## MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL Escola de Engenharia

Programa de Pós-graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais.

PPGE3M

# CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA E AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DOS PROCESSOS DE REPARO POR SOLDAGENS FHPP E FTSW DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S31803

**Douglas Martinazzi** 

Dissertação para obtenção do Título de Mestre em Engenharia

> Porto Alegre Outubro de 2020.

### DOUGLAS MARTINAZZI

# CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA E AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DOS PROCESSOS DE REPARO POR SOLDAGENS FHPP E FTSW DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S31803

Trabalho realizado no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M da Escola de Engenharia da UFRGS, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Ciência e Tecnologia dos Materiais

Orientador: Afonso Reguly

Porto Alegre Outubro de 2020. Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

YYYY Martinazzi, Douglas. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA E AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DOS PROCESSOS DE REPARO POR SOLDAGENS FHPP E FTSW DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S31803/ Douglas Martinazzi - 2020

151 f.: il.

.

Dissertação (Mestre em Engenharia. Área de Concentração: Ciência e Tecnologia dos Materiai) – PPGE3M, Universidade Federal do Rio grande do Sul, Porto Alegre, Ano.

Orientador: Prof. Dr. Afonso Reguly.

1. Aço Inoxidável Duplex. 2. FHPP. 3. UNS S31803. I. Reguly, Afonso. II. Título.

YYY99999

Elaborada pelo Sistema de Geração Automática de Ficha Catalográfica da UFRGS com os dados fornecidos pelo autor.

**Douglas Martinazzi** 

# CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA E AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DOS PROCESSOS DE REPARO POR SOLDAGENS FHPP E FTSW DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S31803

Trabalho realizado no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M da Escola de Engenharia da UFRGS, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Ciência e Tecnologia dos Materiais

Orientador: Afonso Reguly

Aprovado pela Banca Examinadora em Outubro de 2020

Dr. Guilherme Viera Braga Lemos, PPGE3M/UFRGS, Porto Alegre

Prof. Dr. Cleber Rodrigo de Lima Lessa, IFRS, Caxias do Sul

Prof. Dr. Fabiano Dornelles Ramos, IFRS, Caxias do Sul

Dedico este trabalho aos meus pais, irmã, amigos, a quem me deu força ao longo da minha formação acadêmica e a todos, que de alguma forma, estão ao meu lado.

#### AGRADECIMENTOS

A presente dissertação de mestrado não teria sido concretizada sem o apoio de várias pessoas, as quais agradeço, e que, de forma ou outra, contribuíram com a conquista ou simplesmente estiveram ao meu lado, pois ninguém trabalha sozinho e, sem apoio, nada somos.

Ao Professor Dr. Afonso Reguly pela orientação e total apoio prestados durante a realização do trabalho. Ao Eng. Márcio Kramer (Surfi), Eng. Antonio (Tonico), Prof. Doutor Francisco José Kiss, Eng. Diogo Busati, Eng. Bill Paiva, Eng. Rodrigo Machado, Eng. Guilherme Lemos, Eng. Daniela R. Pissanti, Késsia Garcia e todos colegas do GAF pelo suporte técnico nos processamentos e análises. Em especial ao Cleber R. L. Lessa e Arlan F. Pacheco pelas discussões técnicas, apoio, pelo trabalho em conjunto, pelas contribuições e sugestões.

A Isabela Scherer Santos, minha namorada, pela ajuda e apoio prestados para o término deste trabalho com todo seu carinho e sua paciência. Aos meus pais, Clécio Martinazzi e Maria Nicola Martinazzi, e minha irmã Elizandra Martinazzi por todos os aconselhamentos e lições de vida que ajudam a guiar meu caminho.

A todos os colegas e amigos da UFRGS, em particular os colegas e grandes amigos do LAMEF que foram de extrema ajuda para o aprendizado que gerou este trabalho. A todos os meus amigos e amigas que eu conheci durante a vida e que de alguma forma contribuíram para minha formação pessoal, acadêmica e profissional.

