

## EFEITO DO TEMPO DE SOLUBILIZAÇÃO E DO RESFRIAMENTO NO AÇO INOXIDÁVEL SAF 2205<sup>1</sup>

Maria Eurenice Rocha Cronemberger<sup>2</sup>

Renato de Mendonça<sup>3</sup>

Neide Aparecida Mariano<sup>4</sup>

Erika Coaglia Trindade Ramos<sup>3</sup>

### Resumo

Os aços inoxidáveis duplex são utilizados nas indústrias química, petroquímica, de energia elétrica e celulose por apresentarem uma combinação de resistência mecânica e à corrosão. Estes aços possuem estrutura mista de austenita e ferrita cujo arranjo e distribuição influenciam suas propriedades. A formação de fases intermetálicas secundárias durante os tratamentos térmicos destes aços é um ponto crucial no seu desempenho, alterando as suas propriedades. Objetivando o melhor entendimento das transformações de fase e a formação da estrutura duplex, este trabalho avaliou a microestrutura desenvolvida durante o tratamento de solubilização em diferentes condições. A avaliação dos resultados se baseou na análise metalográfica, em análises de espectroscopia de energia dispersiva e em ensaios de dureza. Observou-se que o tratamento de solubilização afeta a homogeneidade da microestrutura do aço, e o resfriamento, a precipitação de fase sigma. Além disso, os resultados mostraram que o aumento do tempo de solubilização combinado com uma menor taxa de resfriamento aumenta a dureza do aço, provavelmente devido ao aparecimento da fase sigma, que se precipita preferencialmente nas interfaces entre as fases ferrítica e austenítica.

**Palavras-chave:** Aços inoxidáveis duplex; Microestrutura; Fase sigma.

### EFFECT OF SOLUTION ANNEALING TIME AND COOLING IN THE 2205 DUPLEX STAINLESS STEEL

#### Abstract

Duplex stainless steels are applied in the petrochemical, gas, paper and marine industries due to its combined mechanical and corrosion resistance. These steels have a mixed structure of austenite and ferrite which play a role in the toughness and chemical properties. The formation of intermetallic phases during the heat treatment of these steels is a crucial point in its performance by changing its properties. Aiming a better understanding of the phase changes and the formation of the duplex structure, this study evaluated the microstructure developed during solution annealing in different conditions. The results were based on the microstructure evaluation, Energy Dispersive Spectroscopy measurements and hardness tests. We observed that the heat treatment affects the homogeneity of the microstructure of the steel, and the cooling, the precipitation of sigma phase. Besides, the results showed that the increase of the solution annealing time combined with a lower rate of cooling increase the hardness of the steel, probably due to the appearing of the sigma phase, which precipitates at interfaces between the ferritic and austenitic phases.

**Keywords:** Duplex stainless steels; Microstructure; Sigma phase.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheira de produção. Mestranda. Universidade Federal de Alfenas - Unifal-MG, Brasil.

<sup>3</sup> Engenheiro de materiais. Dr. Universidade Federal de Alfenas - Unifal-MG, Brasil.

<sup>4</sup> Engenheira metalúrgica. Dr. Universidade Federal de Alfenas - Unifal-MG, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

Aços duplex são conhecidos por possuírem microestrutura bifásica constituída de austenita e ferrita.<sup>(1,2)</sup> A combinação das melhores propriedades destas duas fases produz um material com boas propriedades mecânicas e alta resistência à corrosão.<sup>(2-5)</sup> Esses aços são aplicados em componentes diversos da indústria química, da indústria nuclear, da petroquímica e da produção de gases por apresentarem alta tenacidade, superior resistência à corrosão sob tensão e boa soldabilidade.<sup>(2-7)</sup>

A partição das fases para a obtenção da estrutura bifásica depende de parâmetros como o tratamento térmico e a composição química do aço, sendo os elementos mais importantes o níquel, o cromo, o nitrogênio e o molibdênio.<sup>(6,8)</sup> Durante o resfriamento dos aços duplex, fases intermetálicas como a sigma ( $\sigma$ ) e a chi ( $\chi$ ) podem se formar principalmente devido à alta quantidade de elementos de liga e a difusividade destes na ferrita.<sup>(8,9)</sup> Estes precipitados intermetálicos são comumente ricos em cromo, níquel e molibdênio, e portanto, provocam o empobrecimento destes mesmos elementos na matriz do aço, levando-o a perdas importantes nas propriedades mecânicas e químicas. Por exemplo, a fase sigma no aço duplex é responsável pelo aumento da fragilidade do aço e pelo decréscimo da resistência a corrosão em meios marinhos por conta do consumo de molibdênio e cromo em solução sólida.<sup>(8,10)</sup>

