

# AVALIAÇÃO METALOGRÁFICA E DE DUREZA DO AÇO INOXIDÁVEL HIPER DUPLEX SAF 2707 HD TRATADO TÉRMICAMENTE

Fernando Teixeira Monteiro<sup>1</sup>; Susana G. Lebrão<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Aluno de Iniciação Científica da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUM-IMT);

<sup>2</sup> Professora da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUM-IMT).

**Resumo.** O Aço Inoxidável Hiper duplex pertence à uma classe especial de aço muito nova no mercado. Com o intuito de estabelecer as alterações mecânicas do material, foi realizado tratamentos térmico com posterior análise metalográfica e ensaio de dureza. Para isso utilizou-se 3 grupos de corpos de prova, solubilizado a 1100°C e outros dois grupos que foram sensitizados a 850°C por 10 e 60 minutos. Em sequência foi realizados os ensaios de dureza com posterior estudo metalográfico. Ao término, foi possível perceber o aumento da precipitação de nitreto, carboneto e fase sigma; também percebeu um aumento da dureza do material. E dessa maneira pode-se concluir que há uma forte relação do tempo de tratamento térmico do material e a alteração do comportamento mecânico.

## Introdução

Atualmente, com o interesse em se desenvolver novas ligas de aço inoxidáveis (Carbó, 2001) para aplicação em situações cada vez mais extremas de resistência a corrosão, como em estações de extração petrolífera, foram desenvolvidas os aços inoxidáveis hiper duplex. Contudo por se tratar de uma liga extremamente recente no universo dos aços inoxidáveis, pouco se tem conhecimento sobre o seu comportamento mecânico diante de algumas condições específicas, como por exemplo, nos tratamentos térmicos (Silva e Mei, 1988). Com isso, o fator segurança, para a aplicação em determinados casos, se torna um problema, já que seu comportamento mecânico quando submetido a uma variação de temperatura é parcialmente desconhecido (Kim, et al., 2011).

Quando o aço duplex é exposto à altas temperaturas entre 600 e 1000° C (Kim, et al., 2011), pode ocorrer a precipitação de algumas fases como nitreto de cromo, carboneto de cromo e a formação da fase sigma ( $\sigma$ ) que provoca uma diminuição da resistência a corrosão, tenacidade e aumento de dureza (Zucato, et al., 2002).

Com intuito de verificar as propriedades mecânicas do material SAF2707HD, quando submetido aos tratamentos térmicos, serão feitos ensaios mecânicos e caracterização metalográfica a partir dos quais será possível avaliar a utilização desse aço em aplicação específicas como em tubos “umbilicais” (Chai, et al., 2009) que são responsáveis por retirar o petróleo de camadas profusas do piso oceânico e leva-las à base petrolífera ao nível do mar.

Contudo para o Aço Hiper Duplex, os intervalos de temperatura no qual ocorre precipitações de fases, como carbonetos, nitretos e outras fases é desconhecido assim, se fez necessário uma aproximação do diagrama de fases do aço duplex mostrado na Figura 1. A partir da análise desse gráfico foi estipulada a temperatura de sensitização de 850°C, no qual possivelmente, haverá a precipitação do maior número de fases e assim promover grandes alterações mecânicas.

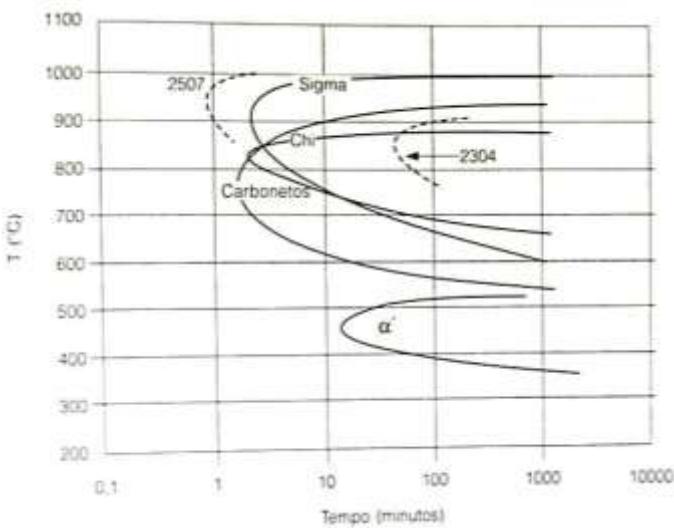


Figura 1 – Diagrama de fases do Aço Inoxidável Super Duplex (Silva e Mei, 1988).

