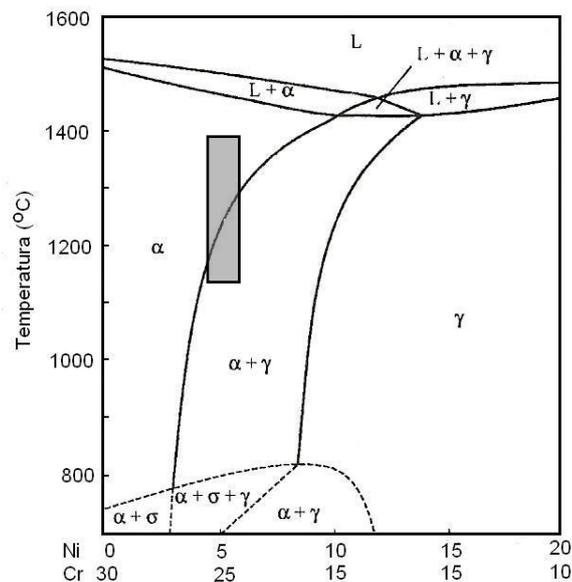


Figura 3.5 - Diagrama de fase Níquel-Cromo com o desejável limite de temperatura de laminação (7).

A figura 3.6 mostra uma micrografia do aço 2304 laminado para chapa grossa de espessura de 15mm contendo trincas na região da borda. Como já mencionado, o AID 2304 apresenta uma pior ductilidade a quente.

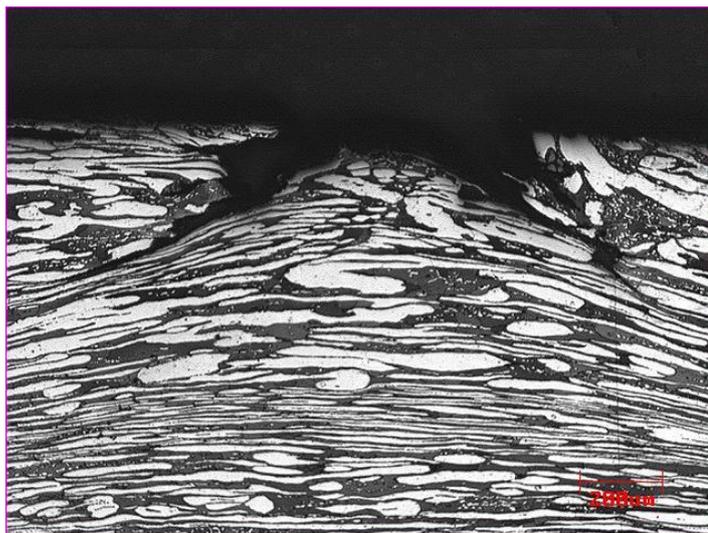


Figura 3.6 - Análise microestrutural da borda de uma chapa grossa de 15mm de espessura do aço 2304 (16). Seção longitudinal.

A laminação a quente envolve um modo de deformação por compressão plana, mas tensões de cisalhamento são desenvolvidas perto da superfície em contato com os cilindros. Estas bandas de cisalhamento formam um ângulo de cerca de 30-35° com a superfície do material e em certos locais onde a localização de tensão é mais acentuada leva a formação de trincas graves (1).

Um estudo feito por diversos autores (22) comparou a influência da microestrutura inicial de um AID com 23Cr-4.8Ni-1.3Mn-0.22Mo-0.025C-0.095N na deformabilidade a quente através de torção a quente. Foram testadas amostras fornecidas com microestrutura inicial na condição como lingotada e como laminada com uma redução de 77%. A amostra como lingotada tinha uma estrutura inicial dendrítica de austenita em uma matriz ferrita. As duas fases têm uma estrutura de tamanho de grão grosseiro, sendo a austenita constituída por monocristais como mostra a figura 3.7 (a) e (b).

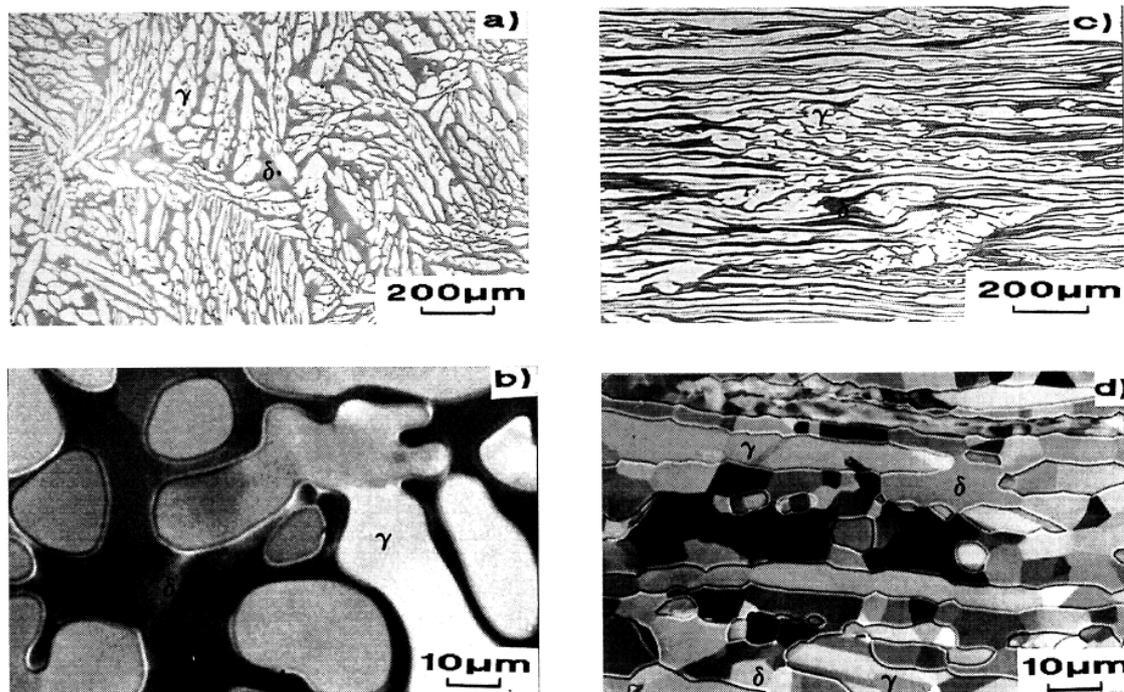


Figura 3.7 - Micrografias da estrutura inicial como lingotada (a) e (b) e como laminada após tratamento térmico (c) e (d) (22).

A amostra como laminada tinha uma estrutura inicial com ambas as fases orientadas na direção de laminação e totalmente recristalizadas como consequência de tratamento térmico prévio como mostra a figura 3.7 (c) e (d).

Depois de deformadas por torção a quente as amostras foram resfriadas rapidamente. A figura 3.8 mostra os corpos de prova deformados com taxa de deformação semelhante e diferentes temperaturas.

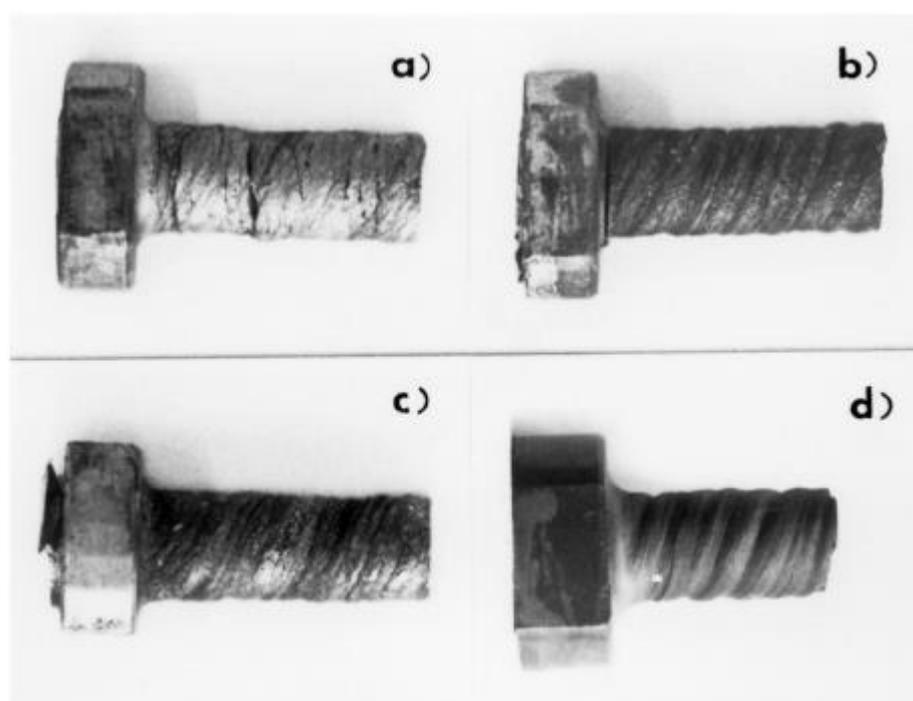


Figura 3.8 - Amostras deformadas por torção a quente para  $\epsilon=1,6$   $\dot{\epsilon}=1s^{-1}$ , sendo obtidas (a), (b) e (c) como lingotadas e (d) como laminada (22).

Observa-se que a amostra obtida como lingotada quando torcionada a 1000°C, figura 3.8 (a) apresenta um elevado número de trincas que se prosseguem em toda sua seção. Estas trincas aparecem antes da fratura final do material e se concentram na interface ferrita austenita. Nas amostras obtidas como lingotadas torcionadas a 1100°C, figura 3.8 (b) e 1200°C, figura 3.8 (c), se observa um menor número de trincas sendo estas

unicamente superficiais. Pelo contrário, não se observam trincas na amostra obtida como laminada quando torcionada a 1000°C, figura 3.8 (d). Isso significa que a ductilidade do material não depende somente da ductilidade das fases constituintes ferrita e austenita, mas também da distribuição de ambas no material e provavelmente da natureza da interface entre elas (22). Neste teste ficou claro a diferença de comportamento entre as amostras obtidas como lingotada, figura 3.8 (a, b e c) e a obtida como laminada, figura 3.8 (d).

Um outro estudo feito por Evangelista et al (20), comparou a influência da temperatura e da taxa de deformação na ductilidade a quente do AID 2304 através do teste de torção a quente para temperaturas de 1000°C, 1100°C, 1150°C e 1200°C e taxas de deformação de 0.1, 1 e 5 s<sup>-1</sup>. Os corpos de prova foram obtidos de chapas laminadas a quente. Após aquecido e deformado por torção, o corpo de prova foi resfriado rapidamente para congelar a microestrutura. O resultado é mostrado na figura 3.9.

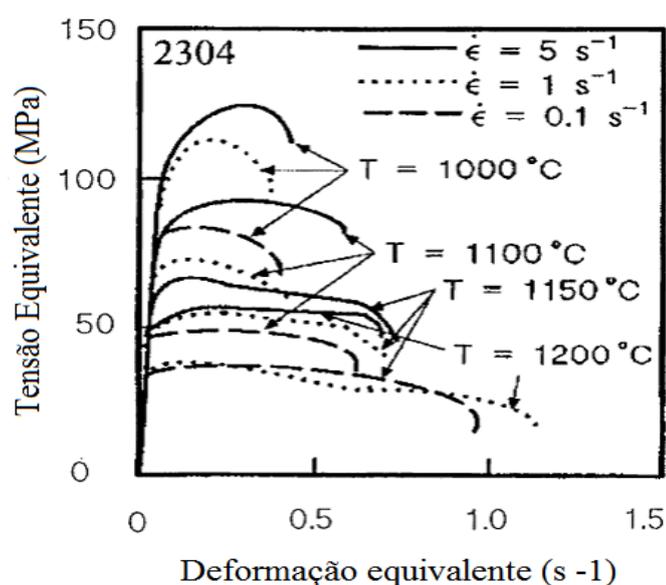


Figura 3.9 - Curvas de tensão e deformação equivalentes determinadas por torção a quente entre 1000 °C e 1200°C e taxas de deformação de 0,1, 1 e 5s<sup>-1</sup> (20).

Os resultados mostraram que para uma mesma taxa de deformação, à medida que a temperatura aumenta, a deformação aumenta e a tensão de pico diminui. Para taxa de deformação de  $1s^{-1}$ , as curvas se tornam mais baixas e com declínios mais lentos para a falha. Para taxas de deformação de  $5s^{-1}$ , tanto a deformação quanto a tensão são mais sensíveis a variação de temperatura. Para a temperatura de  $1000^{\circ}C$ , a taxa de deformação apresenta grande influência na tensão de pico e pouca influência na deformação total até a fratura.

Um outro estudo feito por Eygazier (23) mostra a influência do Nitrogênio na trabalhabilidade a quente do aço inoxidável duplex 2304. A composição química comparada é dada pela tabela 3.2 e o resultado do teste mostrado na figura 3.10. Neste teste ficou claro a influência do Nitrogênio no percentual de redução.

Tabela 3.2 – Composição Química do aço 2304 (23)

Placa	C ppm	Mn %	P %	S %	Si %	Ni %	Cr %	Cu %	Mo %	N ppm	O ppm	B ppm	PREN
11194	190	1.46	0.018	6	0.513	4.74	23.05	0.204	0.162	720	30	30	24.7
11196	210	1.40	0.020	5	0.515	3.98	23.05	0.202	0.219	1200	25	28	25.7
11197	180	1.47	0.020	5	0.491	3.0	23.09	0.201	0.218	1800	19	27	26.7

O Nitrogênio é bem conhecido por ter uma influência prejudicial na ductilidade a quente devido ao seu efeito de endurecimento da austenita e também para a rápida formação da austenita em elevada temperatura. Por outro lado, o nitrogênio permite melhorar as características de soldabilidade e de resistência à corrosão.

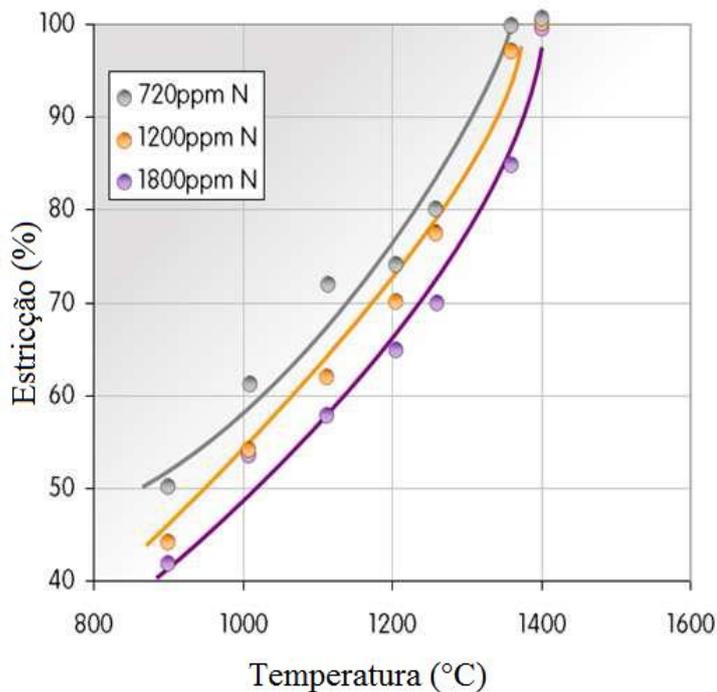


Figura 3.10 – Efeito do percentual de Nitrogênio na ductilidade a quente do aço inoxidável 2304 (23).

### 3.1.5 – Lei das Misturas

O comportamento geral de uma liga de duas fases depende das propriedades de cada uma das fases constituintes, de suas frações volumétricas e do tipo de microestrutura. Assume-se que todas as propriedades de uma liga bifásica são determinadas conjuntamente pelas duas fases. Nesse caso, tais propriedades podem ser tomadas como a média das propriedades dos dois componentes usando-se a lei das misturas (24). Se forem consideradas as propriedades do material em uma direção paralela à do alinhamento das fases, pode-se escrever que:

$$\sigma_{duplex} = f_{\gamma}\sigma_{\gamma} + f_{\alpha}\sigma_{\alpha} \quad (3.2)$$

Onde  $\sigma_{\text{duplex}}$  é a tensão de pico do duplex pela lei das misturas,  $\sigma_{\gamma}$  e  $\sigma_{\alpha}$  são as tensões parciais das fases e  $f_{\gamma}$  e  $f_{\alpha}$  as frações volumétricas das fases austenita e ferrita.

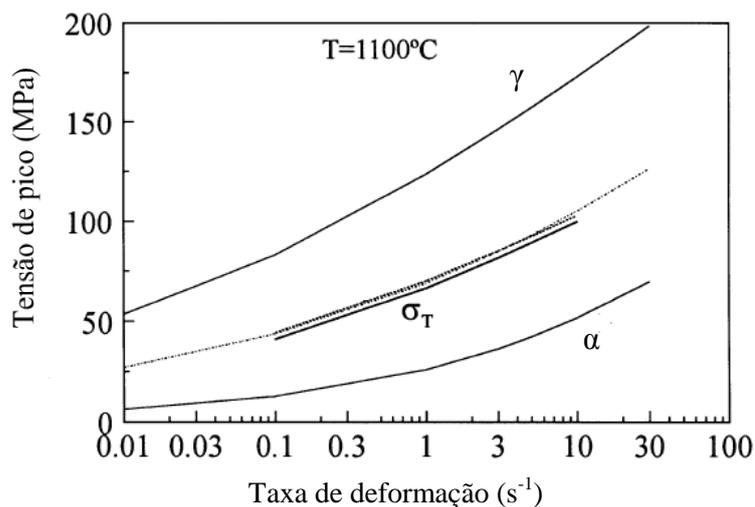


Figura 3.11 – Comparações da curva de tensão de pico do aço duplex (23Cr-4,8Ni-1,3Mn-0,095N) obtida por ensaio de torção a 1100°C e curva de tensão de pico usando as leis das misturas com dados obtidos das curvas de tensões de pico da ferrita e austenita da literatura (25)

Tomando como referência os aços inoxidáveis austeníticos 304 (26) e ferríticos (27) IZA-MENDIA et al, obtiveram as curvas mostradas na figura 3.11 para os valores das tensões de pico (25). Claramente há um bom ajuste entre os resultado experimental  $\sigma_T$  e o calculado mostrado pela linha pontilhada, indicando que os valores da tensão de pico do aço dúplex são determinados pela presença das duas fases.

### 3.1.6 – Propriedades Mecânicas

Aços inoxidáveis duplex têm propriedades mecânicas excepcionais. Seu limite de escoamento na condição de recozido/solubilizado em temperatura ambiente é mais do que o dobro do dos aços inoxidáveis padrão não ligados com nitrogênio. Isso pode permitir a diminuição da espessura da parede em algumas aplicações. Limites de

escoamento típicos de vários aços inoxidáveis duplex são comparados com o do aço inoxidável austenítico 316L entre a temperatura ambiente e 300°C, na Figura 3.12. A 50°C, o limite de escoamento do AID 2205 é 400MPa, o dobro do aço inox 316L que é de 200MPa.

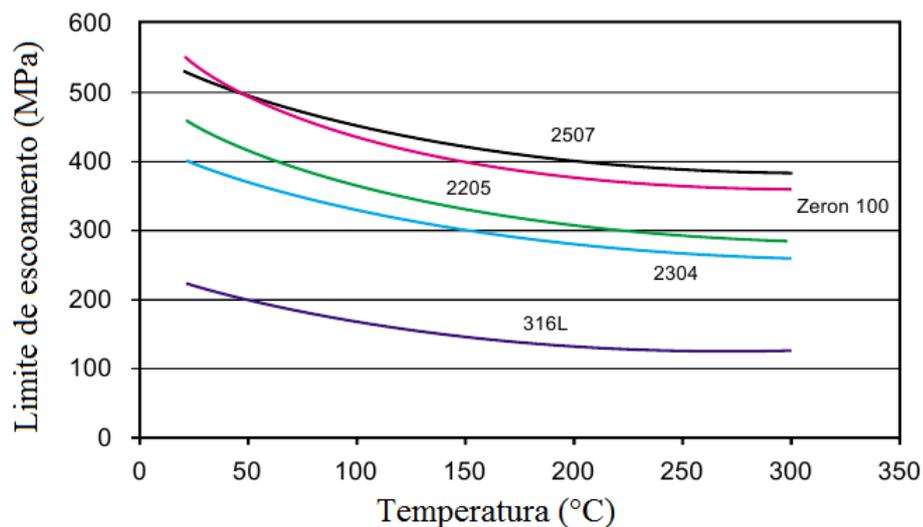


Figura 3.12 - Comparação do limite de escoamento típicos de aços inoxidáveis duplex e austenítico 316L (6).

