

# ANÁLISE DA FORMAÇÃO E DA MICRODUREZA PREDOMINATEMENTE NA FASE INTERMETÁLICA SIGMA EM UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF 2205\*

Daniel Aquer de Miranda Almeida<sup>1</sup>

Eric Fortunato Soares Lima<sup>2</sup>

Leandro Rodrigues Ribeiro<sup>3</sup>

Pedro Chaves Vieira<sup>4</sup>

Roberto Abreu Alencar<sup>5</sup>

Marcelo José Gomes da Silva<sup>6</sup>

## Resumo

Os aços inoxidáveis duplex possuem boas propriedades mecânicas e excelente resistência à corrosão intergranular o que o torna adequado em ambientes nocivos e utilizados principalmente na indústria química e petroquímica. O objetivo desse trabalho é traçar o perfil de quantidade de precipitação de fase intermetálica sigma ( $\sigma$ ) de um aço SAF (*Sandvik Austenitic Ferritic*) 2205 em determinadas condições de temperatura e tempo. Assim, analisar o comportamento da microdureza predominantemente na fase sigma ( $\sigma$ ) no material de acordo com a quantidade do precipitado. Dessa forma, pôde-se observar que há uma relação direta entre o aumento da microdureza e o percentual da fase sigma na composição do material.

**Palavras-chave:** Aço Inoxidável Duplex; Precipitação de Fase Sigma; Cinética de formação; Microdureza.

## ANALYSIS OF THE FORMATION AND MICRO HARDNESS PREDOMINANTLY OF THE SIGMA INTERMETALLIC PHASE IN A DUPLEX STAINLESS STEEL SAF 2205

### Abstract

Duplex stainless steels have good mechanical properties and excellent intergranular corrosion resistance, which makes them suitable in hazardous environments and used mainly in the chemical and petrochemical industry. The objective of this work is to trace the amount of precipitation of intermetallic sigma phase ( $\sigma$ ) of SAF (Sandvik Austenitic Ferritic) 2205 steel in certain conditions of temperature and time. Thus, to analyze the behavior of the micro hardness predominantly in the sigma phase ( $\sigma$ ) in the material according to the amount of the precipitate. Therefore, it was observed that there is a direct relationship between the increase of the micro hardness and the percentage of the Sigma phase in the material composition.

**Keywords:** Stainless Steel Duplex; Sigma Phase Precipitation; Kinetics of Formation; Micro Hardness.

<sup>1</sup> Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Graduando, Laboratório de Caracterização de Materiais/Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>2</sup> Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Graduando, Laboratório de Pesquisa e Tecnologia em Soldagem/Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>3</sup> Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Graduando, Laboratório de Caracterização de Materiais/Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>4</sup> Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Graduando, Laboratório de Caracterização de Materiais/Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>5</sup> Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Mestrando, Laboratório de Caracterização de Materiais/Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>6</sup> Engenharia Mecânica, Doutorado, Professor orientador, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

### 1.1 Aços Inoxidáveis

Pode-se definir este tipo de aço como ligas metálicas em sua composição mais de 12 % de cromo, elemento de liga que é capaz de melhorar a resistência à corrosão da liga [1]. Essa melhora da resistência à corrosão acontece, pois, essas ligas têm como base os sistemas Fe-Cr e Fe-Cr-Ni que acabam formando a camada passiva, um filme protetor que atua impedindo o contato entre o metal e a atmosfera [2]. Além disso, esse tipo de aço tem como característica marcante sua composição equilibrada, com uma proporção de 1:1 de ferrita e austenita. Nesse contexto, vale ressaltar que a ferrita tem a propriedade de aumentar a resistência mecânica, tanto por causa das características que essa fase possui, quanto pelo fato de promover um refino nos grãos de austenita, que dificulta o movimento das discordâncias [3].

Ademais, a tenacidade deste material pode ser melhorada depois de passar por solubilização e resfriamento muito rápidos [4].