O Aço Inoxidável em estudo, assim como os duplex e super duplex, pertencem á uma classe especial dos aços. Eles apresentam uma quantidade superior de elementos de ligas como Níquel (sóluto intersticial) e Molibdênio em relação a outros aços. Com a presença desses elementos, provoca-se um aumento da estabilidade da fase austenita que faz com que esses elementos passem a se apresentar de outras maneiras ao longo da microestrutura (Silva e Mei, 1988), como por exemplo:

- Dissolvidos em ferrita;
- Constituindo carbonetos;
- Em inclusão não metálica (óxidos e sulfetos);
- Em compostos intermetálicos;
- Simplesmente no estado elementar.

Para adquirir as características específicas de utilização em um projeto, esse material passa por um procedimento denominado tratamento térmico que tem por efeito ajustar temperaturas que estimulam a solubilização do Níquel que assim, promove a sua precipitação nas fases possíveis (Silva e Mei, 1988).

Por pertencerem a uma mesma classe especial de aços, seu comportamento de precipitação diante de algumas temperaturas são possíveis de serem previstas, por meio de uma aproximação do gráfico conhecido do aço super duplex (figura 1), como a precipitação da fase Chi( $\chi$ ), fase Sigma( $\sigma$ ) ,  $\text{Cr}_2\text{N}$  e  $\text{M}_{26}\text{C}_6$  (LO, et al., 2009).

A partir desses aspectos, e levando em consideração as alterações que a temperatura provoca na estrutura, o processo de soldagem é considerado um problema, devido à proximidade da estrutura ferrítica desenvolvida no processo de aquecimento que é propensa a causar fratura.

Sabe-se que ao longo da temperatura de 600 à 1000°C, a estrutura passa por um processo de fragilização devido à presença da fase  $\sigma$  e principalmente a  $\chi$  (Otárola, et al., 2003).

À 700°C a fase  $\chi$  mencionada anteriormente, precipita sempre nos limites de grãos e possui claramente a estrutura cubica de face centrada (CFC) limítrofe com a matriz ferrítica. Já a fase  $\sigma$  sempre se encontra em limites  $\alpha/\alpha$  ou  $\alpha/\gamma$ .

Para um estudo detalhado da alteração do comportamento mecânico do aço SAF

2707HD, uma das fases mais importantes a ser estudada é a fase  $\sigma$ , que foi primeiramente observada em 1927, juntamente com a fase  $\chi$  (Metals Handbook, 1985).

Otárola (2003) observou que, com tratamentos térmicos de 650 a 900°C e com longa duração o aumento da fragilidade é maior, devido à presença das fases  $\sigma$  e  $\chi$ . Essas fases encontram-se nos limites de ferrita-austenita aneladas à microestrutura e geram uma fratura frágil, por delaminação ao longo da interface ferrita/austenita.

A formação da fase Chi ( $\chi$ ) é observada em aços liga que possuem concentração elevada de molibdênio e é produto da exposição à alta temperatura. Essa fase pode dissolver carbono, precipitar em uma fase intermetálica ou de carboneto. O mecanismo de nucleação se dá inicialmente nos limites de grão, posteriormente torna-se grão incoerente e por fim precipitado intergranular (Metals Handbook, 1985).