Como o crescimento destas fases depende da difusão, esses aços passam normalmente por tratamentos de solubilização em temperaturas acima de 1050°C a fim de se decompor precipitados e solubilizar os elementos na matriz do aço. Adicionalmente, os aços são resfriados rapidamente para se evitar o crescimento de novas fases durante o tratamento térmico.<sup>(5,6)</sup>

O efeito da temperatura de solubilização e do resfriamento tem sido discutido,<sup>(2,6,10,11)</sup> entretanto, ainda existem questões motivantes com relação à influência do tempo de solubilização na microestrutura e nas propriedades dos aços duplex. Neste trabalho se investigou a microestrutura do aço duplex SAF 2205 após tratamentos térmicos em que se variou o tempo de solubilização a 1.100°C e a taxa de resfriamento.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Amostras cilíndricas ( $\phi$ 10mm x 2mm) do aço SAF 2205 (composição na Tabela 1) foram tratadas termicamente em diferentes tempos (30, 120 e 240 minutos) a 1100°C para investigar o efeito do tempo de solubilização no aço. Além disso, elas foram resfriadas com velocidades diferentes a fim de se observar a influência conjunta do tempo de solubilização e do modo de resfriamento, sendo ele realizado em água, ar e forno.

**Tabela 1.** Composição química do aço SAF 2205 como recebido.

| Elemento | Cr    | Ni   | Mo   | N     | C     | Mn   | Si   | P     | S     |
|----------|-------|------|------|-------|-------|------|------|-------|-------|
| SAF 2205 | 22,21 | 5,40 | 3,15 | 0,178 | 0,015 | 0,76 | 0,45 | 0,020 | 0,005 |

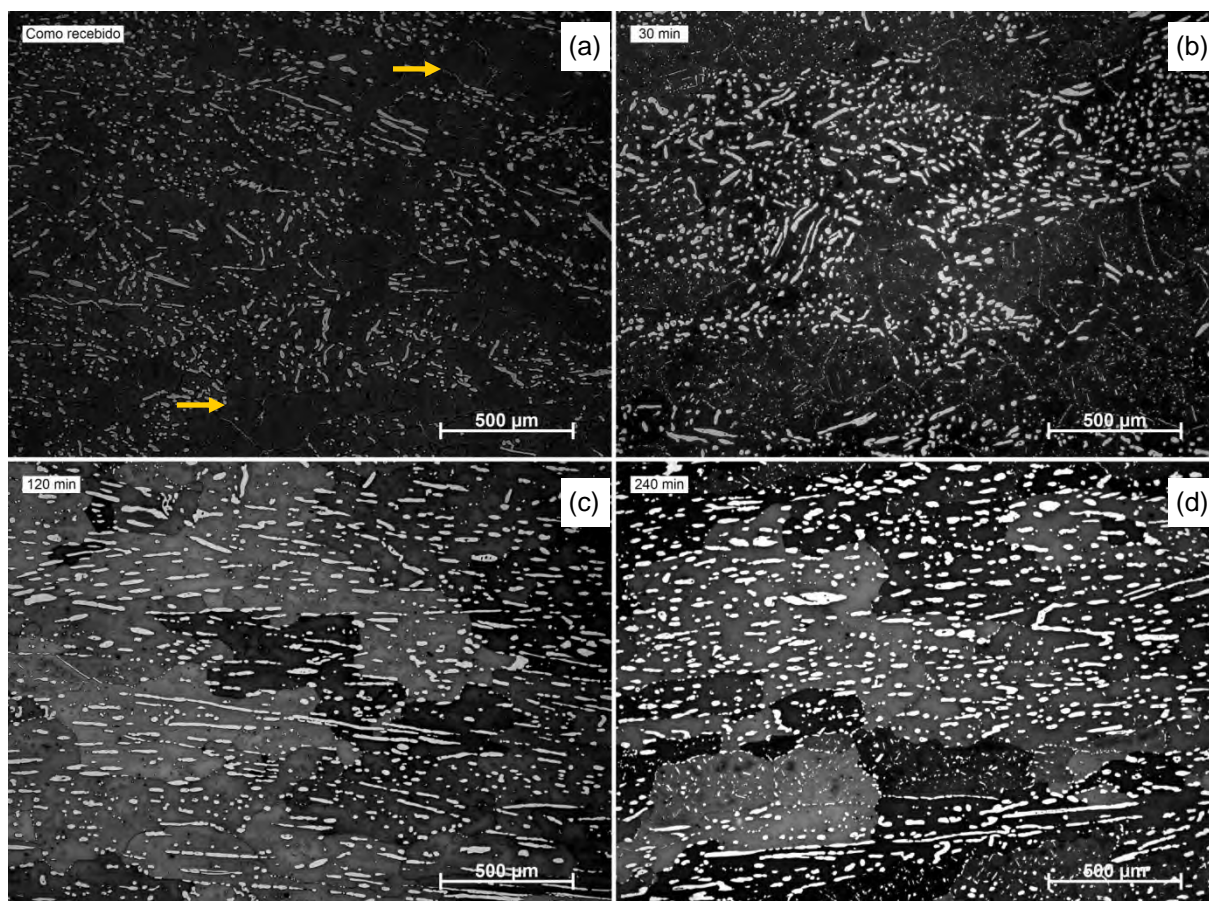
A microestrutura das amostras foi investigada por Microscopia Óptica (microscópio modelo AxioScope.A1 da Zeiss) com o auxílio do analisador de imagens Axiovision 4.8.2 SP2 e Microscopia Eletrônica de Varredura (FEI, modelo Inspect S50) com um espectrômetro de energia dispersiva acoplado (EDAX, modelo

