



Tema: Corrosão

ESTUDO DO GRAU DE SENSITIZAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL UNS S31803 ENVELHECIDO A 750°C*

Luara da Costa Morais¹
Daniella Caluscio dos Santos²

Resumo

O objetivo deste trabalho compreende o estudo do grau de sensitização (DOS) do aço inoxidável dúplex (AID) UNS S31803 envelhecido a 750°C por ensaios de DL-EPR. Para isto, corpos de prova do aço em estudo foram solubilizados a 1.175°C e envelhecidos a 750°C entre 10 min e 240 h visando a formação de diferentes frações de sigma. Corpos-de-prova metalográficos foram utilizados para a caracterização microestrutural, que foi realizada por meio de técnicas de estereologia quantitativa a partir de imagens de elétrons retroespalhados para a quantificação das fases intermetálicas formadas durante o envelhecimento e análises magnéticas. Os ensaios de DL-EPR foram conduzidos em solução 2M H₂SO₄ + 0,5M NaCl + 0,01M KSCN à 30 ± 2°C, em amostras polidas. Observou-se que o DOS das amostras envelhecidas mostra forte dependência da microestrutura. Foram registrados duplos máximos de densidade de corrente tanto na ativação quanto na reativação, onde os ensaios potencioestáticos mostraram que estes máximos estão relacionados a dissolução da fases, ferrita e austenita. Observou-se o aumento no DOS de ambas as fases seguido de queda, provavelmente devido à redistribuição de Cr para regiões empobrecidas, decorrentes da formação de fases intermetálicas.

Palavras-chave: Aço inoxidável dúplex; Fase sigma; Grau de sensitização; DL-EPR.

STUDY OF THE DEGREE SENSITIZATION IN UNS S31803 STEEL BY DOUBLE LOOP POTENTIODYNAMIC REACTIVATION TESTS

Abstract

The main purpose of this research is the study of the degree of sensitization (DOS) of UNS S31803 duplex stainless steel (DSS) aged at 750°C by DL-EPR tests. For this, the as received material was solution treated at 1,175°C for 30 minutes and aged at 750°C between 10 min and 240 h, enabling the formation of different σ phase contents. The aged samples were mounted in metallography specimens for microstructural characterization that was carried out by quantitative metallography, magnetic measurements and scanning electron microscopy (SEM). The DL-EPR tests were conducted in polished samples at 30°C in a 2M H₂SO₄ + 0,5M NaCl + 0,01M KSCN solution. It was registered a double maximum current density both in activation and reactivation processes. Potentiostatic tests confirms that the current maximum detected are relates to show that this maximum are related the dissolution of ferrite and austenite phases. It was also discussed that the increase followed by slight decrease of the DOS values for both phases are probably related by Cr redistribution to depleted zones generated by intermetallic phases formation.

Keywords: Duplex stainless steel; Sigma phase; Degree of sensitization; DL - EPR.

¹ Engenheira de Materiais, Centro Universitário da FEI, São Paulo, Brasil; luaracmorais@yahoo.com.br.

² Engenheira química, Prof^a. Dr^a., Departamento de Engenharia de Materiais, Centro Universitário da FEI, São Paulo, Brasil; dcaluscio@fei.edu.br.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Da necessidade de um aço que combinasse boas propriedades mecânicas e boa resistência a corrosão, foi desenvolvido um aço bifásico, com estrutura aproximada de 50% ferrita (α) e 50% austenita (γ), denominado aços inoxidáveis duplex (AID). A aplicação desses aços se dá principalmente em indústrias químicas, óleo e gás, poços, sistemas de incêndios, equipamentos para controle de poluição, indústria de papel e celulose, dentre outras aplicações [1-3].

Contudo, os aços dúplex quando expostos a temperaturas entre 650°C e 950°C podem formar fases intermetálicas. As principais fases passíveis de formação nestes aços são sigma (σ), chi (χ), e nitretos principalmente do tipo Cr_2N [4-6]. Segundo Nilsson [6] dentre estes precipitados a fase sigma é a mais importante, pois por ser rica em Cr e Mo causa o empobrecimento destes elementos de liga nas regiões adjacentes a sua formação exercendo grande influência no comportamento eletroquímico dos aços inoxidáveis dúplex.

Segundo Nilsson [6] e Magnabosco [7] nos aços AID a fase σ pode ser formar por três mecanismos: (a) nucleação e crescimento a partir da α , resultado na formação de ferrita secundária (α_2), pobre em Cr e Mo que dependendo de seu empobrecimento em Cr, e enriquecimento em Ni poderia se transformar em austenita secundária (γ_2); (b) decomposição eutetóide da α gerando γ_2 pobre em Cr e Mo; (c) crescimento a partir da γ após total consumo de ferrita, formando austenita secundária pobre em Cr e Mo.

A formação de regiões empobrecidas em Cr e Mo tem forte influência na resistência à corrosão localizada [7], e estudos recentes analisam essa influência utilizando técnicas de reativação potenciodinâmica de duplo-loop (DL-EPR), que foi desenvolvido inicialmente para os aços inoxidáveis austeníticos, mas que hoje tem sido aplicado aos AID [8-17].

Chavez e Wolynech [12] avaliando o comportamento eletroquímico do aço UNS S31803 envelhecido a 750 °C com ensaios de DL-EPR em solução 2M H_2SO_4 + 0,5M NaCl + 0,01 KSCN reportaram a presença de duplos máximos de densidade de corrente na reativação. Segundo os autores o máximo de maior potencial se refere à dissolução de regiões empobrecidas pela formação de sigma e o de menor potencial à dissolução de regiões empobrecidas pela formação de carbonetos, chi e nitretos. Cristini *et al* [13] sob as mesmas condições de ensaio e com o mesmo material utilizado por Chavez e Wolynech [12], também reportaram a presença de duplos máximos de densidade de corrente, entretanto, segundo os autores os máximos encontrados referem-se a dissolução das fases, ferrita e austenita, sendo o de menor potencial relacionado a dissolução da primeira e o de maior a segunda. A afirmação de Cristini *et al.* [13] também é sugerida por Moraes, Santos e Magnabosco [10] que observaram a presença de duplos máximos de densidade de corrente no aço UNS S31803 onde o máximo de menor potencial atenua-se com o aumento do tempo de envelhecimento, paralelamente à diminuição da fração de ferrita.

Estudos que avaliam o grau de sensitização nos AID reportam oscilações na variação do grau de sensitização com o tempo de envelhecimento [9,11-17]. Segundo Gao *et al.* [17] estas oscilações podem estar relacionadas a redistribuição de Cr e Mo de regiões menos empobrecidas para as mais empobrecidas devido a formação de fases intermetálicas.