Alguns estudos foram feitos com o intuito de analisar de forma mais detalhada a formação da fase  $\sigma$  e perceberam que a formação dessa fase está ligada diretamente ao tamanho de grão, já que afeta a densidade de nucleação, ou seja, quanto menor forem os grãos, maior será a formação da fase (Ohmura, et al., 2006). Outros estudos apontam que, quando a fase  $\sigma$  se encontra dispersa em regiões intragranulares e combinadas a fases austenítica, ocorre a redução na ductilidade, aumento da dureza do material e uma elevada resistência ao calor (McMahon, 1985).

No entanto não se pode esquecer que aços que possuem uma alta concentração de elementos de liga possuem uma alta tendência em formarem ferrita- $\delta$ , nitretos, carbonetos, além das fases  $\sigma$  e  $\chi$  (Metals Handbook, 1985).

Outra fase de alta precipitação é a fase de Laves  $\eta$ , devido às altas concentrações de molibdênio, titânio e nióbio. Essa precipitação se dá de forma extremamente lenta, em tratamentos de longa duração. Assim com um alto nível de Cromo e tratamentos abaixo de 1000°C de longa duração, pode ser observada uma perda de ductilidade e dureza (Sedriks, 1996).

Além das fases  $\sigma$ ,  $\eta$ ,  $\chi$ , elementos de ligas como: cromo, níquel e molibdênio; interferem de forma relevante nos comportamentos mecânicos dos aços inoxidáveis hiper duplex. No entanto existem poucos estudos nessa área, dessa forma a sua real interferência ainda não é totalmente conhecida.

Como já foi dito anteriormente a temperatura na qual o material foi submetido, interfere em suas características mecânicas. Um dos efeitos observado, sob efeito dos elementos de liga, foi o esgotamento de cromo nas vizinhanças dos precipitados de carbonetos. Isso ocorre devido à difusão de cromo na matriz, dessa forma percebe-se um aumento de dureza (Sedriks, 1996).

O níquel e o manganês são elementos que também podem ser adicionados à liga, a fim de se obter uma estrutura mais homogênea. A alta concentração de níquel assegura uma maior estabilidade à microestrutura austenítica. Foi observado que com a alta presença de manganês o nível de solubilização de nitrogênio aumenta, e o nitrogênio excedente precipita na forma de nitretos de cromo (Sedriks, 1996).

## **Material e Métodos**

A composição química nominal do aço inoxidável SAF 2707HD, que será utilizado no presente trabalho, encontra-se na tabela I.

Tabela I - Composição química do aço SAF 2707HD (Sandvik, 2011).

%Cmáx.	%Si	%Mn	%P máx.	%S máx.	%Cr	%Ni	%Mo	%Co	%N
0,0215	0,3021	0,690	0,02016	0,0150005	26,95	6,74	4,74	0,11	0,385

Os corpos de prova para o teste de dureza foram usinados e preparados de acordo com as especificações das normas utilizadas e, após solubilizados a 1100°C por 40 minutos, foram envelhecidos a 850°C por 10 e 60 minutos. Posteriormente foram caracterizados metalográficamente com microscopia ótica.

Os ensaios para determinação da dureza serão ensaios padrão, determinados pela norma ASTM E18, e os corpos de prova deverão ser confeccionados a partir das especificações descritas nas mesmas.

As amostras para análise metalográfica serão preparadas conforme ASTM E3 seguidas dos seguintes ataques (Zucato, et al., 2002):

- 1- Behara II, composto por 20mL HCl, 80mL de H<sub>2</sub>O e 1g de metabisulfito de potássio (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>). Nesse ataque ferrita e austenita possuem cores diferentes. Após o ataque de 15s, ferrita fica azul e austenita amarelo.
- 2- KOH, o ataque eletrolítico é composto por uma solução de 56g de KOH e 100mL H<sub>2</sub>O. 2,5V são aplicados por 60s na amostra mergulhado na solução de KOH. Esse procedimento diferencia a fase sigma das demais, no qual a fase sigma adquiriu coloração marrom avermelhado, enquanto que a fase ferrítica adquiriu cor azul.
- 3- NH<sub>4</sub>OH, o ataque eletrolítico é composto por uma solução concentrada de NH<sub>4</sub>OH, é realizado por meio da aplicação de 1,5V na amostras, durante 40s. Dessa forma diferencia carbonetos e nitretos das demais fases.
- 4- Vilella, o ataque é composto por 1g de ácido pícrico, 5mL de HCl e 100mL de etanol. Dessa forma evidencia carbonetos, fase sigma, ferrita-δ e martensita. A austenita adquiriu uma cor intermediária azul - verde; Sigma adquiriu cor laranja; Ferrita adquiriu cor creme; Os carbonetos não são atacados.

