

# INFLUÊNCIA DO MÉTODO DE QUANTIFICAÇÃO DE FASES NA ANÁLISE DA FORMAÇÃO DE SIGMA EM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S31803<sup>1</sup>

Daniella Caluscio dos Santos<sup>2</sup>  
Rodrigo Magnabosco<sup>3</sup>  
Carlos de Moura Neto<sup>4</sup>

## Resumo

O objetivo deste trabalho compreende o estudo da influência do método de quantificação de fases na análise da formação de sigma em aço inoxidável duplex UNS S31803 no envelhecimento a 700°C. Para isto, corpos-de-prova do material em estudo foram solubilizados a 1.175°C, e em seguida envelhecidos entre 1 min e 360 h a 700°C possibilitando a formação de diferentes teores de sigma. A caracterização microestrutural foi realizada pela técnica de microscopia óptica das amostras, onde foram utilizados ataques seletivos de 10% KOH eletrolítico e Behara Modificado. Além disso, foi realizada microscopia eletrônica de varredura para obtenção de imagens de elétrons retroespalhados das amostras, que também foram usadas na quantificação possibilitando a comparação das técnicas empregadas. A análise das amostras utilizando imagens de elétrons retroespalhados possibilita a identificação das fases sigma, chi e de nitretos de cromo. Para o estudo da formação de sigma, esta técnica mostra-se a mais adequada, já que consegue distinguir as fases intermetálicas formadas, e mediante o correto ajuste dos parâmetros do microscópio, consegue-se um melhor delineamento das fases formadas, impedindo estimativas equivocadas das frações das fases.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável dúplex; Fase sigma; Análise quantitativa.

## INFLUENCE OF THE PHASE QUANTITATIVE METHODOLOGY IN THE ANALYSIS OF SIGMA PHASE FORMATION IN UNS S31803 DUPLEX STAINLESS STEEL

### Abstract

The main objective of this work is the evaluation of phase quantitative methodology in the determination of sigma phase content of UNS S31803 Duplex Stainless Steel aged at 700°C. Samples of the studied material were solution-treated at 1175°C and aged between 1 min to 360 h at 700°C resulting in different sigma contents. The microstructural characterization were carried by optical microscopy of the samples after metallographic electrolytic etch using the KOH 10% and modified Behara reagents. Furthermore, it was conducted the scanning electron microscopy obtaining backscattered electron images. The backscattered electrons image analysis enables the sigma, chi phases and nitrides differentiation. By this way, the study of sigma phase formation through this method seems to be the most indicated. By the correct microscope set-up, the correct phase differentiation is reached, suppressing measurements of the phase volume fractions.

**Key-words:** Duplex stainless steel; Sigma phase; Quantitative analysis.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Prof<sup>a</sup>.MSc. do Departamento de Engenharia de Materiais do Centro Universitário da FEI, dcaluscio@fei.edu.br - Doutoranda do Instituto Tecnológico da Aeronáutica – ITA/DCTA

<sup>3</sup> Prof. Dr. do Departamento de Engenharia de Materiais do Centro Universitário da FEI, rodrmag@fei.edu.br

<sup>4</sup> Prof. Dr. do Instituto Tecnológico da Aeronáutica – ITA/DCTA, mneto@ita.br.

## 1 INTRODUÇÃO

Da necessidade de um material que apresente alta resistência mecânica, bem como elevada resistência à corrosão surgem os aços inoxidáveis dúplex (AID) que são aços bifásicos, constituídos de aproximadamente 50% ferrita e 50% austenita em sua estrutura.<sup>(1-3)</sup> Esses aços têm suas principais aplicações nas indústrias químicas, petroquímica, papel e celulose, plantas de dessalinização, *offshore*, e ultimamente, têm sido utilizados na fabricação de tubos flexíveis para extração de petróleo em águas profundas, como na indústria do pré-sal.<sup>(4)</sup>

Entretanto, esses aços quando submetidos a temperaturas elevadas como nos processos de soldagem, particularmente entre 600°C e 1.000°C podem sofrer uma série de transformações metalúrgicas como a formação de fases sigma, fase chi e de nitretos de cromo, que podem comprometer não só sua resistência mecânica, mas também sua resistência à corrosão.<sup>(2)</sup>

A formação de sigma nos AID vem sendo largamente estudada, pois segundo alguns autores esta é uma das fases mais deletérias dentre as passíveis de precipitação nesses materiais. Sua formação, além de reduzir drasticamente sua resistência mecânica, diminui de maneira substancial sua resistência à corrosão, pois, por ser rica em cromo e molibdênio empobrece a matriz do material nestes elementos quando de sua formação.<sup>(5-7)</sup> A formação de fase chi também pode ocorrer nos AID em menores frações volumétricas em relação à sigma. Segundo alguns autores, sua formação precederia a formação de sigma atuando como núcleo heterogêneo para a formação desta fase,<sup>(8)</sup> provocando comportamento deletério similar à fase sigma. Já a formação de nitretos de cromo ocorreria entre 700°C e 900°C, quando envelhecidos isotermicamente, ou durante o resfriamento a partir da temperatura de solubilização, devido à supersaturação de nitrogênio na ferrita; contudo, a fração volumétrica de nitretos é muito baixa em relação à de fase sigma.<sup>(2)</sup>