Diante do exposto, nota-se que o comportamento eletroquímico sob ensaio DL-EPR dos aços inoxidáveis duplex possui forte dependência da microestrutura e das fases

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



intermetálicas passíveis de formação nesses aços. Assim, o presente trabalho procura estudar o grau de sensitização do aço UNS S31803 envelhecido a 750°C em solução 2M H₂SO₄ + 0,5M NaCl + 0,01M KSCN por ensaios DL-EPR.

2 MATERIAL E MÉTODOS

O material em estudo foi adquirido como chapa de 3 mm de espessura, laminada a 1100°C e resfriada por jato de ar e água forçado. A composição química do material é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química (% em massa) do aço UNS S31803 em estudo

Cr	Ni	Mo	Mn	N	C	Si	Cu	Fe
22,48	5,74	3,20	1,42	0,162	0,018	0,35	0,15	Bal.

A partir do material como recebido, foi realizado tratamento térmico de solubilização a 1.175°C por 30 min, seguido de resfriamento em água buscando-se estrutura homogênea de α e γ . Em seguida amostras foram envelhecidas por tempos entre 10 min e 240 h a 750°C, o envelhecimento foi realizado em forno tubular sob atmosfera de N₂ para se evitar oxidação excessiva, seguido de resfriamento em água.

As amostras envelhecidas tiveram todas as suas faces lixadas até a obtenção de superfície com o acabamento conferido por lixa de granulometria 100 *mesh*, em seguida foram embutidas em resina fenólica de cura a quente (baquelite), gerando corpos-de-prova metalográficos que foram lixados até granulometria de 600 *mesh*, e em seguida foram polidos até 1 μ m. A superfície de observação dos corpos-de-prova corresponde à seção longitudinal da chapa, com relação à direção de laminação, com área exposta variando entre 0,4 e 0,6 cm².

A quantificação da α foi feita por análises magnéticas e a quantificação de σ e χ por estereologia quantitativa a partir de imagens obtidas por elétrons retroespalhados. Já a fração de γ foi calculada pelo balanço em relação à somatória das demais fases $\% \gamma = 100 - (\% \alpha + \% \sigma + \% \chi)$. As análises magnéticas foram realizadas com um ferritoscópio calibrado com o auxílio de padrões e tendo como limite de detecção 0,1% de α . Vinte medições foram realizadas em cada uma das séries das amostras. Já a quantificação por imagens de elétrons retroespalhados foi realizada em microscópio eletrônico CAMSCAN CS3200LV, de onde foram obtidas imagens das amostras polidas. Para determinação da fração volumétrica das fases χ e σ , foram obtidas 6 imagens de elétrons retroespalhados por amostra. Para que as amostras fossem obtidas de maneira satisfatória, o ajuste do microscópio eletrônico foi padronizados para todas as imagens: tensão de aceleração aplicada ao feixe de elétrons, mantida em 20 kV; ajuste da corrente elétrica emitida pelo filamento, mantida em 100 μ A; diâmetro de feixe (spot size) constante; distância de trabalho, mantida em 20 mm; e manutenção de valores constantes de brilho e contraste das imagens. Esses ajustes garantiram que as tonalidades e o delineamento das fases fossem os mesmos em todas as imagens coletadas, evitando diferenças na identificação das fases. A partir das imagens de elétrons retroespalhados a caracterização quantitativa da microestrutura foi realizada com o auxílio do software de análise de imagens Olympus AnalysisDoku.

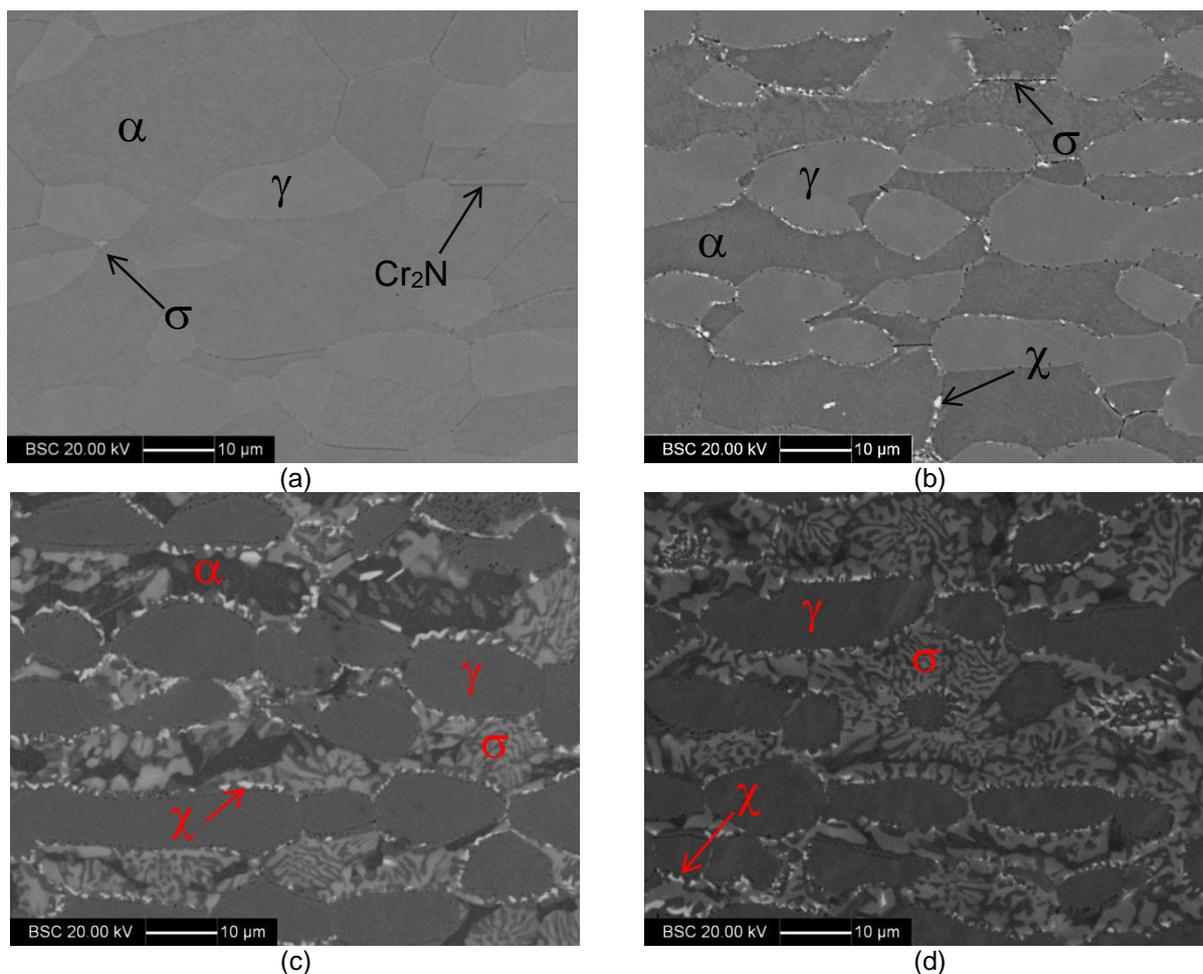
Com o auxílio de potenciostato Autolab 12, foram realizados os ensaios DL-EPR utilizando solução 2M H₂SO₄ + 0,5M NaCl + 0,01M KSCN. As soluções foram preparadas com reagente padrão analítico e água destilada e deionizada. O ensaio foi conduzido a 30°C, e foi utilizado o eletrodo de calomelano saturado (ECS) como