Esses ataques tiveram o intuito de analisar quantitativamente e qualitativamente as fases que precipitaram em cada uma das situações estudadas.

## **Resultados e Discussão**

Os valores obtidos no ensaio de dureza podem ser observadas na tabela II. Pode-se notar que os valores de dureza aumentaram com os tratamentos térmicos a 850°C e com os tempos mais longos de tratamento. Possivelmente, esse aumento de dureza ocorre pela precipitação de fases de alta dureza como a fase sigma, nitretos e carbonetos

Tabela II – Valores experimentais do ensaio de dureza do aço SAF 2707 nas condições: solubilizado e sensitizado.

SAF 2707 nas condições:	Dureza (HRC)
Solubilizado 1100°C - 40 minutos	22 ± 2
Sensitizado à 850°C por 10 minutos	37 ± 2
Sensitizado à 850°C por 60 minutos	44 ± 2

As amostras solubilizadas apresentaram-se isentas de precipitação com matriz ferrítica austenítica, conforme se pode observar na figura 2.

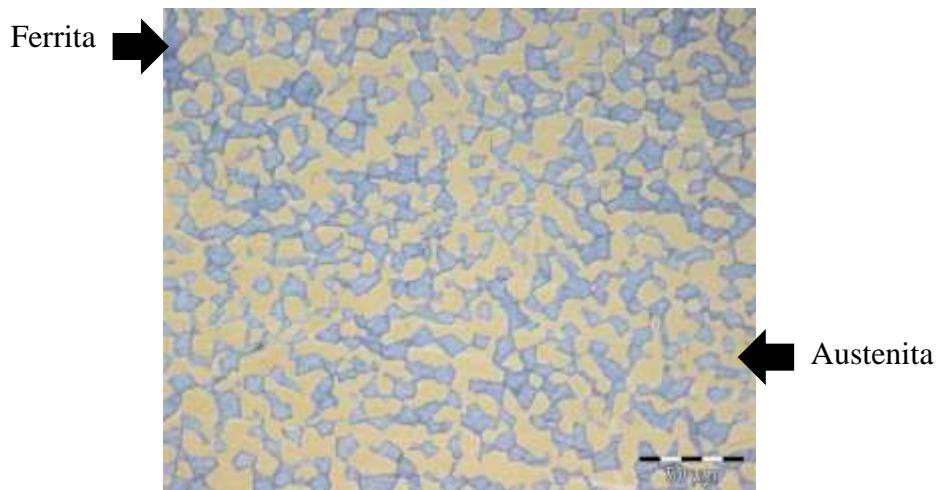


Figura 2 – Amostra solubilizada à 1100°C por 40 minutos, ataque Behara modificado.  
Aumento de 500x

As amostras tratadas à 850°C por 10 minutos apresentam com o ataque de KOH, a precipitação da fase sigma ( $\sigma$ ), figura 3(A) e 3(B); Com o ataque Vilella é evidenciada a matriz ferrítica austenítica, a precipitação de nitretos e da fase sigma, figura 3(C).Com o ataque de NH<sub>4</sub>OH é evidenciado a precipitação de carbonetos e nitretos, figura 3(D).