Ao Professor Dr. Telmo Roberto Strohaecker (in memoriam) pela oportunidade, material e espaço cedido no LAMEF.

À Universidade Federal do Rio Grande do Sul, aos técnicos administrativos e aos professores pela oportunidade de obter um ensino de qualidade.

Ao CNPq, FINEP, FAPERGS e quem mais tenham auxiliado pelo apoio financeiro.

#### RESUMO

Os aços inoxidáveis duplex são largamente utilizados como materiais estruturais para a construção de dutos que transportam grandes volumes de CO2 e fabricam as camadas internas de tubos flexíveis (dutos offshore) utilizados na produção de petróleo offshore. Nestes casos, quando a o reparo ou manutenção é necessária usualmente a soldagem por arco elétrico é mepregada. Entretanto, a soldagem a arco podelevar à formação de fases que degradam suas propriedades mecânicas. O processo FHPP (Hydro-pillar Friction Processing) é um método alternativo para evitar o problema de precipitação de fases indesejáveis. Além do processo de soldagem FHPP, também foi realizado o estudo do processo Fricção Taper Stitch Welding (FTSW) que é uma série de soldagem de pinos cônicos interligados, com mesma geometria utilizada na soldagem FHPP, que podem ser usados para reparar uma trinca de fadiga ou defeitos maiores. Para fazer as juntas de solda, os pinos e bases foram usinados com furos de geometria predeterminados baseados em estudos anteriores e depois soldados na máquina de solda por fricção. O objetivo principal deste trabalho é a caracterização de juntas de aço inoxidável duplex UNS S31803 obtidas através dos processos FHPP e FTSW, verificando a união metalúrgica entre os componentes de soldagem e a influência dos processamentos nas transformações das microestruturas e das propriedades mecânicas e também na resistência à corrosão das zonas geradas ao final do processamento das soldas. Análises microestruturais foram realizadas em microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de elétrons retroespalhados (EBSD), também foram realizados perfis de microdureza ao longo da região da soldada. Verificou-se que os processos FHPP e FTSW provocam refinamento de grãos ZTMA e na interface de solda, modificando a estrutura lamelar de grãos alongados de matriz ferrítica / austenítica. As juntas de solda também exibiram ductilidade e resistência aceitáveis em testes de tração e dobramento, além de manter a resistência à corrosão similar ao material base.

**Palavras-cahve:** Aço Inoxidável Duplex; UNS S31803, Friction Hydro Pillar Processing Welding (FHPP), Friction Taper Stitch Welding (FTSW).Propriedades mecânicas e metalúrgicas.

#### ABSTRACT

The Duplex stainless steels are materials widely used for a variety of applications in the pharmaceutical, marine, chemical, food, nuclear and especially in the oil and gas industry, due to their mechanical properties and excellent corrosion resistance. In the petrochemical industry, duplex stainless steels are extensively used as structural materials for the construction of pipes to transport large volumes of CO2 and for manufacturing inner layers of flexible pipes (offshore pipelines) used in the exploitation of oil and gas. In these cases, when repair or maintenance is required, electric arc welding processes is usually applyed . However, fusion welding maylead to formation of precipitates which would degrade its mechanical properties.

FHPP (Friction Hydro Pillar Processing) is an alternative method to avoid issues related to precipitation of undesirable phases.

Main objective of this work is the metallurgical and mechanical characterization of UNS S31803 duplex stainless steel joints obtained through FHPP and Friction Taper Stitch Welding (FTSW) processes. For producing the welded joints, the drilled rod and bases with predetermined geometry were machined based on previous works and then joined in the friction welding machine. Microstructural analyzes were also performed in optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), electron backscatter diffraction (EBSD), and microhardness profile along the weld region. It was verified that FHPP and FTSW processes cause a grain refinement in the joint, modifying the lamellar structure of elongated grains of ferritic/austenitic matrix. Welded joints also exhibited acceptable ductility and strength in tensile and bending tests.

**Keywords:** Duplex stainless steels; UNS S31803, Friction Hydro Pillar Processing (FHPP), Friction Taper Stitch Welding (FTSW), metallurgical and mechanical properties.

# LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Comparação de propriedades mecânicas entre diferentes classes de aços inoxidáveis.	7
Figura 3.2 - Expansão térmica (x10-6, por °C)	8
Figura 3.4 - (a) Microestrutura do AID S31803 solubilizado por 30 minutos a 1050°C e resfriado em água. Microscopia ótica, ataque eletrolítico com solução de 30% vol HNO3. Aumento 350x. (Fonte: Londoño ,1997, Fig.39) e (b) microestrutura de um AIDs	11
Figura 3.5 - Fases intermetálicas que podem se formar nos AIDs e o efeito dos elementos de liga na cinética das reações de precipitação	13
Figura 3.6 - Curva CCT e TTT da precipitação de fase sigma	15
Figura 3.7 - Esquema mostrando a nucleação e precipitação da fase sigma na interface ferrita e austenita.	16
Figura 3.8 - Representação esquemática da precipitação de $\chi$ e $\sigma$ no AID AID (a) e Micrografia de microscópio eletrônico de varredura (MEV) das fases chi e sigma (b)	17
Figura 3.9 - Micrografia de um precipitado de fase Chi (a) e a orientação padrão cristalográfica da região com o precipitado (b) em um aço 25Cr-7Ni-3Mo	17
Figura 3.10 - Imagem de Microscopia eletrônica de precipitados de Carbonetos na interface ferrita/austenita.	18
Figura 3.11 - Micrografia em MET de nitretos de cromo precipitados mostrando as diferentes morfologias.	19
Figura 3.12 - Efeito da taxa de corrosão por pites em relação ao teor de ferrita em um metal de solda 22%Cr/0,12%N	22
Figura 3.13 - Temperaturas críticas de corrosão por pite (CPT) de vários AIDs	23
Figura 3.14 - Representação gráfica da polarização anódica e catódica	25
Figura 3.15 - Curva de polarização característica de metais que apresentam passivação com susceptibilidade a pites. EP: potencial de passivação; ET: potencial de transpassivação; Epit: potencial de pite	26
Figura 3.16: Curva de polarização potenciodinâmica cíclica de aço AID UNS S31803 em solução aquosa.	28
Figura 3.17 - Diagrama de Schaeffler.	29

Figura 3.18 - Esquema mostrando o diagrama pseudobinário Cr-Ni e as zonas ocorridas na junta soldada dos Aços Inoxidáveis Duplex
Figura 3.19 - Espaçamento interaustenitico em aço inoxidável dúplex
Figura 3.20 - Gráfico esquemático de resistência a tração e o alongamento da austenita, da ferrita e do dúplex
Figura 3.21 - Perfil de tenacidade ao longo do cordão de solda34
Figura 3.23 - Ilustração esquemática das diferentes etapas de soldagem pelo processo FHPP
Figura 3.24 - Imagens mostrando as etapas de soldagem pelo processo FHPP e a extração final
Figura 3.2 - Imagens mostrando a posição dos termopares e as temperaturas máximas observadas para as condições de soldagem pelo processo FHPP
Figura 3.26 - Ilustração esquemática dos parâmetros durante o processamento da soldagem por fricção com pino consumível (I: Atrito, II: Aquecimento, III: Desaceleração, IV: União)
Figura 3.27 - Croqui mostrando o (a) perfil cilíndrico e o (b) perfil cônico40
Figura 3.28 - Micrographs. a) The force 5 kN show incomplete. b) The force 10 kN show incomplete filling too. c) The force 18 kN show insufficient mixing. d) The force 25 kN show complete bonding
Figura 3.29 - Desenho esquemático da sequência da soldagem do processo FTSW43
Figura 3.30 - Análise macrográfica da secção transversal da solda FTSW em aço carbono
Figura 3.31 - Desenho esquemático da sequência de soldagem de FTSW
Figura 3.32 - Mapa de fases por EBSD de um SAF 2205: (a) MB, (b) ZTMA e (c) ZM45
Figura 3.33 - Sistema de classificação morfológica de Dubé e estendido por Aaronson, Enomoto e Lee, 2010: (a) Alotriomórfica de contorno de grão (b) Placas laterais de Widmanstatenn primárias e secundárias (c) Estruturas serrilhadas de Widmanstätten primárias e secundárias (d) Idiomórfica (intragranular e em contorno de grão) (e) Placas intragranular de Widamanstatten (f) estrutura massiva
Figura 4. 1 - Máquina para processamento FHPP MSA 50 (a) projeto (b) máquina47
Figura 4. 2 - Máquina para processamento FHPP MSA 50
Figura 4.4 - Geometria dos furos e pinos utilizados nas soldas FHPP e FTSW50
Figura 4.5 - Geometria dos passos utilizadas nas soldas FTSW51

