

TEXTURA CRYSTALLOGRÁFICA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX UNS S31803 E UNS S32304 APÓS LAMINAÇÃO A FRIO E RECOZIMENTO*

Karina Aparecida Martins Barcelos Gonçalves¹

Tarcísio Reis de Oliveira²

Dagoberto Brandão Santos³

Resumo

Amostras dos aços inoxidáveis duplex UNS S31803 (duplex padrão) e UNS S32304 (*lean duplex*) foram investigadas no estado de fornecimento, após laminação a frio com redução de 64% e 62% e recozimento na temperatura de 1055°C com 20s de encharque. Foram medidas a dureza Vickers e a quantificação das fases, austenita e ferrita, usando o método de contagem por pontos. A textura cristalográfica foi obtida via técnica de EBSD. A textura cristalográfica da fase ferrítica no estado de fornecimento e recozida apresentou as fibras α $\langle 011 \rangle // DL$ e θ $\{100\} // DN$ mais intensas, enquanto a fibra γ $\{111\} // DN$ aparece com intensidade menor. Na fase austenítica as principais componentes encontradas com maior intensidade estão na fibra α $\langle 011 \rangle // DN$ e na fibra β com menor intensidade.

Palavras-chave: Aço inoxidável duplex; Textura cristalográfica; Laminação a frio; Recozimento.

ANALYSIS OF STEEL CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE STAINLESS DUPLEX UNS S31803 AND UNS S32304 AFTER ROLLING COLD TREATMENT AND THERMAL ANNEALING

Abstract

Samples of duplex stainless steel 31803 (standard duplex) and 32304 (*lean duplex*) were investigated in the as-received state, cold rolling with a reduction of 64% and 62% and after annealing at 1055°C for 20 s soaking. Mechanical property was evaluated by hardness measurements. Quantification of austenite and ferrite volume fraction was done by point counting method. Crystallographic texture was obtained via EBSD technique. Crystallographic texture of ferrite phase in as-received condition and annealed were more intense in alpha fiber $\langle 011 \rangle // DL$ and theta fiber $\{100\} // ND$. Meanwhile, gamma fiber $\{111\} // DN$ appears with less intensity. In the austenitic phase the greater intensity are found in the alpha fiber $\langle 011 \rangle // ND$, and beta fiber to a lesser intensity.

Keywords: Duplex stainless steel; Crystallographic texture; Cold rolling; Annealing.

¹ Engenheira de Materiais, Mestranda no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil.

² Engenheiro Mecânico Industrial, Dr. Pesquisador, Aperam South America, Timóteo, MG, Brasil.

³ Engenheiro Metalurgista, MSc., Dr., Professor Associado, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex (AID) são caracterizados por uma microestrutura de duas fases de quantidade aproximadamente iguais de austenita (γ) e ferrita (δ). A grande aplicação dos aços inoxidáveis duplex em indústrias petrolífera, de gás e química tornou-se generalizada devido a sua combinação de propriedades de alta resistência à corrosão por pites e corrosão sob tensão em meios contendo cloretos, bem como a sua alta resistência aliada a tenacidade [1]. A composição química dos aços inoxidáveis duplex é projetada para fornecer aproximadamente 50% da fase austenítica e 50% da fase ferrítica na faixa de temperatura de recozimento entre 1050-1100°C. Temperatura maior que 1100°C aumenta a fração da ferrita e temperatura menor que 1050°C não promove a recristalização correta do aço [2]. Elementos de liga como o cromo, silício e molibdênio têm a capacidade de atuar como estabilizadores da fase ferrita (CCC); outros, como níquel, manganês, cobre carbono e nitrogênio, são estabilizadores da austenita (CFC). Assim, a introdução de elementos com o intuito de aumentar a resistência à corrosão leva a estabilização de uma ou outra fase, resultando em diferentes comportamentos [3]. Nos aços inoxidáveis duplex, repartição dos componentes químicos e textura cristalográfica de ambas as fases são fatores importantes que devem ser bem conhecidos para controlar as propriedades mecânicas deste material.