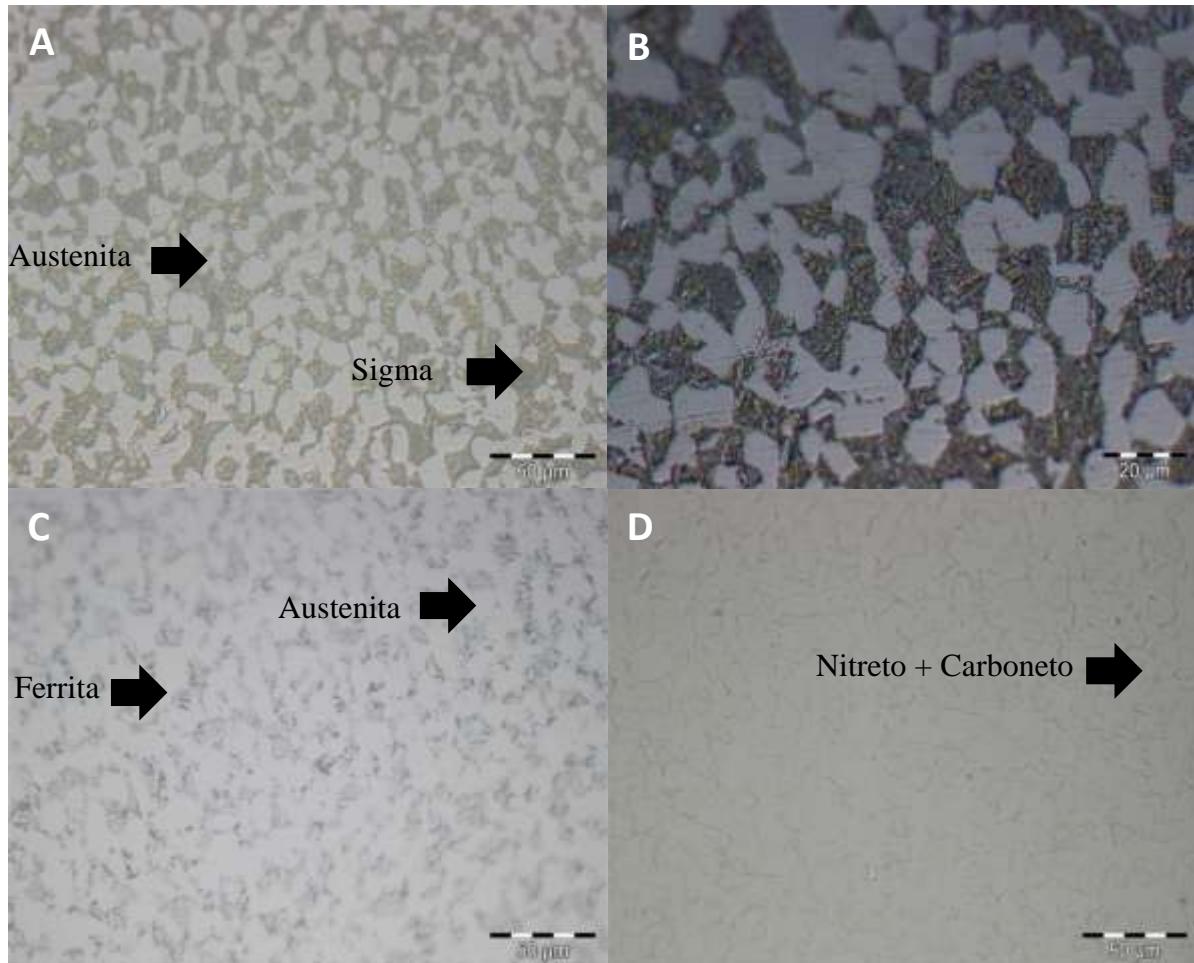


Figura3 – Amostras tratadas a 850°C por 10 minutos. (A) Ataque KOH de 3 s, com 3V, aumento de 200x; (B) Ataque KOH de 3s, com 3V,aumento de 1000x; (C) Ataque Vilella de 60s, aumento de 500 x; (D) Ataque NH<sub>4</sub>OH de 40s, com 3V, aumento de 500 x.