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

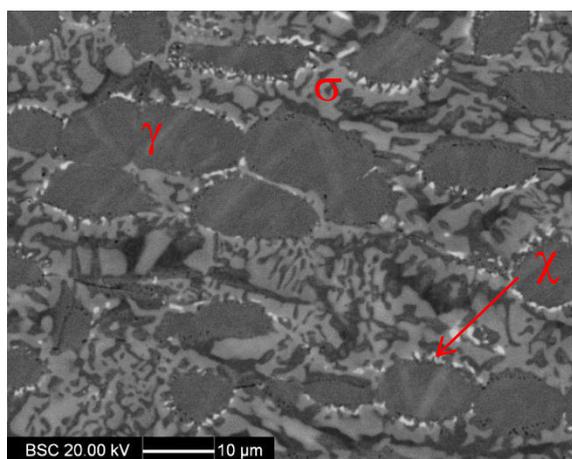
eletrodo de referência; como contra eletrodo uma barra de platina com área exposta pelo menos 3 vezes maior que a do eletrodo de trabalho, constituído pelas amostras polidas, com acabamento final propiciado por diamante de granulometria de 1 μm . A polarização foi iniciada no potencial de circuito aberto após 3 min de imersão, com uma velocidade de 1,67 mV/s. O sentido de varredura foi revertido em 300 mV (potencial onde o material ainda se encontrava passivo), sendo o ensaio encerrado quando o potencial atingiu o potencial de circuito aberto inicialmente medido. Ao final da polarização os corpos-de-prova foram lavados e secos com álcool etílico e jato de ar quente, e posteriormente foram observados por microscopia eletrônica de varredura. Os ensaios foram realizados em triplicata.

3 RESULTADOS

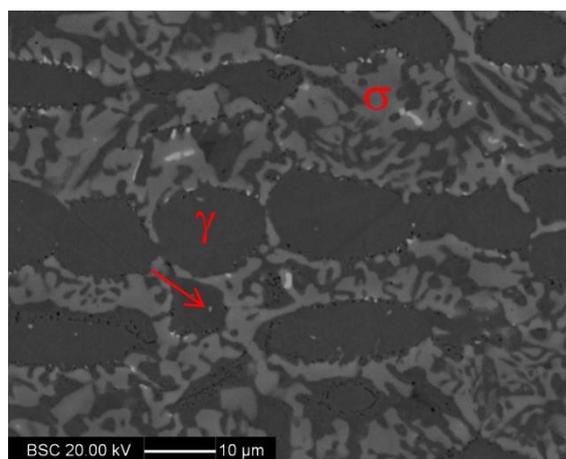
A Figura 1 apresenta as imagens de elétrons retroespalhados das amostras envelhecidas a 750°C. Nota-se no início do envelhecimento a existência de fases intermetálicas nos contornos α/α e na interface α/γ . Com o aumento do tempo envelhecimento observam-se maiores frações de fases intermetálicas. A partir de 40 min de envelhecimento (Figura 1b) é possível notar distinção entre sigma (cinza clara) e chi (branca), além de precipitados de coloração escura. Ao fim do envelhecimento, na amostra envelhecida por 240 h (Figura 1f) nota-se o início de fases intermetálicas no interior da γ indicada por seta.



* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



(e)



(f)

Figura 1. Imagens obtidas por microscopia óptica das amostras envelhecidas a 800°C (a) 10 min, (b) 40 min, (c) 6 h, (d) 36 h, (e) 72 h e (f) 240 h. Ataque Behara Modificado.

A amostra solubilizada é composta de 55,55% ± 2,52 de α e 45,45% ± 2,52 de γ . A Figura 2 apresenta a fração volumétrica das fases em função do tempo de envelhecimento. Nota-se diminuição na fração de α com o aumento do tempo de envelhecimento paralelamente ao aumento na fração de fase sigma. Já a fração de fase chi aumenta até 6 h de envelhecimento seguido de queda. Destaca-se ainda nova tendência de aumento na fração de χ ao final do envelhecimento. A fração de γ apresenta comportamento crescente até 72 h, com os valores se mantendo aproximadamente constantes entre 2 e 4 h.

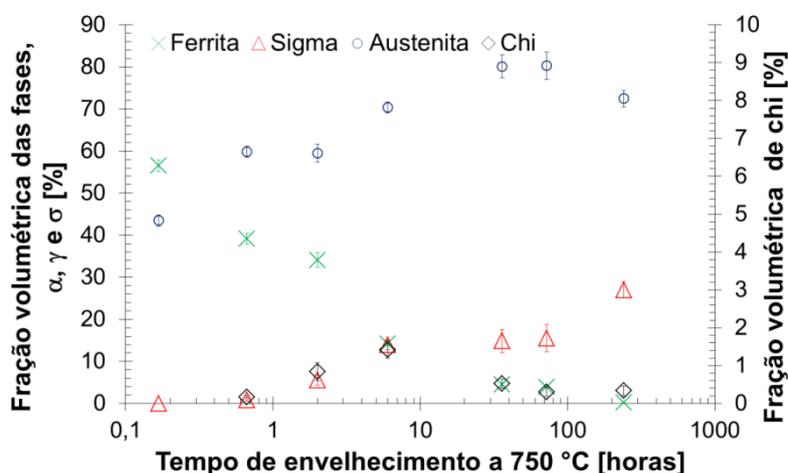


Figura 2. Fração das fases, α (ferrita), σ (sigma), γ (austenita) e chi em função do tempo de envelhecimento.