As propriedades mecânicas do AID são anisotrópicas, ou seja, elas podem variar dependendo da orientação. Esta anisotropia é causada pelos grãos alongados e a textura cristalográfica que resulta da laminação a quente ou a frio. A aparência das duas fases no produto final revela a direcionalidade do processamento mecânico. Os limites de escoamento e de resistência são maiores na direção perpendicular à direção longitudinal de laminação do que na direção de laminação.

A ductilidade e a tenacidade do AID são inferiores às dos aços inoxidáveis austeníticos. Uma comparação entre o alongamento mínimo no ensaio de tração para os aços inoxidáveis austeníticos 316L padrão e o duplex é dada na tabela 3.3.

Tabela 3.3 - Comparação da ductilidade de Aços Inoxidáveis Duplex e Austeníticos de acordo com os requisitos da ASTM A 240 (15).

Aço	Alongamento mínimo (%)
2304	25
2205	25
25 Cr Duplex	15
Superduplex	15
304	40
316	40

O limite de escoamento elevado do aço inoxidável duplex pode ser usado como vantagem em projetos com espessuras menores, no entanto, ele também pode colocar desafios durante a fabricação, como por exemplo, o efeito mola em bobinas laminadas a quente. Por causa de sua maior resistência mecânica, a deformação plástica exige forças superiores.

### 3.2 – *Mecanismos de Endurecimento*

Os mecanismos de endurecimento são processos utilizados com objetivo de aumentar a resistência mecânica dos materiais, por outro lado com o aumento da resistência há uma redução na ductilidade. Estes processos têm como base restringir a movimentação das deslocamentos. A seguir será apresentada uma breve revisão destes mecanismos.

#### 3.2.1 - *Endurecimento por Precipitação*

O endurecimento por precipitação ocorre quando partículas finamente dispersas de uma segunda fase precipitam-se no interior da matriz de fase principal, através de tratamentos térmicos adequados. Os contornos entre diferentes fases (precipitado e matriz) em uma liga são defeitos planares e interferem na movimentação de

discordâncias provocando, conseqüentemente, aumento de resistência e dureza. Quanto menor o precipitado maior a dispersão destes, assim, para a mesma fração de fase, maior o efeito de restrição de movimentação de deslocações.

A precipitação envolve nucleação e crescimento e depende também da taxa de difusão, portanto a velocidade de precipitação e o crescimento do precipitado estão diretamente relacionados com a temperatura, sendo esta uma variável de suma importância para o processo de endurecimento. O endurecimento por precipitação também é conhecido como endurecimento por envelhecimento (28).

### *3.2.2 - Endurecimento por Deformação – Encruamento*

O endurecimento por deformação ou encruamento ocorre em materiais cristalinos e compreende no aumento da resistência mecânica do material por aplicação de deformação plástica. Ao aplicar uma determinada deformação, estes se deformam plasticamente pelo movimento das discordâncias e estas interagem diretamente entre si e com outras imperfeições, ou, indiretamente, com campos de tensões internos de várias imperfeições e obstáculos. Assim há um aumento na densidade de deslocações e uma diminuição da distância média entre elas. Com a redução da distância média, as interações entre as deslocações e os campos de deformação das deslocações tornam-se mais pronunciadas e conseqüentemente há um aumento na restrição do movimento das deslocações provocando assim um aumento na tensão de escoamento do metal. Quanto maior o grau de dificuldade de movimentação das deslocações, maior será também o grau de encruamento do material, ou seja, maior será a resistência à deformação (29).

Em processos de conformação plástica, como laminação e forjamento, a maior parte da energia que é dispendida para a realização do trabalho mecânico é dissipada em forma de calor e apenas frações de 2% a 10% desta energia permanecem dentro do reticulado cristalino na forma de defeitos como vacâncias, maclas, falhas de empilhamento e discordâncias (28). A densidade e distribuição dos defeitos criados durante a deformação dependem de fatores característicos de cada liga como a estrutura cristalina, a natureza química, a pureza do metal e o tamanho e forma dos grãos iniciais, além das condições de deformação, ou seja, da temperatura e taxa de deformação (30).

A característica que mais afeta a distribuição e densidade de discordância em uma estrutura deformada é a energia de falha de empilhamento (EFE). Em materiais com baixa EFE, como os aços austeníticos, as discordâncias dissociadas em parciais têm baixa mobilidade devido à dificuldade que as mesmas têm em mudar de planos de deslizamento através dos mecanismos de escalagem e deslizamento cruzado. A subestrutura de deformação destes materiais contém uma alta densidade de discordâncias, formando um arranjo planar de alta energia (31).

Em metais com alta EFE, como o ferro (Fe- $\alpha$ ), a subestrutura formada durante a deformação contém regiões com altas e baixas densidades de discordâncias devido à facilidade de operação de mecanismos de movimentação de discordâncias como a escalagem e o deslizamento cruzado. Tais subestruturas são referidas como celular e, em comparação à dos metais com baixa energia de falha de empilhamento, têm menor densidade de discordâncias e uma distribuição mais heterogênea (32).

A densidade e distribuição das discordâncias são fortemente afetadas pela temperatura de deformação, pois os principais mecanismos que atuam durante a deformação a quente são termicamente ativados. Assim, um decréscimo na temperatura de deformação leva para maiores níveis de densidade de discordâncias e as células formadas são menores e mais bem definidas. Em temperaturas elevadas, um aumento na taxa de deformação tem um efeito sobre a subestrutura similar ao de um decréscimo da temperatura de deformação (31) (33).

### 3.2.3 - *Endurecimento por Solução Sólida*

Quando misturas homogêneas de duas ou mais espécies atômicas ocorrem no estado sólido, elas são chamadas de soluções sólidas. O endurecimento ocorre pela constituição de uma solução sólida. Adicionam-se átomos de soluto no solvente; e conforme o tipo do soluto, a solução é classificada como solução sólida substitucional ou solução sólida intersticial. Na solução sólida substitucional os átomos de soluto substituem os átomos de solvente na rede, enquanto na solução sólida intersticial os átomos de soluto ocupam posições intersticiais. Os átomos de soluto impõem deformações na rede, que pode ser de tração ou compressão, dependendo do tamanho do raio atômico. As deslocações passando em tais regiões requerem trabalho adicional para continuar se movendo, assim, a tensão de escoamento do metal aumenta. O aumento de resistência mecânica ocorre devido à restrição do movimento das deslocações gerado pelas interações entre o campo de deformação gerado pelo soluto e as deslocações (28).

Quando as propriedades mecânicas de um sólido são modificadas pela introdução de átomos de soluto, o endurecimento resultante é chamado de endurecimento por solução

sólida. Quanto maior a concentração de soluto e/ou a diferença de tamanho entre o átomo substitucional/intersticial e os átomos da rede, maior é a distorção da rede e, portanto, maior a dificuldade de deslizamento. Os átomos intersticiais possuem um efeito endurecedor muito maior do que os substitucionais.

#### *3.2.4 - Endurecimento por Tamanho de Grão*

A deformação de um material depende da habilidade das discordâncias em se moverem. Para os materiais policristalinos os contornos de grãos atuam com uma barreira ao movimento das discordâncias. Como cada grão possui uma orientação cristalográfica específica; diferentes orientações cristalográficas dificultam a passagem da discordância de um grão para o outro adjacente. Materiais com fina granulação possuem a resistência mecânica maior do que os de granulação grosseira; visto que os de granulação mais fina há mais contornos de grãos para dificultar o movimento das discordâncias (29).

### **3.3 – Mecanismos de amaciamento**

Os mecanismos de amaciamento são processos utilizados com a finalidade de recuperar as propriedades mecânicas/físicas que foram modificadas durante determinados processos de endurecimento. Os processos de recuperação que serão abordados a seguir são os que se aplicam para o processo de endurecimento por deformação durante trabalho a quente. Tais processos, quando ocorrem durante a deformação plástica, são chamados recuperação e recristalização dinâmicas.

#### *3.3.1 - Recuperação*

Quando um material é submetido a deformação plástica, sua densidade de deslocações é aumentada devido aos defeitos criados na rede cristalina pela deformação. Entretanto, quando este material é deformado a quente, além dos mecanismos de endurecimento, também podem atuar mecanismos de amaciamentos como a recuperação e recristalização dinâmica.

A recuperação é o mecanismo de amaciamento que reduz a energia de deformação através da aniquilação ou re-arranjo das deslocações e outros defeitos como lacunas e intersticiais; ocorre em elevadas temperaturas e não produz mudança apreciável na microestrutura. Neste processo não há movimento dos contornos de grãos, há um re-arranjo das discordâncias formando contorno de subgrãos.

A taxa de aniquilação das deslocações depende da energia de falha de empilhamento (34). Em metais de alta EFE, onde as deslocações parciais já estão perto uma das outras e possuem maior mobilidade, a taxa de recuperação é alta, levando à formação de distribuições celulares de deslocações. O oposto ocorre em metais de baixa EFE, levando à formação de deslocações planares após a deformação (35).

Durante a recristalização de metais de alta EFE, uma rápida recuperação em regiões não recristalizadas leva a uma diminuição da força motriz (energia armazenada das deslocações) para o movimento do contorno de grão. Este efeito amacia o material e pode até mesmo impedir a migração do contorno de grão. A recuperação promove a restauração parcial das propriedades. A microestrutura contém deslocações re-arranjadas e o grão permanece na forma deformada.

A recuperação dinâmica é um processo de amaciamento sempre presente na deformação a quente e que ocorre simultaneamente com a deformação. Em materiais metálicos onde a escalagem e o deslizamento cruzado, que são termicamente ativados, ocorrem com relativa facilidade durante o processamento, a recuperação dinâmica é o único processo de restauração operante (31).

Durante a parte inicial da deformação, tem-se um aumento significativo da densidade de deslocamentos na estrutura do material, que nas curvas de escoamento plástico são representadas pela parte inicial, onde se tem uma grande inclinação crescente da curva. As discordâncias tornam-se mais emaranhadas no decorrer da deformação formando células e em seguida subgrãos (31). Como a deformação prossegue, atinge-se o estado estacionário. Este comportamento é típico de materiais com alta energia de falha de empilhamento.

### *3.3.2 - Recristalização*

O processo de recristalização consiste na formação de novos grãos em determinadas áreas do material, isentos de qualquer tipo de deformação e com baixa densidade de discordâncias; ocorre após o processo de recuperação. Os novos grãos surgem como pequenos núcleos e crescem às custas dos grãos deformados, processo que envolve difusão. A força motriz para a recristalização é a energia armazenada em forma de deslocamentos, na qual depende da taxa de deformação e da deformação aplicada durante os passes. Os mecanismos de recristalização envolvem os processos de nucleação e crescimento de grãos (35).

### 3.3.3 - Recristalização dinâmica

Quando em um material metálico a escalagem e o deslizamento cruzado não operarem mais de maneira efetiva, devido à baixa mobilidade de deslocações, surge simultaneamente com a deformação a quente um outro processo de restauração em deformações maiores, que é a recristalização dinâmica (DRX). Neste caso, tem-se a formação de uma subestrutura de arranjos planares de deslocação que não é completamente recuperada durante a deformação. Assim, as células têm tamanhos relativamente menores e suas paredes são mais emaranhadas quando comparadas com metais que sofrem alto grau de recuperação dinâmica.

A recristalização dinâmica nos materiais metálicos pode iniciar-se pelo encurvamento de contornos de grãos, pelo coalescimento de subgrãos ou pela nucleação em células com alta desorientação dentro dos grãos. Após a formação dos núcleos, estes crescem devido à diferença de densidade de deslocações entre o interior dos núcleos e as regiões adjacentes até que uma estrutura de grãos novos esteja formada. A recristalização pode ser entendida como um processo de restauração que envolve a eliminação coletiva de deslocações pela migração de contorno de alto ângulo. Como exemplos de materiais que apresentam esse fenômeno, pode-se citar o ferro austenítico (Fe- $\gamma$ ), que têm baixa energia de falha de empilhamento (31). Neste tipo de material, a subestrutura de deslocações desenvolvida no estágio inicial da deformação recupera-se muito pouco, e com o aumento da densidade de deslocações tem-se o início da recristalização dinâmica (31) (36). A forma básica da curva de escoamento desses materiais consiste em aumento da tensão até atingir um valor máximo de pico, decrescendo a seguir até atingir um estado estacionário (37) (38).

A deformação crítica necessária para iniciar a recristalização dinâmica é menor que a deformação de pico, pois os primeiros núcleos apenas amaciam localmente enquanto que o restante do material continua encruado. Tanto a temperatura como a taxa de deformação interferem nas curvas de escoamento plástico. Aumentando a taxa de deformação, tem-se um aumento na deformação correspondente ao pico de tensões. Quanto maior a quantidade de deformação antes do pico de tensão maior será a energia armazenada, resultando em grãos menores recristalizados dinamicamente. A temperatura interfere de maneira oposta à taxa de deformação. Em altas temperaturas tem-se menores deformações de pico e a recristalização inicia com baixas deformações. Assim, os grãos serão maiores que os obtidos em temperatura menores.

Para que ocorra a recristalização dinâmica é necessário que a deformação aplicada ( $\epsilon_a$ ) supere a deformação crítica ( $\epsilon_c$ ) para o início da recristalização dinâmica, ou seja,  $\epsilon_a > \epsilon_c$ . Em processos com alta taxa de deformação o endurecimento é balanceado pela rápida recristalização. Após um determinado tempo, a geração e a aniquilação de deslocamentos encontram o equilíbrio e o material pode ser deformado sem mais qualquer aumento ou diminuição da tensão, o que é referido como o estado estacionário de tensão. A ocorrência da DRX causa um rápido amaciamento no metal (34).

O conhecimento da deformação crítica para o início de DRX é um requisito para a previsão do mecanismo de amaciamento estático que ocorre durante o período entre passes de laminação. Deste modo, o rápido amaciamento e intenso refinamento de grão causado por DRX pode modificar consideravelmente o encruamento, e, portanto, o comportamento da carga no passe seguinte.

### *3.3.4 - Recristalização estática*

A recristalização estática (SRX) é o mecanismo de amaciamento que ocorre comumente durante o trabalho a quente dos metais. Este processo envolve a migração dos contornos de alto ângulo, o que aniquila deslocamentos e libera a energia armazenada deste modo. Em laminação de tiras a quente, é freqüente ocorrer após a deformação e entre passes. A força motriz é a energia armazenada previamente no material em forma de deslocamentos e depende da taxa de deformação e da deformação aplicada durante o passe. A recristalização estática é a nucleação e transformação de um novo grão. Contornos de grão, partículas de segunda fase e bandas de deformação são locais preferenciais para a nucleação.

Ocorre normalmente em materiais com baixa energia de falha de empilhamento. Este processo envolve a migração de contorno de grão de alto (34). Após o processo de recristalização, inicia-se o crescimento de grão cuja força motriz para reação é a diminuição da energia armazenada pela eliminação de contornos de grão.

A recristalização promove a completa restauração das propriedades. A microestrutura fica livre de deformação e há muito pouca deslocamento. Novos grãos são formados e a estrutura não tem qualquer semelhança com a estrutura de grãos deformados. O material se torna muito mais macio após a recristalização. O tamanho de grão produzido após completa recristalização estática é função da deformação e do tamanho de grão inicial.

### *3.3.5 - Recristalização metadinâmica*

A recristalização metadinâmica (MDRX) começa durante a deformação, os núcleos aparecem simultaneamente ao processo de deformação, mas o crescimento dos grãos irá ocorrer após a deformação durante o tempo entre passes. Uma vez que a deformação é interrompida, o núcleo formado dinamicamente cresce estaticamente durante o tempo entre passes. A cinética do processo depende da taxa de deformação, de forma que quanto maior a taxa de deformação, mais rapidamente a recristalização metadinâmica se completa (34). Altas taxas de deformação produzem um aumento na densidade das deslocções e, conseqüentemente alta força motriz, quando comparada às produzidas à baixas taxas.

Como DRX, MDRX é conhecida por envolver cinética rápida, às vezes atribuída à ausência do período de incubação normalmente necessário para a nucleação.

### ***3.4 – Torção a Quente***

O ensaio de torção a quente é muito utilizado como ferramenta de simulação de processos de deformação a quente. Ele se presta muito bem para a obtenção de parâmetros das propriedades de escoamento e da fratura de metais sob condições de trabalho a quente, ou seja, temperatura  $> 0,6T_f$ . Como estes processos a quente são complexos, para possibilitar a sua simulação são necessárias certas considerações e redução do estudo às suas variáveis essenciais. Mesmo com esta ressalva, o ensaio de torção a quente produz resultados qualitativos e comparativos com relação ao processo simulado. Este processo permite reproduzir processos de pré-aquecimento, esquemas de deformação e taxas de resfriamento próximos aos do processamento em escala industrial. As amostras obtidas por ensaio de torção a quente apresentam microestrutura

semelhante à microestrutura obtida por laminação em escala industrial. Mesmo que novas técnicas de simulação sejam desenvolvidas, o ensaio de torção a quente tem características próprias que o tornam uma ferramenta útil na simulação de processos industriais ainda por um longo tempo (39).

As variáveis principais para a realização deste ensaio, em ordem de importância na cinética de amaciamento são: a temperatura, a deformação, a taxa de deformação e o tamanho de grão inicial (40). No teste de torção, mede-se o torque em uma amostra cilíndrica, onde uma extremidade é girada em relação à outra, em torno do eixo do cilindro, com uma taxa predefinida. O cálculo da tensão equivalente é realizado em função do torque e é dada pela equação 3.3.

$$\sigma_{eq} = \frac{\sqrt{3} \cdot \Gamma}{2 \cdot \pi \cdot R^3} (3 + m + n) \quad (3.3)$$

Onde:

$\sigma_{eq}$  = tensão equivalente,

$\Gamma$  = torque,

$R$  = raio do corpo de prova,

$m$  = coeficiente de sensibilidade à mudança na taxa de deformação angular

$n$  = coeficiente de sensibilidade à mudança na deformação angular ou o expoente de encruamento.

Os valores de  $m$  e  $n$  dependem do material, das condições operacionais e do nível e taxa de deformação e são calculados de acordo com as equações 3.4 e 3.5. Em temperaturas de trabalho a quente  $m \gg n$  (29).

$$m = \frac{d\tau}{d\varepsilon} \quad (3.4)$$

$$n = \frac{d\tau}{d\dot{\varepsilon}} \quad (3.5)$$

O cálculo da taxa de deformação é realizado em função da deformação angular e é dado pela equação (3.6).

$$\dot{\varepsilon} = \frac{2 \pi \dot{N} r R}{\sqrt{3} L} \quad (3.6)$$

Onde:

$\dot{\varepsilon}$  = taxa de deformação,

$\dot{N}r$  = número de rotações por segundo,

$R$  = raio do corpo de prova,

$L$  = comprimento útil do corpo de prova.

O cálculo da deformação equivalente também é realizado em função da deformação angular e é dado pela equação (3.7).

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2 \pi N r R}{\sqrt{3} L} \quad (3.7)$$

Onde:

$\varepsilon_{eq}$  = deformação equivalente,

$Nr$  = número de rotações,

R = raio do corpo de prova,

L = comprimento útil do corpo de prova.