Dos métodos para a quantificação de sigma, o mais utilizado consiste na análise por estereologia quantitativa utilizando amostras atacadas com reagente específico, seguida de análise por microscopia óptica.<sup>(9)</sup> O ataque mais utilizado para revelação de fase sigma nos AID é o ataque eletrolítico utilizando reagente de KOH 10% a 2Vcc por 1 minuto, podendo haver variações na concentração do reagente e na corrente imposta.<sup>(10)</sup> Entretanto, esse reagente ataca preferencialmente regiões ricas em cromo e, se num material houver a formação de outra fase intermetálica rica neste elemento além da fase sigma, como chi e nitretos de cromo, estes também são atacados, influenciando nas medidas dos valores das fases. O mesmo ocorre utilizando-se os ataques de Behara<sup>(10)</sup> e de Behara Modificado,<sup>(11,12)</sup> também bastante utilizado para a caracterização microestrutural dos aços inoxidáveis dúplex. Segundo Escriba et al.,<sup>(8)</sup> devido à dificuldade na diferenciação das fases sigma e chi utilizando-se ataques seletivos e análise por microscopia óptica, muitas vezes a fase chi é desconsiderada devido à dificuldade na sua quantificação. Muito embora, segundo o mesmo autor, as duas fases podem ser facilmente identificadas se analisadas por microscopia eletrônica de varredura. Sendo chi rica em elementos como molibdênio em relação à sigma, é possível o contraste destas duas fases quando utilizada a técnica de elétrons retroespalhados, confirmado em estudos anteriores destes autores.<sup>(11,12)</sup>

A utilização da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para a quantificação de fases intermetálicas nos AID baseia-se na obtenção de imagens de

elétrons retroespalhados (*Back Scattered Electrons* – BSE) das amostras sem ataque metalográfico em diferentes campos, para posterior análise por esteorologia quantitativa. Devido ao maior teor de elementos de maior número atômico, a fase chi aparece com tonalidade mais clara em relação às demais, permitindo sua quantificação.<sup>(11,12)</sup> Segundo os mesmos autores, o método abordado neste trabalho para a quantificação das fases do material mostra-se interessante pois além de ser não-destrutivo, não se faz necessário ataque seletivo para revelação das fases de interesse. Além disso, mediante o correto ajuste dos parâmetros do MEV, para que seja possível a diferenciação das fases, o procedimento torna-se altamente confiável devido à precisão no delineamento das fases e na quantificação das frações volumétricas.

Em face ao, o exposto o objetivo deste trabalho compreende o estudo da influência do método de quantificação de fases na análise dos mecanismos de formação de sigma em aço inoxidável duplex UNS S31803.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

O material em estudo foi adquirido como chapa de 3 mm de espessura laminada a 1.100°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 minutos, seguido de resfriamento em água buscando-se estrutura homogênea de ferrita e austenita. Em seguida, foi conduzido o envelhecimento isotérmico das amostras a 700°C, onde as amostras foram envelhecidas entre 1 minuto e 360 horas de envelhecimento. As amostras envelhecidas a partir de 10 minutos foram tratadas em forno tubular sob atmosfera de N<sub>2</sub> para se evitar oxidação excessiva, seguido de resfriamento em água, para produzir microestruturas com diferentes frações de fases intermetálicas. Já o tratamento térmico das amostras envelhecidas entre 1 minuto e 5 minutos foi conduzido em banho de alumínio líquido em forno tipo mufla.

As amostras envelhecidas tiveram todas as suas faces lixadas até a obtenção de superfície com o acabamento conferido por lixa de granulometria 220 *mesh*. Em seguida, as amostras foram embutidas em resina fenólica de cura a quente, gerando corpos-de-prova metalográficos que foram lixados até granulometria de 600 *mesh*, e em seguida, foram polidos até 1 µm. A superfície de observação dos corpos-de-prova corresponde à seção longitudinal da chapa, com relação à direção de laminação.

Após preparação metalográfica, o mesmo conjunto de amostras foi analisado de três diferentes formas, descritas a seguir.

As amostras foram inicialmente atacadas com reagente de Behara Modificado cuja solução base possui composição de 20 mL de ácido clorídrico (HCl) e 80 mL de água destilada e deionizada, à qual foram adicionados 1 g de metabissulfito de potássio (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) e 2 g de bifluoreto de amônio (NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub>) no momento do ataque, conduzido por períodos de tempo de até 2 minutos. A superfície de observação foi seca através da evaporação de álcool etílico, auxiliada por jato de ar frio. Outro