A Figura 3 apresenta as curvas típicas obtidas pelos ensaios de DL-EPR, na Figura 3a observa-se a curva típica da amostra solubilizada, onde nota-se a presença de um máximo de densidade de corrente na reativação e outro durante a ativação. As curvas para as amostras envelhecidas seguem apresentadas nas Figuras 3b e 3c. Observa-se a tendência de formação de duplos máximos de densidade de corrente na ativação e na reativação. Entretanto a atenuação do máximo de densidade de corrente de menor potencial é evidente a partir de 72 h de envelhecimento. Além disso, observa-se que os máximos da reativação ocorrem em maiores densidades de corrente à medida que o tempo de envelhecimento aumenta.

* Contribuição técnica ao 69^o Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14^o ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

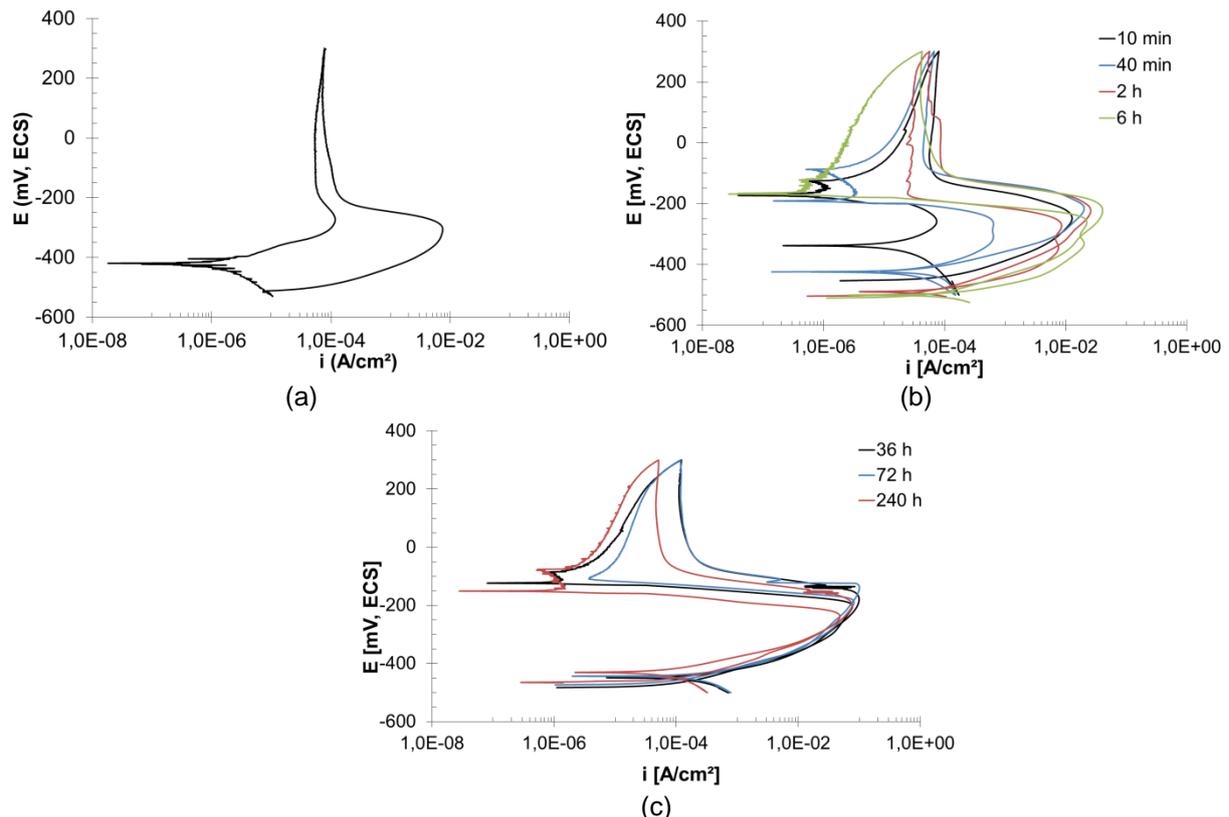


Figura 3. Curvas típicas de DL – EPR em solução $2 \text{H}_2\text{SO}_4 + 0,5 \text{NaCl} + 0,01 \text{KSCN}$. (a) amostra solubilizada; (b) envelhecidas até 6 h; e (c) envelhecidas de 36 a 240 h.

O grau de sensitização (DOS) determinado pela razão entre os máximos de densidade de corrente de potencial menor (i_{r1}/i_{a1}) são apresentados na Figura 4 (a). A razão i_{r1}/i_{a1} foi determinada até 36 h de envelhecimento, pois, acima deste tempo os máximos de densidade de menor potencial não foram observados. Nota-se ainda na Figura 4a aumento no DOS até 2 h de envelhecimento seguido de queda. Já na razão entre os máximos de densidade de corrente de potencial maior (i_{r2}/i_{a2}), apresentada na Figura 4b, observa-se a queda do grau de sensitização somente a partir de 72 h de envelhecimento.

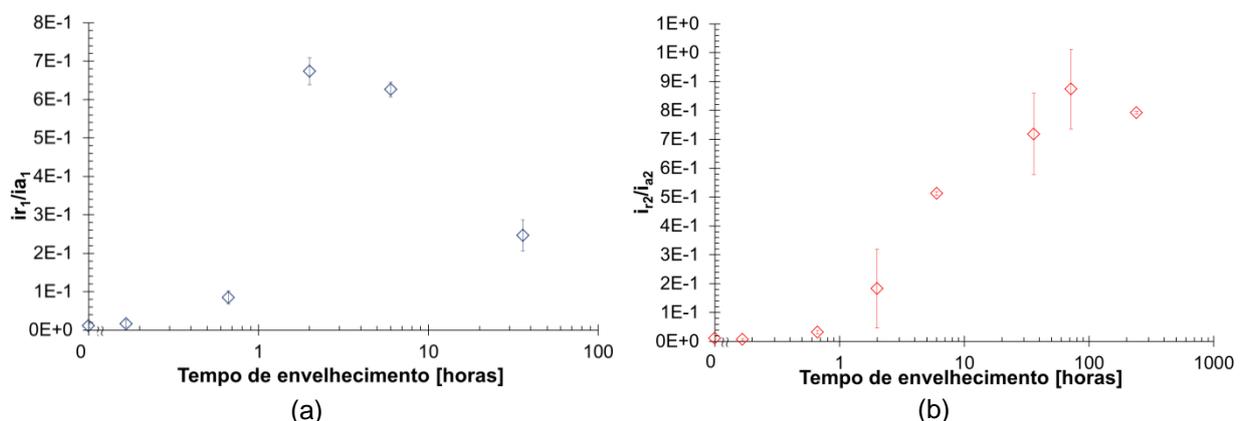


Figura 4. Grau de sensitização por tempo de envelhecimento a 750 °C . (a) i_{r1}/i_{a1} . (b) i_{r2}/i_{a2}

Após o ensaio DL-EPR foram obtidas imagens de elétrons secundários das amostras envelhecidas por 40 min e 240 h que seguem apresentadas na Figura 5. No início do envelhecimento (Figura 5a), nota-se dissolução intensa nos contornos α/α e na interface α/γ após o ensaio DL-EPR. Com o aumento no tempo de

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

envelhecimento (Figura 5b), a fase α sofre dissolução mais acentuada. Nota-se a dissolução dentro do grão de γ em torno dos precipitados intragranulares formados no envelhecimento.

