

# ALTERAÇÕES SUBESTRUTURAIS DECORRENTES DO ENVELHECIMENTO DE UM AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX 2507<sup>1</sup>

*Patrícia Apicelo de Souza Pereira*<sup>2</sup>  
*Luis Augusto Hernandez Terrones*<sup>2</sup>  
*Laura Paes Sales Fagundes*<sup>2</sup>

## Resumo

Os aços inoxidáveis superduplex apresentam uma alta resistência mecânica e a corrosão, sendo ainda maiores que as do aço duplex. Para isso, são adicionados maior percentagem e melhor combinação de elementos de liga durante a fabricação destes materiais. Sua microestrutura se constitui de quantidades aproximadamente iguais de austenita dispersa numa matriz ferrítica. A desvantagem é que ao submetê-lo a altas temperaturas, podem se formar alguns compostos intermetálicos, os quais reduzem suas propriedades mecânicas, dentre elas, a tenacidade. Estudou-se a formação destas fases nas temperaturas de 250, 600 e 850°C de um aço inoxidável superduplex 2507. As fases foram identificadas através da técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura, obtendo-se informações estruturais e químicas de diversas regiões das amostras. Foram encontradas, principalmente, sigma e chi nos contornos de grão e carbonitretos no interior da ferrita.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável superduplex; Ferrita; Austenita; Composto intermetálico

## STRUCTURAL ALTERATIONS RESULTING OF AGING IN SUPERDUPLEX STAINLESS STEEL 2507

## Abstract

The superduplex stainless steel still present one high mechanical resistance and the corrosion, even bigger than duplex steel. For this, it is added higher percentage and better combination of league of the elements during the manufacture of these materials. Its microstructure constitutes approximately of equal amounts of austenita dispersed in a ferrítica matrix. The disadvantage is that when submitting it high temperatures, may form some intermetallic compounds, which reduces its mechanical properties, one of them, the tenacity. It was studied formation of these phases in the temperatures of 250, 600 and 850°C of the superduplex stainless steel type 2507. The phases had been identified through the Scanning Electron Microscopy technique, getting structural and chemical information of different regions of the samples. They had been found, mainly, sigma and chi in the contours of grain and carbonitretos inside of the ferrite.

**Key words:** Superduplex stainless steel; Ferrite; Austenite; Intermetallic compounds.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.*

<sup>2</sup> *Laboratório de Materiais Avançados, CCT, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Av. Alberto Lamego, 2000 CEP: 28015-620 Campos dos Goytacazes /RJ - Brasil*

# 1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis possuem diversas aplicações, sobretudo porque possuem uma alta resistência à corrosão em comparação aos outros tipos de aços comuns e de baixa liga. Dentre eles, os de alta liga de última geração, designados duplex e superduplex têm se destacado por ter suas propriedades superiores a dos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos devido a sua microestrutura possuir ambas fases, sendo aproximadamente distribuídas volumetricamente iguais.

O principal elemento de liga responsável pela sua alta resistência à corrosão é o cromo, o qual interage com o oxigênio do ambiente formando uma fina película passiva que protege o metal do meio agressivo. Outros elementos de liga também são adicionados, com o objetivo de manter um balanceamento ideal da estrutura bifásica, de forma a estabilizar tanto a ferrita quanto a austenita, com a conseqüente melhora das suas propriedades mecânicas.

Uma desvantagem do uso do aço inoxidável duplex é quando o expõe a temperaturas superiores a 250°C, pode-se formar nitretos, carbonetos e compostos intermetálicos, os quais reduzem suas resistências mecânica e à corrosão.<sup>[1]</sup>

Neste trabalho foram estudadas as alterações microestruturais, decorrentes da formação dessas fases secundárias, ao submeter amostras de um aço inoxidável superduplex 2507 a um tratamento térmico de envelhecimento em uma faixa de temperatura entre 250 a 850°C expostas por 72 horas.

Para isso utilizou-se a técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura que, por ser um equipamento versátil, permitiu a obtenção de informações estruturais e químicas das diversas regiões das amostras, possibilitando a identificação das fases presentes no material. Desta forma pode-se confirmar a presença principalmente das fases sigma, chi, carbonetos, nitretos, formados a 600°C e austenita secundária, a 850°C com uma dissolução praticamente total da ferrita nesta temperatura.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Materiais

O material utilizado para o estudo foi o Aço Inoxidável Superduplex tipo 2507 na forma de tubo, com diâmetro interno e externo de 56,56mm e 60,56mm, respectivamente. Desta peça foram retiradas amostras para os tratamentos térmicos e para a análise microestrutural. A composição química nominal desta liga é apresentada na Tabela 1 .