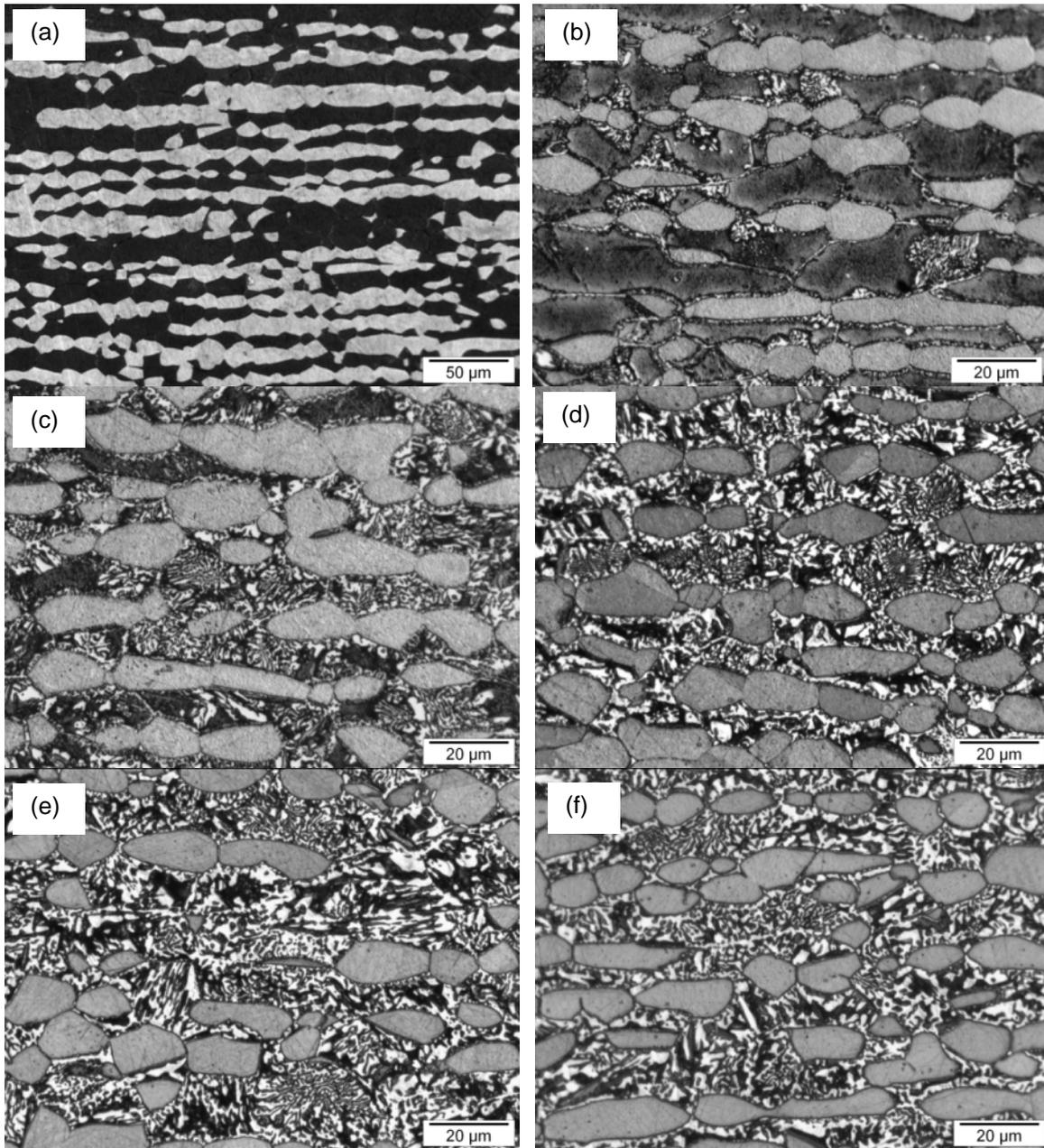
método para identificação de fases intermetálicas consiste no ataque eletrolítico seletivo com solução 10% de hidróxido de potássio (KOH), a 2 Vcc de diferença de potencial durante um minuto. De cada um dos ataques foram analisados 20 campos por amostra em microscópio óptico Leica DMLM do Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos do Centro Universitário da FEI (CDMatM-FEI), equipado com analisador de imagens Olympus AnalySIS .

Foram obtidas imagens de elétrons retroespalhados das amostras polidas em microscópio eletrônico de varredura Camscan CS3200 também do CDMatM-FEI, de onde foram obtidas cinco imagens de elétrons retroespalhados de cada amostra. Para que as imagens fossem obtidas de maneira satisfatória, o ajuste do microscópio eletrônico foi padronizado para todas as imagens de elétrons retroespalhados a serem coletadas por amostra. Este ajuste compreende, dentre outros parâmetros, a de tensão de aceleração aplicada ao feixe de elétrons (mantida em 20 kV), ajuste da corrente elétrica emitida pelo filamento (mantida em 100  $\mu$ A), e manutenção de valores constantes de brilho e contraste das imagens. Estes ajustes garantiram que as tonalidades e o delineamento das fases fossem os mesmos em todas as imagens coletadas, evitando diferenças na identificação e quantificação das fases. As imagens foram, em seguida, analisadas utilizando-se software de análise de imagens OLYMPUS AnalySIS para a quantificação das fases formadas.