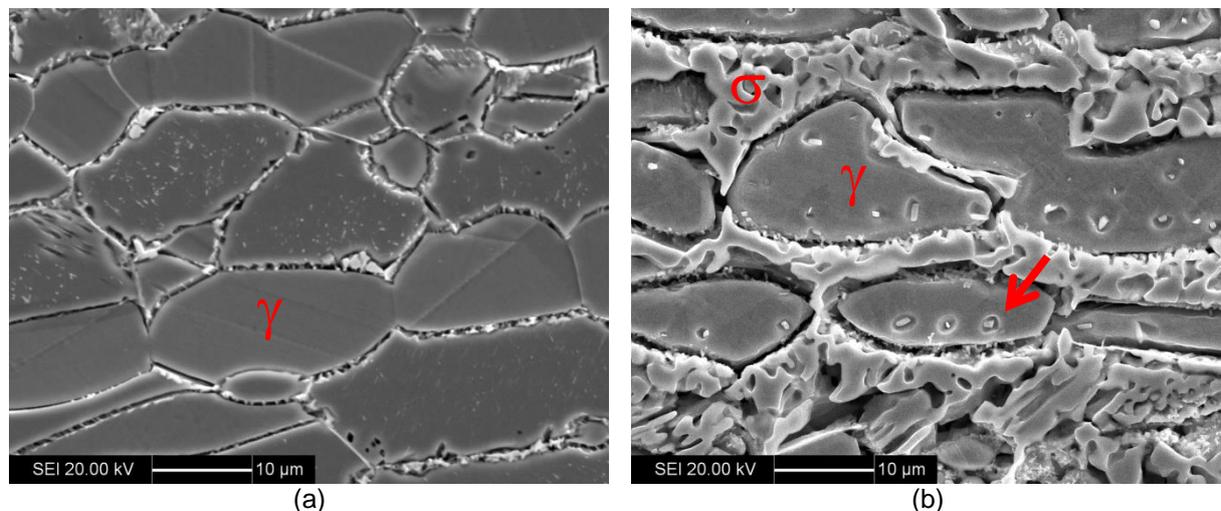


Figura 5. Micrografia por sinal de eletrons secundários das amostras após ensaio DL-EPR em solução 2M H₂SO₄ + 0,5M NaCl + 0,01M KSCN. Envelhecidas: (a) 40 min e (c) 240 h.

4 DISCUSSÃO

A Figura 6 apresenta a simulação da fração volumétrica das fases presentes no aço inoxidável em estudo na faixa de temperaturas entre 700 a 1200 °C, a simulação foi realizada no software ThermoCalc[®] 5 utilizando a base de dados TCFE6. Nota-se que para a temperatura de solubilização utilizada neste trabalho, 1.175°C, apenas as fases, α e γ estão em equilíbrio com um balanço de aproximadamente 62% de γ e 38% de α , entretanto a fração obtida por análises magnéticas neste estudo apresentou uma fração de α de 55,55% e, portanto 45,45% de γ . As frações menores de γ indicam que provavelmente o tempo de solubilização não foi suficiente para que o equilíbrio das fases fosse atingido [19] ou ainda que a base de dados do ThermoCalc[®] necessite de ajustes. Além disso, são registradas na simulação para a temperatura em estudo a presença de α , γ , σ e Cr₂N.

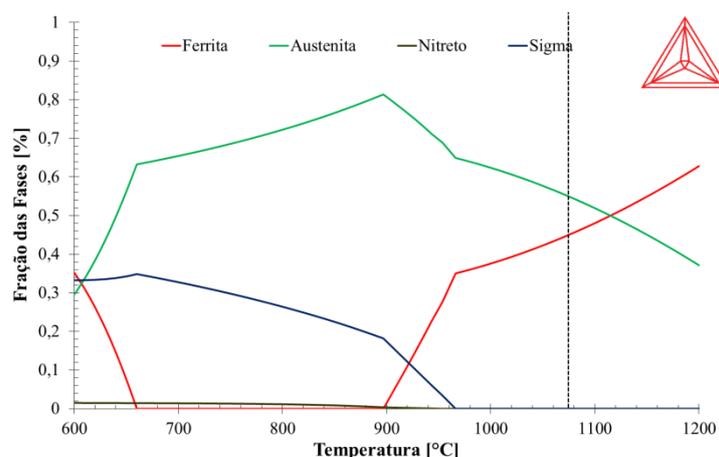


Figura 6. Simulação das fases de equilíbrio das fases formadas no aço UNS S31803.

Nas micrografias das amostras envelhecidas, previamente apresentadas na Figura 1, nota-se a presença de fases intermetálicas já para 10 min de

* Contribuição técnica ao 69^o Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14^o ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

envelhecimento. Além disso, nota-se na amostra envelhecida por 40 min a presença de precipitados de coloração clara e outros de coloração mais acinzentadas. Estudos recentes de Santos, Magnabosco e Moura Neto [19] mostram que os precipitados mais claros são relacionados à formação de fase χ , os acinzentados a σ e os mais escuros a formação de Cr_2N . Com o objetivo de avaliar as fases intermetálicas formadas durante o envelhecimento foi realizada análise de EDS nas amostras envelhecidas por 10 min e 72 h a 750°C nos pontos indicados na Figura 7. Os espectros gerados na análise seguem apresentados na Figura 8 e os resultados da análise na Tabela 2.