A deformação equivalente é uma das variáveis de entrada para a realização do teste de torção, que juntamente com a taxa de deformação definirá o tempo de aplicação da carga durante o ensaio, ou seja, o tempo de torção. A relação é dada pela equação 3.8.

$$t_t = \frac{\varepsilon_{eq}}{\dot{\varepsilon}} \quad (3.8)$$

Onde:

$t_t$  = tempo de torção,

$\varepsilon_{eq}$  = deformação equivalente,

$\dot{\varepsilon}$  = taxa de deformação.

A deformação total obtida na torção de uma barra sólida em ensaios até a ruptura é obtida pela equação 3.9. Esta relação é mostrada na figura 3.13.

$$\varepsilon_t = \frac{R \theta}{L} \quad (3.9)$$

Onde:

$\varepsilon_t$  = deformação total

R = raio do corpo de prova,

L = comprimento útil do corpo de prova.

$\theta$  = deformação angular (radianos)

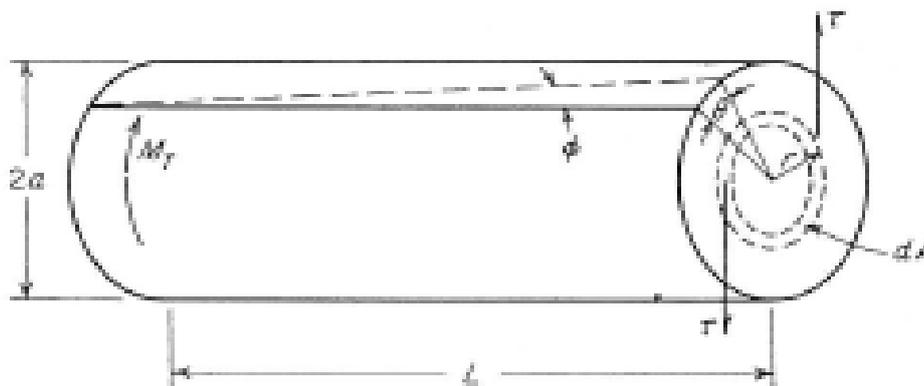


Figura 3.13 - Torção em uma barra sólida (29).

Na torção, a deformação é nula na região onde  $R$  é igual a zero e máxima para  $R$  igual ao raio do corpo de prova. Assim as análises microestruturais devem ser realizadas o mais próximo possível da região de raio máximo.

Como a influência da temperatura nas cinéticas de amaciamento é muito maior que a deformação e a taxa de deformação, a diferença na taxa de deformação entre o ensaio de torção e a deformação em escala industrial não compromete os resultados (40).

## 4- Metodologia

### 4.1- Material

O material utilizado neste estudo é o aço inoxidável duplex UNS S32304 fornecido pela APERAM SOUTH AMÉRICA. Sua composição química típica é dada pela tabela 4.1, sendo todos os números em percentuais do peso.

**Tabela 4.1 – Composição química do aço estudado (% em peso).**

Aço	Cr	Ni	Mo	N	Mn	Si	C
UNS S32304	22,5	3,5	0,43	0,11	1,35	0,39	0,02

O cromo equivalente  $Cr_{(eq)}$  e níquel equivalente  $Ni_{(eq)}$  foram calculados utilizando as seguintes equações 4.1 e 4.2.

$$Cr_{(eq)} = \%Cr + \%Mo + 1.5(\%Si) + 0.5(\%Nb) \quad (4.1)$$

$$Ni_{(eq)} = \%Ni + 30(\%C) + (30\%N) + 0.5(\%Mn) \quad (4.2)$$

Foram encontrados valores de  $Cr_{(eq)}$  23,5 e  $Ni_{(eq)}$  8. Esta informação serve para identificar a posição deste aço no diagrama de Schaeffler ilustrado pela figura 4.1 e neste caso, indica que a microestrutura contém aproximadamente 50% de ferrita e 50% de austenita na temperatura ambiente.

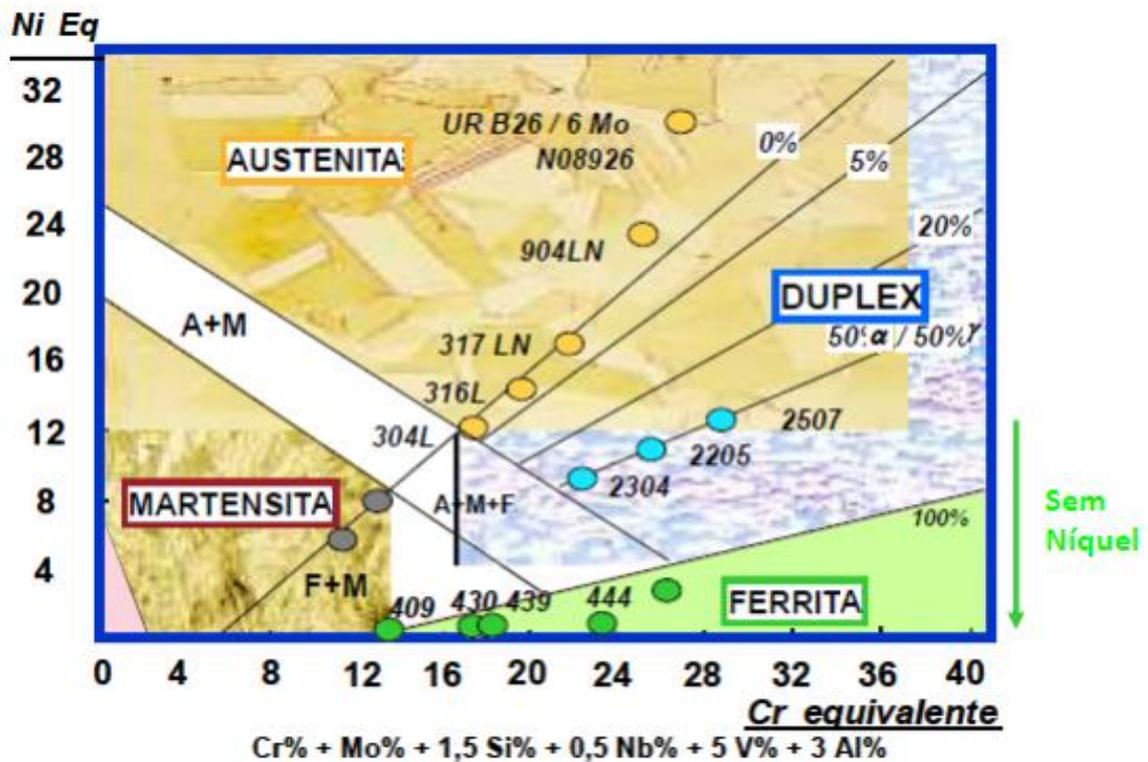


Figura 4.1 - Diagrama de Schaeffler ilustrando a posição das famílias de aços inoxidáveis em função do Cr e Ni equivalentes (17).

## 4.2 – Método

### 4.2.1 – Tratamento Térmico

Este ensaio foi realizado com o objetivo de identificar o percentual e a distribuição de cada fase presente no aço em função da temperatura de teste  $T_t$ . Foi feito tratamento térmico seguido de resfriamento rápido para manter a microestrutura presente. Os ensaios foram realizados no Centro de Pesquisa da APERAM SOUTH AMÉRICA

#### 4.2.1.1- Pré-Teste

Para definir o tempo de encharque “te” a ser utilizado nos testes, foi realizado um pré-teste com diferentes tempos. O ensaio consistiu em aquecer a amostra em um forno

resistivo da marca Combustol até a temperatura de encharque  $T_e$  1250°C a uma taxa de 180°C/minuto, encharque por diferentes tempos “ $t_e$ ” variando de 5 a 30 minutos seguido de resfriamento rápido em água gelada até a temperatura ambiente  $T_a$  (25°C). Em seguida foi feita a análise da microestrutura das amostras a fim de verificar qual o menor tempo de encharque necessário para ocorrer a dissolução da austenita e se chegar à condição de equilíbrio. Foram utilizados corpos de prova de 100mm de comprimento, 21mm de espessura e 100mm de largura. A figura 4.2 apresenta um desenho esquemático deste ensaio.

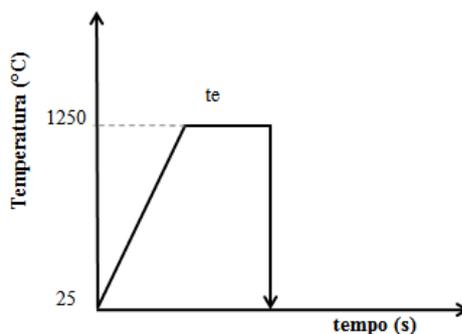


Figura 4.2 - Desenho esquemático do ensaio de tratamento térmico (pré-teste).

#### 4.2.1.2 - Tratamento Térmico

O ensaio consistiu em aquecer a amostra em um forno de indução até a temperatura de encharque  $T_e$  1250°C a uma taxa de 180°C/minuto, encharque por um tempo “ $t_e$ ” de 5 minutos (definido pelo pré-teste), resfriamento até a temperatura de ensaio  $T_t$  a uma taxa de 180°C/minuto, seguido de resfriamento rápido em água gelada até temperatura ambiente  $T_a$  (25°C). Não foi utilizado tempo de encharque após a temperatura da amostra alcançar a temperatura de teste devido ao fato desta condição não ser a que normalmente ocorre num processo industrial.

O ensaio foi realizado para as temperaturas de ensaio  $T_t$  variando entre  $900^{\circ}\text{C}$  e  $1250^{\circ}\text{C}$  com intervalo de  $50^{\circ}\text{C}$ . Foram testadas uma quantidade maior de temperaturas que o previsto para o ensaio de torção com o objetivo de mapear a variação do percentual de austenita e o término de sua formação. A figura 4.3 apresenta um desenho esquemático deste teste e a figura 4.4 ilustra um dos ensaios.

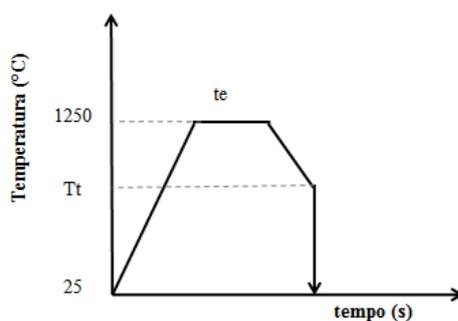


Figura 4.3 - Desenho esquemático do ensaio de tratamento térmico final.

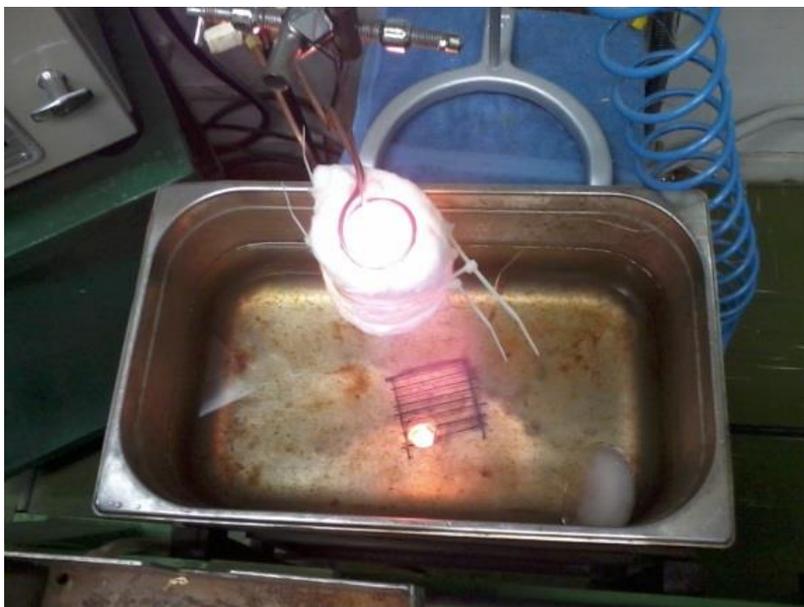


Figura 4.4 - Foto do ensaio de tratamento térmico.

Os monitoramentos da temperatura e das taxas de aquecimento e resfriamento foram efetuados por termopar em contato com a parte útil do corpo de prova, com leituras realizadas por interface analógica e digital, ligada a um microcomputador.

Foram utilizados corpos de prova de 25mm de comprimento, 21mm de espessura e 25mm de largura. A microestrutura inicial e sua distribuição antes da realização dos testes também foi verificada.

#### 4.2.2 – Torção a Quente

Foram realizados ensaios de torção a quente isotérmicos e a rotina experimental apresentada a seguir foi a utilizada em todos os ensaios. Os corpos de prova foram aquecidos a uma taxa de 180°C/minuto até atingir a temperatura de encharque ( $T_e$ ), permaneceram nesta temperatura por um tempo de encharque de 5 minutos (definido pelo pré-teste), posteriormente foi resfriado a uma taxa de 180°C/minuto até a temperatura de teste  $T_t$  e em seguida deformado até a ruptura. Após a ruptura, o corpo de prova foi resfriado rapidamente com água à temperatura ambiente para manter a microestrutura. A figura 4.5 apresenta um desenho esquemático deste teste.

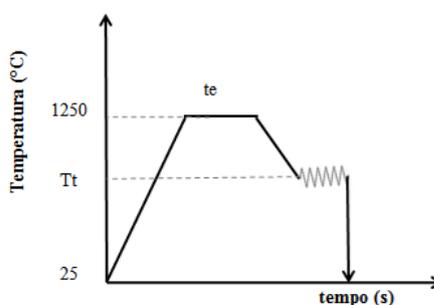


Figura 4.5 - Desenho esquemático do ensaio de torção a quente.

Optou-se por fazer os ensaios em resfriamento a partir de 1250°C por dois motivos sendo o primeiro, avaliar o potencial de formação de austenita durante a deformação e o segundo, reproduzir a condição que ocorre em processos industriais. As condições de temperatura e taxas de deformação para os testes de torção foram conforme descrito na tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Condições de Temperaturas e taxas de deformação testadas

Temperatura (°C)	Taxa de deformação (s <sup>-1</sup> )		
	0,1	1	5
1000	x	x	x
1100	x	x	x
1200	x	x	x

Os ensaios de torção foram realizados no Centro de Pesquisa da APERAM SOUTH AMÉRICA, em máquina de torção Servo Motor Moog com capacidade de rotação de 3000rpm. Este equipamento tem controle e aquisição de dados por controlador. O aquecimento e resfriamento foi realizado por indução utilizando uma máquina modelo LSS – 7.5 da Inductotherm Brasil, possuindo esta, um controle de temperatura digital. Estes equipamentos permitem ensaios com diferentes taxas de deformação, e aquecimento e resfriamento a uma grande gama de temperaturas.

O monitoramento da temperatura e da taxa de resfriamento foi efetuado por termopar em contato com a parte útil do corpo de prova, com leituras realizadas por interface analógica e digital, ligada a um microcomputador.

Durante o ensaio de torção, o corpo de prova ficou protegido da oxidação pela injeção de argônio dentro do tubo de quartzo que envolve o mesmo. A figura 4.6 ilustra um dos ensaios.



Figura 4.6 - Foto do ensaio de torção

Os corpos de prova para o ensaio de torção a quente foram preparados a partir de amostra de Chapa Grossa recozida, sendo esta obtida na linha de acabamento da laminação de tiras a quente da Aperam South América. Os corpos de prova de torção foram confeccionados com o eixo de torção paralelo à direção longitudinal de laminação. A dimensão dos corpos de prova utilizados no ensaio de torção a quente é mostrada na Figura 4.7.

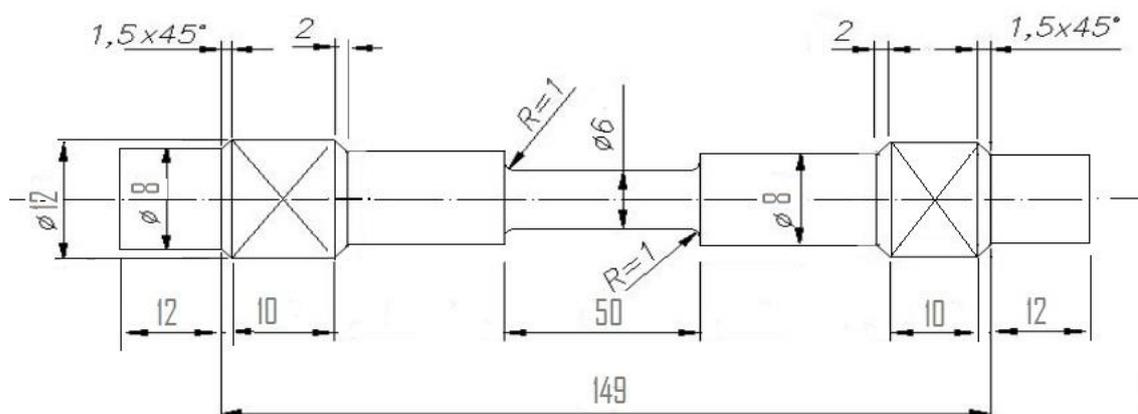


Figura 4.7 - Dimensões do corpo de prova para ensaio de torção.

### *4.3 – Preparação das Amostras para Microscopia Ótica*

As avaliações microestruturais foram realizadas em todas as etapas do processo com o objetivo de determinar as microestruturas de partida (inicial), após tratamento térmico e após torção.

O procedimento de preparação das amostras para a análise metalográfica foi realizado por meio das seguintes etapas: corte, embutimento, lixamento, polimento e ataque químico.

#### *4.3.1 – Tratamento Térmico*

Amostras foram preparadas a partir da parte útil do corpo de prova de tratamento térmico que mede 25mm de comprimento, 21mm de espessura e 25mm de largura. Uma seção de largura de aproximadamente 12,5mm foi cortada com auxílio de um disco abrasivo refrigerado. Em seguida, realizou-se a etapa de lixamento com lixas de grana de 120, 220, 320, 500 e 600 $\mu$ m na lixadeira, da marca Struers Abramin-A, por aproximadamente 150 segundos para cada lixa. Após o lixamento, a amostra foi polida com agente polidor de diamante (DP-Spray P) com panos de 9 $\mu$ m, 3 $\mu$ m e 1 $\mu$ m na politriz, da marca Struers Abramin-B, durante aproximadamente 420 segundos para cada pano. Em seguida, a amostra foi atacada com reativo Behara (80mL de água destilada, 40mL de ácido clorídrico, 4.8g de bifluoreto de amônio e 1g de bissulfato de potássio), com o tempo de imersão de 8 segundos. Para finalizar a amostra foi lavada com água, álcool e secada ao ar quente. Foi preparada também uma amostra da condição inicial da microestrutura antes do teste.

O lixamento da amostra foi realizado de modo a se obter uma área para análise paralela à direção de laminação conforme ilustra a figura 4.8.

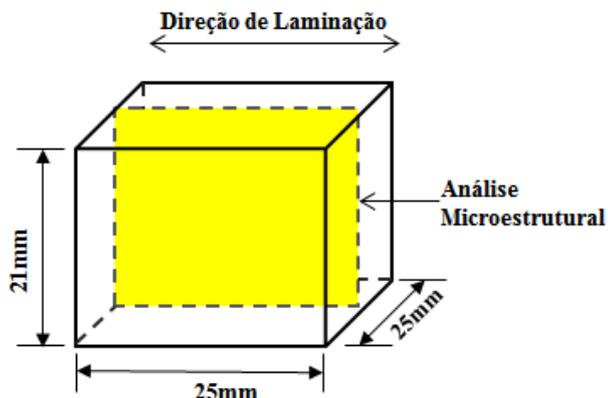


Figura 4.8 - Esquema da região de análise da microestrutura nos corpos de prova submetidos aos ensaios de torção a quente.