Hutchinson e Jonson [4] estudaram a textura e anisotropia do aço inoxidável duplex SS 2377. As amostras foram laminadas e recozidas onde uma característica interessante foi observada. Na fase ferrítica havia uma ausência total da componente (111)[uvw], normalmente observada em materiais ferríticos (CCC) nesta condição. Relatos da literatura [6,9] dizem que tanto na fase austenítica, quanto na fase ferrítica observa-se uma grande dependência da textura de deformação na textura de recristalização. O objetivo deste trabalho foi, avaliar o comportamento de dois tipos de aços inoxidáveis duplex na sua microestrutura, textura cristalográfica e propriedade mecânica.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os aços inoxidáveis duplex UNS S32304 e UNS S31803 foram processados industrialmente e fornecidos pela empresa Aperam South América com espessura nominal de 4 mm. A principal diferença entre os dois AID é o teor de Mo. O aço UNS S31803(padrão) possui em sua composição 2,628% de Mo, enquanto o outro, UNS S32304(*lean*), possuem apenas 0,275%. O detalhamento da composição química de cada aço está na tabela1.

Tabela1. Composição química dos AID

Aço	C (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	N (%)	Mn (%)	Cu (%)	Si (%)	S (%)	P (%)
UNS S32304	0,011	22,87	4,20	0,275	0,1193	1,45	0,453	0,2013	0,0004	0,0215
UNS S31803	0,013	22,44	5,31	2,628	0,1534	1,809	0,241	0,3815	0,0005	0,0294

Os aços inoxidáveis duplex foram laminados a frio com percentual de 64% de redução na espessura para o aço 31803 e 62% para o aço 32304. O tratamento térmico de recozimento foi conduzido em um forno estacionário do tipo mufla, marca Combustol, a uma temperatura de 1055°C com um tempo de encharque de 20 s, as amostras foram resfriadas bruscamente em água e gelo. A caracterização microestrutural foi realizada via microscopia ótica. As amostras no estado de fornecimento (BQ-laminada a quente e recozida), laminada a frio e recozida, foram cortadas, lixadas, embutidas (no sentido de laminação) e atacadas com o reativo de Behara. Através das imagens adquiridas no microscópio óptico foi realizado a quantificação das fases utilizando o teste de grade de acordo com norma da ASTM E562. Técnica de caracterização via difração de elétrons retroespalhados (EBSD – “*Electron Back Scatter Diffraction*”) acoplada a um microscópio eletrônico de varredura (MEV) foram utilizados para obter textura cristalográficas das amostras no estado de fornecimento e recozida, os dados foram coletados na seção longitudinal ao longo da espessura. A propriedade mecânica foi determinada via ensaio de dureza Vickers realizado em um durômetro universal Wolpert modelo Testor 930. As medições foram feitas em 15 regiões diferentes de cada amostra no estado de fornecimento, deformada e recozida. Posteriormente foi calculada a média aritmética dos resultados.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As micrografias ilustradas na figura 1 abaixo mostram as microestruturas típicas dos AID, fase ferrítica δ (parte mais escura) e fase austenítica γ (parte mais clara) alongadas na direção de laminação.

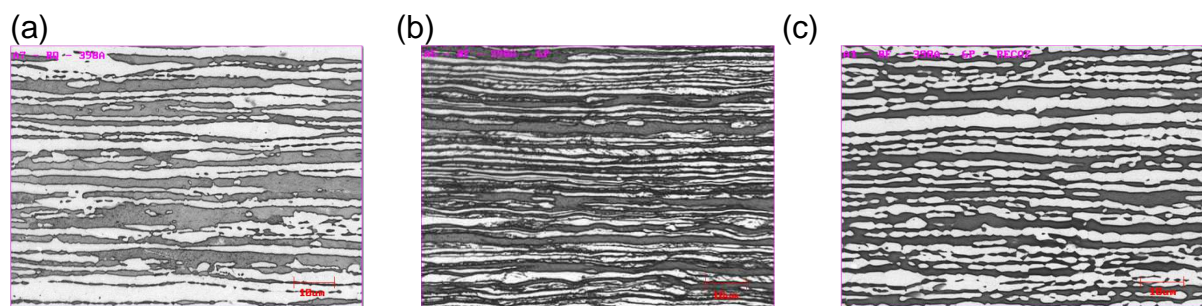


Figura 1. Aço inoxidável duplex S32304: (a) estado de fornecimento; (b) deformada (62%) e (c) recozida.