**Tabela 1.** Composição química nominal do aço inoxidável superduplex SAF 2507.

Elementos	Cr	Ni	Mo	N	C	Si	Mn	P	S
(% peso)	24-26	6-8	3-5	0,24-0,32	0,03	0,5	1,2	0,030	0,015

### 2.2 Tratamento Térmico

Foram realizados tratamentos térmicos de envelhecimento a 250, 600 e 850°C em quatro amostras no total num forno localizado no LAMAV/CCT/UENF. As temperaturas foram selecionadas porque de acordo com o diagrama de fases, nestas

temperaturas se formam fases secundárias e o tempo de exposição, 72 h, é o suficiente para garantir a formação destas fases. A Tabela 2 apresenta a temperatura e o tempo de envelhecimento de cada uma das quatro amostras.

**Tabela 2.** Temperatura e tempo de tratamento em amostras de um aço inoxidável superduplex 2507

Amostra (Nº)	Temperatura (°C)	Tempo (h)
A	250	72
B	600	24
C	600	72
D	850	72

### 2.3 Preparação Metalográfica

A técnica de preparação metalográfica foi realizada seguindo as seguintes fases: corte, lixamento, polimento e ataque. Neste caso foi realizada a técnica de ataque eletrolítico. A solução usada como eletrólito foi 100g de água destilada dissolvendo 10g de ácido oxálico ( $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ ). O ataque foi realizado com uma tensão de 8 Volts durante 1 minuto.

### 2.4 Microscopia

O microscópio eletrônico de varredura do CBB/UENF-modelo DSM 962, fabricado pela ZEISS foi utilizado para as observações da morfologia e localização dos constituintes através da técnica de imagens por elétrons secundários e retroespalhados da microestrutura.

### 2.5 Microanálise

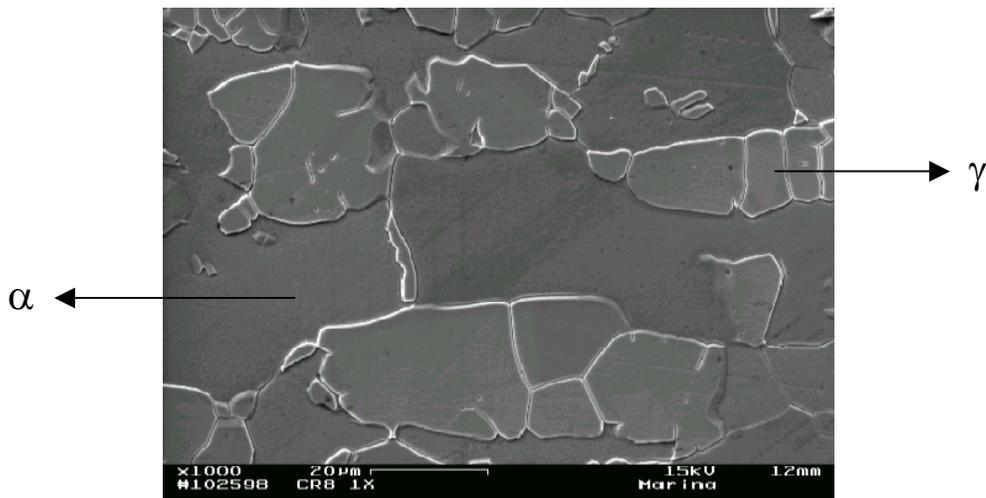
Para a microanálise EDS foi utilizada MEV/COPPE/UFRJ de modelo JSM 6460LV, do Fabricante JEOL, com o objetivo de identificar qualitativamente a composição das fases presentes no material, usando uma aceleração de voltagem de 20 KV.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Identificação das Fases