### 1.2 Aço SAF 2205

Esse tipo de aço, criado na Alemanha, tornou-se conhecido por causa da sua composição química equilibrada (relação Cr/Ni) e adição de N, promovendo uma maior resistência à corrosão intergranular, tendendo a manter esses elementos em níveis próximos ao do limite de solubilidade [5].

### 1.3 Fase sigma ( $\sigma$ )

A fase sigma pode ser definida como um precipitado rico em cromo e molibdênio [4]. Ademais, esse precipitado possui elevada dureza e fragilidade à temperatura ambiente, proveniente da dificuldade de movimentação que as discordâncias enfrentam [6].

A formação desse precipitado acontece entre as temperaturas de 600°C e 1000°C, podendo variar de acordo com a composição química da liga [5]. Além disso, esta formação é resultante de uma decomposição eutetóide. Nas temperaturas mais baixas, a morfologia dessa fase é lamelar devido ao crescimento competitivo. Já em temperaturas mais altas, a morfologia se modifica por causa do potencial termodinâmico nas interfaces sigma e austenita. O potencial termodinâmico é menor consequente da supersaturação de elemento na ferrita em relação à precipitação de fase sigma ( $\sigma$ ) [7]. Ademais, a deformação plástica é capaz de contribuir para a formação do precipitado sigma ( $\sigma$ ) [5]. Vale destacar que essa deformação só é favorecida se for seguida de recristalização, dado que a movimentação atômica ocasiona a formação de núcleos de fase sigma ( $\sigma$ ) [7].

Em altas temperaturas de solubilização, a precipitação da fase sigma pode ser atrasada, condicionada a concentração de elementos formadores da fase sigma, como Cr e Mo, e a quantidade de interfaces diminuem [8].

## 2 DESENVOLVIMENTO

### 2.1 Materiais e Métodos

A amostra cedida pelo Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) da Universidade Federal do Ceará (UFC) tratava-se de um aço inoxidável dúplex SAF 2205, com as dimensões 14,90 cm de comprimento, 8,65 cm de largura e 1,30 cm de espessura.

#### 2.1.1 Corte

A amostra recebida foi cortada em 28 peças de dimensões 2,0 cm x 2,0 cm x 1,3 cm. O corte foi realizado no Laboratório de Ensaio Mecânicos (LEM) e esse processo foi realizado com o auxílio de um torno de bancada e uma serra manual.

#### 2.1.2 Composição química

Após serem cortadas, as superfícies de três dessas amostras não tratadas termicamente (CR1,CR2,CR3) foram preparadas por meio do processo de lixamento e suas composições químicas foram analisadas no espectrômetro de emissão óptica SHIMADZU PDA 7000 do LACAM com a finalidade de se obter uma média como parâmetro comparativo.

#### 2.1.3 Tratamento térmico

As amostras foram nomeadas de acordo com a temperatura e o tempo que foi realizado seu tratamento térmico de acordo com a Tabela 1.

**Tabela 1.** Parâmetros temperatura e tempo de permanência no forno dos tratamentos térmicos realizados

Tempo (minutos)	650 °C	750 °C	900 °C
1	-	-	CP900-0001
5	-	-	CP900-0005
10	CP650-010	CP750-010	CP900-0010
30	CP650-030	CP750-030	CP900-0030
60	CP650-060	CP750-060	CP900-0060
120	CP650-120	CP750-120	CP900-0120
300	CP650-300	CP750-300	CP900-0300
420	CP650-420	CP750-420	CP900-0420
600	CP650-600	CP750-600	CP900-0600
700	-	-	CP900-0700
850	-	-	CP900-0850

Fonte: Elaborada pelo autor.

Os tratamentos térmicos foram realizados utilizando um forno para anéis modelo EDG 3P - S do LACAM. Nesse contexto, o forno foi aquecido até chegar a temperatura desejada, feito isso, as amostras referentes a esta temperatura foram colocadas no interior do forno. A medida que cada tempo determinado na Tabela 1

era atingido, a respectiva amostra era retirada e imersa em água. Vale ressaltar que esse procedimento foi repetido para as três temperaturas analisadas.