ApolloX), após ataque químico com solução de Behara modificado com metabissulfito de potássio ( $K_2S_2O_3$ ).

Ensaio de dureza e microdureza foram realizados com um durômetro Pantec (modelo RASN RB) e um microdurômetro Buehler com carga de 4,9 N com um tempo de impressão de 15 segundos.

### 3 RESULTADOS

A Figura 1 apresenta as microestruturas das amostras de bruta fusão e após os tratamentos de solubilização de 30, 120 e 240 minutos, com resfriamento em água. Observa-se nas imagens ilhas de austenita em uma matriz ferrítica do aço duplex. A austenita apresenta-se principalmente em forma alongada, e em precipitados que ocupam o interior e os contornos de grão da ferrita. Além disso, nota-se uma heterogeneidade na amostra após bruta fusão, onde ocorrem faixas pobres em austenita - regiões indicadas pelas setas na Figura 1a. Observou-se que essas faixas tendem a desaparecer para os tratamentos térmicos de solubilização de 120 e 240 minutos, aumentando a homogeneidade da distribuição da austenita.

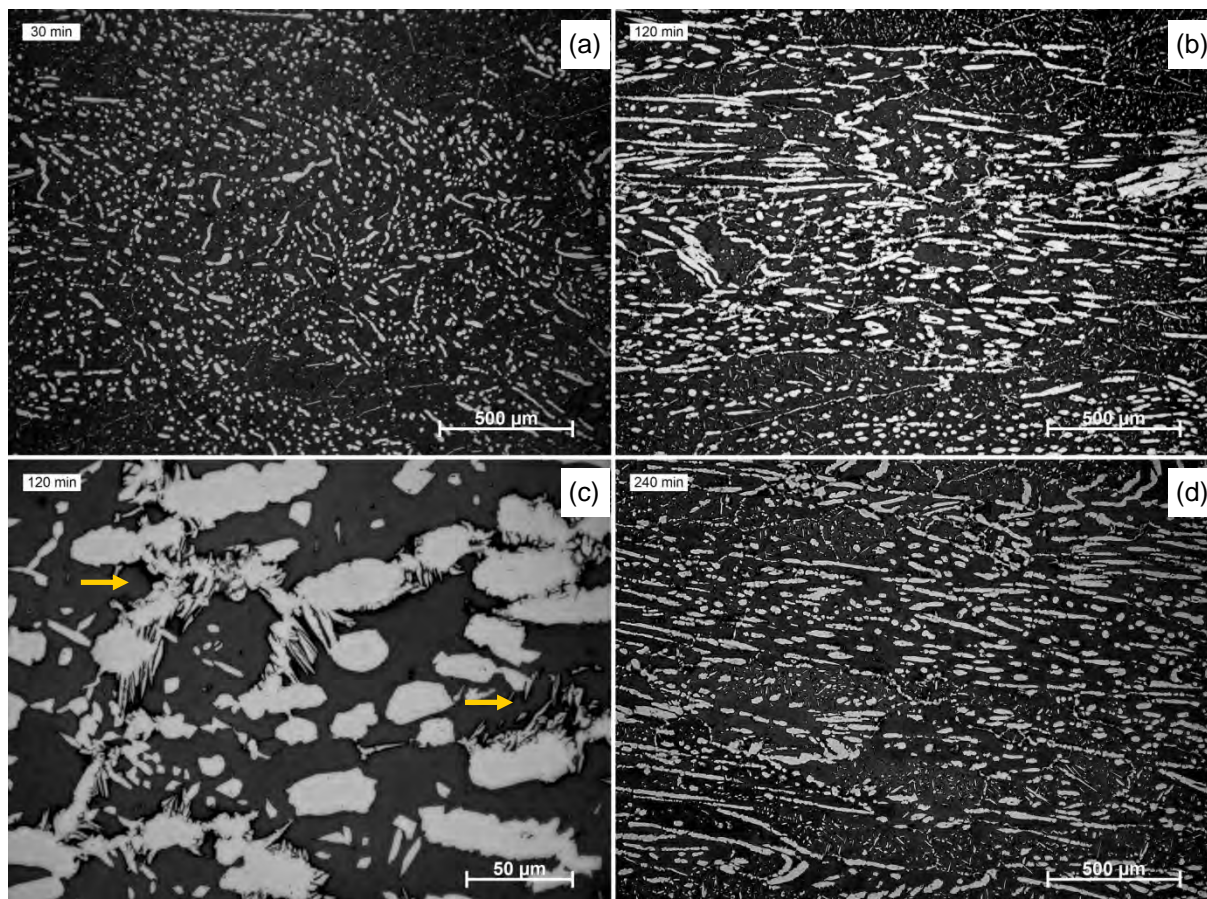


**Figura 1.** Micrografia óptica da microestrutura do SAF 2205 como recebido e após a solubilização a 1100°C, resfriado em água.

A Figura 2 mostra as microestruturas das amostras solubilizadas nos diferentes tempos com resfriamento em forno. A amostra solubilizada em 30 minutos mostra ainda uma heterogeneidade na distribuição da austenita quando comparada com as amostras solubilizadas em 120 e 240 minutos. Adicionalmente, essas amostras com tempo superior de solubilização (120 e 240 min.) apresentam a formação de fases



intermetálicas, as quais se formam no entorno da austenita, conforme apontado na Figura 2c. Os resultados sugerem que a nova distribuição de fases, assumida após a solubilização, pode influenciar na formação de fases intermetálicas e que em concordância com a literatura,<sup>(5,7)</sup> as mais altas taxas de resfriamento dificultam o aparecimento de precipitados nos aços duplex.