Figura 4.6 - Imagem (a) mostrando a representação da disposição dos termopares acoplados e (b) solda após o processamento
Figura 4.8 - CP esquemático para ensaio de dobramento conforme da ASTM A370 solda FHPP
Figura 4. 9 - CP esquemático para ensaio de dobramento conforme da ASTM A370 solda FTSW
Figura 4. 11 - Desenho esquemático de como foram feitos os perfis de microdureza nas soldas: (a) FHPP e (b) FTSW
Figura 4. 12 - Posição de extração dos corpos de prova para ensaios de microtração. horizontal deslocada do centro para solda FHPP e extração dos corpos de prova das soldas FTSW.
Figura 4. 13 - Dimensões do corpo de prova para ensaios de microtração
Figura 4. 14- Equipamento utilizado para o ensaio de corrosão por imersão60
Figura 5. 1 - Metalalografias do metal da base mostrando a microestrutura composta de matriz ferrítica com ilhas de austenita (Ataque: Beraha modificado)
Figura 5.2 - Metalografias mostrando a microestrutura do pino (à esquerda) seção longitudinal (à direita) seção transversal (Ataque: Beraha modificado)
Figura 5.3 - Curvas de aquisição de temperaturas64
Figura 5. 5 - Macrografia da amostra de solda FHPP com as demarcações com retângulos tracejados das regiões de análises microestruturais, tanto na seção transversal quanto na de topo. (Ataque: Behara modificado)
Figura 5.6 - Metalografia mostrando as regiões na seção transversal da solda FHPP (Ataque: Beraha modificado)
Figura 5.7 - Metalografia (à esquerda) obtida na região envolvendo a ZTMA- recristalizada e Interface de Solda e (à direita) a metalografia em maior detalhe mostrando a ausência de defeitos e união do pino com a base (Ataque: Beraha modificado)
Figura 5. 8 - Metalografia da ZTMA-recristalizada juntamente com a Interface de Solda na seção trasnsversal mostrando as morfologias da austenita: Alotriomórfica de Contorno de Grão (1), Idiomórfica (intragranular) (2), Placas Laterais de Widmanstatenn (3), Placas Intragranular de Widamanstatten (4) e Estruturas serrilhadas Widamanstatten (5), e a matriz de ferrita com morfologia equiaxial (Ataque: Beraha modificado)
Figura 5.9 – a) Metalografia mostrando a região de interface da solda da Ponta do

Figura 5.9 – a) Metalografia mostrando a região de interface da solda da Ponta do Pino/Fundo do Furo, b) metalografia mostrando a formação de estrutura microduplex na região de Interface ponta do pino/fundo do furo em maior detalhe e C) a microestrutura