#### 4.3.2 – Torção a Quente

Amostras foram preparadas a partir da parte útil do corpo de prova de torção que mede 6mm de diâmetro por 50mm de comprimento. Uma seção de comprimento L de aproximadamente 10mm foi cortada com auxílio de um disco abrasivo refrigerado. Para o embutimento a quente, utilizou-se baquelite. Em seguida, realizou-se a etapa de lixamento com lixas de grana de 600 $\mu$ m na lixadeira, da marca Struers Abramin-A, por aproximadamente 50 segundos para cada lixa. Após o lixamento, a amostra foi polida com agente polidor de diamante (DP-Spray P) com panos de 9 $\mu$ m, 3 $\mu$ m e 1 $\mu$ m na politriz, da marca Struers Abramin-B, durante aproximadamente 420 segundos para cada pano. Em seguida, a amostra foi atacada com reativo Behara (80mL de água destilada, 40mL de ácido clorídrico, 4.8g de bifluoreto de amônio e 1g de bissulfato de potássio), com o tempo de imersão de 8 segundos. Para finalizar a amostra foi lavada com água, álcool e secada ao ar quente.

O lixamento da amostra foi realizado de modo a se obter uma área para análise paralela ao plano  $Z\theta$ , sendo  $Z$  o eixo de torção conforme ilustra a figura 4.9. Este procedimento tem por objetivo realizar a análise da microestrutura a uma distância aproximada de 95% do raio de torção, ou seja,  $R=2,85\text{mm}$ , o qual corresponde a uma seção transversal disponível para análise equivalente a  $1,87\text{mm}$ .

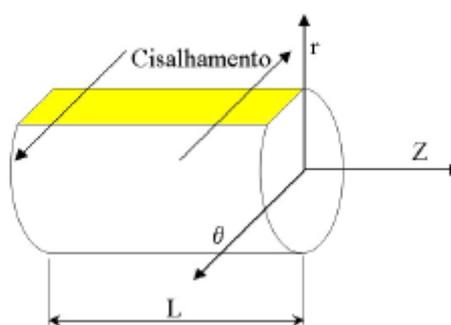


Figura 4.9 - Esquema da região de análise da microestrutura nos corpos de prova submetidos aos ensaios de torção a quente.

#### ***4.4 - Técnicas para caracterização da Microestrutura e percentual da fase Austenita***

Para a caracterização da microestrutura e o percentual da fase austenita nas amostras, foi utilizada a técnica de microscopia ótica. Para todas as análises metalográficas foi utilizado um microscópio ótico, marca LEICA, equipado com uma câmera digital com resolução de  $640 \times 480$  pixels e um software analisador de imagem. Ambos localizados no centro de pesquisas da empresa APERAM SOUTH AMÉRICA. As imagens foram geradas com um aumento de  $200\times$ . Para a quantificação do percentual de fase austenita presente, foram considerados 20 campos localizados entre a borda e o centro das amostras provenientes de tratamento térmico. Para as amostras provenientes de torção a quente foi utilizado 1 ou 2 campos em função da área disponível ser muito pequena e as vezes muito fragmentada.

## 5- Resultados

### 5.1 - Condição inicial da microestrutura

A figura 5.1 apresenta a microestrutura da amostra na condição como fornecida. Apresenta 48% de austenita, estando estas em sua maioria na forma de lamelas contíguas e alinhadas à direção de laminação. Apresenta também partículas menores de austenita sem uma orientação preferencial.



Figura 5.1 - Microestrutura na condição como fornecido. Austenita 48%  $\pm$ 30%.

### 5.2 - Comportamento microestrutural após tratamento térmico

#### 5.2.1- Pré-teste

As figuras 5.2, 5.3 e 5.4 ilustram as microestruturas das amostras resfriadas bruscamente em água após tratamento térmico a 1250°C por diferentes tempos de

encharque te. As micrografias apresentam lamelas de austenita numa matriz ferrítica. Percebe-se a manutenção das lamelas de austenita alinhadas à direção de laminação, como na amostra inicial. Entretanto, não houve variação significativa no percentual de austenita em função do tempo. No entanto, para te igual a 30 minutos é possível perceber um crescimento de grão tanto da fase austenita quanto da fase ferrita. Grãos grosseiros na microestrutura de torção geram instabilidades que inviabilizam os ensaios. Definiu-se então pela utilização de tempo de encharque igual a 5 minutos para os próximos testes.

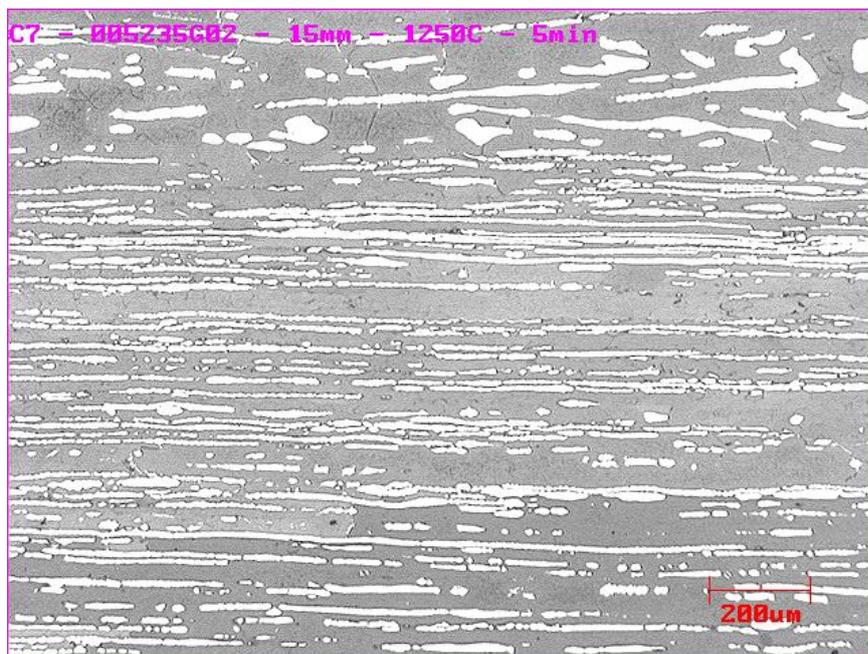


Figura 5.2 - Microestrutura após TT a 1250°C por 5 minutos. Austenita 26,6%  $\pm$  10%.

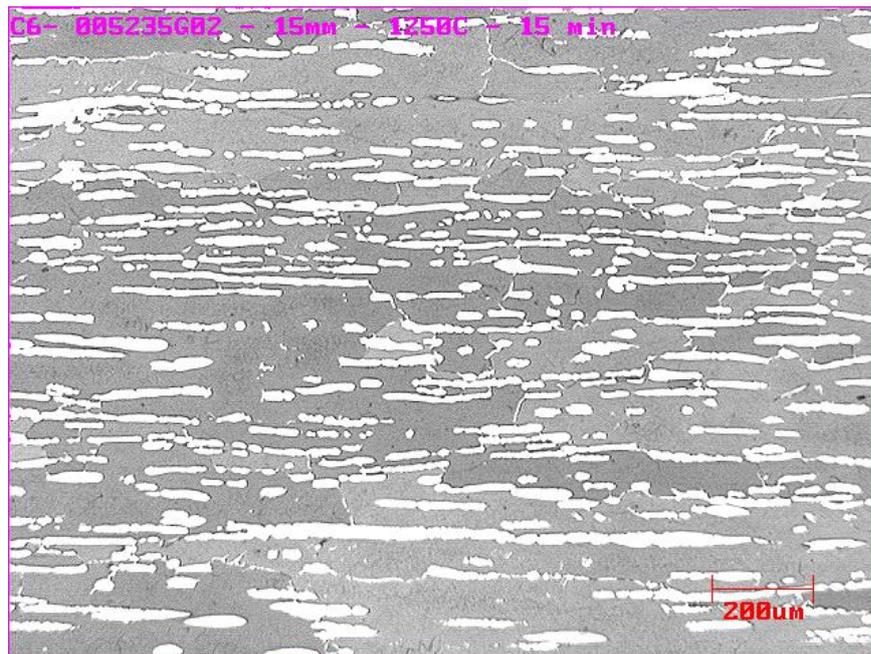


Figura 5.3 - Microestrutura após TT a 1250°C por 15 minutos. Austenita 22,8%  $\pm$  10%.

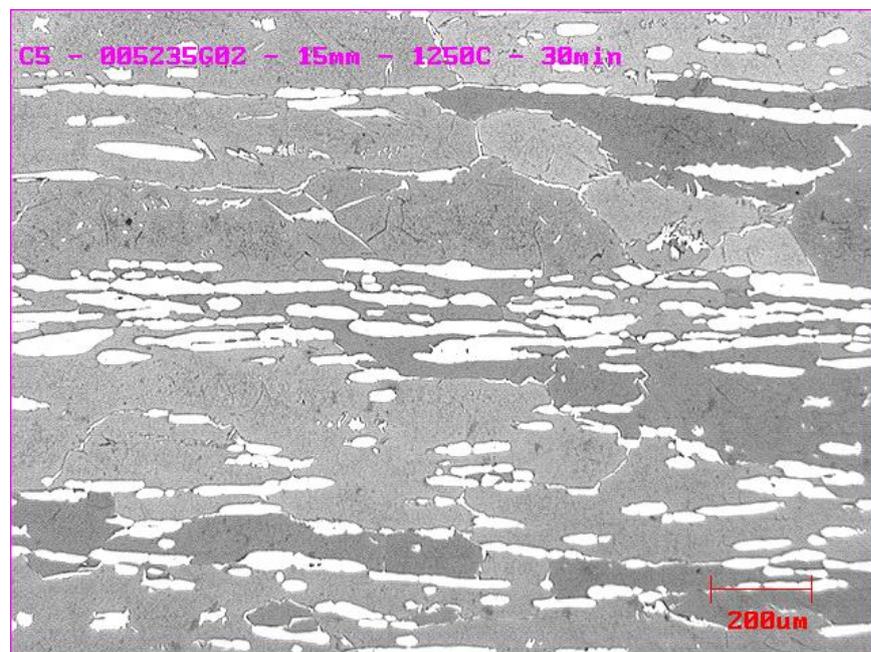


Figura 5.4 - Microestrutura após TT a 1250°C por 30 minutos. Austenita 23,2%  $\pm$  3%.

## 5.2.2- Tratamento Térmico

### 5.2.2.1- Microestruturas após Tratamento Térmico

As figuras 5.5 a 5.12 ilustram as microestruturas das amostras após tratamento térmico a 1250°C por um tempo de encharque de 300 segundos (5 minutos) e temperatura de teste variando entre 900 e 1250°C. As micrografias apresentam lamelas contíguas de austenita numa matriz ferrítica. Houve variação significativa no percentual de austenita em função da temperatura de teste.

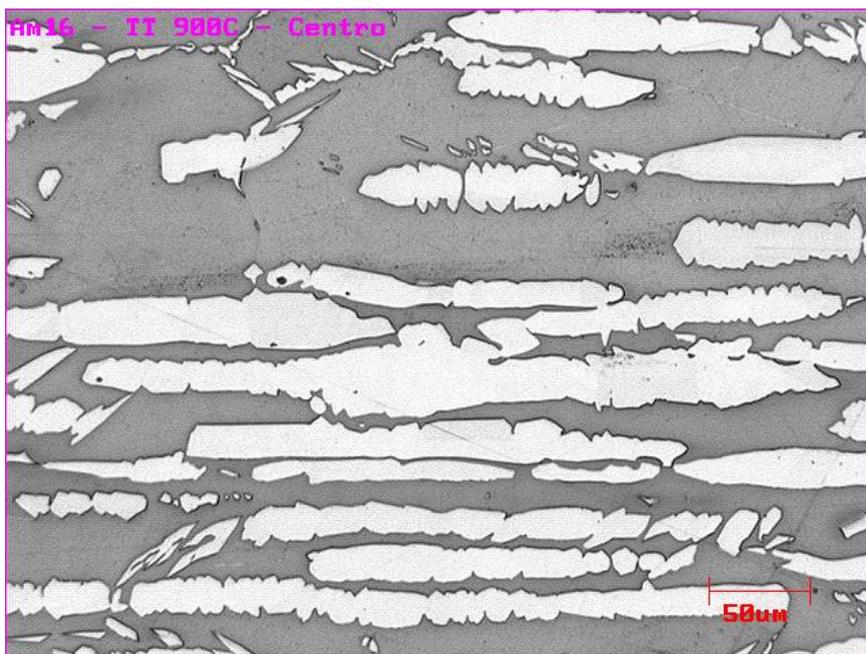


Figura 5.5 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 900°C.  
Austenita 28%  $\pm$  2,5%.

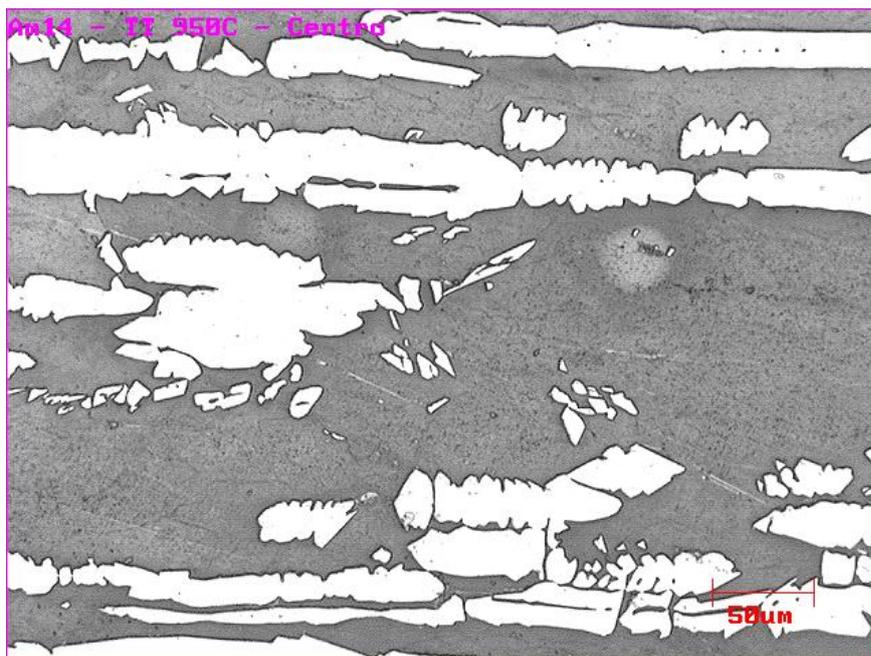


Figura 5.6 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 950°C.  
Austenita 30%  $\pm$  2,9%.

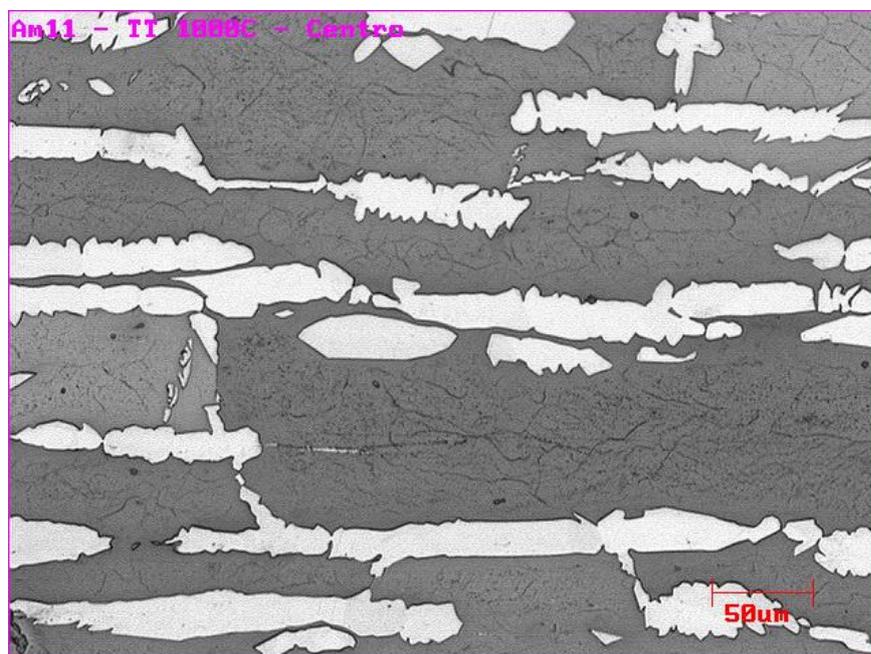


Figura 5.7 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 1000°C.  
Austenita 29%  $\pm$  2,4%.

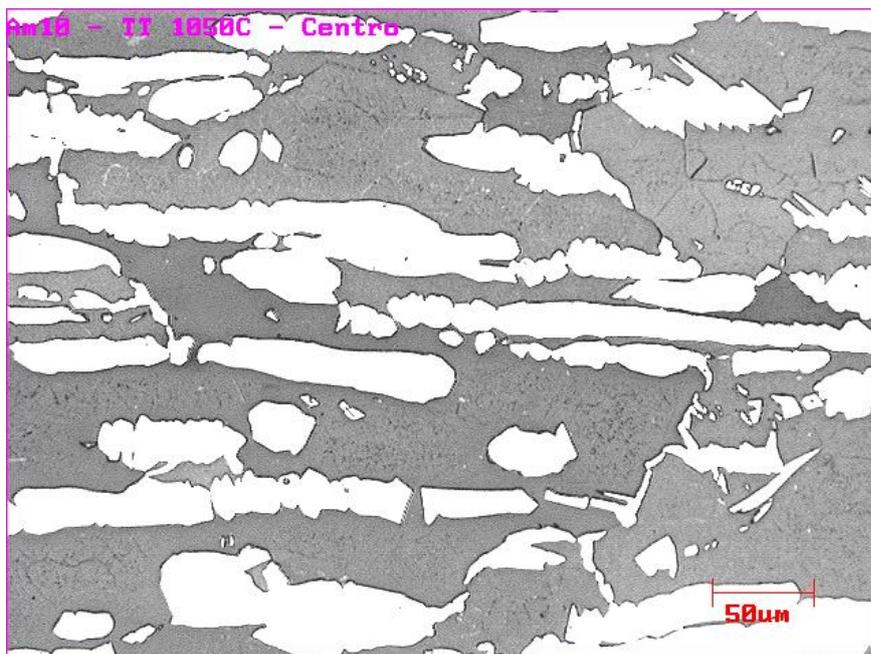


Figura 5.8 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 1050°C.  
Austenita 25%  $\pm$  2,6%.

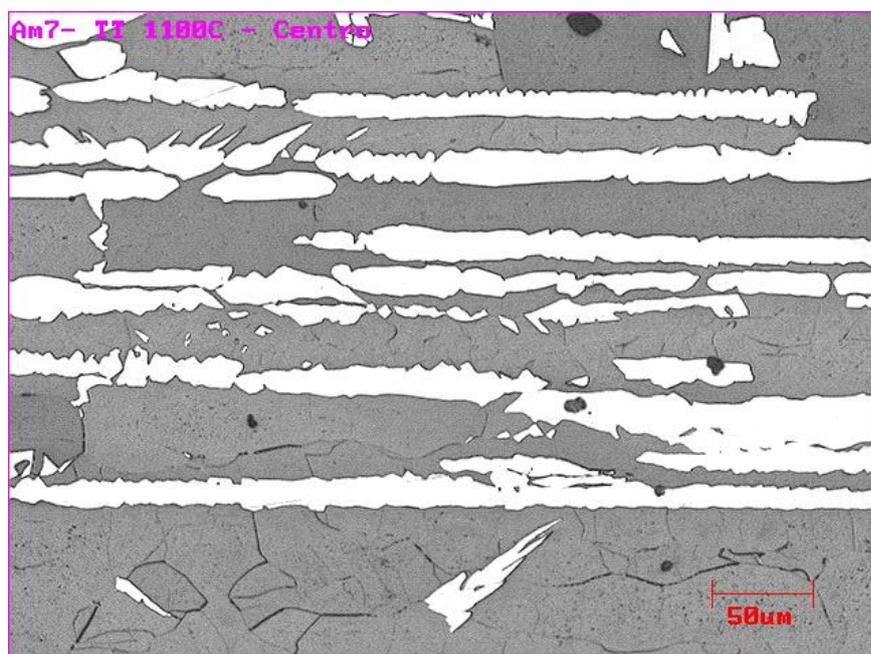


Figura 5.9 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 1100°C.  
Austenita 23%  $\pm$  3,2%.