#### 2.1.4 Preparação Metalográfica

As amostras como recebidas e as termicamente tratadas foram embutidas em baquelite para auxiliar na manuseabilidade ao caracterizar e foram lixadas à granulometria de 100, 220, 320, 400, 600 e 1200, respectivamente. Além disso, foi realizado polimento utilizando pasta de diamante de 1  $\mu\text{m}$ .

Feito isso, foi preparado o reagente de Behara modificado constituído de 20 mL de ácido clorídrico (HCl), 80 mL de água destilada e 1 g de metabissulfeto de potássio ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ), além disso, foram adicionados 2 g de bifluoreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{F}$  HF). Preparado o reagente, as amostras como recebidas foram imersas por 20 segundos nessa solução, com isso, foi possível distinguir as fases de austenita e de ferrita.

As amostras tratadas termicamente passaram por um ataque seletivo com o objetivo de revelar a fase sigma. Desse modo, os corpos de prova foram imersos em uma solução aquosa de hidróxido de potássio a 10% (KOH), conectada a uma fonte por um eletrodo de platina e sujeita a uma corrente de 2 A e voltagem 10 V por um período de 10 a 15 segundos.

#### 2.1.5 Microscopia Óptica

Esse processo foi realizado utilizando Microscópio Óptico Zeiss do LACAM. Foram capturadas imagens das amostras como recebidas para serem observadas as suas microestruturas inicialmente, e, das amostras tratadas termicamente, com o intuito de evidenciar o aparecimento da fase sigma na microestrutura do material. As imagens foram capturadas com os aumentos de 100x.

Além disso, o *software ImageJ* foi utilizado para quantificar a precipitação de fase sigma ( $\sigma$ ) em cada um dos corpos de prova tratados termicamente.

#### 2.1.6 Microdureza

Os testes de microdureza na fase sigma ( $\sigma$ ) foram realizados no Microdurômetro HMV SHIMADZU do LACAM após a cuidadosa retirada do material da baquelite, tendo em vista que o teste ao ser realizado em uma peça embutida apresenta valores diferentes do real. Em cada uma das amostras foram feitas 5 impressões predominantemente na fase sigma utilizando uma carga de 9,807 N durante 15 segundos. Vale ressaltar que o Microdurômetro faz as microdurezas em Vickers (HV) e transforma para Rockwell C (HRC).

### 2.2 Resultados e Discussão

#### 2.2.1 Composição química

**Tabela 2.** Composição química (% em massa) do aço SAF 2205

Amostras	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	Nb
CR 1	0,03434	0,47207	1,1480	5,7419	22,312	3,2940	0,22448	0,0461
CR 2	0,03208	0,47825	1,1392	5,6013	22,210	3,3024	0,22523	0,0429
CR 3	0,03356	0,46614	1,0252	5,5774	22,079	3,3800	0,21795	0,0388

Média	0,03332	0,47215	1,1041	5,6402	22,200	3,3254	0,22256	0,0426
-------	---------	---------	--------	--------	--------	--------	---------	--------

Fonte: Elaborada pelo autor.

**Tabela 3.** Composição química (% em massa) do aço SAF 2205 encontrada na literatura

Elemento	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo
% máximo em peso da liga	0,03	1,00	2,00	4,5 - 6,5	22,0 – 23,0	3,0 - 3,5

Fonte: Norma ASTM A276-03.