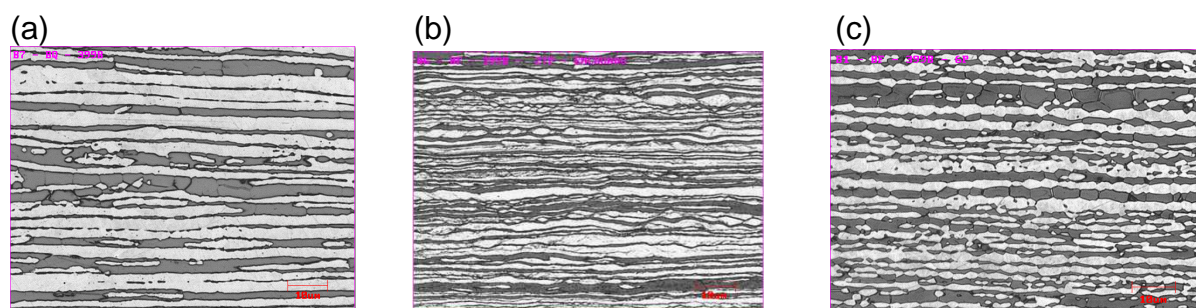
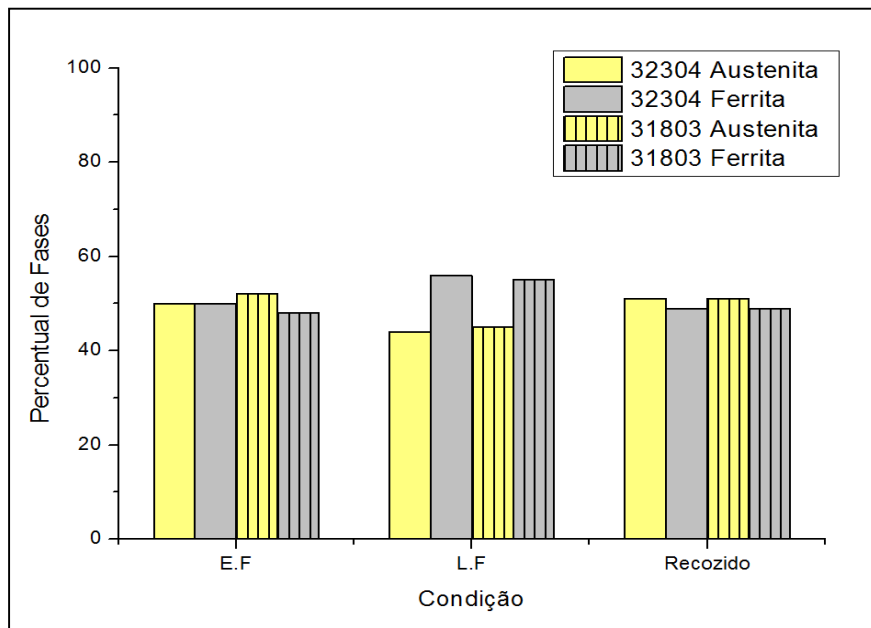


Figura 2. Aço inoxidável duplex S31803: (a) estado de fornecimento; (b) deformada (64%) e (c) recozida.

O percentual de fases foi calculado de acordo com a norma ASTM E562. A contagem foi realizada em 40 campos aleatórios utilizando uma matriz transparente circular com 24 pontos.



*E.F= Estado de fornecimento ; *L.F = laminado a frio.

Figura 3. Fração volumétrica das fases.