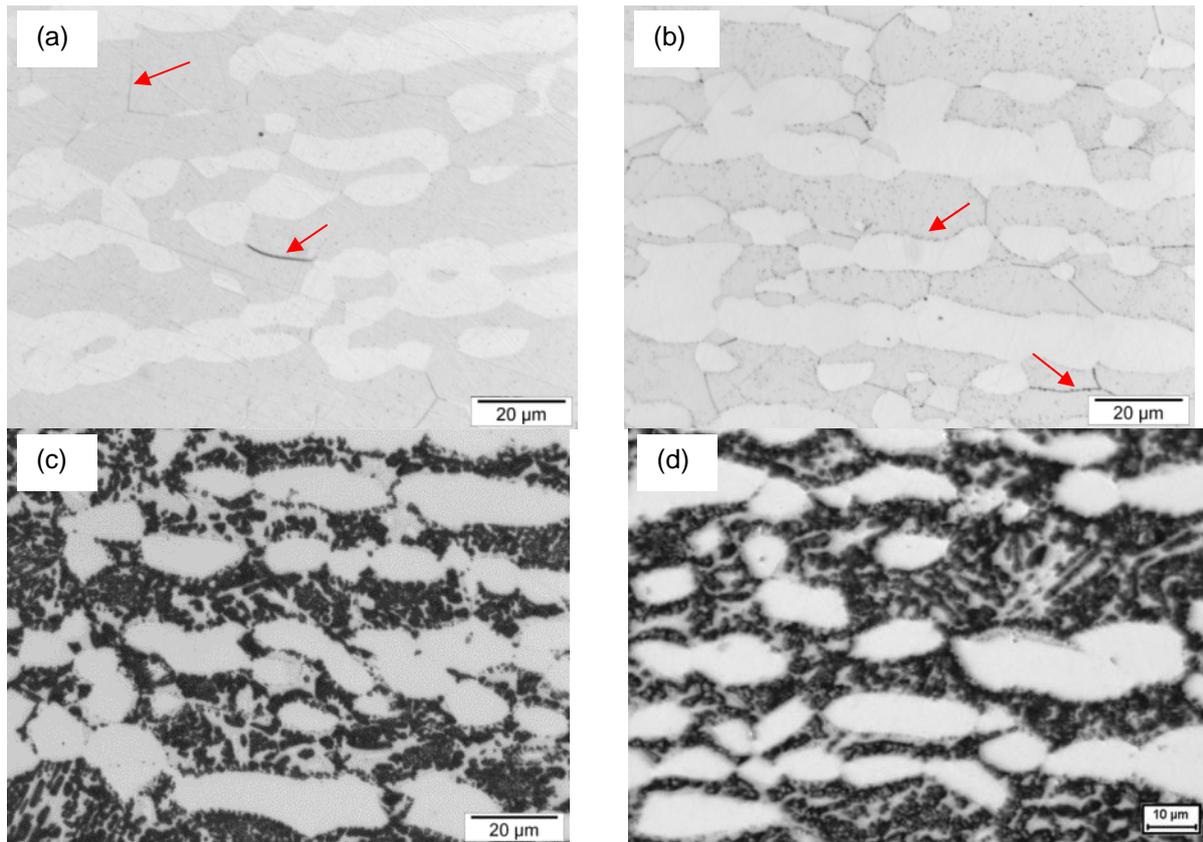
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As imagens das amostras envelhecidas a 700°C atacadas com reagente de Behara Modificado, mostrando a evolução microestrutural, são apresentadas na Figura 1. Nestas figuras podem-se diferenciar as fases ferrita, austenita e sigma que apresentam diferentes colorações quando atacadas com o reagente citado. Na Figura 1(a) nota-se a microestrutura da amostra solubilizada que apresenta as fases ferrita (escura) e austenita (cinza). Com o aumento do tempo de envelhecimento (Figuras 1.b a 1.f) nota-se a formação de fase intermetálica (branca), principalmente associada aos contornos de grão ferrita/ferrita e ferrita/austenita (Figura 1.b) com posterior crescimento em direção à ferrita. Devido à sua elevada fração volumétrica e morfologia lamelar, esta fase muito provavelmente corresponde à sigma, como comentado também em outros trabalhos.<sup>(1-3,5-7,11,12)</sup> Entretanto, não se pode afirmar que há somente a formação de sigma nestas amostras, já que a distinção neste caso de entre sigma, chi e nitretos torna-se impossível.