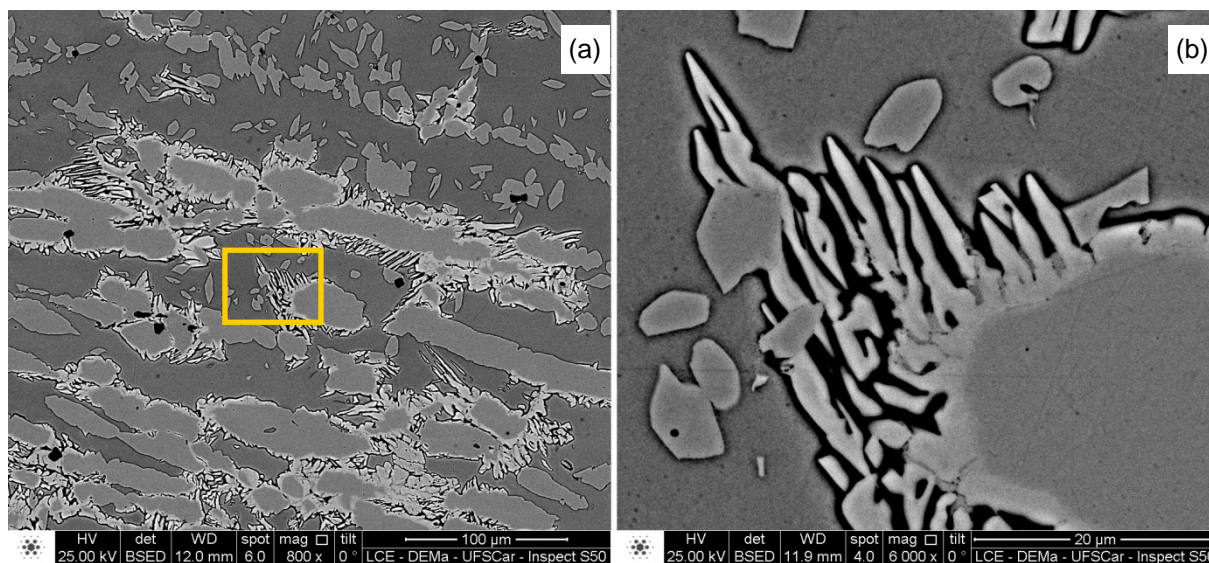


**Figura 2.** - Microestrutura após solubilização a 1100°C, com resfriamento em forno; mostrando a precipitação de fases intermetálicas após tratamento por 120 e 240 min.

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura dos precipitados intermetálicos são mostradas na Figura 3. O detalhe da Figura 3a, apresentado na Figura 3b, mostra claramente como a fase intermetálica cresce na interface da austenita sobre a matriz ferrítica. Além disso, a alta concentração relativa de Mo encontrada pelas análises de espectroscopia de energia dispersiva nessa região, confirma a fase precipitada como  $\sigma$ . Conforme Kashiwar et al.,<sup>(6)</sup> é próprio da fase  $\sigma$  crescer na matriz ferrítica do aço duplex a partir do entorno da austenita devido a presença de defeitos na interface que produzem as condições para difusividade e reação dos elementos Mo e Cr na ferrita.

Os resultados de dureza obtidos das amostras são apresentados na Tabela 2. As amostras com maiores valores de dureza Rockwell C são aquelas cujo resfriamento ocorreu no forno, ou seja, aquelas com presença da fase sigma. Os resultados de microdureza Vickers, também mostrados na Tabela 2, apontam a formação da fase sigma como principal responsável pelo aumento da dureza. Observa-se que a fase sigma apresenta valores significativamente mais elevados de dureza que as fases ferrita e austenita encontradas no aço após os tratamentos térmicos.

## 4 DISCUSSÃO



**Figura 3.** - Microscopia eletrônica de varredura mostrando a microestrutura do aço SAF 2205 solubilizado a 1100°C por 120 min., resfriado em forno (destaque para fases intermetálicas precipitadas).

Conforme já apontado por Sathirachinda, Pettersson e Pan,<sup>(4)</sup> a decomposição da ferrita durante o resfriamento ocorre a temperaturas inferiores a 950°C. O resfriamento lento fornece condições favoráveis para que a precipitação da fase sigma ocorra. O efeito do tempo de solubilização associado ao resfriamento na microestrutura do aço SAF 2205 não parece estar claro. Os resultados deste trabalho indicam que a homogeneidade e a forma das fases envolvidas podem influenciar significativamente nas transformações de fase. Jimenez et al.<sup>(7)</sup> já pontuaram que não somente o tratamento térmico realizado no aço duplex, mas também o mecânico pode influenciar conjuntamente a precipitação da fase sigma devido às características relacionadas com a textura das fases. Ainda, enfatizando a importância das considerações para a realização dos tratamentos térmicos em aços duplex, o trabalho mostrou, em concordância com Li et al.,<sup>(12)</sup> como a dureza do aço se modifica com a presença da fase sigma.