Segundo pesquisa realizada por Viana [5], com base nos diagramas de fases, fração mássica versus temperatura dos aços S32304 e S31803, simulados no software ThermoCalc, foi observada a temperatura em que ambos os aços atingem o balanço de fases 50/50% de δ/γ não é a mesma, mas é relativamente próxima. A temperatura de equilíbrio da fase austenítica e ferrítica para o aço S31803 é de 1033°C e para o aço S32304 é de 1058°C .

De acordo com os resultados obtidos pode ser verificado que na temperatura de tratamento térmico a 1055°C, a quantidade de austenita presente no aço inoxidável duplex S32304 é maior que do aço inoxidável S31803. Este resultado foi comprovado pelo teste de grade realizado nas amostras recozidas de acordo com a figura 3 . Para comparação, a fração volumétrica de austenita e ferrita também foi calculada conforme as equações 1 (cromo equivalente), 2 (níquel equivalente) e 3 (fração da ferrita – onde o T é a temperatura de recozimento em graus Celsius)

$$Cr_{eq} = \%Cr + 1,73 \%Si + 0,88 \%Mo \quad (1)$$

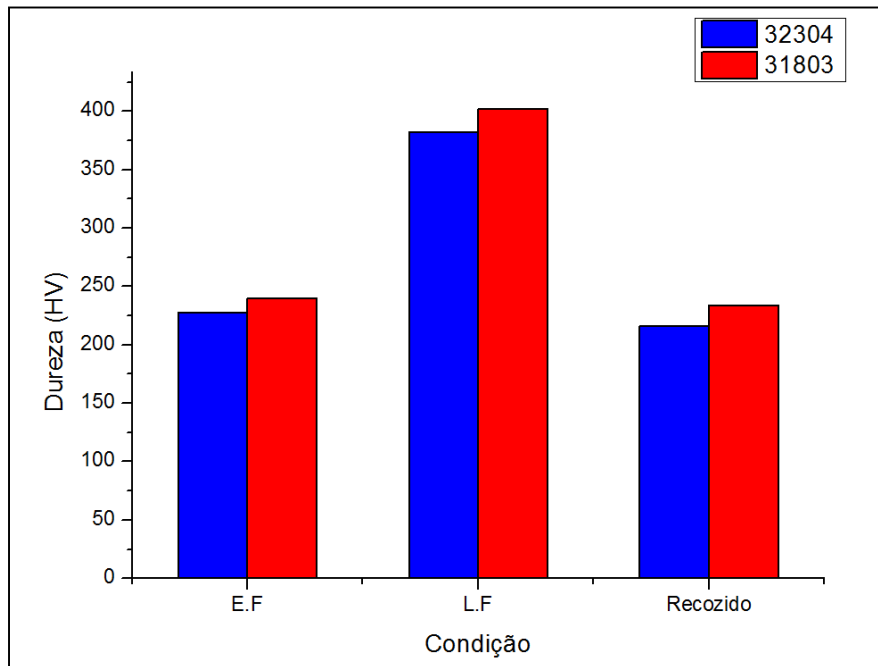
$$Ni_{eq} = \%Ni + 24,55 \%C + 21,75 \%N + 0,4 \%Cu \quad (2)$$

$$\% Ferrita = - 20,93 + 4,01 Cr_{eq} - 5,6 Ni_{eq} + 0,016 T \quad (3)$$

Os resultados foram $Vv(\gamma) = 50,55\%$ para o aço S32304 e $Vv(\gamma) = 52,86\%$ para o aço S31803. Comparando estes valores aos encontrados no teste da grade de pontos pode-se observar que na amostra recozida o percentual de austenita para o aço S32304 foi de 51% e para o aço S31803 foi de 52%.

3.1- Ensaio de Dureza

A figura 4 apresenta uma comparação dos valores de dureza HV (Vickers) dos aços S32304 e S31803, no estado de fornecimento, após laminação a frio e recozidas.



*E.F.= Estado de fornecimento ; *L.F = laminado a frio.

Figura 4. Ensaio de dureza.