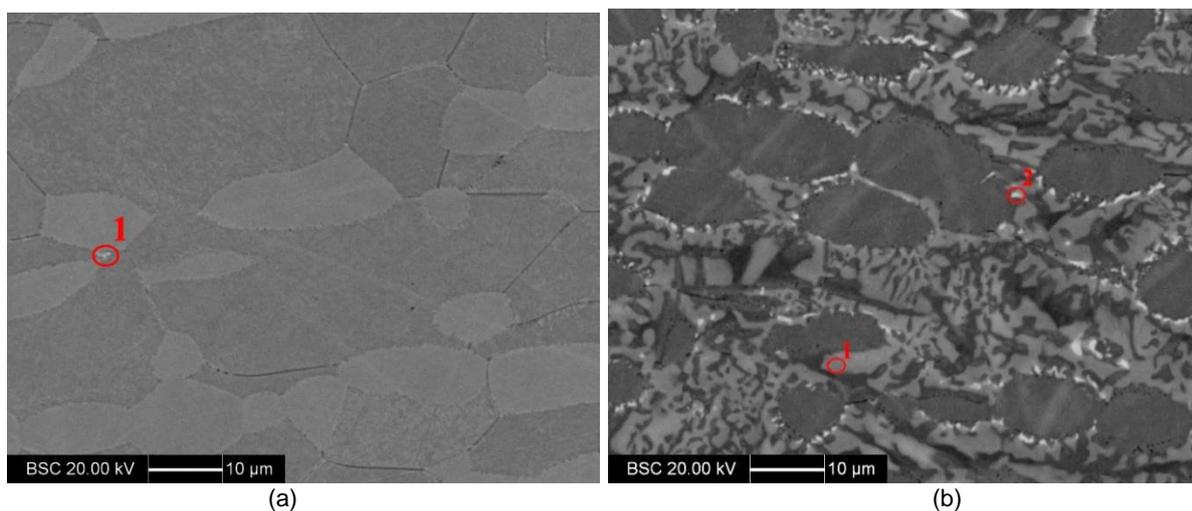


Figura 7. Amostras envelhecidas por 10 min (a) e 72h(b) a 750°C indicando os pontos onde foi realizada a análise por EDS.

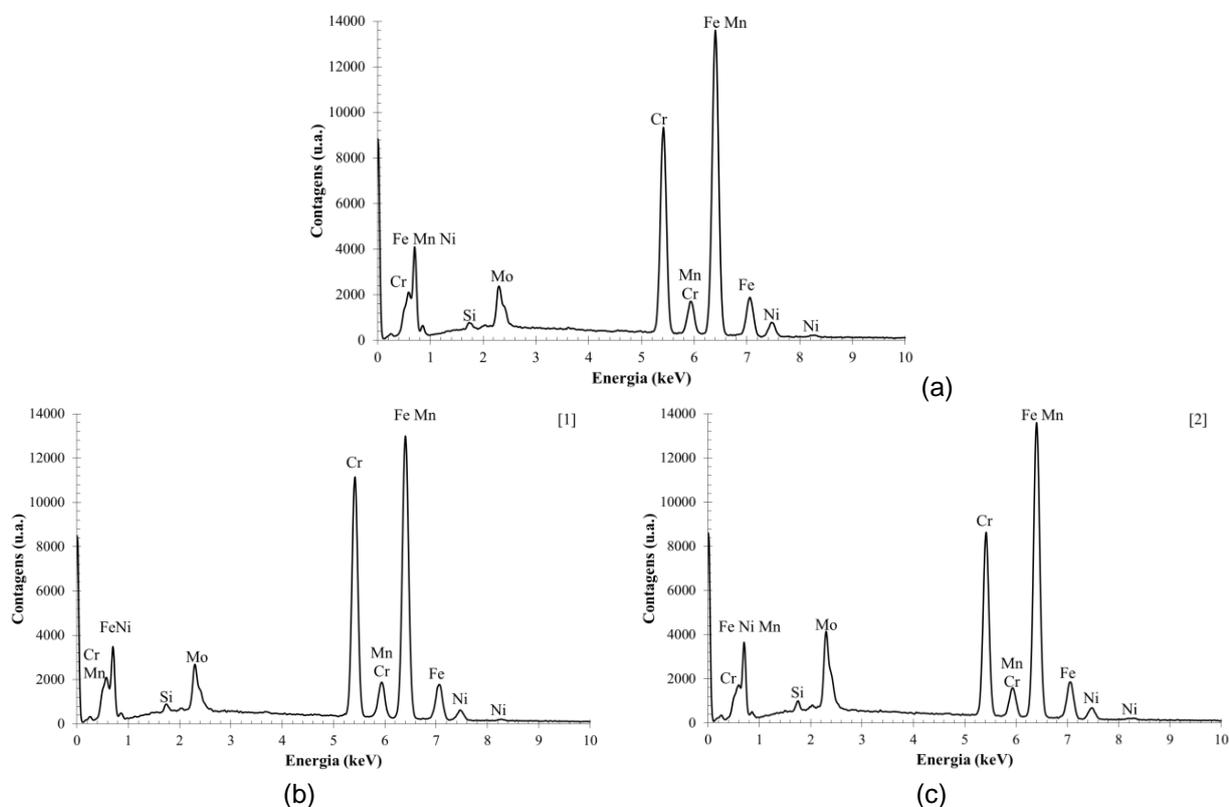


Figura 8. Espectro de EDS. (a) Ponto 1 da Figura 7a. (b) Ponto 1 da Figura 7b. (c) Ponto 2 da Figura 7b.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

Tabela 2. EDS das amostras envelhecidas por 10 min e 72 h a 750°C

		Cr (%p)	Ni (%p)	Mo (%p)	Si (%p)	Mn (%p)
10 min.	(1)	26,08±0,17	4,57±0,13	6,64±0,20	0,45±0,06	1,47±0,11
72 h	(1)	30,61± 0,17	3,10±0,12	7,18± 0,20	0,56±0,06	1,33±0,11
	(2)	23,33± 0,16	3,57± 0,13	12,18± 0,23	0,73±0,06	1,43± 0,11

A análise de EDS da amostra envelhecida durante 10 min mostra que provavelmente a primeira fase a se formar nessa temperatura de envelhecimento é relacionada à fase σ . A análise da amostra envelhecida durante 72 h revela que há a presença de σ (cinza) e χ (branca – maior teor de Mo em relação à σ) e que está de acordo com o mencionado por Santos, Magnabosco e Moura Neto [7]. Ainda analisando as imagens das amostras envelhecidas a 750°C, Figura 1, nota-se que formação das fases intermetálicas ocorre inicialmente nos contornos α/α e na interface α/γ . Com o aumento do tempo de envelhecimento nota-se crescimento preferencial das fases intermetálicas para o interior de α . Este comportamento é observado na quantificação das fases apresentada na Figura 2. Nota-se também na mesma figura que a fase χ aumenta até 6 h de envelhecimento e após esse tempo é consumida. Estudos indicam que essa fase poderia se transformar em fase σ em tempos longos de envelhecimento [7,19], o que justifica a ausência dessa fase na simulação apresentada na Figura 6, sugerindo que a fase χ pode se tratar de uma fase de não equilíbrio, conforme sugerido por Escriba *et al.* [18] e Santos [19].