#### 3.1.1 Material como recebido

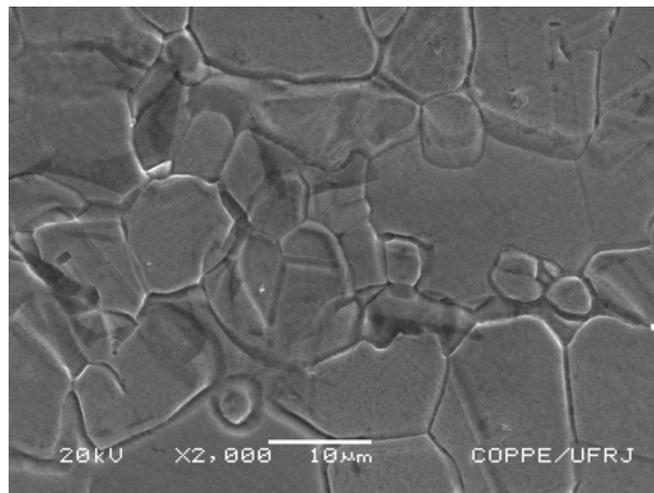
O aço inoxidável superduplex constitui-se de duas fases principais: a austenita e a ferrita, o que é constatado na Figura 1. Na situação em que o material está com as características de como foi recebido, nota-se que não há a presença de fases intermetálicas e precipitados, sendo resultado de um processo de fabricação controlado, no qual a velocidade de resfriamento é um parâmetro muito importante e estando de acordo com os resultados obtidos na difração de raios-x realizada com o mesmo aço por Lima em 2005. <sup>[2]</sup>



**Figura 1.** Micrografia mostrando a microestrutura do Aço Inoxidável Superduplex 2507 na condição de como recebido (MEV; SE; 1000x)

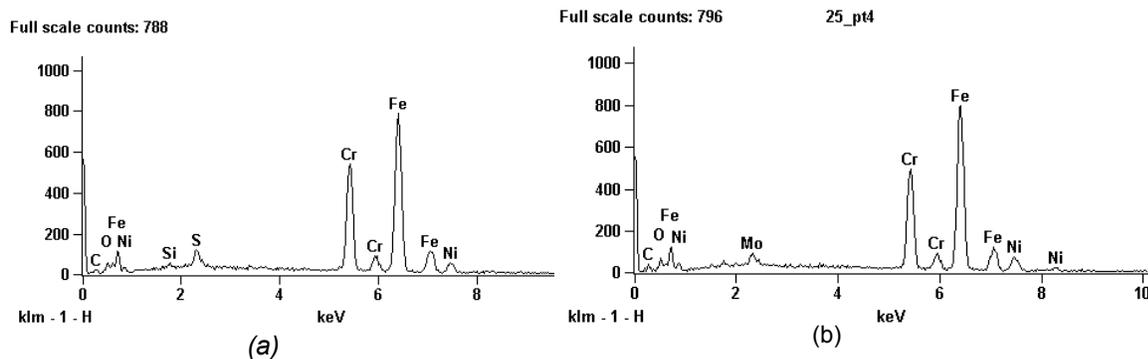
### 3.1.2 Amostra tratada a 250°C

A Figura 2 mostra a microestrutura do material após um tratamento térmico de envelhecimento a 250°C por 72 horas. Nesta micrografia pode-se observar que, aparentemente, não houve grandes variações na microestrutura em geral. Este tratamento ainda não foi o suficiente para ocorrer a formação de fases intermetálicas, visto que 250°C é o patamar inferior da faixa de temperatura para o início da precipitação das mesmas, podendo ser previsto conforme um diagrama de fases Fe-Cr.



**Figura 2.** Aço Inoxidável Superduplex 2507 tratado a 250°C durante 72 horas (MEV; SE; 2000X)

No tratamento a 250°C, conforme a literatura, ainda não se formaram as fases intermetálicas nem os nitretos no material. Os espectros de EDS confirmam este resultado e indicam, sob alguns pontos da ferrita e da austenita, a presença dos principais elementos de liga formadores destas fases, como está na Figura 3.