O resultado do ensaio de dureza mostra que nas três condições o aço S31803 apresenta dureza maior que o S32304. Esse comportamento já era esperado devido o aço inoxidável duplex S31803 ter um percentual de Mo maior que o S32304, devido ao efeito de endurecimento por solução sólida substitucional.

De acordo com a literatura [5], o Mo promove uma distorção na rede, gerando tensões locais compressivas impostas sobre os átomos hospedeiros e dificultando a movimentação das discordâncias, configurando um dos mecanismos de endurecimento por solução sólida substitucional.

3.2 - Textura Cristalográfica

Nas figuras 5 e 6 estão representadas as ODF das amostras no estado de fornecimento e recozidas dos aços inoxidáveis duplex S32304 e S31803, anotação segundo o ângulo de Euler. As seções das ODF para a fase austenítica são $\varphi_2=0^\circ, \varphi_2=45^\circ$ e $\varphi_2=65^\circ$, enquanto da fase ferrítica são $\varphi_2=0^\circ$ e $\varphi_2=45^\circ$, detalhadas nas respectivas imagens.

Os dados foram coletados na seção longitudinal ao longo da espessura para todas as amostras e analisados no software OIM Analysis.

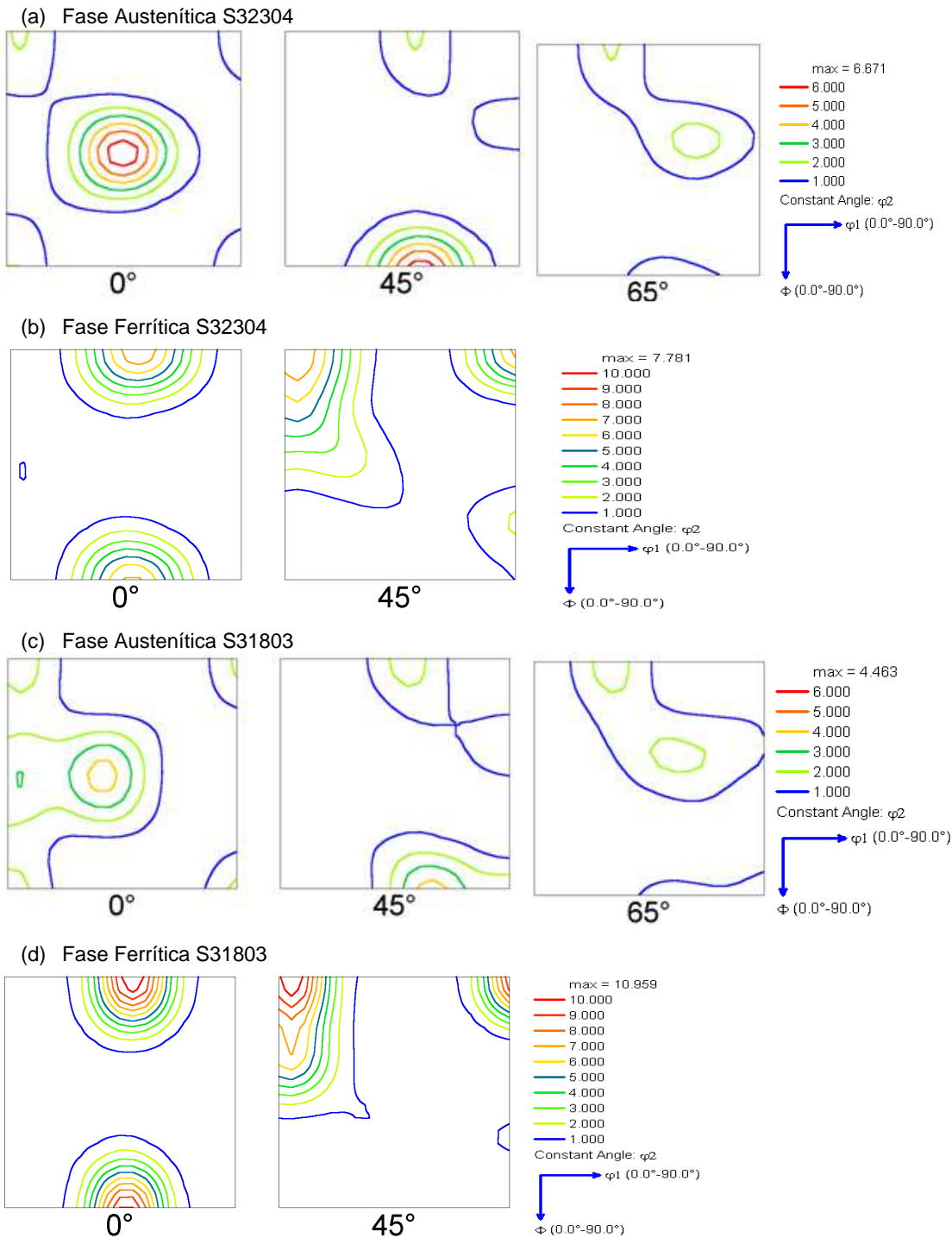


Figura 5. ODF das amostras no estado de fornecimento