composta por ilhas de austenita em matriz ferrítica na região da ZTMA do pino (Ataque: Beraha modificado)
Figura 5. 10 - Microestrutura da região central do pino na solda, onde observa-se a presença de uma variação microestrutural decorrente da velocidade linear de rotação no entorno ao eixo central do pino ser nula ou quase nula (Ataque: Beraha modificado)72
Figura 5. 12 - Metalografias mostrando (a) a região central do pino processado de topo (b) a região da ZTMA-recristalizada contendo a interface de solda e (c) a microestrutura do material de base de topo composta por ilhas de austenita em matriz ferrítica (Ataque: Beraha modificado)
Figura 5. 13. Metalografia da ZTMA-recristalizada juntamente com a Interface de Solda na face de topo mostrando as morfologias da austenita: Alotriomórfica de Contorno de Grão (1), Idiomórfica (intragranular) (2), Placas Laterais de Widmanstatenn (3), Placas Intragranular de Widamanstatten (4) e Estruturas serrilhadas Widamanstatten (5) e matriz de ferrita com morfologia equiaxial (Ataque: Beraha modificado)
Figura 5.14 - Macrografia da solda FTSW 1/3D mostrando com demarcação de retângulos pontilhados as regiões de análises microestruturais da união entre os pinos na metade da altura e da união entre os raios de concordância da ponta dos pinos. (Ataque: Beraha modificado)
Figura 5.15 - Metalografias da solda FTSW 1/3D mostrando (à esquerda) a união entre os pinos na metade da altura do corpo de prova e (à direita) a microestrutura na região em maior detalhe (Ataque: Beraha modificado)
Figura 5.16 - Metalografias da solda FTSW 1/3D mostrando (à esquerda) a união dos pinos no raio de concordância da ponta dos pinos e (à direita) a microestrutura na região em maior detalhe (Ataque: Beraha modificado)76
Figura 5.17 - Macrografia da solda FTSW 1/2D mostrando com demarcação de retângulos pontilhados as regiões de análises microestruturais da união entre os pinos na metade da altura e da união entre os raios de concordância da ponta dos pinos. (Ataque: Beraha modificado)
Figura 5.18 - Metalografias da solda FTSW 1/2D mostrando (à esquerda) a união entre os pinos na metade da altura do corpo de prova e (à direita) a microestrutura na região em maior detalhe (Ataque: Beraha modificado)
Figura 5.19 - Metalografias da solda FTSW 1/2D mostrando (à esquerda) a união entre os pinos no raio de concordância da ponta dos pinos e (à direita) a microestrutura na região em maior detalhe (Ataque: Beraha modificado)77
Figura 5.20 - Macrografia da solda FTSW 3/4D mostrando com demarcação de retângulos pontilhados as regiões de análises microestruturais da união entre os pinos na metade da altura e da união entre os raios de concordância da ponta dos pinos. (Ataque: Beraha modificado)

Figura 5.21 - Metalografias da solda FTSW 3/4D mostrando (à esquerda) a união entre os pinos na metade da altura do corpo de prova e (à direita) a microestrutura na região em maior detalhe (Ataque: Beraha modificado)	79
Figura 5.22 - Metalografias da solda FTSW 3/4D mostrando (à esquerda) a união entre os pinos no raio de concordância da ponta dos pinos e (à direita) a microestrutura na região em maior detalhe (Ataque: Beraha modificado)	79
Figura 5.23 - Metalografia do material base com linhas sobrepostas (à esquerda) e imagem do resultado do espaçamento interaustenitico (à direita), o valor do espaçamento médio da análise desta imagem	81
Figura 5.24 - Metalografia binarizada do material (a) da base, (b) do pino na seção longitudinal e (c) do pino na seção transversal.	81
Figura 5.25 - Metalografia binarizada da Região A, representando a ZTMA- recristalizada contendo a interface de solda.	82
Figura 5.26 - Metalografias binarizadas da Região B, representando (à esquerda) linha central do pino onde a velocidade linear é zero e (à direita) parte adjacente a esta linha central.	83
Figura 5.27 - Metalografias binarizadas da Região C, representando (à esquerda) linha central do pino onde a velocidade linear é zero e (à direita) parte adjacente a esta linha central.	83
Figura 5.28 - Metalografias binarizadas da Região C, representando (à esquerda) linha central do pino onde a velocidade linear é zero e (à direita) parte adjacente a esta linha central.	84
Figura 5.29 - Imagem da região A, centro da solda no pino processado, (à esquerda) proporção de fases ferrita (54%)/austenita (46%) e (à direita) resultado análise EBSD para o tamanho de grão na fase ferrita: 19,1µm e na fase austenita: 13,4 µm	86
Figura 5.30 - Imagem da região B, região da Interface da Solda envolvendo a ZTMA Recristalizada com a Interface de Solda, (à esquerda) proporção de fases ferrita (68,3%)/austenita (31,7%) e (à direita) resultado análise EBSD para o tamanho de grão na fase ferrita: 60,0µm e na fase austenita: 10,9µm	87
Figura 5.31 - Imagem da região C, material base sem sofrer interferência da soldagem, (à esquerda) proporção de fases ferrita $(52,1\%)/austenita (47,9\%)$ e (à direita) resultado análise EBSD para o tamanho de grão na fase ferrita: 57,1µm e na fase austenita: 32,7µm.	87
Figura 5.32 - Diagrama pseudo-binário de liga Fe-Cr-Ni, contendo 70% de Fe mostrando a análise do ciclo térmico do termopar (TP3) em comparação com as transformações de fases que ocorrem durante o aquecimento e resfriamento do processo de soldagem FHPP.	88