As amostras tratadas à 850°C por 60 minutos evidenciaram por meio do ataque BeharaII, a matriz ferrítica austenítica, figura 4(A), com a presença de precipitados como fase sigma observado por meio do ataque Vilella, figura 4(B); no ataque de KOH, é possível perceber a precipitação da fase sigma, figura 4(C); por fim com o ataque de NH<sub>4</sub>OH, é possível perceber a precipitação de carbonetos e nitretos.

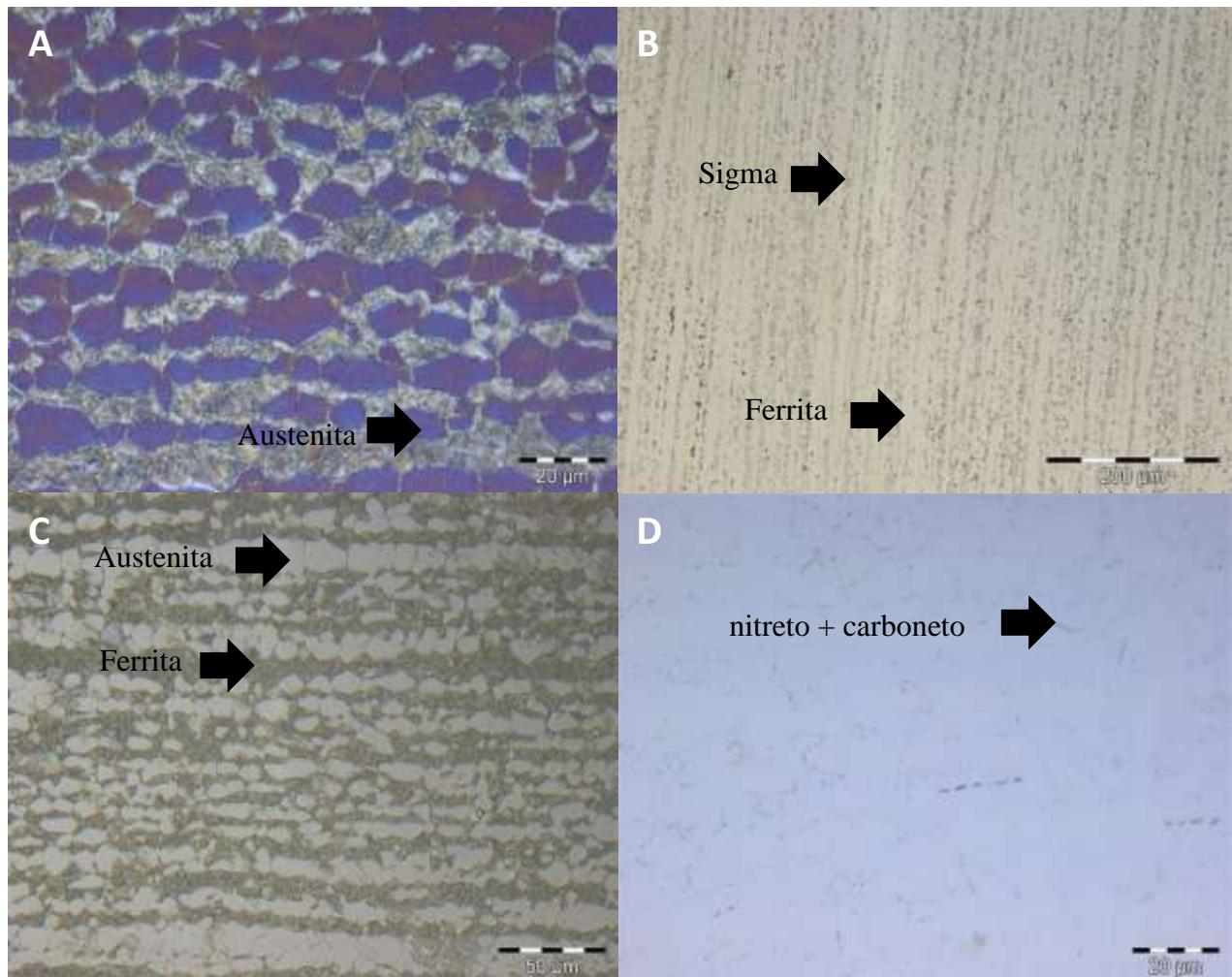


Figura 4 – Amostras tratadas a 850°C por 60 minutos. (A) Ataque Behara II de 48s, aumento de 1000x ; (B) Ataque Vilella de 45s, aumento de 200x; (C) Ataque KOH 10N de 60s, aumento de 500x; (D) Ataque NH<sub>4</sub>OH de 40s com 1-5 V, aumento de 1000x.

Através da análise metalográfica pode-se então observar que ocorre um aumento da precipitação das fases com o aumento dos tempos de tratamento térmico. Consequentemente, com esse aumento de precipitados, é possível perceber um aumento da dureza do material por meio do ensaio de dureza realizado no material em cada caso estudado.

## Conclusões

Após os ensaios, constatou-se que, com o aumento do tempo de tratamento térmico a 850 °C ocorre um aumento da precipitação de diversas fases, entre elas: fase sigma, carbonetos e nitretos. Dessa forma é possível observar e afirmar que, devido ao aumento dessas fases, há um aumento considerável da dureza, já que nitretos e carbonetos são fases duras.

Verificou-se que as precipitações do hiper duplex são muito próximas do super duplex, devido a proximidade das faixas de precipitação.

## Referências Bibliográficas

- American Society for Metals (1985) *Metals handbook*. 8<sup>a</sup> ed. Ohio: ASM, v. 6
- ASTM International E3, *Standard Test Method for Preparation of Metallographic Specimens*.