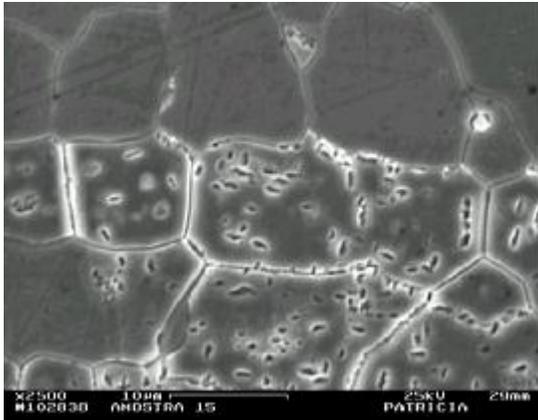
**Figura 3.** Microanálises de um ponto da amostra tratada a 250°C por 72h (a) ferrita e (b) austenita

### 3.1.3 Amostra tratada a 600°C

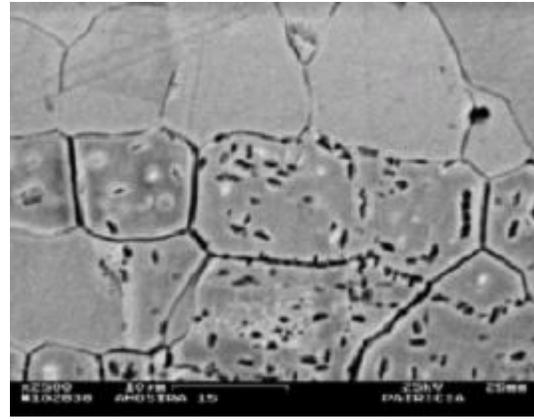
O aço inoxidável superduplex possui uma estrutura bifásica, composta pela ferrita e pela austenita. De acordo com Modenesi.<sup>[3]</sup> No resfriamento de um aço inoxidável duplex (AID), têm-se inicialmente a formação da primeira fase sólida, a ferrita e prosseguindo o resfriamento, a segunda fase sólida (austenita) começa a nuclear-se nos contornos de grão, obtendo-se finalmente uma estrutura bifásica. Elas são geralmente intercaladas, o que pode ser explicado pela presença de elementos de liga. Assim, elementos que são ferritizantes tendem a estabilizar a ferrita, e a mesma tende a repelir os elementos que não favorecem a sua formação e haverá uma concentração dos mesmos numa região adjacente a esta fase. Concentrados, esses elementos desfavoráveis, sendo chamados austenitizantes, possibilitam a nucleação da austenita e o seu posterior crescimento. Do mesmo modo, a austenita atrai os elementos austenitizantes e repeli os ferritizantes, dando oportunidade para que a fase posterior e adjacente a ela seja a ferrita.

Na faixa de temperatura de 300 a 1000°C, poderá haver a precipitação de outras fases num aço inoxidável superduplex e com isso nota-se significativas alterações microestruturais na fase ferrítica e nos contornos austenita/ferrita e ferrita/ferrita. Sendo a ferrita instável a temperaturas inferiores a 1000°C, ela tenderá a se dissolver formando várias fases secundárias tais como, sigma, Laves, chi, nitretos e carbonetos, segundo Padilha.<sup>[4]</sup>

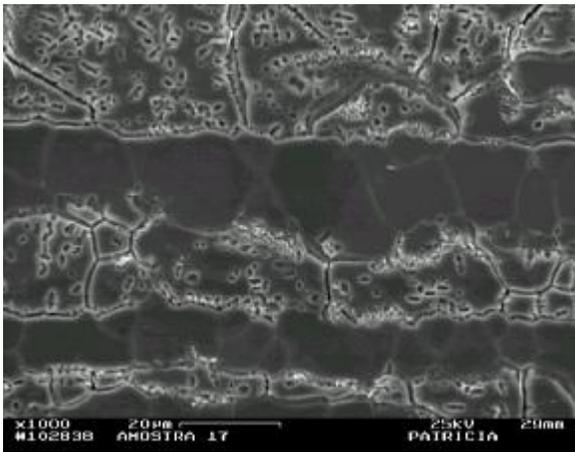
A imagem por elétrons retroespalhados permite uma melhor visualização dos precipitados em função do contraste de cor entre estas fases e as fases primárias devido a diferença composicional das mesmas (Figura 4). Nesta Figura 4 (b) e (d) pode-se notar que a parte mais escura é a que compreende as fases secundárias, conforme Bozzola.<sup>[5]</sup>