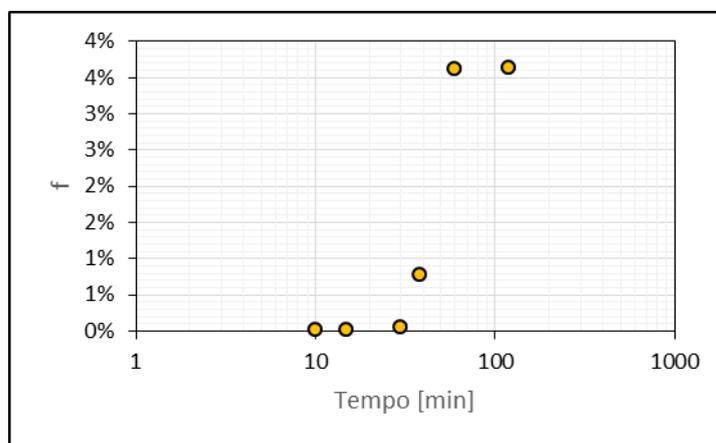
Comparando a Tabela 1 com a Tabela 2 percebe-se que o material recebido possui a composição química esperada de um aço SAF 2205 segundo a norma ASTM A 276-03.

## 2.2.2 Caracterização

**Tabela 4.** Quantidade de fase sigma para temperatura de 650°C

Tempo (minutos)	% $\sigma$ 1	% $\sigma$ 2	% $\sigma$ 3	% $\sigma$ 4	% $\sigma$ 5	Média
10	0,018%	0,002%	0,013%	0,016%	0,016%	0,013%
30	0,025%	0,017%	0,012%	0,018%	0,038%	0,022%
60	0,029%	0,076%	0,040%	0,052%	0,036%	0,047%
120	0,040%	0,037%	0,053%	0,038%	0,026%	0,039%
300	0,882%	0,789%	0,604%	0,790%	0,772%	0,767%
420	3,249%	1,909%	3,650%	3,768%	5,519%	3,619%
600	3,301%	3,368%	3,800%	4,913%	2,837%	3,644%

Fonte: Elaborada pelo autor.



**Figura 1.** Quantidade de fase sigma ( $\sigma$ ) a 650°C

**Tabela 5.** Quantidade de fase sigma para temperatura de 750°C

Tempo (minutos)	% $\sigma$ 1	% $\sigma$ 2	% $\sigma$ 3	% $\sigma$ 4	% $\sigma$ 5	Média
10	0,050%	0,035%	0,052%	0,047%	0,034%	0,044%
30	0,644%	0,254%	0,415%	0,320%	0,395%	0,406%
60	0,411%	0,260%	0,413%	0,531%	0,449%	0,413%
120	1,218%	1,511%	0,974%	0,711%	1,201%	1,123%
300	5,424%	6,904%	11,206%	6,448%	11,388%	8,274%
420	18,902%	22,219%	21,919%	22,428%	17,838%	20,661%
600	21,995%	20,216%	19,649%	21,119%	22,801%	21,156%

Fonte: Elaborada pelo autor.