Na fase austenítica a componente de textura Latão $\{011\}[211]$ aparece com intensidade maior nos dois aços apresentando-se mais forte no aço inoxidável 32304. As componentes $S\{123\}\langle 634\rangle$, $Cu\{112\}[111]$ e cubo girado $\{001\}[110]$ apresentam uma textura mais fraca para os dois aços inoxidáveis duplex.

Na fase ferrítica a componente de textura principal é Cubo girado $\{001\}\langle 110\rangle$ com intensidade maior no aço inoxidável duplex S31803.

Foram observadas também as componentes $(113)[1-10]$, $(112)[1-10]$ de intensidade intermediária e as componentes Goss $(110)[001]$ e $(111)[1-10]$ com textura mais fraca. A componente Goss está presente somente no aço inoxidável duplex S32304.

Marley [6] mostrou no seu trabalho realizado com o aço inoxidável duplex 31803 em uma amostra no estado de fornecimento na fase austenítica a presença de uma textura fraca para as componentes S e Latão. Na mesma amostra a fase ferrítica apresentou uma componente de textura {001}[110] com intensidade de 6.2. Badji *et al.* [7] estudaram a evolução da textura cristalográfica no aço inoxidável duplex 2205 após soldagem e recozimento. No metal de base a textura predominante na fase austenítica foi de Cobre e Latão e as principais componentes na textura da fase ferrítica estavam presentes na fibra α $\langle 011 \rangle // DL$. A figura 6 apresenta as ODF das amostras recozidas.