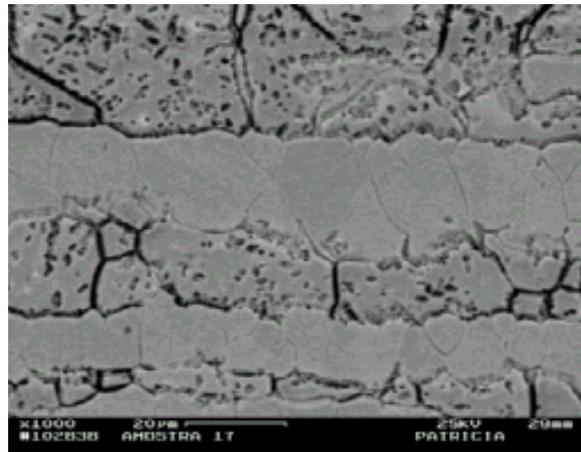
(a) elétron secundário – tratado por 24 h



(b) elétron retroespalhado – tratado por 24h



(c) elétron secundário – tratado por 72 h



(d) elétron retroespalhado – tratado por 72h

#### Fonte

**Figura 4.** Imagens das fases secundárias presentes num Aço Inoxidável Superduplex quando tratado a 600°C feitas pela técnica de elétrons a) e c) secundários e b) e d) retroespalhados por 24 e 72 horas

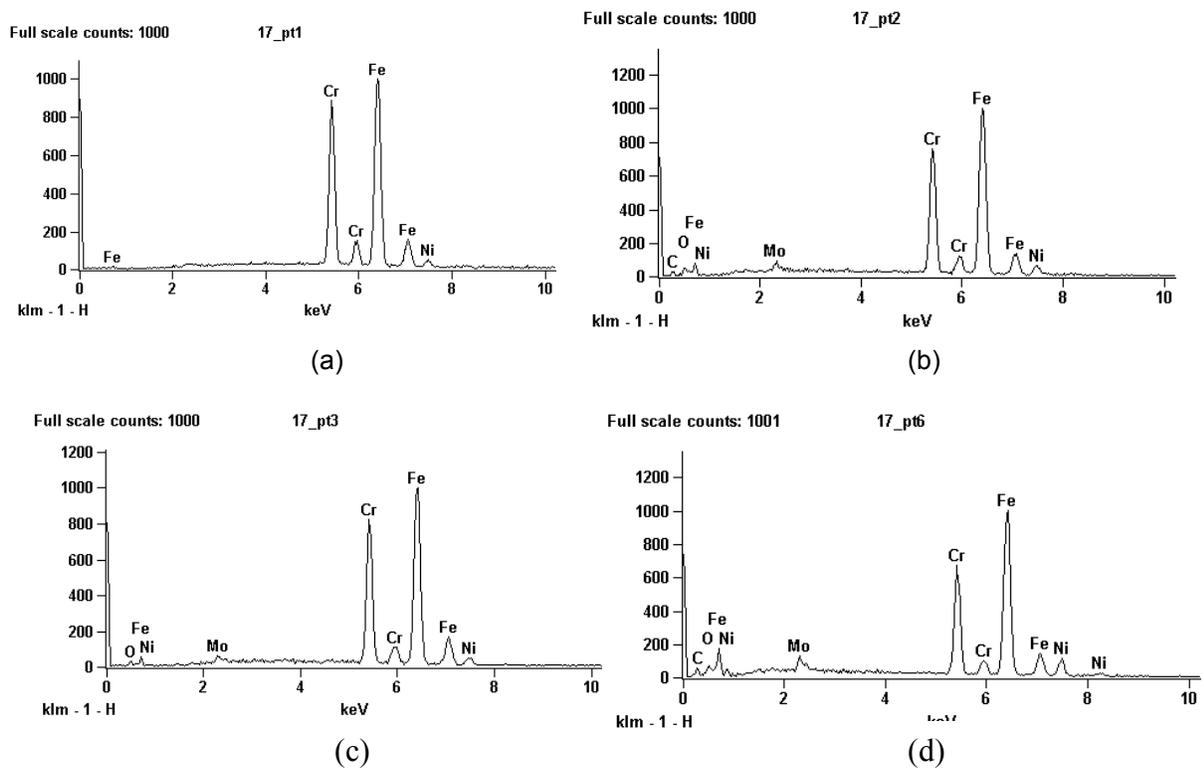
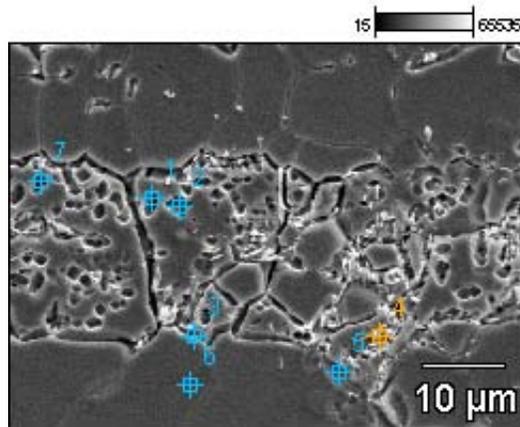
A ocorrência do fenômeno de precipitação na fase ferrítica é justificada em função da rápida taxa de difusão dos elementos de liga desta fase serem bem mais rápida do que na fase austenítica. Acrescenta-se também que a ferrita é instável a temperaturas inferiores a 1000°C, o que reduz a solubilidade de seus elementos de liga e, portanto, possibilita a sua decomposição em outras fases. Pelo fato da austenita não sofrer com a falta de solubilidade e por ter maior estabilidade a baixas temperaturas, a ocorrência de fases intermetálicas nesta fase dispersa é bem menor que na fase matriz.