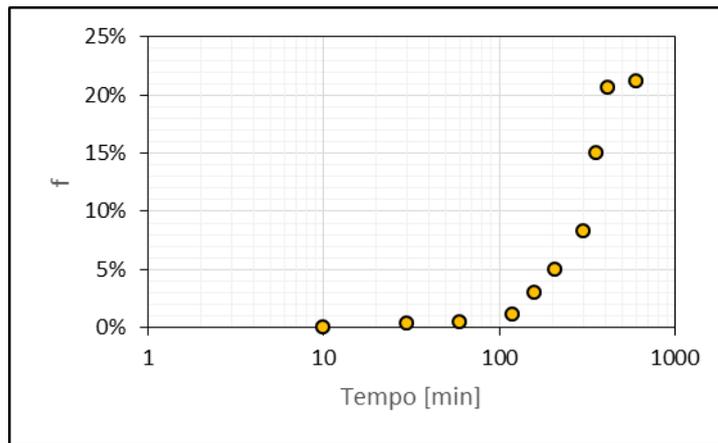


Figura 2. Quantidade de fase sigma ( $\sigma$ ) a 750°C

Tabela 6. Quantidade de fase sigma para temperatura de 900°C

Tempo (minutos)	% $\sigma$ 1	% $\sigma$ 2	% $\sigma$ 3	% $\sigma$ 4	% $\sigma$ 5	Média
1	0,071%	0,048%	0,053%	0,062%	0,065%	0,06%
5	1,58%	1,97%	1,44%	1,53%	1,75%	1,65%
10	4,52%	3,46%	4,54%	2,22%	3,74%	3,7%
30	5,52%	8,36%	10,02%	7,14%	9,68%	8,1%
60	12,00%	16,85%	17,92%	21,18%	14,19%	16,4%
120	20,29%	22,52%	19,86%	23,35%	18,53%	20,9%
300	26,09%	25,45%	22,08%	28,65%	26,69%	25,8%
420	26,24%	28,49%	27,77%	27,06%	26,33%	27,2%
600	29,85%	27,62%	28,14%	27,26%	27,67%	28,1%
700	30,75%	30,10%	29,37%	29,67%	28,97%	29,8%
850	31,89%	32,14%	31,12%	30,99%	30,57%	31,3%

Fonte: Elaborada pelo autor.

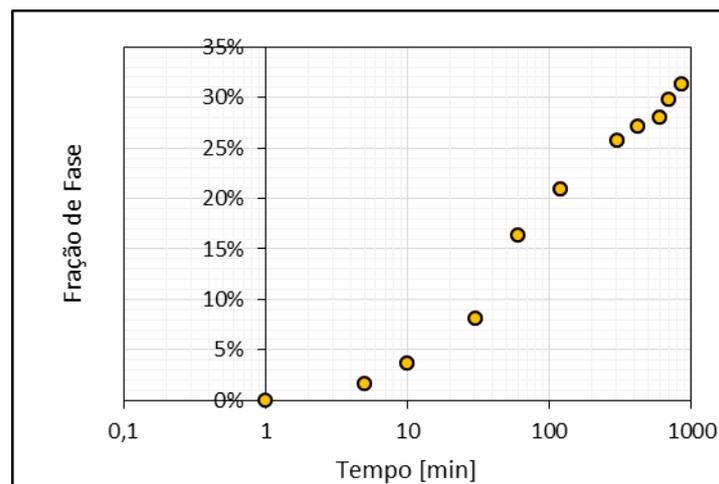
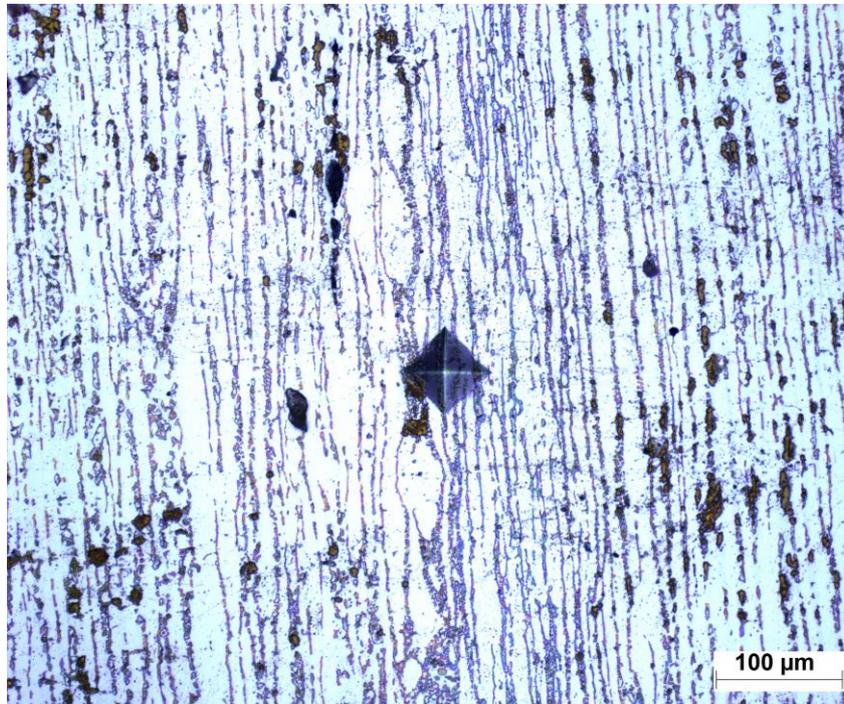


Figura 3. Quantidade de fase sigma ( $\sigma$ ) a 900°C

Analisando as Figuras 1, 2 e 3 nota-se que quanto maior a temperatura em que o tratamento é realizado, mais rápido se inicia a precipitação de fase sigma. Vale ressaltar que acontece um pico de quantidade de fase sigma

Desse modo, ao final dos processos realizados a temperaturas mais altas se têm uma maior quantidade desse precipitado.