**Tabela 2.** Medidas de dureza Rockwell C e microdureza Vickers antes e depois dos tratamentos de solubilização a 1100°C nos tempos indicados

| Tempo [min.] | Resfriamento | Dureza (HRC) | Microdureza (HV) |         |       |
|--------------|--------------|--------------|------------------|---------|-------|
|              |              |              | Austenita        | Ferrita | Sigma |
| -            | -            | 24,9         | 274              | 245     | -     |
| 30           | Água         | 16,9         | 255              | 258     | -     |
| 30           | Ar           | 16,9         | 271              | 256     | -     |
| 30           | Forno        | 20,0         | 276              | 287     | -     |
| 120          | Água         | 17,2         | 274              | 250     | -     |
| 120          | Ar           | 22,0         | 266              | 263     | -     |
| 120          | Forno        | 29,5         | 259              | 313     | 568   |
| 240          | Água         | 19,6         | 257              | 268     | -     |
| 240          | Ar           | 20,1         | 256              | 267     | -     |
| 240          | Forno        | 28,7         | 269              | 308     | 456   |



## 5 CONCLUSÕES

Amostras do aço SAF 2205 foram tratadas termicamente variando o tempo de solubilização e o meio de resfriamento (água, ar e forno). Os resultados obtidos por microscopia ótica e eletrônica de varredura mostraram que o tempo de solubilização afeta a homogeneidade da microestrutura do aço e o resfriamento, a precipitação de fase sigma. Adicionalmente, mostrou-se a importância da fase sigma nas propriedades mecânicas, pois foi observado que as amostras com esta fase apresentaram valores mais elevados de dureza.

## Agradecimentos

Os autores agradecem o Laboratório de Caracterização Estrutural do Departamento de Materiais da Universidade Federal de São Carlos pelo apoio técnico no Microscópio Eletrônico de Varredura e o suporte fornecido pelas agências de fomento: CNPq, CAPES e FAPEMIG.

## REFERÊNCIAS

- 1 SILVA, A.L.V.C.; MEI, P.R.. Aços e Ligas Especiais. Blucher: São Paulo, 2010.
- 2 VIJAYALAKSHMI, K.; MUTHUPANDI, V; JAYACHITRA Influence of heat treatment on the microstructure, ultrasonic attenuation and hardness of SAF 2205 duplex steel. *Materials Science and Engineering A* 529, p. 447-451, 2011.
- 3 TAN, H. et al. Annealing temperature effect on the pitting corrosion resistance of plasma arc welded joints of duplex stainless steel UNS S32304 in 1.0 M NaCl. *Corrosion Science* 53, p. 2191-2200, 2011.
- 4 SATHIRACHINDA, N.; PETTERSSON, R.; PAN, J. Depletion effects at phase boundaries in 2205 duplex stainless steel characterized with SKPFM and TEM/EDS. *Corrosion Science* 51, p.1850-1860, 2009.
- 5 MARTINS, M.; CASTELETTI, L.C. Microstructural characteristics and corrosion behavior of a super duplex stainless steel casting. *Materials Characterization* 60, p.150-155, 2008.
- 6 KASHIWAR, A.; VENNELA, N.P.; KAMATH, S.L.; KHATIRKAR, R.K. Effect of solution annealing temperature on precipitation in 2205 duplex stainless steel. *Materials Characterization* 74, p.55-63, 2012.
- 7 JIMENEZ, J.A. et al.Characterization of a  $\delta/\gamma$  duplex stainless steel. *Journal of Marterials Science* 35, p. 907-915, 2000.
- 8 SATHIRACHINDA, N.; PETTERSSON, R.; PAN, J. Depletion effects at phase boundaries in 2205 duplex stainless steel characterized with SKPFM and TEM/EDS. *Corrosion Science* 51, p.1850-1860, 2009.
- 9 BEREZ, T.; SZABO, P.J. Crystallographic relations during decomposition of the ferritic phase by isothermal ageing of duplex stainless steel. *Journal of Applied Crystallography* 46, p. 135-141, 2013.
- 10 TAN, H. et al. Annealing temperature effect on the pitting corrosion resistance of plasma arc welded joints of duplex stainless steel UNS S32304 in 1.0 M NaCl. *Corrosion Science* 53, p. 2191-2200, 2011.
- 11 GUO, L.Q. et al. Annealing effects on the microstructure and magnetic domain structures of duplex stainless steel studied by in situ technique. *Applied Surface Science* 259, p. 213-218, 2012.
- 12 LI, J.; WU, T.; RQUIER, Y.  $\sigma$  phase precipitation and its effect on the mechanical properties of a super duplex stainless steel *Materials Science and Engineering, A*174, p.149-156, 1994.