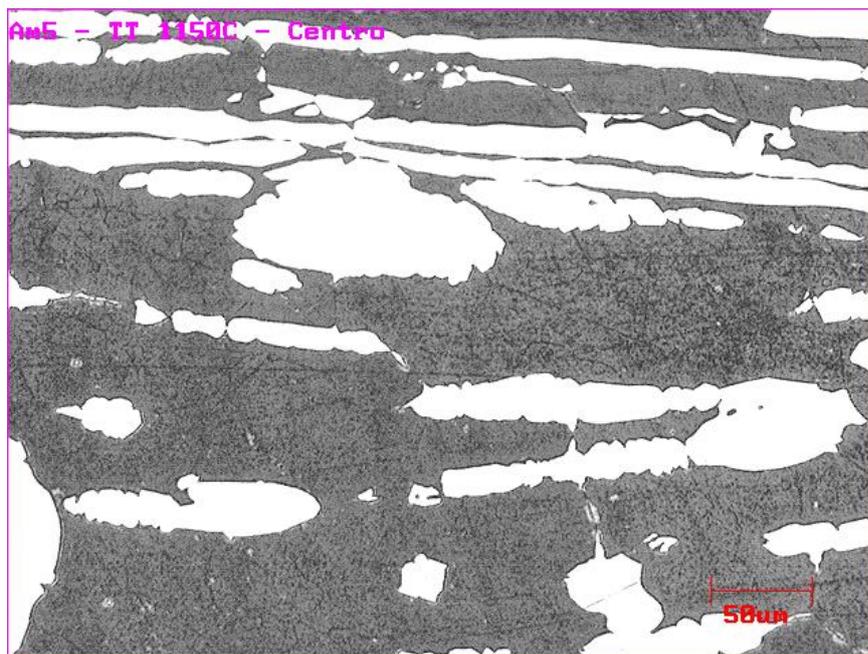


Figura 5.10 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 1150°C.  
Austenita 23%  $\pm$  2%.

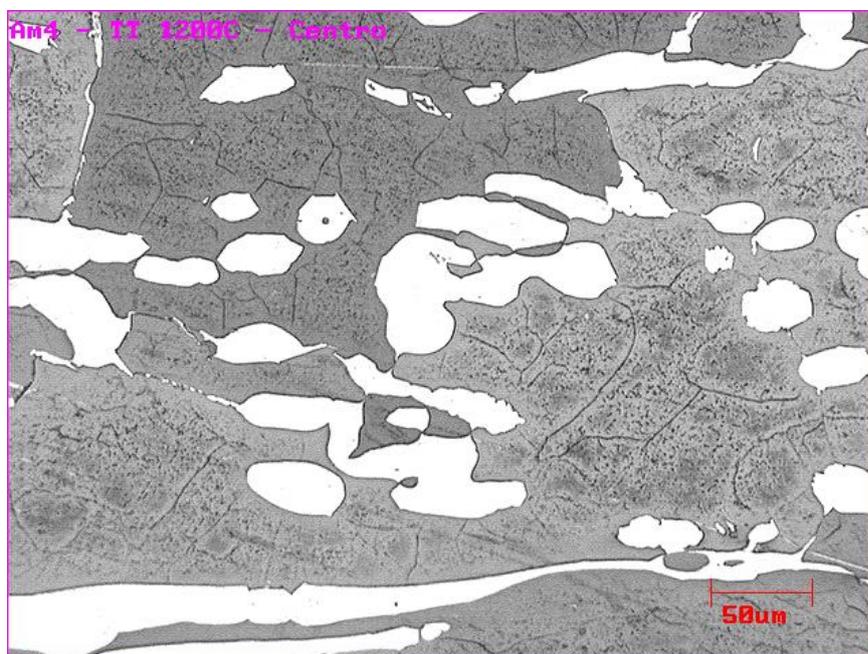


Figura 5.11 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 1200°C.  
Austenita 20%  $\pm$  2,6%.

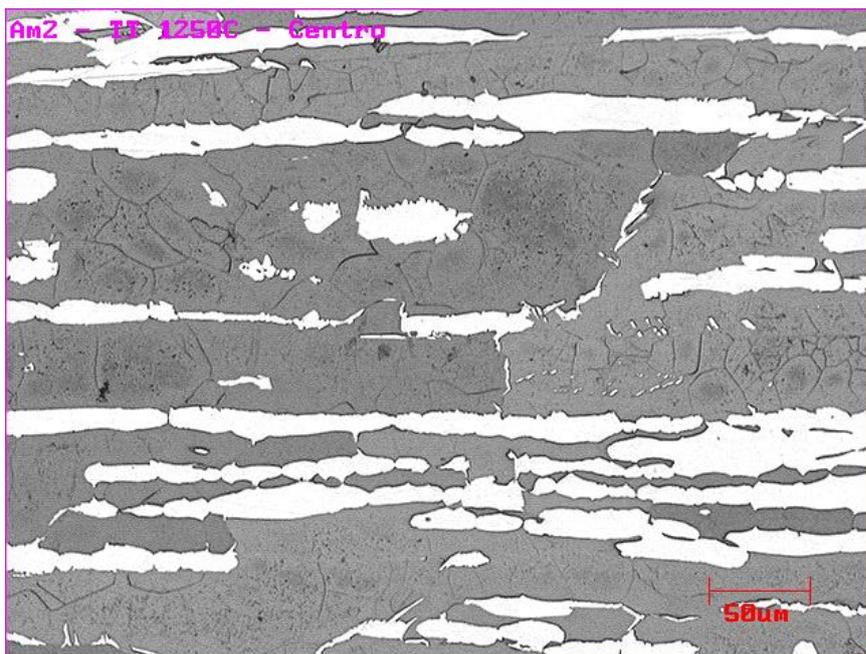


Figura 5.12 - Microestrutura após TT a 1250°C por um te de 300 segundos e Tt 1250°C. Austenita 18% ± 2,6%.

#### 5.2.2.2- Percentual de Austenita após Tratamento Térmico

O gráfico na figura 5.13 ilustra a evolução microestrutural do aço duplex UNS S32304 em função do tratamento térmico imposto e da temperatura de teste. Nota-se uma diminuição significativa na proporção de austenita conforme a temperatura de teste aumenta a partir de 1150°C.

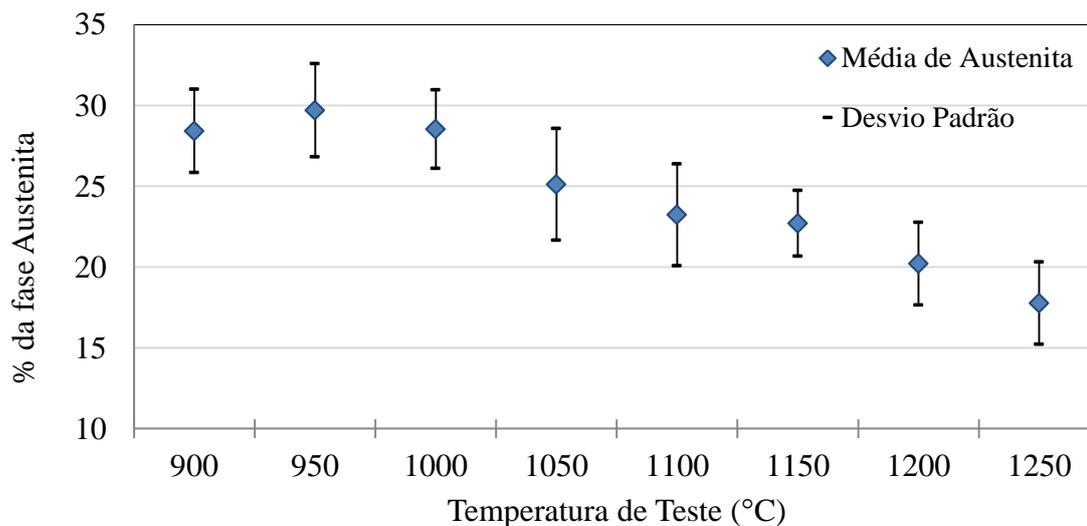


Figura 5.13 - % de Austenita para  $T_t$  variando de 900 a 1250°C sem tempo de espera.

### 5.3 - Comportamento mecânico e microestrutural após Torção a quente

#### 5.3.1- Curvas de escoamento plástico

A seguir, serão apresentados nas figuras 5.14 a 5.16 os resultados de ensaios mecânicos de torção realizados em amostras que foram inicialmente tratadas termicamente a 1250°C por 300 segundos e deformadas nas temperaturas de testes  $T_t$  de 1000, 1100 e 1200°C e taxas de deformação é de 0.1, 1 e 5s<sup>-1</sup>. Os resultados estão na forma de curvas de tensão versus deformação e foram obtidos a temperaturas constantes em ensaios com deformação contínua até a fratura das amostras.

De uma forma geral, nota-se nestas curvas que a tensão já atinge um máximo logo no início da deformação imposta decrescendo em seguida e podendo ou não alcançar o estado estacionário. Este comportamento é típico de materiais metálicos, onde as curvas

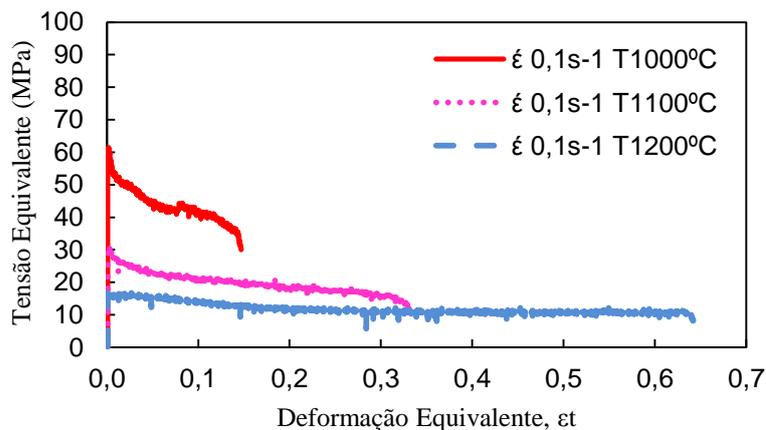


Figura 5.14 – Curvas de escoamento plástico na Tt a 1000°C, 1100°C e 1200°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $0.1\text{s}^{-1}$ .

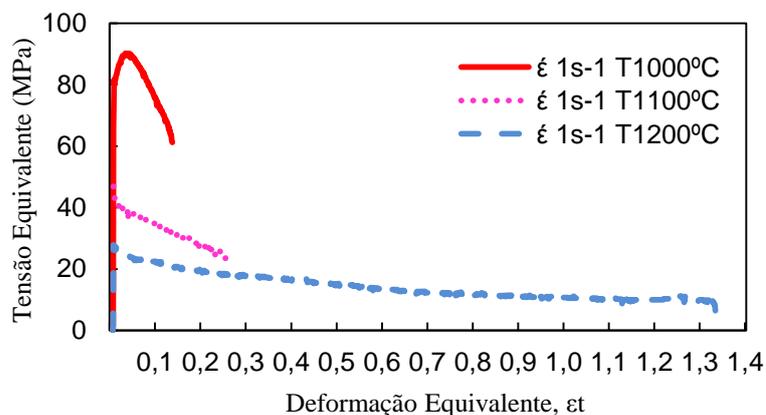


Figura 5.15 – Curvas de escoamento plástico na Tt a 1000°C, 1100°C e 1200°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $1\text{s}^{-1}$ .

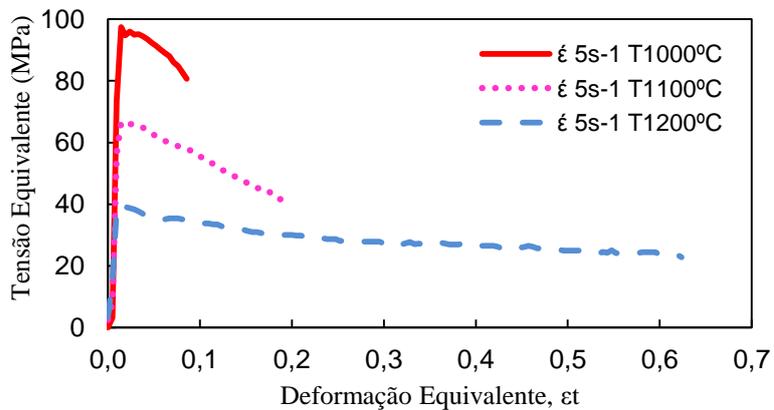


Figura 5.16 – Curvas de escoamento plástico na Tt a 1000°C, 1100°C e 1200°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $5\text{s}^{-1}$ .

apresentam uma região de amaciamento após um pico de tensão. Para as temperaturas de 1000°C e 1100°C a queda na tensão com a deformação é maior que para a temperatura de 1200°C.

Observa-se nestas curvas de escoamento que as mesmas assumem duas formas distintas. Uma das formas torna-se visível quando o aço é deformado em altas temperaturas e as curvas de escoamento plástico assumem formas similares às de materiais que amaciam extensamente por recuperação dinâmica ou por recristalização dinâmica. Para a temperatura de 1200°C, observa-se que as curvas apresentam também um estado estacionário. Por outro lado, quando deformado em baixas temperaturas, tem-se um encruamento rápido até a tensão de pico, seguido de uma região extensa de amaciamento sem apresentar um estado estacionário.

Para facilitar a interpretação dos resultados obtidos, os valores das tensões de pico e deformações na fratura dos gráficos das figuras 5.14 a 5.16 são apresentados nos gráficos das figuras 5.17, 5.18 e 5.19 em função das temperaturas de teste e taxas de deformação. De uma forma geral, a tensão de pico, ou a resistência mecânica máxima a quente, aumenta quando a temperatura de teste decresce (figura 5.17), enquanto que a deformação equivalente na fratura, ou a ductilidade a quente, diminui (figura 5.18). Pode-se ver na figura 5.19 que, para as temperaturas de teste 1000°C e 1100°C, a ductilidade é pouco sensível à taxa de deformação imposta. No entanto para a temperatura de teste de 1200°C a taxa de deformação apresenta maior influência na ductilidade. Nesta condição, para a taxa de deformação de  $0.1s^{-1}$ , a ductilidade a quente

foi inferior à apresentada pela taxa de  $1s^{-1}$  tornando esta condição diferente da tendência apresentada pelas temperaturas de  $1000^{\circ}C$  e  $1100^{\circ}C$ .

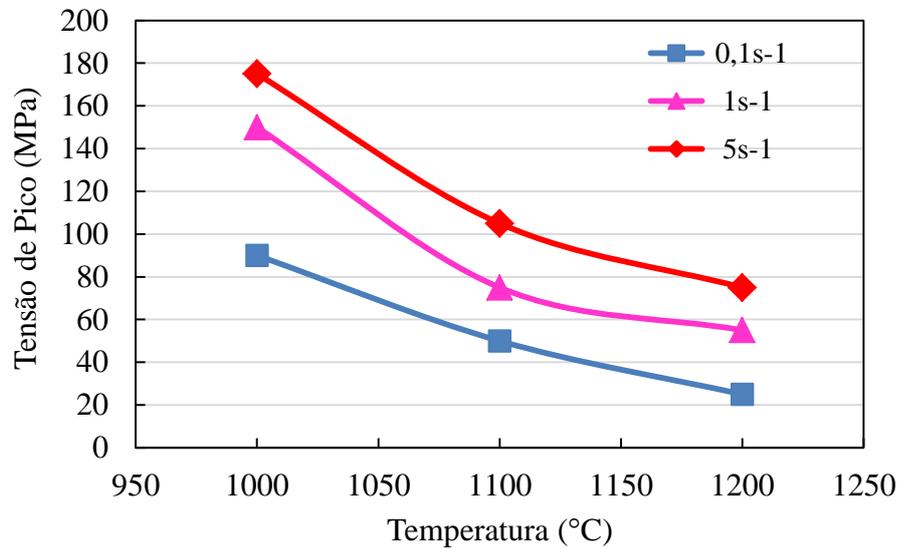


Figura 5.17 – Curvas da variação da tensão de pico deformada nas  $T_t$  a  $1000^{\circ}C$ ,  $1100^{\circ}C$  e  $1200^{\circ}C$  e  $\dot{\epsilon}$  de  $0,1s^{-1}$ ,  $1s^{-1}$  e  $5s^{-1}$ .

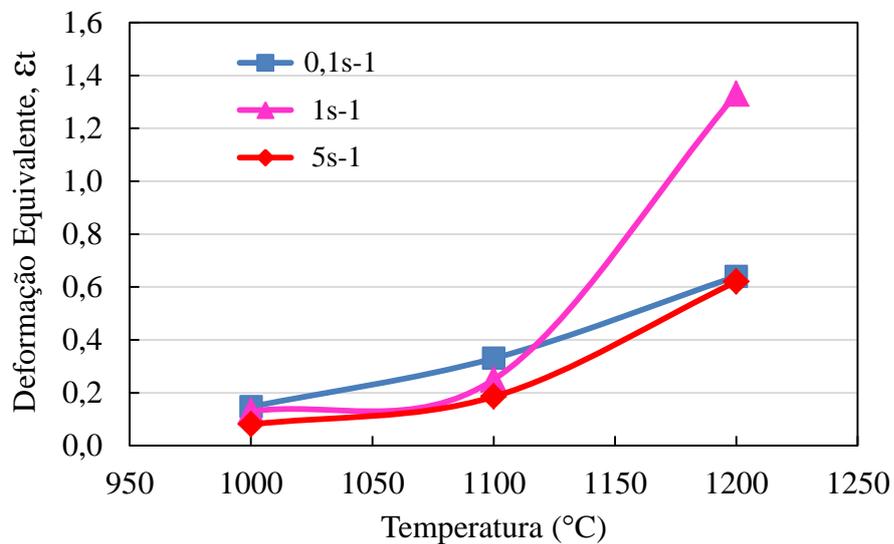


Figura 5.18 – Curvas da variação da ductilidade a quente deformada com  $\dot{\epsilon}$  de  $0,1s^{-1}$ ,  $1s^{-1}$  e  $5s^{-1}$  em função da  $T_t$   $1000^{\circ}C$ ,  $1100^{\circ}C$  e  $1200^{\circ}C$ .

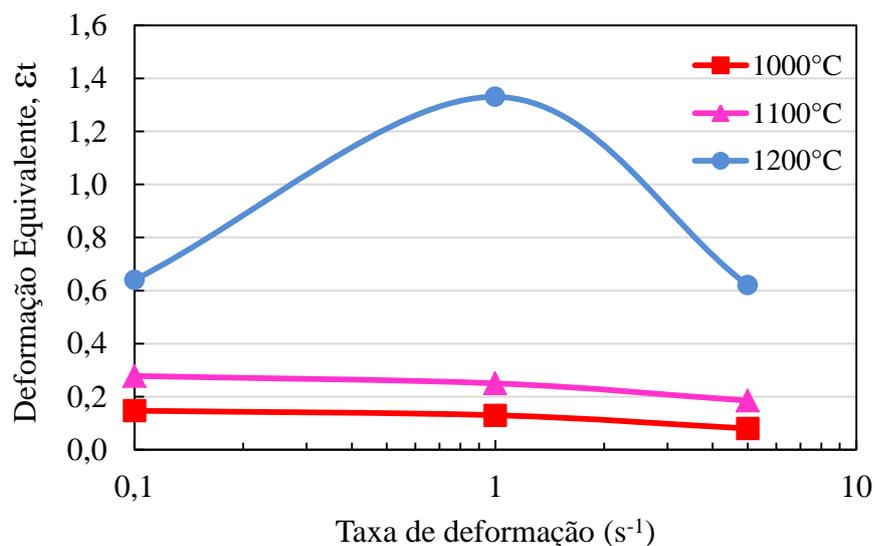


Figura 5.19 – Curvas da variação da ductilidade a deformada na Tt a 1000°C, 1100°C e 1200°C em função da  $\dot{\epsilon}$  0,1s<sup>-1</sup>, 1s<sup>-1</sup> e 5s<sup>-1</sup>.