A partir das microanálises em diferentes regiões da amostra nesta condição, pode-se observar o seguinte, de acordo da Figura 5:

- No ponto 1 da micrografia observa-se uma partícula com formato oval, dentro da fase ferrítica e devido a presença de cromo no espectro, indica-se que seja um nitreto;
- No ponto 2, encontra-se uma partícula de formato irregular, presente no interior da ferrita. Pela sua composição conter molibdênio e um teor menor de cromo, trata-se da fase chi, que é concorrente e antecessora a sigma;

- A fase localizada no contorno da ferrita/austenita, devido a sua morfologia alongada e composição com alto teor de cromo, como indicado no espectro do ponto 3, é a fase sigma;
- Através de se encontrar numa região onde não há precipitados como observado no espectro do ponto 6, a fase é a austenita, a qual não ocorre dissolução por ter elementos químicos menos favoráveis a formação de compostos intermetálicos e pela maior estabilidade nesta faixa de temperatura.

17



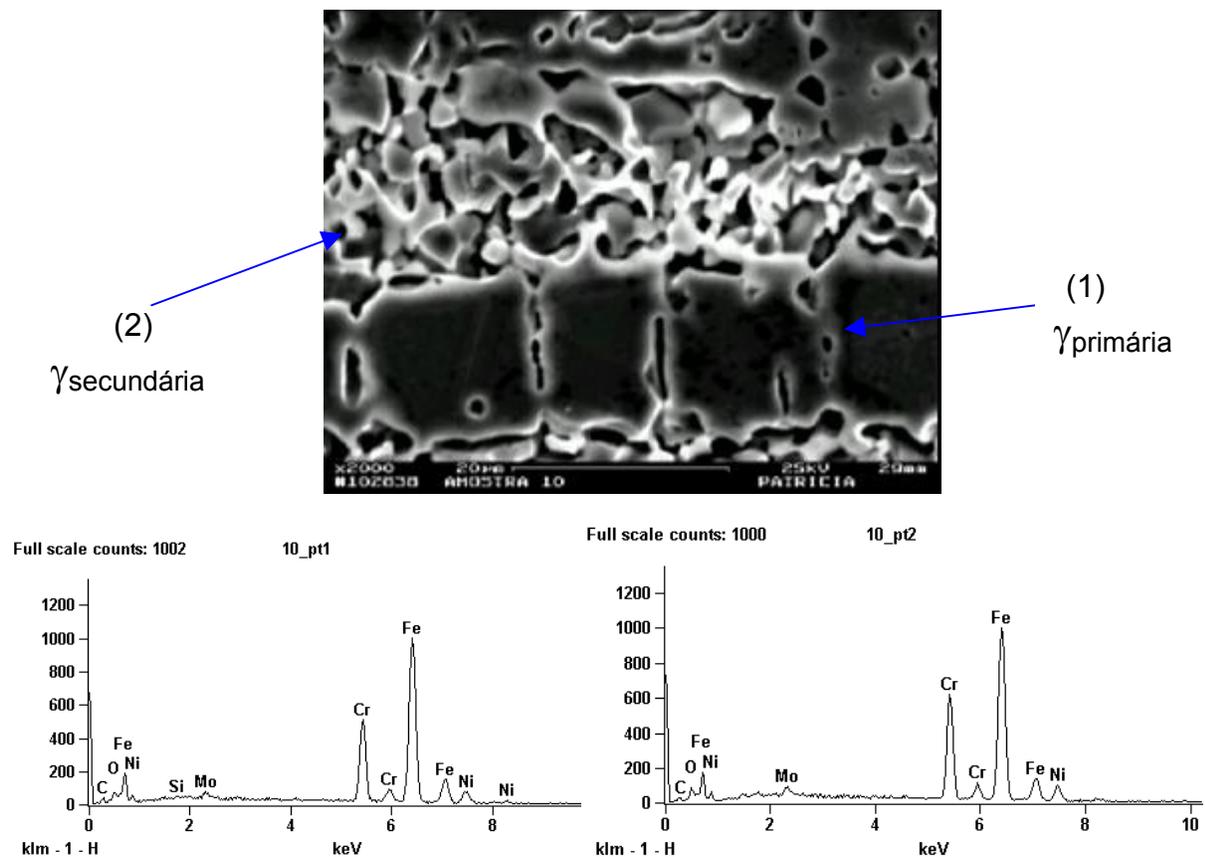
**Figura 5.** Micrografia indicando onde foram realizadas as microanálises da amostra tratada a 600°C por 72 h: a) nitreto; b) chi; c) sigma; d) austenita secundária.