Na análise das curvas de DL-EPR previamente apresentadas na Figura 3, nota-se a tendência de formação de duplos máximos de densidade de corrente na ativação e na reativação, de acordo com o reportado por outros autores [9-17]. Além disso, nota-se que o máximo de menor potencial tende a atenuar-se com o aumento do tempo de envelhecimento. Este comportamento pode ser observado na Figura 9.

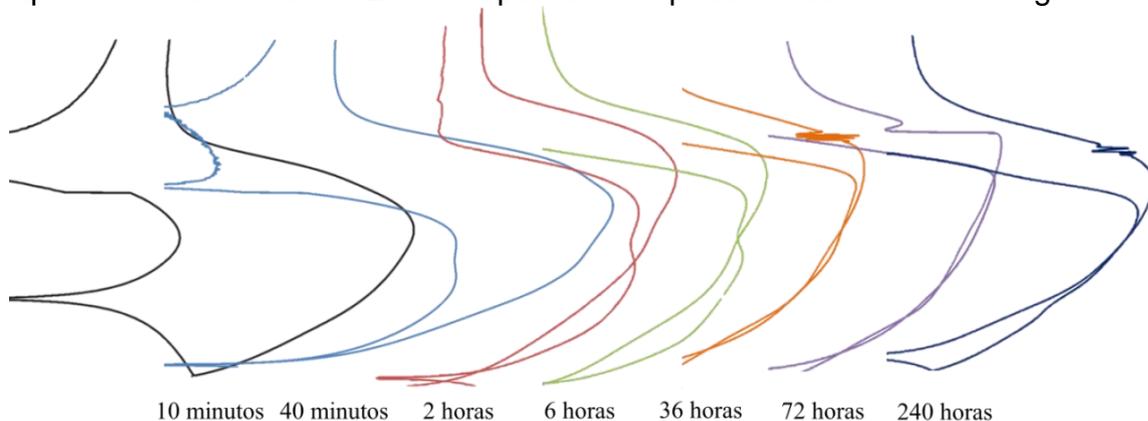


Figura 9. Detalhe dos máximos de densidade de corrente a ativação na reativação das curvas de DL-EPR das amostras envelhecidas por 750°C.

Nas curvas referentes ao início do envelhecimento a tendência de um máximo de densidade de corrente na ativação e reativação é observada. Provavelmente, o empobrecimento em Cr e Mo das adjacências da formação de fases intermetálicas não seja tão deletério no início do envelhecimento devido à baixa fração em volume das fases formadas, e dessa forma o potencial de dissolução de ambas as fases (α e γ) seriam coincidentes. Entretanto, nota-se a partir de 40 min de envelhecimento a formação de duplos máximos de densidade de corrente, sugerindo que esses podem estar relacionados à dissolução de fases empobrecidas. Conforme observado na Figura 2 a fração de α diminui com o aumento do tempo de

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

envelhecimento, em contrapartida nota-se nas curvas de DL-EPR a atenuação do máximo de menor potencial. Este comportamento também sugere que os duplos máximos de densidade de corrente podem estar relacionado a dissolução da α e γ . A fim de avaliar o comportamento eletroquímico no material em cada máximo de densidade de corrente, foram realizados ensaios potenciostáticos na amostra envelhecida por 4 h. A Figura 10a apresenta a imagem de elétrons secundários após o ensaio potenciostático no menor potencial (-325 mV) onde se observa dissolução preferencial da α . Na Figura 10b é apresentada a micrografia após o ensaio no maior potencial (-225 mV), onde se observa o consumo da fase γ .

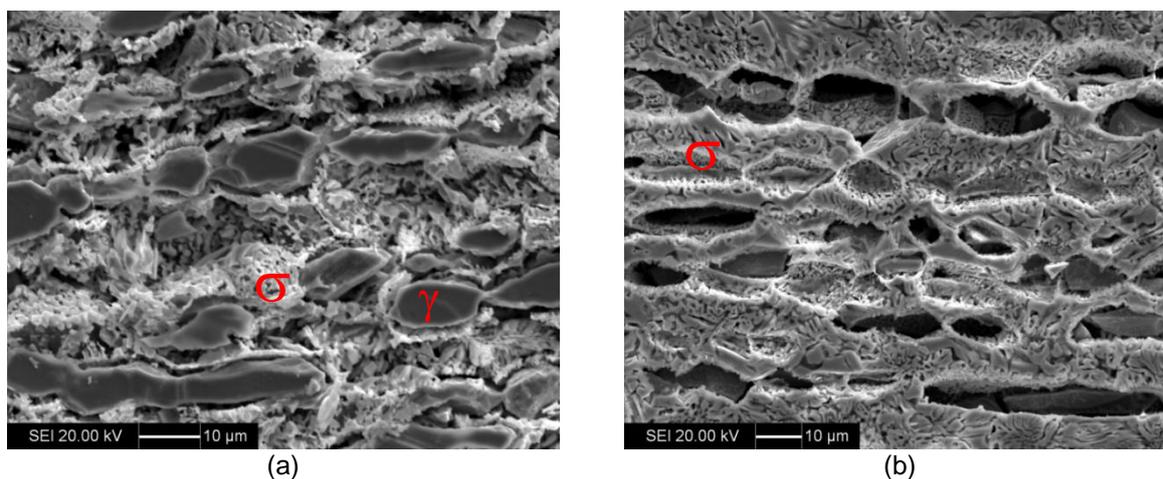


Figura 10. Imagem de elétrons secundários após ensaio potenciostático (a) -325 mV e (b) -225 mV.

Desta maneira, verifica-se que o máximo de densidade de menor potencial é relacionado à dissolução da α e o de maior potencial à dissolução da γ , portanto os valores de i_{r1}/i_{a1} e i_{r2}/i_{a2} são relacionado respectivamente à α e a γ e denominados DOS_{α} e DOS_{γ} .

No estudo da variação do DOS com o tempo de envelhecimento (Figura 4) nota-se que tanto para a α , quanto para a γ , até 40 min de envelhecimento, não há aumento significativo do DOS. Nesse trecho a fração de fases intermetálica formada é baixa, e o aumento de γ e diminuição de α observados ao início do envelhecimento são provavelmente relacionados ao reequilíbrio entre α e γ após a solubilização do material. Por isso provavelmente a formação de regiões empobrecidas que aumentaria o DOS é baixa.