### 5.3.2 - Microestruturas após torção a quente

Nas figuras 5.20 a 5.29 apresentam-se as microestruturas resfriadas bruscamente em água após tratamento térmico a 1250°C por um tempo de encharque  $t_e$  de 300 segundos, deformadas nas temperaturas de teste Tt de 1000, 1100 e 1200°C e taxas de deformação de 0,1, 1 e 5s<sup>-1</sup>. As amostras foram examinadas na seção longitudinal do eixo de torção. As micrografias apresentam a direção de laminação no sentido horizontal e a direção de deformação da torção no sentido vertical. Em todas as micrografias de torção, quando a fase austenita apresenta-se em forma de lamelas contíguas, a mesma apresenta-se alinhada à direção de deformação da torção.

Observam-se, nas micrografias das figuras 5.20, 5.24 e 5.27 todas deformadas à temperatura de 1000°C, grandes quantidades da fase austenita (~25 a 35%) sob a forma de lamelas na matriz ferrítica. Nas figuras 5.27, 5.28 e 5.29, todas deformadas a uma taxa de  $5s^{-1}$ , percebe-se uma grande quantidade de lamelas de austenitas alongadas e também uma grande quantidade destas sendo nucleada nos contornos de grão com a ferrita.

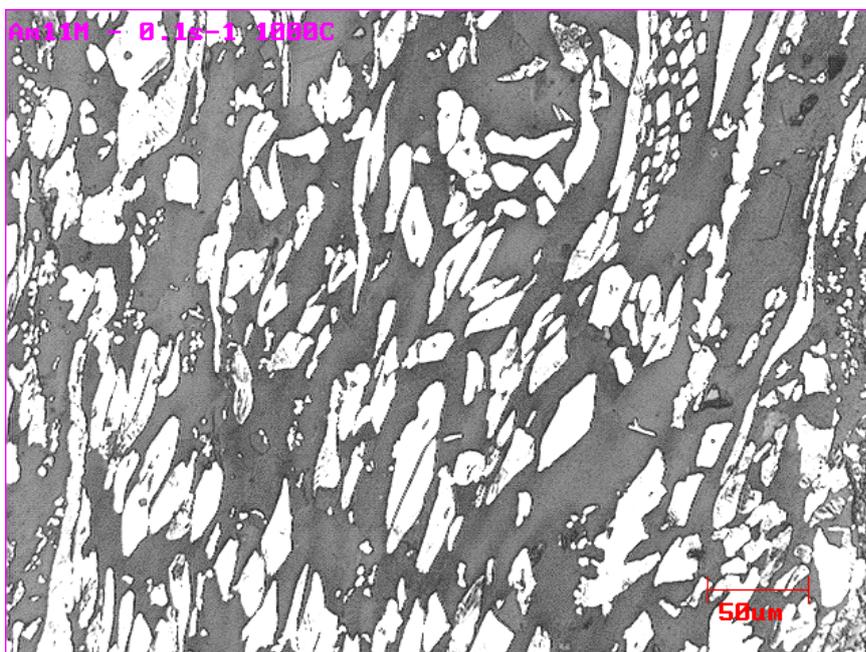


Figura 5.20 - Microestrutura após deformação na Tt 1000°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $0,1s^{-1}$ .

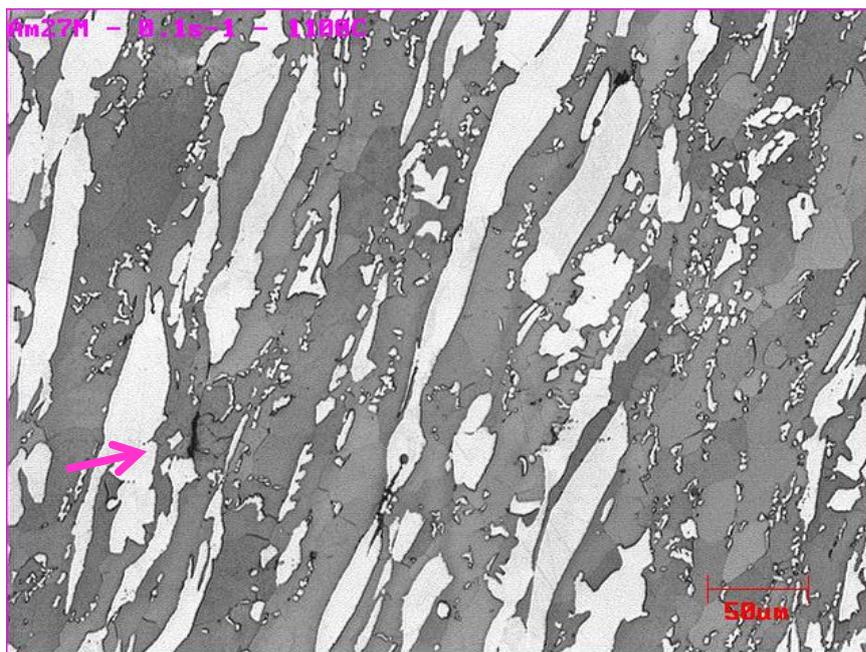


Figura 5.21 - Microestrutura após deformação na Tt 1100°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de 0,1s<sup>-1</sup>.

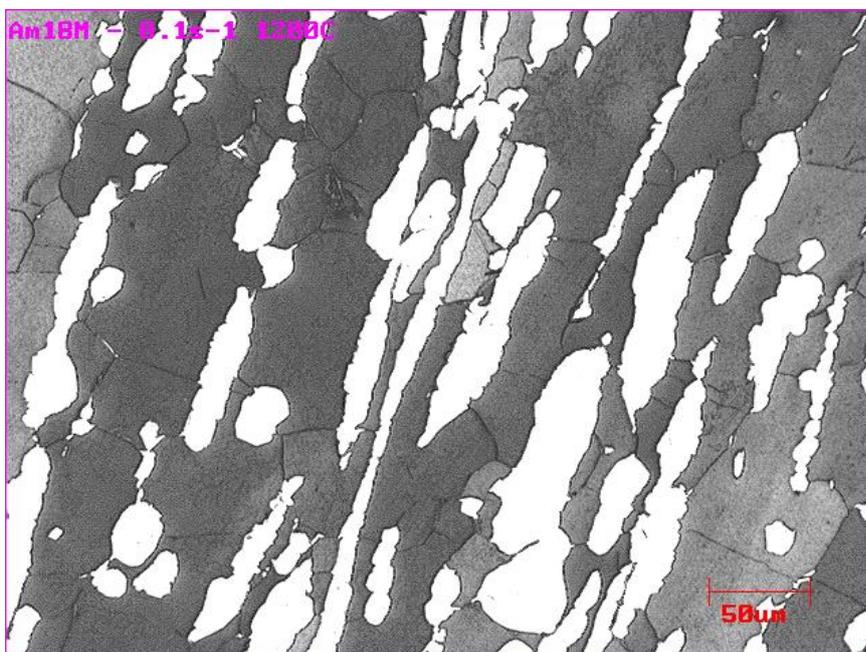


Figura 5.22 - Microestrutura após deformação na Tt 1200°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de 0,1s<sup>-1</sup>.

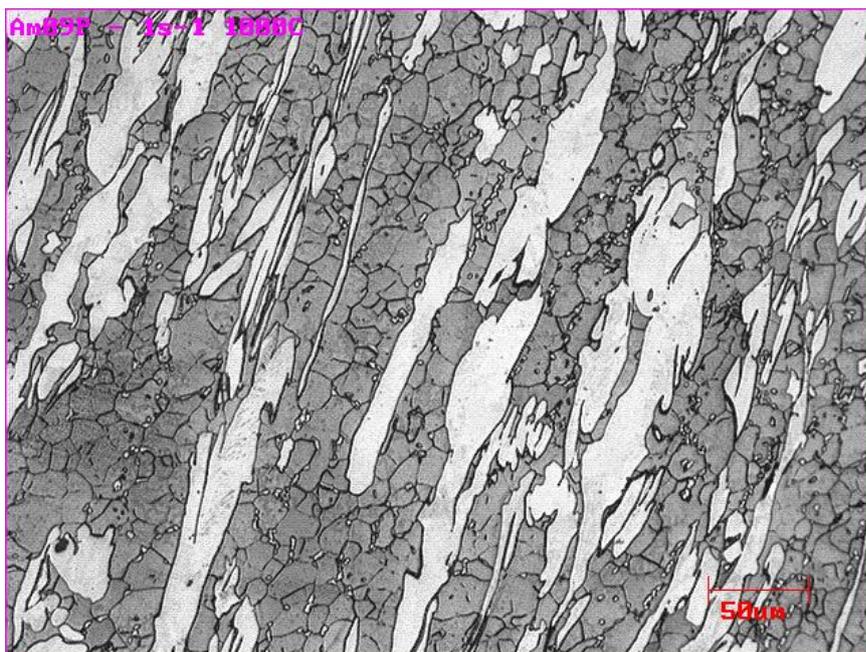


Figura 5.23 - Microestrutura após deformação na Tt 1000°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $1s^{-1}$ .

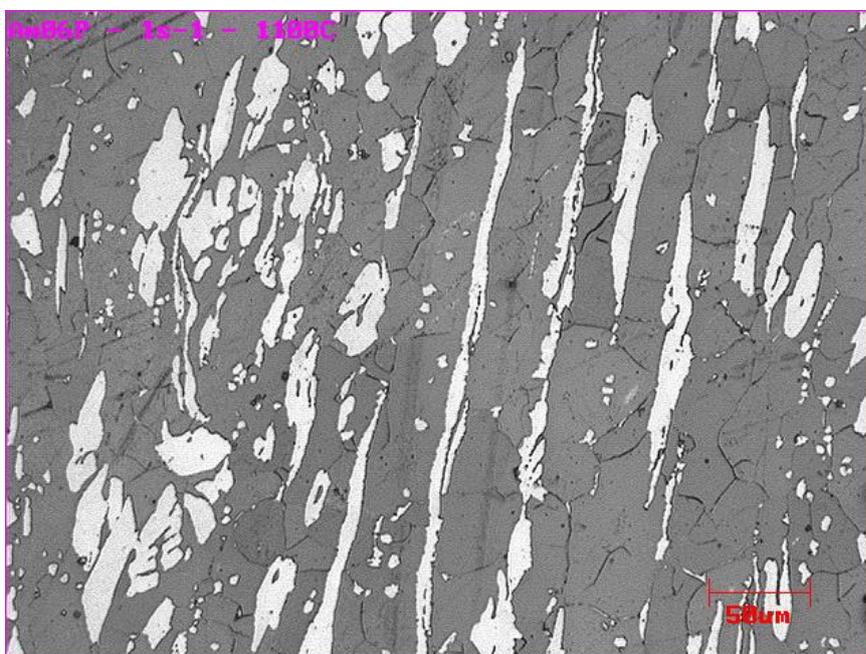


Figura 5.24 - Microestrutura após deformação na Tt 1100°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $1s^{-1}$ .

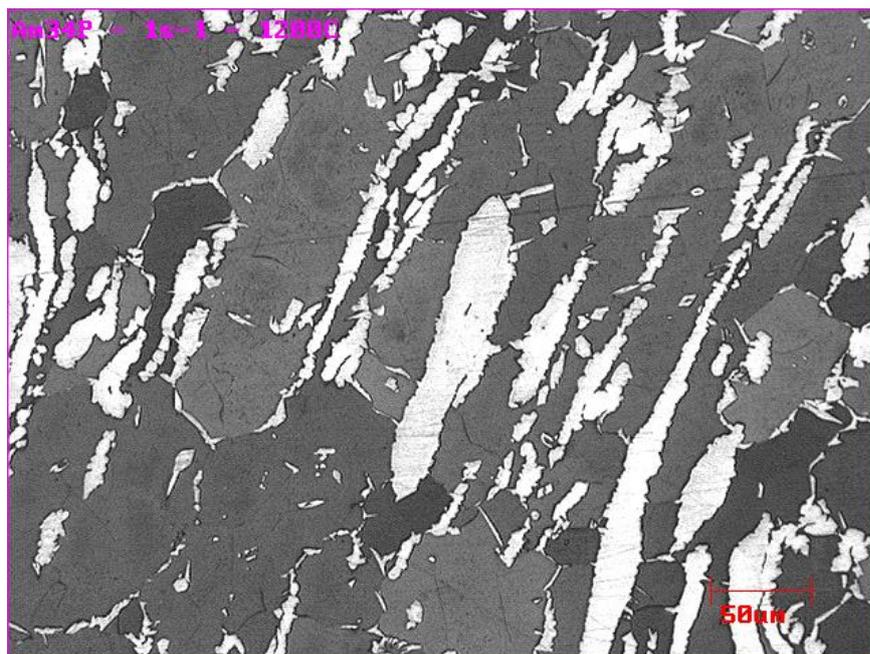


Figura 5.25 - Microestrutura após deformação na Tt 1200°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de 1 s<sup>-1</sup>.

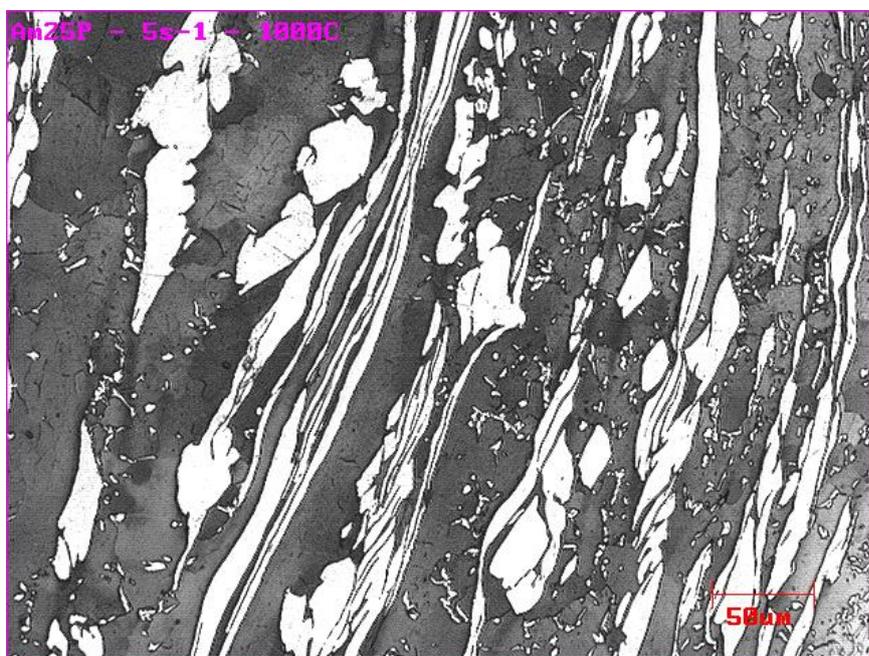


Figura 5.26 - Microestrutura após deformação na Tt 1000°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de 5 s<sup>-1</sup>.

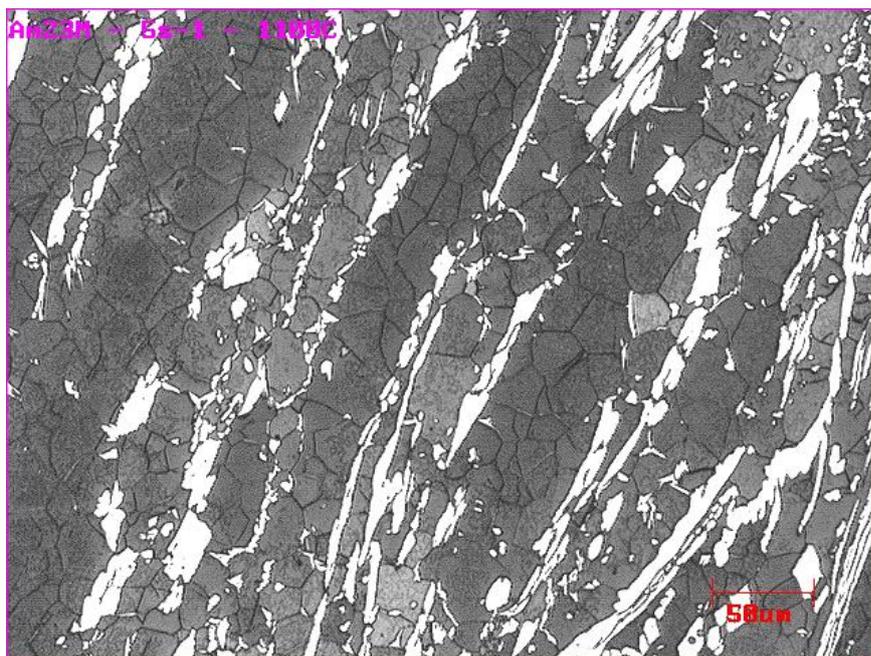


Figura 5.27 - Microestrutura após deformação na Tt 1100°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de 5s<sup>-1</sup>.

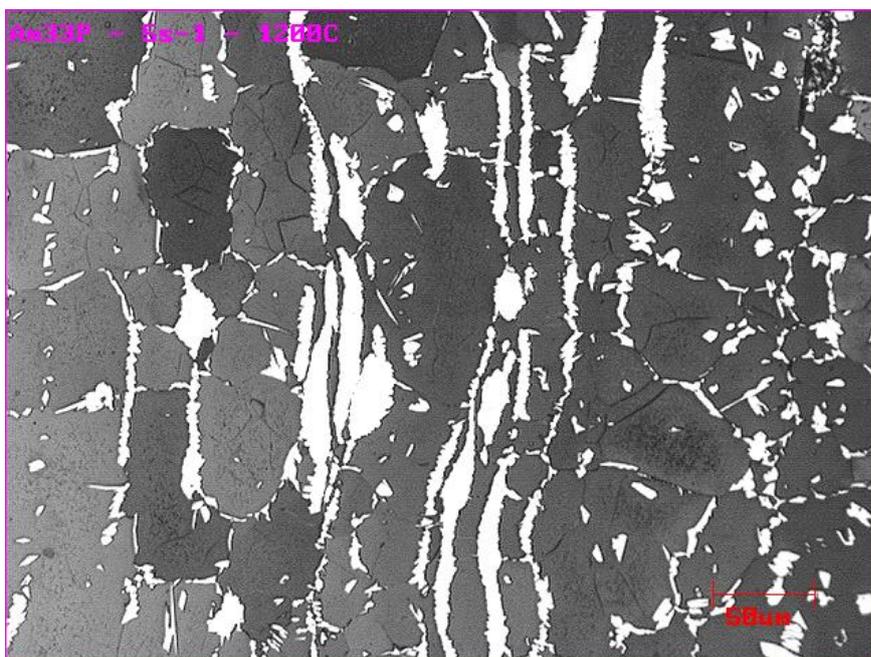


Figura 5.28 - Microestrutura após deformação na Tt 1200°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de 5s<sup>-1</sup>.

## 6 - Discussão

### 6.1 - Microestruturas iniciais

Microestruturas 100% ferríticas não foram observadas em nenhuma amostra. Isto se deve à composição química do aço e à temperatura de tratamento térmico limitada a 1250°C. Observa-se nas micrografias mostradas nas figuras 5.1 a 5.12 e no gráfico da figura 5.13, que a fração volumétrica de austenita decresce continuamente com o aumento da temperatura de teste no ensaio de tratamento térmico. No entanto, os percentuais de austenita obtidos em função do tratamento térmico imposto e das temperaturas de teste mostrados na figura 5.13 apresentaram valores abaixo dos que seriam esperados para a faixa de temperatura de teste entre 900 e 1250°C levando-se em consideração, os valores calculados pelo software Termo-calc como mostra a figura 6.1.