Comportamento similar ocorre na identificação de fases intermetálicas quando da utilização do ataque eletrolítico de KOH 10% cujas micrografias típicas são apresentadas na Figura 2. Este ataque, que revela fases ricas em cromo, mostrou que após apenas 1 minuto de envelhecimento a 700°C (Figura 2a) ocorre a formação de fase intermetálica associada preferencialmente aos contornos ferrita/ferrita (indicada na figura por seta). Após 1 hora de envelhecimento (Figura 2b) nota-se a formação de precipitados associados também aos contornos ferrita/austenita. Após este tempo de envelhecimento (Figuras 2c e d) nota-se a formação intensa de fase intermetálica. Entretanto, novamente torna-se impossível a distinção entre estas fases, sabendo-se apenas que elas são ricas em cromo.



**Figura 1.** Amostras envelhecidas a 850°C por: (a) 1 min – ferrita escura e austenita cinza; (b) 4 h (c) 12 h; (d) 36 h; (e) 144 h; (f) 360 h – fase intermetálica branca, ferrita escura e austenita cinza - atacadas com reagente de Behara Modificado.

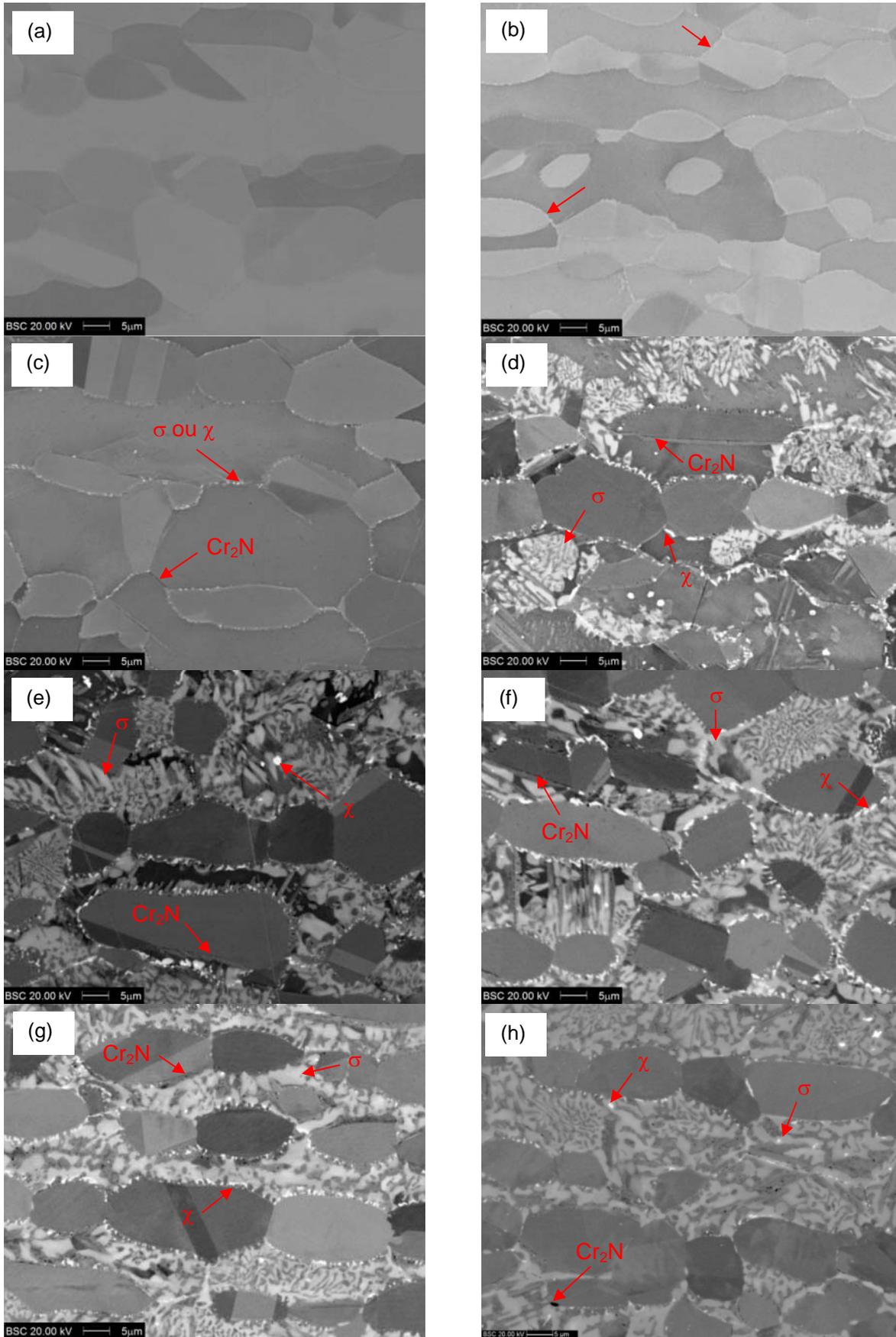


**Figura 2.** Amostras envelhecidas a 850°C por: (a) 1 min; (b) 1 h (c) 18 h; (e) 144 h atacadas com reagente de KOH 10% 2V/cc por 1 minuto.

A análise das amostras do aço UNS S3103 envelhecido a 700°C por microscopia eletrônica de varredura utilizando imagens de elétrons retroespalhados, está apresentada na Figura 3. Durante esta análise notou-se que a formação de fases intermetálicas nas amostras envelhecidas ocorre apenas a partir de 1 hora (Figura 3b) de envelhecimento, onde se observa a formação de finos precipitados nos contornos ferrita/ferrita nas interfaces ferrita/austenita do material. Entretanto, não se pode estimar a quais fases estes precipitados correspondem, já que sua fração volumétrica é muito baixa. Já nas amostras a partir de 2 horas de envelhecimento (Figura 3c) observa-se o crescimento das partículas formadas, e ainda a formação de precipitados escuros, provavelmente associados à formação de nitretos, como reportado anteriormente por estes autores em trabalho anterior.<sup>(12)</sup>

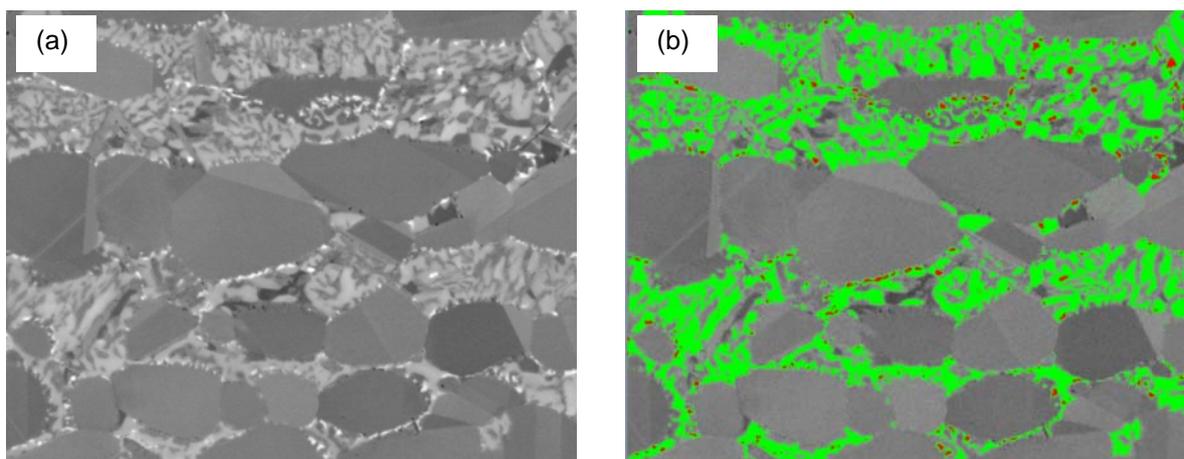
Após 2 horas de envelhecimento nota-se a formação intensa de fases intermetálicas, diferentemente das amostras menos envelhecidas, como é observado na Figura 3d. Nestas torna-se possível a identificação de chi (mais clara devido ao maior teor de molibdênio) e sigma (cinza clara), além da formação de nitretos de cromo (que surgem mais escuros devido ao menor número atômico do nitrogênio). As fases citadas são indicadas por setas.

Nota-se ainda que, com o aumento do tempo de envelhecimento (Figuras 3e-h), há o crescimento da fase sigma formada, bem como a diminuição na fração de chi, Pode ser confirmada a hipótese de que esta fase atua como núcleo heterogêneo para a formação de sigma, sendo consumida por esta em tempos elevados de envelhecimento.<sup>(8)</sup>



**Figura 3.** Imagens de elétrons retroespalhados (BSE) das amostras envelhecidas a 850°C por: (a) 10 min; (b) 1 h; (c) 2 h; (d) 6 h; (e) 12h; (f) 36 h; (g) 144 h; (h) 360 h.

Sabendo que a análise das imagens de elétrons retroespalhados das amostras envelhecidas permite a diferenciação das fases chi e sigma como citado anteriormente, nas imagens obtidas foi realizada análise quantitativa utilizando software computacional para determinação das frações de ambas as fases. Salienta-se que a determinação das frações de nitretos tornou-se impossível já que a sua fração volumétrica é muito baixa e o contraste destes com a ferrita (que possui coloração escura) nas imagens de elétrons retroespalhados, mostrou-se impossível. Na Figura 4a observa-se imagem de elétrons retroespalhados de amostra envelhecida por 36 horas a 700°C. A Figura 4b mostra as regiões a serem quantificadas com auxílio do software Olympus Analysis, sendo adotadas as colorações verde para a fase sigma e vermelha para a fase chi.