- ASTM International E18, *Standard Test Methods for Rockwell hardness of Metallic Materials*.
- Bruce L. Bramfitt, Arlan O. Benscoter (2002), *Metallographer's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels*, ASM International.
- Carbó, H.M. (2001) *Aço Inoxidável Aplicações e Especificação*, Acsita.
- Chai, G.; Kivisäkk, U.; Tokaruk, J.; Eidhagen, J. (2009) *Hyper duplex stainless steel for deep subsea applications*, Sandvik Materials Technology, Sweden.
- Kim, S.; Jang, S; Lee, I.; Park, Y. (2011) *Effects of solution heat-treatment and nitrogen in shielding gas on the resistance to pitting corrosion of hyper duplex stainless steel welds*, Department of Materials Science and Engineering, Yonsei University : Seoul, Republic of Korea.
- Kim H. Lo; C.H Shek; J.K.L Lai (2009) *Recent Developments in stainless steels*, Materials Science and Engineering.
- McMahon Jr. C.J. (1985) *Scripta Metallurgia*.
- Ohmura, T.; Tsuzaki, K.; Sawada, K.; Kimura, K. (2006) *Journal of Materials research* 21.
- Otárola, T.; Hollner, S.; Bonnefois, B.; Anglada, M.; Course, L.; Mateo, A. (2003) *Embrittlement of Superduplex Stainless Steel the Range of 550-700°C*.
- Sandvik, 27.9.5.L (2011) *Seamless tube and pipe UNS 2707 HD*, Suécia.
- Sedriks, A. John (1996) *Corrosion of stainless steels*. 2. ed. New York: A Wiley-Interscience.
- Silva, André Luiz da Costa e; Mei, Paulo Roberto (1988) *Aços e ligas especiais*. 2. ed. Sumaré, S.P: Eletrometal.
- Silva, André Luiz da Costa e; Mei, Paulo Roberto (1981) *Tecnologia dos Aços*. Sumaré, S.P: Eletrometal.(1981)
- Zucato, Igor; Moreira, Margarete C.; Machado, Izabel F.; Lebrão, Susana M. Giampietri (2002) *Microstructural Characterization and the Effect of Phase Transformations on Toughness of the UNS S31803 Duplex Stainless Steel Aged Treated at 850 °C*.