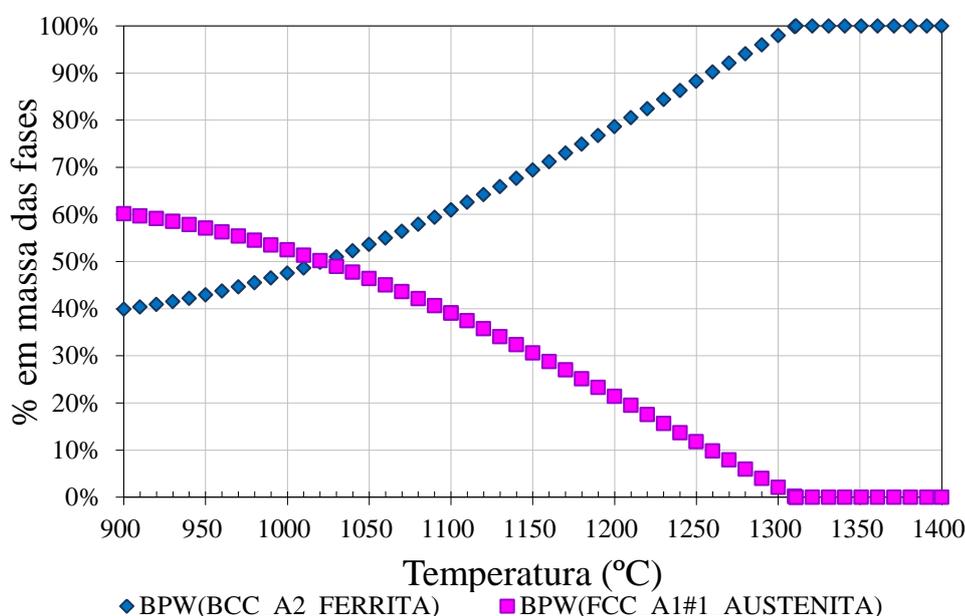


Figura 6.1 – Percentual das fases austenita e ferrita do aço duplex UNS S32304 na composição química estudada em função da temperatura. Calculado via Termo-calc.

A transformação de fase no estado sólido de ferrita em austenita é a principal mudança micro estrutural que ocorre durante o resfriamento do aço inoxidável duplex UNS S32304 abaixo da temperatura de solidificação. Esta transformação ocorre por nucleação e crescimento em altas temperaturas. A nucleação de partículas da nova fase, no caso a austenita, envolve o movimento de átomos por difusão no interior da fase ferrita e o seu arranjo segundo a estrutura cristalina característica da nova fase, a austenita. A cinética de crescimento da fase austenita é controlada por difusão na interface das fases ferrita/austenita.

O processo de difusão é diretamente proporcional à temperatura e ao tempo. No estado sólido, é bem mais difícil ocorrer do que no estado líquido, o que faz com que a nucleação e o crescimento de novas fases ocorram mais lentamente. Além disso, a eventual variação de volume durante a transformação de uma fase em outra, pode provocar o aparecimento de tensões internas que aumentam a energia local juntamente com as energias de superfície exigindo raios críticos maiores para que a queda de energia devido ao volume possa compensá-las, retardando assim a nucleação. Baseando-se nestes mecanismos, foi feito então, um teste extra de tratamento térmico em resfriamento para avaliar a influência do tempo de encharque no percentual de austenita. O teste consistiu em aquecer a amostra até a temperatura de 1250°C a uma taxa de 3°C/s, encharque de 300 segundos, seguido de resfriamento até a temperatura de teste de 1050°C, um tempo de encharque 300 segundos nesta temperatura seguido de resfriamento rápido. O resultado é ilustrado na micrografia apresentada na figura 6.2. Observa-se portanto, um aumento no percentual de austenita alcançando 42% para a

condição de teste com encharque de 300 segundos contra 25% de austenita para a condição de teste sem encharque ilustrada pela figura 5.8.

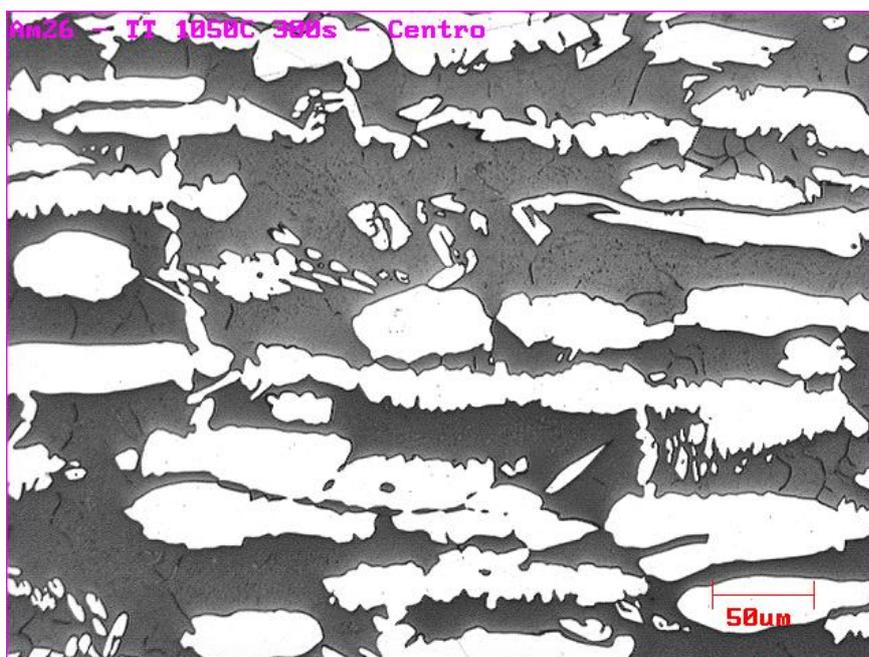


Figura 6.2 - Microestrutura na Tt 1050°C por um te de 300 segundos. Austenita 42%  $\pm$  3%.

Observa-se também uma pequena diferença na morfologia da fase austenita entre estes dois testes: a amostra da condição de teste com encharque de 300 segundos, figura 6.2, apresenta alguns grãos de austenita menores e sem uma orientação preferencial. Já na amostra da condição de teste sem encharque isso quase não ocorre. Com isso, acredita-se que, sem tempo de encharque, a maioria dos grãos de austenita são os que não foram totalmente dissolvidos a 1250°C e que cresceram ao se resfriar até a temperatura de 1050°C. Quando houve tempo de encharque a 1050°C, houve tempo suficiente para a nucleação e o crescimento de novos grãos. Este teste extra permitiu comprovar a influência do tempo de encharque na cinética de formação da fase austenita.

Observa-se também nas figuras 5.1 a 5.12 que a maioria dos grãos de austenita é grande, ou seja, há pouca ocorrência de grãos pequenos, indicando que para o tratamento térmico imposto, o crescimento de grão da fase austenita ocorre em maior intensidade do que a sua nucleação. Acredita-se que o fato de terem sido utilizadas amostras a partir de chapas já recozidas também tenha contribuído para isto.

### ***6.2 - Curvas de escoamento plástico***

As curvas de escoamento plástico do aço inox duplex UNS S32304 obtidas neste estudo são muito diferentes das curvas dos aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos. Em elevadas temperaturas, as curvas exibem um patamar similar ao apresentado pelo aço inox ferrítico em consequência dos mecanismos de amaciamento. Em baixas temperaturas, atuam tanto os mecanismos de endurecimento como os de amaciamento, porém sem atingir um estado estacionário como em elevadas temperaturas.

As curvas de escoamento plástico obtidas com a realização deste estudo mostradas pelas figuras 5.14 a 5.16 apresentaram as mesmas tendências das curvas apresentadas na literatura por Evangelista et al (20) e Iza-Mendia et al (25) tanto para a tensão de pico quanto para a deformação total na fratura. O aumento da temperatura implica na redução da tensão de pico e no aumento da deformação total na fratura. O aumento da taxa de deformação implica no aumento da tensão de pico e na diminuição da deformação total na fratura. No entanto, os resultados apresentam valores inferiores aos da literatura para o mesmo aço, tanto para a tensão de pico quanto para a deformação total na fratura.

A ductilidade do aço inox duplex depende não somente da ductilidade das fases constituintes ferrita e austenita, mas também do percentual e da distribuição destas fases bem como o tipo de interface entre elas e das condições de deformação (20) (25). Foi evidenciado por Pinol-Juez et al (41) que as interfaces entre as fases ferrita e a austenita são as partes mais fracas do aço inox duplex devido ao fato de serem os sítios de formação das trincas.

A trinca na interface entre as fases austenita e ferrita é uma falha significativa que ocorre na microestrutura dos aços inoxidáveis duplex em elevadas deformações. Ela aparece rapidamente para as condições de deformação onde são aplicadas elevadas taxas de deformação e também em baixas temperaturas. Uma inspeção microscópica neste aço mostra que as trincas sempre se iniciam na interface entre as fases austenita e ferrita como um resultado da elevada concentração de tensão e confirma isto como a primeira causa para a baixa ductilidade do aço inox duplex (1) (20) (25) (42) (42) (43) (44). O fenômeno responsável pela iniciação da trinca é o crescimento e o coalescimento de vazios resultantes do alívio das tensões internas provocadas por deformações diferenciadas entre as fases austenita e ferrita (45). Estas trincas aparecem bem antes da fratura final do corpo de prova.

Embora as trincas iniciem sempre na interface entre os grãos de ferrita e austenita, ela se propaga com o grão de ferrita. Isto se deve ao fato de a ferrita se deformar mais que a austenita e com isso a trinca acompanha movimento do grão de ferrita.

A figura 6.3 ilustra uma ampliação da trinca indicada na figura 5.21 por uma seta. Para confirmar se era realmente uma trinca, foi feito um polimento para remover o ataque. O resultado confirmou a presença da trinca conforme ilustrado na figura 6.4.

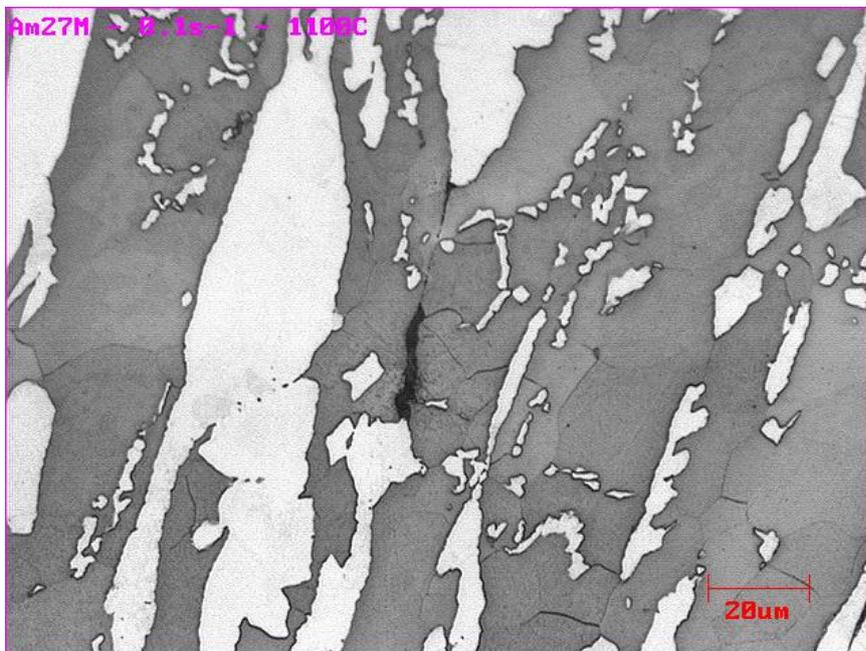


Figura 6.3 – Microtrinca na Tt 1100°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $0,1s^{-1}$ .



Figura 6.4 – Microtrinca na Tt 1100°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $0,1s^{-1}$ . Sem ataque.

A figura 6.5 ilustra a grande quantidade de trincas presentes após a torção tanto na superfície quanto no interior do corpo de prova e a seta indica a trinca ilustrada na figura 6.3.

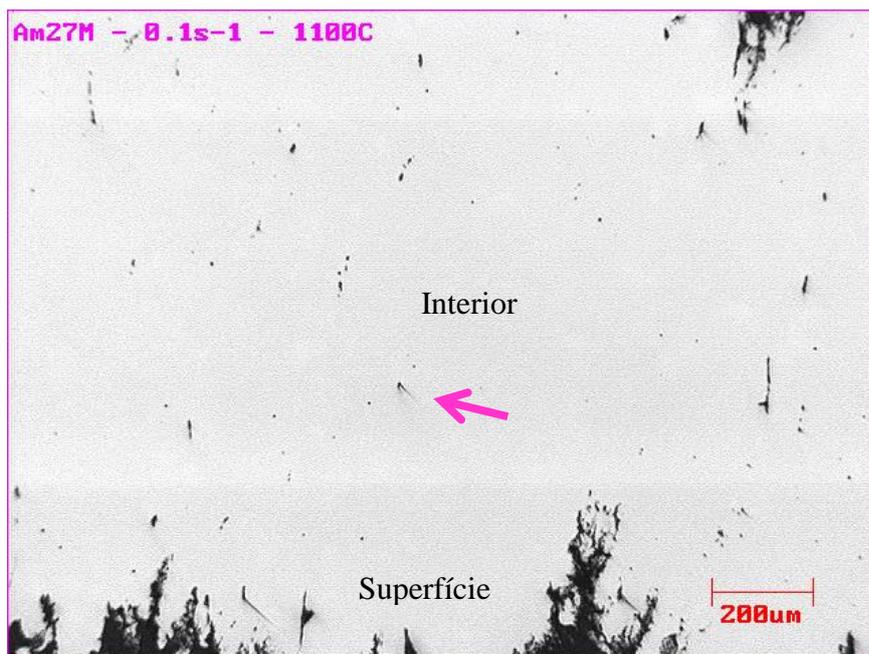


Figura 6.5 – Microtrinca Tt 1100°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $0,1s^{-1}$ . Sem ataque.

Nas figuras 6.6 e 6.7 fica clara a influência da temperatura na formação das trincas internas durante a deformação para uma mesma taxa de deformação  $1s^{-1}$ . Há uma maior incidência de trincas na região próxima à superfície devido ser a região que sofre maior deformação, no entanto há trincas no centro também. A diminuição na temperatura de deformação aumenta significativamente a quantidade de trincas e favorece o coalescimento das mesmas gerando trincas de vários tamanhos.

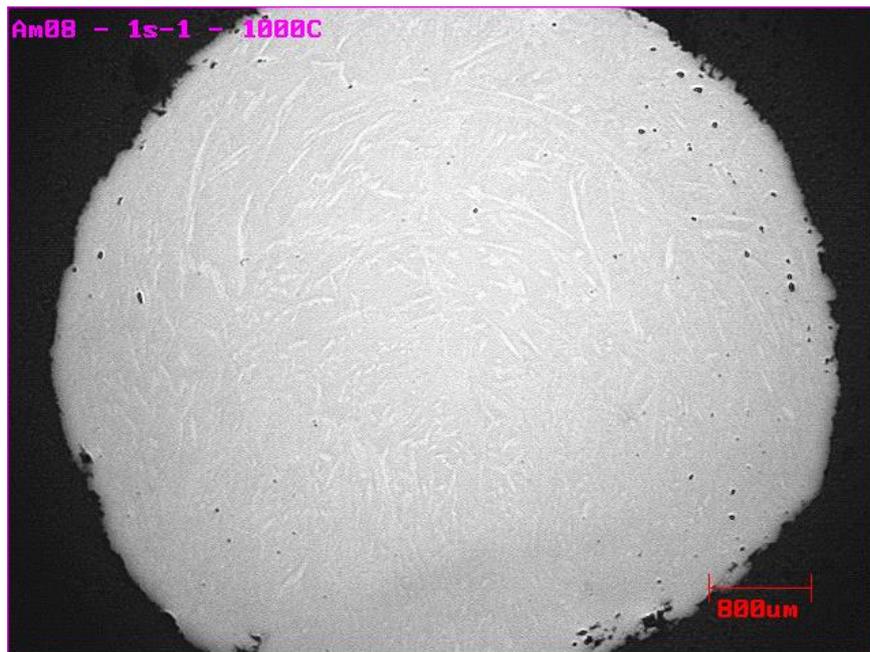


Figura 6.6 – Microtrinca na Tt 1000°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $1s^{-1}$ . Seção transversal sem ataque.

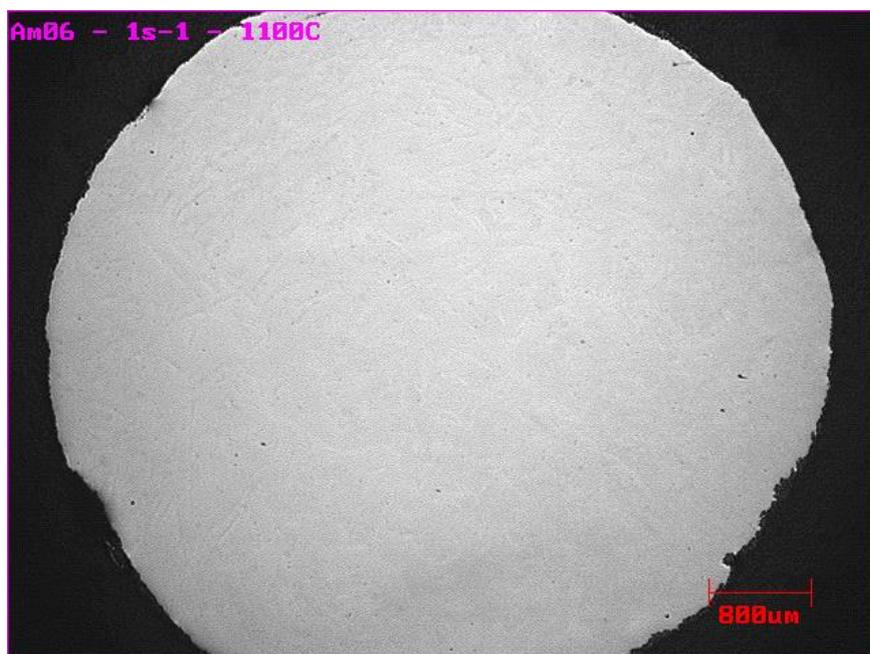


Figura 6.7 – Microtrinca na Tt 1100°C a uma  $\dot{\epsilon}$  de  $1s^{-1}$ . Seção transversal sem ataque.

Dois possíveis mecanismos de deformação parecem ser responsáveis pela formação da trinca: deslizamento no contorno de grão na interface entre a ferrita e a austenita e cisalhamento preferencial na ferrita. No entanto, quando uma deformação preferencial por cisalhamento ocorre na ferrita, o deslizamento também será imposto como forma de compensar a restrição do material (42).

O termo deslizamento no contorno de grão (GBS) refere-se ao mecanismo de deformação plástica pelo qual dois grãos podem ser transladados em relação a um outro grão pelo movimento de cisalhamento paralelo ao plano da interface. Quando a interface no contorno de grão ferrita/austenita é incoerente antes da aplicação da deformação, o deslizamento ocorre com maior facilidade e ajuda a acomodar a deformação dividida entre as duas fases e a reduzir a trinca na interface (42).

O modo de deformação em si é capaz de influenciar o comportamento do material do ponto de vista do formato da curva de fluxo bem como a formação das trincas. Izamendia et al (25) mostraram em seus estudos a diferença nas curvas de escoamento plástico para um mesmo aço quando deformado em torção e em compressão. A torção tem demonstrado ser um modo de deformação severo para o aço inox duplex, e neste sentido, o atual resultado pode prover uma luz para a ductilidade a quente deste material .