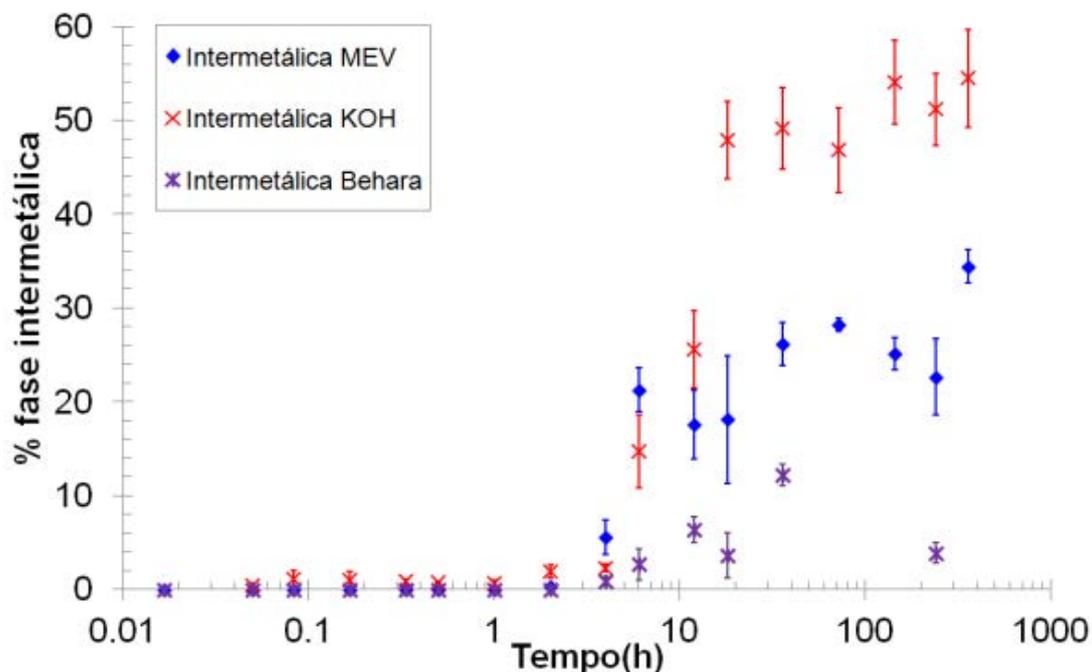


**Figura 4.** (a) Imagem de elétrons retroespalhados de amostra envelhecida por 36 horas a 700°C (b) Método utilizado para a quantificação das fases chi (vermelho) e sigma (verde) na mesma amostra.

Inicialmente neste trabalho são analisadas as frações de fases intermetálicas (soma das frações de fases chi e sigma) em função do tempo de envelhecimento a 700°C, visando comparar as técnicas empregadas, já que nas quantificações feitas por microscopia óptica após ataque metalográfico a distinção entre chi e sigma é impossível. A comparação dos dados determinados pelas técnicas estudadas neste trabalho é apresentada no gráfico da Figura 5.

Mediante a análise da Figura 5 nota-se que, até 1 hora de envelhecimento, não são quantificadas as fases intermetálicas utilizando-se análise por metalografia quantitativa após ataque de Behara Modificado, já que este ataque não revela a formação de fases intermetálicas. São observadas apenas algumas irregularidades nos contornos das fases. Entretanto, não se pode afirmar que se trata da formação de fases intermetálicas ou apenas de irregularidades no ataque realizado.

Comportamento similar ocorre na análise de fases intermetálicas em imagens de elétrons retroespalhados onde também não é observada a formação de fases metálicas mais precisamente até 40 minutos de envelhecimento. Nas imagens de elétrons retroespalhados, referentes à amostra envelhecida por 1 hora a 700°C (Figura 3b), nota-se presença de traços fases intermetálicas, como comentado anteriormente. Porém, estas frações são muito baixas para que a quantificação de fases com o auxílio de software computacional fosse possível, de forma que a quantificação tornou-se factível somente a partir deste tempo de envelhecimento.



**Figura 5.** Comparação das frações de fase intermetálica em função do tempo de envelhecimento a 700°C determinadas por: análise de imagens de elétrons retroespalhados (MEV), e metalografia quantitativa após ataques metalográficos de KOH 10% e Behara Modificado.

Ao se utilizar ataque eletrolítico de KOH 10% nota-se a formação de fases intermetálicas já a partir de 1 minuto de envelhecimento. Como comentado anteriormente esses dados podem ser relacionados à formação de nitretos de cromo, e não necessariamente à formação de sigma ou chi. Esse tipo de ataque, ao contrário do ataque de Behara Modificado, revela apenas as fases mais ricas em cromo como sigma e chi, além de nitretos. Isto faz com que não haja interferência da coloração de outras fases, impedindo o seu delineamento na quantificação. Entretanto, não se pode afirmar com certeza quais fases são revelada nesse tipo de ataque. Assim, as fases atacadas com reagente de KOH são chamadas indistintamente de fases intermetálicas.

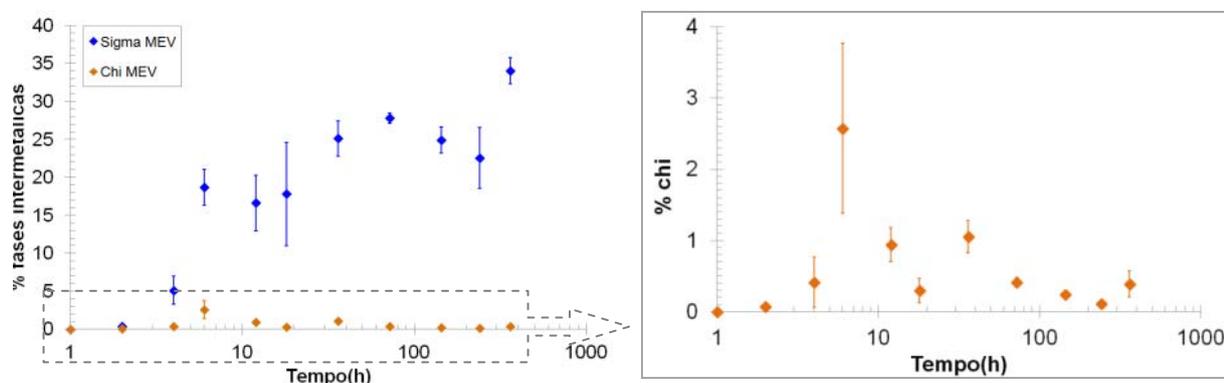
Já a partir de 2 horas de envelhecimento a 700°C, nota-se na Figura 5 que ocorre o aumento na fração em volume das fases intermetálicas formadas, comportamento que pode ser observado pelas três técnicas utilizadas neste estudo.