### 2.2.3 Microdureza



**Figura 4.** Impressão da microdureza Vickers (HV) predominantemente na fase sigma da amostra CP900-0420 .

**Tabela 4.** Microdureza da fase sigma

XXX	650°C		750°C		900°C	
Tempo	HV	HRC	HV	HRC	HV	HRC
1	-	-	-	-	274	26,29
5	-	-	-	-	275	26,43
10	246	21.5	269	25.5	278	26,82
30	255	23.08	272	25.98	278	26,76
60	256	23.34	274	26.2	301	29,86
120	257	23.60	282	27.34	317	31,78
300	271	25.86	286	27.96	329	33,18
420	284	27.72	289	28.34	333	33,60
600	286	27.92	302	29.96	354	35,90
700	-	-	-	-	403	41,10
850	-	-	-	-	434	44,00

*Fonte: Elaborada pelo autor.*

Observando a Tabela 4 é possível perceber o aumento no valor da microdureza onde predomina a fase sigma ( $\sigma$ ).

### 3 CONCLUSÃO

Dado o exposto, foi possível traçar o perfil da precipitação de fase sigma para as temperaturas de 650°C, 750°C e 900°C para tempos de permanência no forno de até 850 minutos. Dessa forma, os resultados mostram uma maior precipitação da fase intermetálica sigma a partir da temperatura de 750°C, além disso, os resultados mostram que a precipitação aumenta de acordo com o tempo de exposição, tal como o indicado pela literatura.

Sobre a microdureza predominantemente na fase sigma ( $\sigma$ ) foi possível concluir que esta propriedade aumenta à medida que se aumenta os parâmetros temperatura e tempo de exposição predeterminados no estudo do material.

Para trabalhos futuros seria interessante analisar melhor a influência da fase sigma ( $\sigma$ ) em outras propriedades do aço duplex inoxidável SAF 2205, como a resistência a corrosão de acordo com a exposição a temperaturas elevadas a longos períodos de tempo.

### Agradecimentos

Agradecemos ao Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) por disponibilizar o local, os insumos e os equipamentos necessários para o desempenho das atividades experimentais. Agradecemos também, ao professor orientador Prof. Dr. Marcelo José Gomes da Silva.

### REFERÊNCIAS

- 1 Solomon HD, Devine JR. Duplex Stainless Steel: a tale of two phases. ASM Metal Congress. 1982;2: 693-756.
- 2 Carbó HM. Aços inoxidáveis: aplicações e especificações. São Paulo: Arcelor Mittal Inox Brasil, 2008.
- 3 Costa e Silva A, Mei PR. Aços e Ligas Especiais. 2º ed. São Paulo: Edgard Blücher; 2006.
- 4 Chiaverini V. Aços e ferros fundidos. São Paulo: ABM; 2012.
- 5 Gunn RN. Duplex stainless steels: microstructure, properties and applications. England: Abington Publishing; 2003.
- 6 Ramirez Londoño AJ. Precipitação de Fases Intermetálicas e Austenita Secundárias na ZAC de Soldagens Multipasse de Aços Inoxidáveis Duplex [Doutorado]. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo; 2001.
- 7 Ramirez Londoño AJ. Estudo da precipitação de nitreto de cromo e fase sigma por simulação térmica da zona afetada pelo calor na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex [Mestrado]. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo; 1997.
- 8 Pardal JM. Efeito dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas, magnéticas e na resistência à corrosão de aços inoxidáveis superduplex [Doutorado]. Escola de Engenharia da Universidade Federal Fluminense; 2009.