Na Figura 4a é observado aumento no DOS_{α} entre 40 min e 1 h de envelhecimento, provavelmente relacionado ao consumo de α decorrente da formação de fases intermetálicas ($\sigma + \chi$) e conseqüentemente à formação de fases empobrecidas decorrentes da sua formação. Entretanto se observa na mesma figura diminuição no DOS_{α} após 2 h de envelhecimento, provavelmente relacionada à redistribuição de Cr de regiões menos empobrecidas para as mais empobrecidas neste elemento, conforme sugerido por Gao *et al.* [17]. Além disso, vale ressaltar que após 2 h de envelhecimento há o consumo de chi, provavelmente relacionado à sua transformação em sigma, que provocaria nova redistribuição de Cr e Mo para regiões adjacentes à sua formação e que pode ter influenciado o comportamento observado.

Já no estudo do DOS_{γ} em função do tempo de envelhecimento (Figura 4b) nota-se aumento no DOS até 72 h de envelhecimento. Entretanto, somente a partir desse tempo é observada leve queda nos valores de DOS_{γ} . O aumento do DOS_{γ}

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

observado é coincidente com o consumo de γ observado na Figura 2, provavelmente relacionado à formação de sigma a partir da γ quando da ausência de α . Na análise comparativa das Figuras 4 a e b, nota-se que a queda DOS_{α} ocorre em tempos menores de envelhecimento em relação à γ . Isso pode estar relacionado também com a maior facilidade de difusão de Cr na α em relação à γ .

Diante desses dados, o método de análise do DOS deve ser realizado em cada máximo de densidade de corrente, visto que os ensaios potencioestáticos relacionam os máximos observados com a dissolução das fases, α e γ .

5 CONCLUSÕES

Após a realização deste trabalho, puderam ser obtidas as seguintes conclusões:

- A caracterização microestrutural do aço UNS S31803, envelhecido entre 10 min e 240 h a 750°C, indica que a formação de sigma ocorre preferencialmente a partir da ferrita.
- Os ensaios potencioestáticos mostraram que os duplos máximos de densidade de corrente observados nas curvas de DL-EPR, referem-se à dissolução preferencial das fases, ferrita e austenita.
- O ataque superficial resultante do ensaio DL-EPR ocorreu preferencialmente na ferrita empobrecida em Cr e Mo associado à formação de fases intermetálicas. Ataques na austenita foram observados somente para tempos elevados de envelhecimento em regiões adjacentes às fases intermetálicas formadas.
- As oscilações apresentadas nos valores de DOS, provavelmente estão relacionados a formação de fases empobrecidas em Cr e Mo, indicando relação desses valores com o mecanismo de formação das fases intermetálicas.

REFERÊNCIAS

- 1 Solomon HD, Devine Júnior TM. Duplex Stainless Steels: A tale of two phases. In: Anais do Duplex Stainless Steels Conference; 1982; Ohio, EUA. Materials Park: ASM; 1982. p.693-756.
- 2 Liljas M, Sjöholm F. Applications. In: Anais do Duplex Stainless Steels Conference; 2009; Hoboken, EUA. Materials Park: ASM; 2009. p.403-422.
- 3 Badoo NR. Stainless Steel in Construction: A review of research, applications, challenges and opportunities. Journal of Constructional Steel Research. 2008;64:1199-1206.
- 4 Padilha AF, Plaut RL. Phase transformation and microstructure. In: Anais do Duplex Stainless Steels Conference; 2009; Hoboken, EUA. Materials Park: ASM; 2009. p.115-139.
- 5 Magnabosco R. Kinetics of sigma phase formation in a duplex stainless steel. Materials Research. 2009;12(3):321-327.
- 6 Nilsson JO. Super duplex stainless steel. Materials Science and Technology. 1992;8:685-700.
- 7 Santos DC, Magnabosco R, Moura-Neto C. Influence of sigma phase formation on pitting corrosion of an aged UNS S31803 duplex stainless steel. Corrosion (NACE). 2013;69:900-911.
- 8 Majidi AP, Streicher MA. The double loop reactivation method for detecting sensitization in AISI 304 stainless steels. Corrosion. 1984;40(11):584-593.
- 9 Morais LC, Santos DC, Magnabosco R. Estudo exploratório do grau de sensibilização do aço UNS S31803 envelhecido a 800°C por ensaios de reativação potenciodinâmica de

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

- duplo-loop (DL-EPR). In: Anais do 67º Congresso anual da ABM; 2012; Rio de Janeiro, Brasil. São Paulo: ABM; 2012.
- 10 Morais LC, Santos DC, Magnabosco R. Exploratory study of degree sensitization of duplex stainless steel UNS S31803 aged at 800°C by double loop potentiokinetic reactivation method (DL – EPR). In: Anais do European Corrosion Congress; 2013; Estoril, Portugal. Eurocorr; 2013.
 - 11 Mélo EB, Magnabosco R, Moura-Neto C. Influence of the microstructure on the degree of sensitization of a duplex stainless steel UNS S31803 aged at 650°C. *Materials Research*. 2014;16(6):1336-43.
 - 12 Chaves R, Wolyneec S. Investigação da corrosão seletiva do aço inoxidável dúplex UNS S31803 por meio de ensaios de reativação potenciocinética de ciclo duplo. In: 58º Congresso Anual da ABM; 2003; Rio de Janeiro, Brasil. São Paulo: ABM; 2003.
 - 13 Cristini SI, Sacchi B, Guerrini E, Trasatti S, Trasatti StP. Detection of sigma phase in 22% Cr duplex stainless steels by electrochemical methods. *Russian Journal of Electrochemistry*. 2010;46(10):1168-75.
 - 14 Ortiz N, Curiel FF, López VH, Ruiz A. Evaluation of the intergranular corrosion susceptibility of UNS S31803 duplex stainless steel with thermoelectric power measurements. *Corrosion Science*. 2013;69:236-244.
 - 15 Lo KH, Kwok CT, Chan WK. Characterization of duplex stainless steel subjected to long-term annealing in the sigma phase formation temperature range by the DL-EPR test. *Corrosion Science*. Ano;53:3697-3703.
 - 16 Amadou T, Bhaham C, Sidhom H. Double loop electrochemical potentiokinetic reactivation test optimization in checking of duplex stainless steel intergranular corrosion susceptibility. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2004;35A(11):3499-3515.
 - 17 Gao J, Jiang Y, Deng B, Zhang W, Zhong C, Li J. Investigation of selective corrosion resistance of aged lean duplex stainless steel 2101 by non-destructive electrochemical techniques. *Electrochimica Acta*. 2009;54:5830-35.
 - 18 Escriba DM, Materna-Morris E, Plaut RL, Padilha AF. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 2009;60(11):1214-19.
 - 19 Santos DC, Magnabosco R, Moura-Neto C. Influência do método de quantificação de fases na análise da formação de sigma em aço inoxidável duplex UNS S31803. In: Anais do 67º Congresso Anual da ABM; 2012; Rio de Janeiro, Brasil. São Paulo: ABM; 2012.

* *Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.*