### 3.1.4 Amostra tratada a 850°C

Na temperatura de 850°C têm se a formação principalmente das fases chi, sigma, nitreto de cromo e austenita secundária, as quais reduzem drasticamente as propriedades mecânicas do aço. Esta última fase ocorre mais freqüentemente em aços inoxidáveis superduplex, sendo favorecida pelo alto teor de níquel na liga. Com o tempo de 72h, a ferrita se encontra totalmente dissolvida. Uma visão geral deste processo é observado na micrografia da Figura 6.

Com o resultado da microanálise pode-se afirmar o seguinte:

- O ponto 1 têm-se a austenita primária;
- Na região correspondente ao ponto 2, observa-se a presença da austenita secundária formada a partir da ferrita. Nota-se que se trata de partículas em forma de hastes e cilindros que diferencia da austenita primária; pelo espectro se observa diminuição do pico de Cr, já que a austenita secundária se diferencia da primária por apresentar composição com baixo conteúdo de Cr e elevado conteúdo de Ni e Fe.



**Figura 6.** Micrografia indicando onde foram realizadas as microanálises da amostra tratada a 850°C por 72 h mostrando a austenita primária e a austenita secundária, respectivamente (MEV; SE; 2000 x).

## 4 CONCLUSÃO

O aço inoxidável superduplex 2507 na condição de como recebido, devido ao balanceamento de elementos de liga e do controle do processo de fabricação, possui uma estrutura bifásica composta de ferrita e austenita em porcentagens volumétricas aproximadamente iguais.

No material envelhecido a 250°C nota-se que não há significativas alterações microestruturais, uma vez que a esta temperatura as fases que se formaram são, possivelmente, pequenas e em pouca quantidade.

No material tratado a 600°C, observa-se uma relevante mudança na microestrutura e, sobretudo na fase ferrítica. A esta temperatura há formação de nitretos, carbonetos e das fases intermetálicas em grande percentagem. A diferença de tempo no tratamento realizado a 600°C por 24 e 72 horas não alterou significativamente a microestrutura do material.

No tratamento da amostra realizado a 850°C, verifica-se que a austenita permanece inalterada, mas a matriz ferrítica se encontra totalmente dissolvida, sendo decomposta principalmente em austenita secundária.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao apoio financeiro do CNPQ.

## REFERÊNCIAS

- 1 ASM handbook properties and selection: irons, steel and high-performance alloys, 10<sup>a</sup> edição, 1990.
- 2 LIMA, A. C. Efeito do envelhecimento a diversas temperaturas na microestrutura de um aço inoxidável superduplex. Tese de Mestrado. Campos dos Goytacazes UENF/CCT/LAMAV, 2005.
- 3 MODENESI, P.J. Soldabilidade dos Aços Austeníticos. V. 1 Acesita Osasco-SP, 2001.
- 4 PADILHA, F., GUEDES, L. C. Aços inoxidáveis austeníticos – Microestrutura e propriedades. Ed. Hemus, 1994.
- 5 BOZZOLA, J. J.; RUSSEL, L.D. Electron microscopy – principles and techniques for biologists. 2<sup>a</sup> ed. Jones and Barlett Publishers. Sudbury, Massachusetts / EUA, 1999.