Nota-se ainda que a determinação das frações de fases intermetálicas, utilizando-se reagente de KOH 10%, é a técnica que apresenta as maiores frações volumétricas de fase intermetálica. Como abordado em trabalho anterior destes autores,<sup>(12)</sup> um correto ajuste dos parâmetros e níveis de detecção do software de análise computacional, bem como correto ajuste de luminosidade e foco do microscópio óptico são fundamentais para a determinação da fração de fases intermetálicas por microscopia óptica. Além disso, observa-se um melhor delineamento entre a matriz e as fases intermetálicas nas imagens de elétrons retroespalhados (Figura 3) em relação às imagens obtidas por microscopia óptica seguida de ataque de KOH 10% (Figura 2). Isto ocorre pois, quando as amostras sofrem este tipo de ataque, áreas ricas em cromo como as fases sigma, chi e nitretos sofrem uma espécie de corrosão seletiva fazendo com que a matriz fique em relevo em relação às regiões atacadas, o que dificulta o ajuste do foco para a detecção das fases, podendo levar a superestimativas das frações de fases.

Observa-se ainda que a análise quantitativa das amostras atacadas com reagente de Behara Modificado é a que indica a menor fração em volume de fases intermetálicas. A morfologia de lamelas finas formadas no envelhecimento a 700°C observado nas micrografias apresentadas (Figuras 1 e 3) conferem à análise quantitativa maior dificuldade no ajuste dos níveis de detecção das fases, fazendo com que o teor de fase intermetálica não seja estimado de maneira adequada. Além disso, o ataque de Behara Modificado provoca a formação de uma película sobre a superfície do metal, com diferentes colorações. Na execução desse ataque é muito difícil ser obtida uma uniformidade de coloração por toda superfície da amostra, podendo comprometer a determinação das fases, à medida que o ajuste dos níveis de detecção também ficam comprometidos.

Já na determinação das frações em volume das fases utilizando imagens de elétrons retroespalhados nota-se que, à exceção das amostras envelhecidas por 18 horas e 240 horas de envelhecimento que apresentaram elevado desvio padrão, o desvio padrão pode ser considerado aceitável, levando-se em conta o número de imagens utilizadas na quantificação. Além disso, mediante o correto ajuste do microscópio, garantindo um bom delineamento das fases, com corretos ajustes de foco, brilho e contraste para detecção das fases de interesse, torna-se possível a diferenciação e a quantificação de sigma e chi. Além disso, por esta técnica seria possível a determinação precisa das frações das fases sem influência de ataques seletivos, que além de serem destrutivos, podem não definir adequadamente as fases de interesse, devido a irregularidades e/ou não uniformidades na superfície das amostras.

Um gráfico comparando-se as frações de sigma e chi nas amostras é apresentado na Figura 6a. Na Figura 6b é apresentado gráfico que detalha as frações de chi determinadas pela técnica.

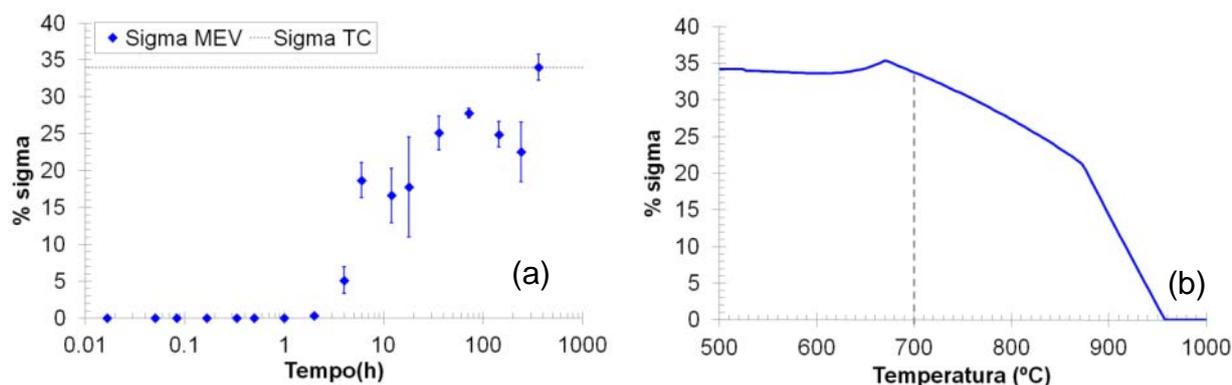


**Figura 6.** Fração em volume de: (a) fases intermetálicas em função do tempo de envelhecimento a 700°C determinada por análise quantitativa de imagens de elétrons retroespalhados; e (b) detalhe mostrando especificamente a fração de chi.

Foi realizada simulação computacional com software Thermo-Calc<sup>®</sup> e da base de dados de equilíbrio TCFE6 para o aço em estudo em diferentes temperaturas. Foram calculadas as frações das fases em equilíbrio passíveis de se formar no aço UNS S31803 entre 700°C e 1.000°C. Observa-se que a fração de sigma de equilíbrio simulada pelo Thermo-Calc<sup>®</sup> é equivalente à amostra correspondente ao envelhecimento por 360 horas, determinada pela análise das imagens de elétrons retroespalhados, como pode ser observado na Figura 7. Isto indica que a utilização desta técnica é eficiente para a quantificação de fases.

Entretanto, a simulação realizada não indica a formação de chi no equilíbrio já que muito provavelmente esta fase não é uma fase de equilíbrio desses materiais, transformando-se em sigma com o aumento do tempo de envelhecimento. Porém, na amostra envelhecida por 360 horas a 700°C, registra-se a presença de aproximadamente 0,4% de chi. Isto indica que, provavelmente, o equilíbrio não tenha sido atingido até o final do envelhecimento proposto neste trabalho.