A elevada ductilidade dos aços inoxidáveis ferríticos está relacionada ao elevado nível de DRV, a qual permite que a deformação intragranular acomode deslizamentos diferenciais nos contornos de grão nas regiões de junções triplas reduzindo assim as

concentrações de tensões e a iniciação de trincas nestes pontos. Em aços austeníticos com uma pequena presença no processo de DRV, as trincas são inibidas pela nucleação da DRX e a subsequente migração dos contornos de grão remove a concentração de tensão próxima a região de deslizamento no contorno de grão (20).

De acordo com os resultados obtidos por Evangelista et al (20) e por Iza-Mendia et al (25) para um aço similar e em condições de teste de torção similares, a ferrita apresentou DRV em toda a faixa de temperatura entre 1000°C a 1200°C e taxas de deformação entre  $0,1s^{-1}$  e  $5s^{-1}$ . Para a austenita, era esperado que ocorresse DRX, no entanto a ausência desta, foi atribuída à fratura prematura do corpo de prova (20) (25).

Neste estudo, as curvas apresentam características de amaciamento sem a ocorrência de um patamar de encruamento, o que pode vir a caracterizar a deformação apenas da fase ferrita por ser mais macia e em elevada fração volumétrica. Uma possível explicação para que isso tenha ocorrido é o fato de não ter sido utilizado tempo de encharque após chegar na temperatura de teste antes da torção. Nesta condição, não há tempo para que a microestrutura atinja a condição de equilíbrio das fases. Esta opção foi tomada visando evitar o crescimento excessivo dos grãos ferríticos que tornam a torção instável e não representativa. Uma forma de validar esta possibilidade é através da lei das misturas dada pela equação 3.2, onde são levadas em consideração, a contribuição de cada fase nas propriedades finais do aço duplex. O gráfico da figura 6.8 ilustra os resultados obtidos neste estudo e o resultado calculado pela lei da mistura. Percebe-se uma boa relação entre o resultado obtido neste estudo e o calculado pela lei da mistura. Com o

aumento da temperatura, aumenta-se a proximidade entre as duas curvas, assim como relatado por IZA-MENDIA et al (25).

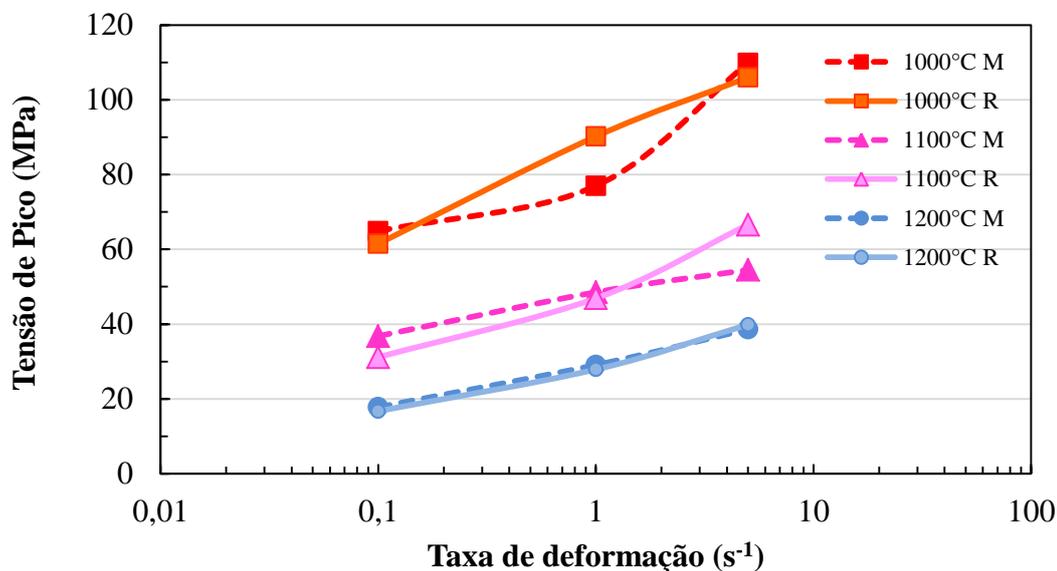


Figura 6.8 – Comparação da tensão de pico para o aço duplex UNS S32304 deste estudo (R) e o resultado levando se em conta a lei das misturas (M).

Como resultado, o parâmetro chave que afeta o comportamento da falha é a diferença no comportamento mecânico entre as fases austenita e ferrita. Tem sido sugerido na literatura que a baixa ductilidade a quente dos aços inoxidáveis duplex pode ser explicada em parte pela partição da deformação entre a ferrita, mais macia e a austenita mais dura (2) (22) (25) (41) (42). Martin et al (45) mostraram em seus estudos a 1050°C que nos aços inoxidáveis duplex a ferrita pode chegar a deformar 60% a mais que a austenita e que quando se adiciona Molibdênio, este percentual cai para 30%, explicando assim a melhor ductilidade a quente do aço inox duplex 2205 em relação ao 2304.

### ***6.3 - Microestruturas após torção a quente***

As observações microestruturais após torção a quente mostram que tanto a ferrita quanto a austenita desenvolvem uma microestrutura complexa e heterogênea. Esta heterogeneidade parece ser ainda maior na fase austenita. Observa-se nas figuras 5.20 a 5.29 três morfologias distintas da fase austenita: lamelas contíguas, partículas finas e grosseiras no contorno de grão e/ou dispersas na matriz ferrítica. A morfologia das partículas da fase austenita varia em função da temperatura de teste, da taxa de deformação aplicada e da deformação total até a fratura.

#### ***6.3.1 - Influência da temperatura***

Nas temperaturas de teste a 1000°C e 1100°C, prevalece a morfologia de partículas de austenita grosseiras. No entanto, apresentam também uma grande quantidade de partículas finas sendo nucleadas e algumas lamelas contíguas remanescentes. Nas temperaturas a 1200°C, prevalece a morfologia de lamelas contíguas. No entanto, à medida que se aumenta a taxa de deformação, percebe-se um aumento de partículas finas entre os grãos ferríticos e uma redução na espessura das lamelas contíguas. Observa-se também que as partículas de austenita ao serem deformadas, vão se alinhando com a direção de deformação na torção.

O aumento na temperatura aumenta a fração volumétrica da fase ferrita mais dúctil e diminui a área de interface ferrita/austenita, reduzindo assim os sítios de formação de trincas e aumentando a ductilidade a quente.

Observa-se na figura 5.20 que a austenita pouco deformada aparece como grãos mais grosseiros e parece se comportar como inclusões e o resto do material flui ao redor dela. Este comportamento foi relatado também por Iza-Mendia et al (25).

### *6.3.1 - Influência da taxa de deformação*

O aumento na taxa de deformação propicia uma maior quantidade de partículas finas da fase austenita. Isto se deve a dois fatores: taxas de deformação maiores, favorecem a nucleação da fase austenita. Em contrapartida, as taxas de deformação maiores levam a uma fratura mais rápida do corpo de prova de torção porque não há tempo suficiente para que ocorra a DRV e conseqüentemente o alívio das tensões internas que levam à formação das trincas. Sendo assim, não há muito tempo para o crescimento das partículas de austenita nucleadas durante a deformação. Portanto, a presença de partículas de austenita de diferentes tamanhos, indica que durante a torção, ocorreu tanto a nucleação de novos grãos, favorecida por taxas de deformação elevadas e temperaturas menores quanto o crescimento dos grãos já existentes antes da deformação por torção, favorecida por taxas menores e temperaturas elevadas.

A taxa de deformação também interfere na morfologia da fase austenita que se apresenta em forma de lamelas contíguas. O aumento da taxa de deformação propicia o afinamento na espessura e o alongamento no comprimento das lamelas contíguas de austenita. Isto ocorre, porque, aumentando-se a taxa de deformação, aumenta-se e muito a quantidade de deslocamentos na ferrita e diminui-se a DRV nesta fase, o que leva a um aumento na dureza da fase ferrita. Assim, a ferrita passa a se deformar menos e permite que uma maior quantidade de grãos da austenita se deformem. Este comportamento

reflete as diferenças nas microestruturas de torção principalmente para as taxas de  $1s^{-1}$  e  $5s^{-1}$  nas temperaturas de  $1000^{\circ}C$  e  $1100^{\circ}C$  e conseqüentemente no formato das curvas.

### 6.3.2 - *Influência da deformação*

A aceleração da transformação da ferrita em austenita pode estar relacionada com o aumento da energia de deformação armazenada produzida pela deformação. Quando as duas fases austenita e ferrita são deformadas juntas, a distribuição da deformação não é mais uniforme. Deformações concentradas ocorrem na fase ferrita mais macia e a DRV é mais efetiva nesta fase. Uma estrutura de subgrãos se desenvolve então na ferrita no início da deformação resultando na presença de subgrãos dentro dos grãos ferríticos deformados (44). Os contornos de subgrão são sítios favoráveis para a nucleação da austenita por possuírem grande quantidade de energia armazenada. A nucleação da austenita ocorre então como uma forma de reduzir esta energia e assim reduzir a energia interna armazenada do sistema. Este processo de nucleação intragranular acelera a dinâmica de transformação de fase durante a deformação.

No entanto, em algumas condições do teste de torção, o percentual de austenita ficou bem abaixo do obtido com o tratamento térmico. Este mesmo comportamento é relatado na literatura por Napolião et al (46). Uma possível explicação para este fato é o aumento da temperatura da amostra causado pela deformação. O aumento da temperatura devido ao aquecimento adiabático pode levar a uma quantidade significativa de transformações de fase durante a deformação no domínio intercrítico. Este aumento de temperatura pode chegar a  $30^{\circ}C$  ao final da deformação, diminuindo o potencial de transformação

da fase ferrita em austenita. Este mecanismo está de acordo com o relatado na literatura por Oliveira et al (47).

## 7 - Conclusões

A baixa ductilidade do aço inox duplex UNS S32304 é devida a formação de trincas na interface entre a ferrita e a austenita a qual se propaga através da matriz e leva o corpo de prova à fratura em deformações baixas.

O mecanismo chave que afeta o comportamento da falha, ou seja, a formação de trincas, é a diferença no comportamento mecânico e microestrutural entre as fases austenita e ferrita.

As diferenças na ductilidade a quente do aço inox duplex em função da taxa de deformação e da temperatura estão relacionados com as variações na fração volumétrica, na distribuição, no tamanho, na forma e orientação da fase austenita em relação a matriz ferrítica e também com os mecanismos de amaciamento operantes nestas fases.

O aumento na temperatura aumenta a fração volumétrica da fase ferrita mais dúctil e diminui a área de interface entre a ferrita e a austenita, reduzindo assim os sítios de formação de trincas e aumentando a ductilidade a quente.

A diminuição da taxa de deformação favorece a DRV na ferrita, a qual reduz as tensões internas responsáveis pela nucleação das trincas e conseqüentemente aumenta a ductilidade a quente.

## 8- Referência Bibliográfica

1. **IZA-MENDIA, A. e GUTIERREZ, I.** Factors affecting the hot workability of duplex stainless steels. Duplex Stainless Steel 2007. Grado Italy : s.n., 2007.
2. **PINOLJUEZ, A. et al.** Influence of phase morphology and deformation mode on the behavior during hot working of a two-ductile phase composite. *In: 1st International Conference on Ceramic and Metal Matrix Composites (CMMC 96)*. San sebastian, Spain : s.n., 1996. pp. 1025 - 1032. .
3. **DUPREZ, L. et al.** High-temperatura stress and strain partitioning in duplex stainless steel. *Zeitschrift Fur Metallkunde [S.I.]*. v. 93. n 3 p. 236-243 (Mar 2002).
4. **HERNANDEZ-CASTILHO, L. E. et al.** Micro-scale strain distribution in hot-worked duplex stainless steel. *Steel Research International [S.I.]*. v. 76, n 2-3, p 137-141.(Feb-Mar 2005).
5. **Association, IMO A - International Molibdenum Association.** Pratical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels. 2001. p. 48.
6. Association, IMO A - International Molibdenum Association. Pratical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels. London, UK : s.n., 2009. 2ª ed. ISBN 978-1-9074470-00-4.
7. **GUN, R.N.** Duplex Stainless Steel. Cambrigde England : Abington Publishing, 1997. p. 204.
8. **REICK, W., POHL, M. e PADILHA, A.F.** *I Seminário Brasileiro Sobre Aços*. São Paulo : ABM, 1989. pp. 123-140.
9. **CHARLES, J.** Duplex Stainless Steels '91. Beaune, France : Les Éditions de Physique, October de 1991. Vol. 1, pp. 3-48.
10. **DUPOIRON, F. e AUDOUARD, J.P.** Scandinavian Journal of Metallurgy. 1996. Vol. 25, pp. 95-102.
11. **ENLEM, J. e MATTHEWS, L.M.** Proc of International Conference on Stainless Steels. Chiba : ISIJ, 1991. pp. 730-737.
12. **NEMOTO, R. et all.** Stainless Steel's 84, Proceedings. Goteborg : s.n., 1984. pp. 149-157.
13. **HILKES, J. e BEKKERS, K.** Stainless Steel's 87, Proceedings. New York : s.n., 1987. pp. 87-95.
14. **SOUTHWICK, P.D. e HONEYCOMBE, R. W. K.** Metal. Sci. 1980. Vol. 14 (7), pp. 253-261.
15. **A240/A240M, ASTM.** - 08 Standart Specification for Chromium and Cromium-Niquel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Aplications . 2008.
16. **FARIA, R. A., FOURMENTIN, R. e JUNIOR, O.C.P.** Development of duplex stainless steel in Arcelor Mittal Inox Brasil. *In: Congress Inox 2010*. Rio de Janeiro, Brasil 2010 : s.n.
17. **CHARLES, J.** Past, present and future of the Duplex Stainless Steel. *In: 7th Duplex 2007 Int. Conf & Expo, Italy. AIM.* 2007.
18. **KAWASAKI, T., TAKADA, I. e OHTSUBO, H. E SUZUKI, S.** Kawasaki Steel Techical Report. 14, 50-60 (1986).
19. **KOMI, J. I. E KARJALAINEN, L. P.** Proceedings International Congress Stainless Steels'96. Dusseldorf, Neuss, 301-302 (June, 1996).

20. **EVANGELISTA, E., et al., et al.** Hot Workability of 2304 and 2205 duplex stainless steel. *Canadian Metallurgical Quarterly*. Canadian : s.n., 2004. Vol. 43. No 3 Page 339-354.
21. **LIU, H. Y., et al., et al.** Effects of alloying elements on the mechanical properties and corrosion behaviors of 2205 duplex stainless steels. *Journal of Materials Engineering and Performance*. Vol. 10. Number 2. Page 231-241. (April 2001).
22. **IZA-MENDIA, A., PINOL-JUEZ, A. e GUTIÉRREZ, I.** Study of the effect of the microstructure on the hot deformability of a duplex stainless steel. *In: Rev. Metal*. Madrid, 34, (mayo 1998).
23. **EYGAZIER, P.** Influence de l'azote sur la forgeabilité de la nuance austénoferritique UR 35N. UGINE Savoie : Relatório Interno UGINE N 1730.90, 1990.
24. **WRAY, P. J.** *Mettal. Trans.* 15 2009. 1984.
25. **IZA-MENDIA, A., PINOL-JUEZ, A. e URCOLA, J. J. e GUTIÉRREZ, I.** Microstructural and Mechanical Behavior of a Duplex Stainless Steel under Hot Working Conditions. s.l. : Metallurgical and Materials Transactions A, Dezembro 1998. Vol. 29A, pp. 2975-2986.
26. **BARRACLOUGH, D. R. e SELLARS, C. M.** Institute of Physics Conf. Ser. N° 21. Institute of Physics, Bristol, United Kingdom : s.n. pp. 111-23.
27. **SELLARS, C. M., SAH, J.P. e BEYNON, J. e FOSTER, R.** Report on Research Work Supported by Science Research Council grant N° B/RG/1481. 1976.
28. **REED-HILL, R. E.** *Princípios de Metalurgia Física*. Rio de Janeiro : Guanabara Dois, 1982. 776p.
29. **DIETER, George Elwood.** *Mechanical Metallurgy*. Singapura : McGraw-Hill, 1988. Cap. 10.
30. **JONAS, J.J., SELLARS, C.M. e McG TEGART, W.J.** *Metallurgical Reviews*. 130. 1969. (14) 1-24.
31. **McQUEEN, H. J. e JONAS, J. J.** *Arsenaut. Treatise on Materials Science and Technology*. New York : R. V., 1976. 6. 393-493.
32. **SEVILLANO, J.G., VAN HOUTE, P. e AERNOUDT, E.** *Progress in Materials Science*. Pergamon : s.n., 1980. 25. 69-412.
33. **COOTTERILL, P., MOULD, P.R.** Surrey University. London : s.n., 1976. 5-29.
34. **SICILIANO, Jr.** Mathematical modeling of the hot strip rolling of Nb Microalloyed steels. Montreal, Canada: Department of Mining and Metallurgical Engineering : Mc Gill University, 1999. 165p. (PhD Thesis and Metallurgical Engineering).
35. **REIS, E. G.** Modelo Matemático para previsão das propriedades mecânicas na laminação a quente de perfis estruturais. Belo Horizonte : Escola de Engenharia da UFMG, 2007. 106p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica)..
36. **ROBERTS, W. e AHLBLOM, B.** *Acta Metallurgical*. 1978. 26, 718.
37. **RYAN, N. D. e McQUEEN, H. J.** *Journal of Mechanical Working Technology*. 1986. 12. pp. 279-296.
38. **McQUEEN, H.J. et al.** *Metall. Trans.* 1984. 15A, 1855-1864.
39. **BARBOSA, R.** *Simulação de processos industriais a partir de ensaio de torção a quente. In: Diversos Autores. Textura e Relações de Orientação*. 2ª ed. São Paulo : IPEN, 2003. pp. 151-152. cap 9 .
40. **BARBOSA, R.** *Metalurgia Física da Deformação a Quente. Notas de Aula. Curso de Pós Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas*. Belo Horizonte. 2010.

41. **PINOL-JUEZ, A. e IZA-MENDIA, A. e GUTIÉRREZ, I.** Interface Boundary Sliding as a Mechanism for Strain Accommodation During Hot Deformation in a Duplex Stainless Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*. June de 2000. Vol. 31A, pp. 1671-1677.
42. **REIS, G. S. e JORGE, A. M. e BALANCIN, O.** Influence of the Microstructure of Duplex Stainless Steel on their Failure Characteristics During Hot Deformation. *Materials Research*. São Carlos : s.n., 2000. Vol. 3, 2, pp. 31-35.
43. **McQUEEN, H.J e EVANGELISTA e RYAN, N. D.** Thermomechanical Processing: Mechanisms, Microstructure Control. Sheffield : s.n., 2002.
44. **BALANCIN, O., HOFFMANN, W., JONAS, J.J.** Influence of microstructure on the flow behavior of duplex stainless steel at high temperatures. *Metall Mater Transactions A*. Mayo de 2000. Vol. 31A, pp. 1353-1364.
45. **MARTIN, G., YERRA, S. K. e BRECHET, Y. et al.** A macro-and micromechanics investigation of hot cracking in duplex steels. *Acta Materialia*. May de 2012. Vol. 60, pp. 4546-4660.
46. **NAPOLIÃO, M. E. F. e BALANCIN, O.** Efeito da Formação de Partículas de Austenita sobre as Curvas de Escoamento Plástico de um Aço Inoxidável Duplex DIN W. Nr. 1.4460 Deformado por Torção a Quente. *Jornadas SAM/CONAMET/SIMPOSIO MATERIAIS*. São Carlos : s.n., 2003. pp. 313-316. 04-41.
47. **OLIVEIRA, M.A.F., JORGE JR, A.M., BALANCIN, O.** Influence of strain-induced nucleation on the kinetics of phase transformation in a forging steel during warm working. *Scripta Materialia*. s.l. : Elsevier, 2004. Vol. 50. 1157-1162.