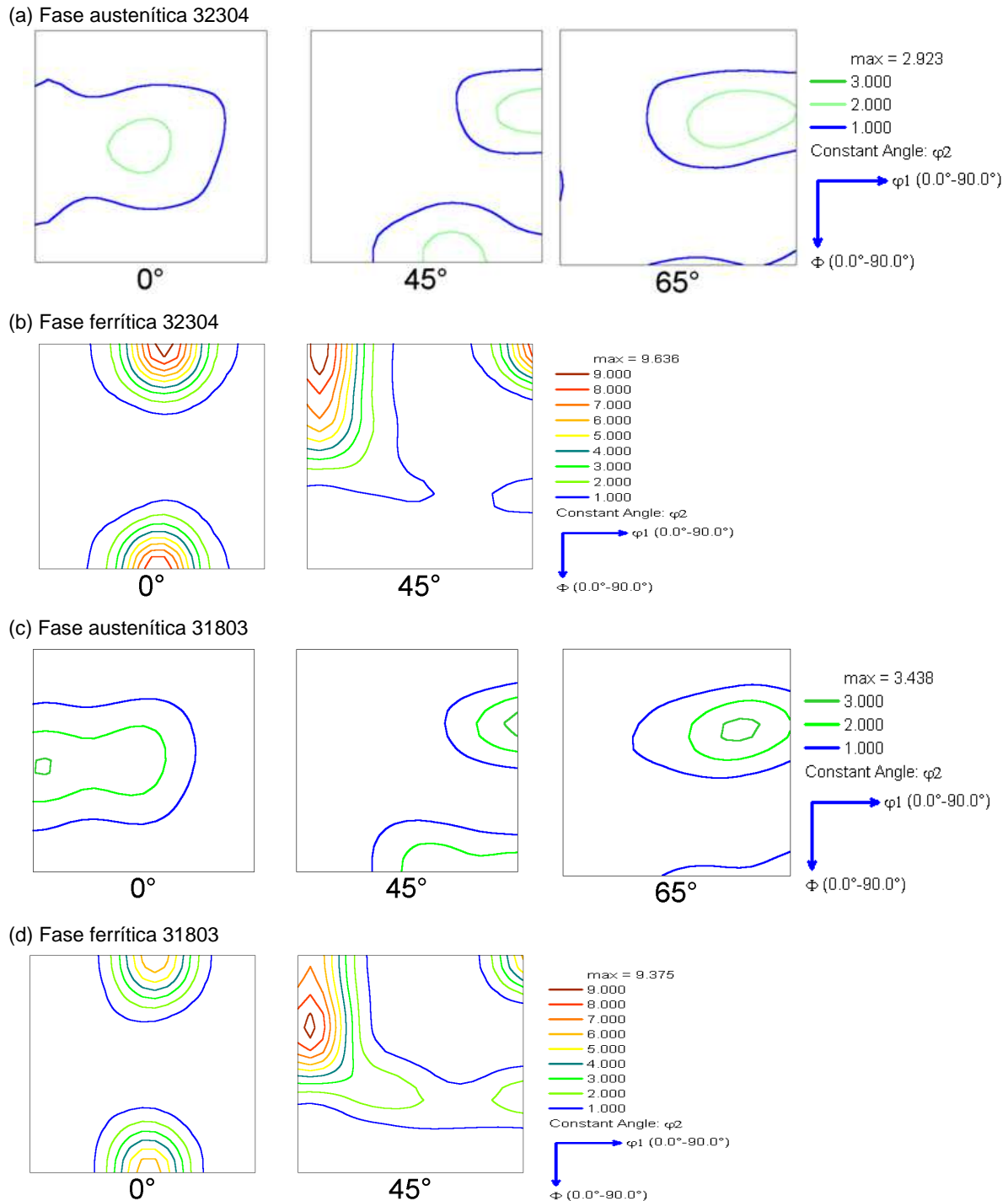


Figura 6. ODF das amostras recozidas.

Na fase austenítica a componente Latão $\{011\}[211]$ apresenta maior intensidade em relação as outras componentes $S\{123\}<634>$ e $Cu\{112\}[111]$. No entanto, observou-se que a intensidade da componente Latão diminuiu e a componente cubo $\{001\}[110]$ desapareceu no material recristalizado.

Na fase ferrítica a componente de textura $\{001\}<110>$ aparece com intensidade maior no duplex 32304 comparado ao duplex 31803 que apresenta componente $(113)[1-10]$ com intensidade maior. Há pouca variação em relação ao material sem tratamento térmico.

No aço inoxidável duplex 32304 as componentes $(001)[-1-10]$, $(114)[1-10]$, $(113)[1-10]$ e $(4411)[1-10]$ apresentam intensidade fortes e a componente $(112)[1-10]$ aparece com uma intensidade intermediária, em relação a componente Goss que estava presente na fase ferrítica do material no estado de fornecimento pode ser observado que ela não aparece na ODF do material recozido. As componentes de textura $(111)[1-10]$ e $(554)[1-10]$ apresentaram intensidade menor no AID 31803 e a componente $(111)[1-10]$ no AID 32304.