Ajustes e refinamentos na técnica apresentada nesta contribuição ainda se fazem necessários, já que os desvios apresentados ainda são elevados. Para o estudo dos mecanismos de formação de sigma, a correta determinação das frações das fases torna-se de grande relevância. Para este estudo não só as frações de fases intermetálicas são importantes, mas também a determinação das frações volumétricas de ferrita e austenita para a avaliação de qual destas fases estaria sendo transformada para a formação de sigma. Entretanto, a utilização de imagens de elétrons retroespalhados não é eficiente para determinação de ferrita e austenita, já que não há contraste necessário destas fases. De maneira similar, a utilização do ataque de Behara Modificado também não parece a escolha mais adequada, já que como comentado anteriormente existem dificuldades em se obter um ataque regular e uniforme na amostra a ser observada, comprometendo a quantificação das fases.



**Figura 7.** Fração volumétrica de sigma em função: (a) do tempo de envelhecimento; e (b) em função da temperatura – simulação Thermo-Calc<sup>®</sup> com auxílio da base de dados TCFE 6.

## 4 CONCLUSÕES

O estudo da influência do método de quantificação de fases na análise da formação de sigma em aço inoxidável duplex UNS S31803 no envelhecimento a 700°C leva às seguintes conclusões:

- No envelhecimento 700°C somente é observada a formação de fases intermetálicas a partir de 1 hora de envelhecimento. Entretanto, elas não puderam ser identificadas e tampouco quantificadas devido à sua baixa fração volumétrica.
- Já a partir de 2 horas de envelhecimento, utilizando-se ataque de Behara Modificado, nota-se a formação de fases intermetálicas com morfologia lamelar, provavelmente associada à formação de sigma. Comportamento similar é observado no ataque às amostras atacadas com reagente eletrolítico de KOH 10%, onde além da fase sigma formada podem ser observados possíveis nitretos de cromo. Em ambos os ataques não foi possível a diferenciação das fases intermetálicas formadas.
- A análise das amostras do aço UNS S3103 envelhecido a 700°C por microscopia eletrônica de varredura, utilizando imagens de elétrons retroespalhados,

possibilita a identificação de sigma, chi e de nitretos de cromo. Entretanto, somente as suas primeiras fases puderam ser quantificadas, devido à diferença de contraste possibilitado pelo maior teor de molibdênio da fase chi em relação à sigma, nas imagens de elétrons retroespalhados.

- Observa-se que, com o aumento do tempo de envelhecimento, ocorre o crescimento da fase sigma formada, bem como a diminuição na fração de chi, indicando que esta fase atuaria como núcleo heterogêneo para a formação de sigma.
- Para o estudo da formação de sigma, a análise de imagens de elétrons retroespalhados pode ser considerada a técnica mais adequada, já que consegue distinguir as fases intermetálicas formadas. Mediante o correto ajuste dos parâmetros do microscópio, consegue-se um melhor delineamento das fases formadas, impedindo estimativas equivocadas das frações das fases.

## Agradecimentos

Os autores agradecem o financiamento do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq (Processo nº 141094/2011-7), pelo auxílio ao desenvolvimento desta contribuição.

## REFERÊNCIAS

- 1 SOLOMON, H. D. DEVINE Jr., T. M. Duplex stainless steels – a tale of two phases. In: Duplex stainless steels – Conference Proceedings. ASM Metals Park: Ohio, p. 693-756, 1982
- 2 NILSSON, J.O. Super Duplex Stainless Steel. *Materials Science and Technology*, v.8, p. 685-700. ago.1992.
- 3 BONOLLO, F. TIZIANI, A., FERRO, P. Evoluzione microstrutturale di acciai duplex e superduplex in relazione ai processi de saldatura. *La Metalurgia Italiana*. n.2. p. 27-38. 2005.
- 4 CHARLES, J. Duplex stainless steels, a review after DSS'07 held in Grado. *Revue de Metallurgie - Cahiers Informations Techniques*, v.105, n.3, p.155-171, mar.2008.
- 5 HALL, E. O. ALGIE, S. H. The sigma phase. *Metallurgical Reviews*, v. 11, p. 61-88, 1966.
- 6 BRANDI, S. D.; PADILHA, A. F. Precipitação de fase sigma em aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex. *INOX'90 (seminário)*, p. 135- 52, 1990.
- 7 BADJI, R.; BOUABDALLAH, M.; BACROIX, B.; KAHLOUN, C.; BELKESSA, B.; MAZA, H. Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds. *Materials Characterization*. n.59. 2008. p.447-453.
- 8 ESCRIBA, D.M; MATERNA-MORRIS, E.; PLAUT, R.L. PADILHA, A.F. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. *Materials Characterization*, n.60, p.1214-1219, 2009.
- 9 MICHALSKA, J.. SOZAŃSKA, M. Qualitative and quantitative analysis of  $\sigma$  phases in 2205 duplex stainless steel. *Materials Characterization*, n.56, p.355-362, 2006.
- 10 VANDER VOORT, G.F. Wrought Stainless Steels: Metallographic Techniques and Microstructures. In: *ASM Handbook*, v.9, 1985.
- 11 MAGNABOSCO, R.; SANTOS, D.C. Formação de fases intermetálicas em envelhecimentos rápidos entre 850 e 950°C em aço inoxidável superduplex. In: *Congresso Anual da ABM, 66., 2011, São Paulo: Anais em mídia eletrônica.*
- 12 SANTOS, D.C.; MAGNABOSCO, R.; MOURA NETO, C. Utilização de microscopia eletrônica de varredura na análise quantitativa de fases do aço inoxidável duplex UNS S31803 envelhecido a 850°C. In: *CONGRESSO INTERNACIONAL DA ABM, 66., 2011, São Paulo: Anais em mídia eletrônica.*