Keichel et al (2003a) [8], mostraram que o comportamento cristalográfico durante a deformação leva a mudança de textura específica tanto em metais CCC (fase ferrítica) quanto na CFC (fase austenítica). Também observaram que a textura de um material bifásico laminado a quente apresenta algumas diferenças na textura da fase ferrítica quando comparado ao material monofásico. A fibra α é mais intensa em aços inoxidáveis duplex laminados a quente. A fibra γ para diversos tratamentos termomecânicos de aços inoxidáveis duplex é muito fraca, chegando a ser inexistente em certos aços duplex.

4 CONCLUSÕES

- A quantificação de fases realizada pelo teste de pontos e método das equações de Cr_{eq} , Ni_{eq} e percentual de ferrita está de acordo com a literatura e experimentos realizados por outros autores.
- As componentes presentes na fase austenítica (CFC) do material no estado de fornecimento que apresentam intensidades maiores estão presentes na fibra α $\langle 011 \rangle // DN$ (Goss até Latão) característica de material com baixa taxa de deformação, onde as componentes da fibra α diminuem sua intensidade nivelando com a fibra β (Cu-S até Latão) característica de metais CFC com maior grau de deformação.
- Na fase ferrítica das amostras recozidas, as componentes de textura mais intensas estiveram presentes nas fibras α $\langle 011 \rangle // DL$ e θ $\{100\} // DN$, além de uma fibra γ $\{111\} // DN$ com intensidade mais fraca.
- Tanto na fase austenítica, quanto na fase ferrítica, observou-se uma grande dependência da textura de deformação sobre a textura de recristalização dos aços inoxidáveis duplex S31803 e S32304.
- O aço inoxidável duplex S31803 apresentou dureza maior que o S32304, provavelmente devido à maior quantidade Mo (molibdênio) e N (nitrogênio).
- A textura da fase ferrítica não apresentou variações significativas após tratamento térmico de recozimento. Já a fase austenítica, principalmente para o aço S32304, houve forte redução da intensidade da componente Latão e desaparecimento da componente Cubo.

Agradecimentos

Os autores agradecem a APERAM South América, CAPES-PROEX-CNPQ-FAPEMIG pelo apoio.

REFERÊNCIAS

- 1 Weisbrodt-Reisch A; Brummer M; Hadler B; Wolbank B; Werner E.A. Influence of temperature, cold deformation on the microstructural stability of a nitrogen alloyed duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering A* .2006; (416) :(1-10).
- 2 Faria RA; Nascimento FMP; Silva J.M.F; Alvarenga V.P; Arthuso E.C.M; Coura G.J. The experience of ArcelorMittal / APERAM Inox Brazil in the production of DSS. Duplex stainless steels - Conference Proceedings, BEAUNE, France. (2010): (145-152).
- 3 Solomon, H. D. D. J. M. Duplex stainless steels - a tale of two phases. Duplex stainless steels - Conference Proceedings. ASM Metals Park, Ohio. (1982):(693-756).
- 4 Hutchinson W B; Schilippenbach U V; Jonson J. Texture and Anisotropy in Duplex Stainless Steels SS 2377. *Proceedings of Duplex Stainless Steel*. (1986)(1-2)
- 5 Viana, Adolfo Kalergis do Nascimento. Influência do molibdênio nas propriedades mecânicas e de corrosão dos aços inoxidáveis duplex UNS S31803 e UNS S32304. Rio de Janeiro. Universidade Federal do Rio de Janeiro (COPPE). 2014. 130 p. Dissertação de Mestrado apresentada ao programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica.
- 6 Souza júnior, C. M. Influência da deformação e do tratamento térmico na textura. Rio de Janeiro . Universidade Federal do Rio de Janeiro (COPPE). 2008.143 p. Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas.
- 7 Badji R; Bacroix B; Bouabdallah M. Texture, microstructure and anisotropic properties in annealed 2205 duplex stainless steel welds.
- 8 Keichel J; Foct J; Gottstein, G. 2003a. Deformation and annealing behaviour of nitrogen alloyed duplex stainless steels. Part I Rolling. *ISIJ International*. (2003);(43):1871-1787
- 9 Jimenez J A; Carsi M ; Ruano O A. Characterization of a duplex stainless steel.*INASMET*.(2000); (35): 907-915