Figura 5.33 - Microestrutura das ZTMA Recristalizada envolvendo a Interface de Solda, com os possíveis precipitados indicados nas regiões adjacentes com as ZTMAs da base	
e pino	91
Figura 5.34 - Análise do percentual em área de precipitados registrados interface da ZTMA Recristalizada e ZTMA da base	92
Figura 5.35 - Difratograma referente à amostra soldada por FHPP	93
Figura 5.36 - Difratograma referente à amostra soldada por FHPP	94
Figura 5.37 - Imagem da face superior da amostra utilizada para o ensaio de imersão em Cloreto Férrico na temperatura de 70°C por 24horas.	95
Figura 5.38 - Imagem das curvas de polarização potenciodinâmica obtidas para o material da Base e do Pino trasnversal como recebido, do Pino processado (região central da solda FHPP) e da solda FHPP (região envolvendo a ZTMA-Recristalizada com a Interface de Solda).	96
Figura 5. 39 - Imagem das curvas de polarização potenciodinâmica obtidas para as soldas FTSW 1/3D, 1/2D e 3/4D	97
Figura 5.40 - Esquema mostrando o ensaio de dobramento	99
Figura 5.41 - Resultados obtidos a partir para as curvas de polarização	.100
Figura 5.42 - Resultados gráficos obtidos dos perfis de dureza Vickers para as amostras de solda FHPP, FTSW: 1/3D, 1/2D e 3/4D	.101
Figura 5.43 - Resultados obtidos a partir para as curvas do ensaio de tração: tensão x deformação.	.103
Figura 5.44 - Corpos de prova rompidos após ensaios de microtração. a) MB ; b) FHPP c) FTSW passo 1/3D;	.104
Figura 5.45 - Local de extração do corpo de prova das soldas. Região central do pino, onde ocorreram as fraturas, apresenta rotação linear zero	.105
Figura 5.46- Metalografia da fratura do corpo de prova do ensaio de tração: mostrando (à esquerda) o local onde a orientação microestrutural está em sentido paralelo à propagação da trinca e (à direita) a microestrutura orientada em sentido perpendicular à propagação da trinca.	.106
Figura 5.47. Maior deformação do MB, mostrando a fratura do tipo "taça-cone"	.107

# LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Famílias de aços inoxidáveis (wt % = concentração em peso)4
Tabela 3.2 - Valores típicos de propriedades mecânicas de aços inoxidáveis austeníticos,ferríticos e aços AID recozidos.7
Tabela 3.3 - Propriedades físicas dos aços inoxidáveis
Tabela 3.4 - Composição química dos aços inoxidáveis. 11
Tabela 3.5 - Fases que podem se formar nos AIDs e a faixa de temperatura que os      precipitados nucleiam.      14
Tabela 3.6 - Composição química (% em peso) das fases de um aço 25Cr-7Ni-3 Mo tratado termicamente a 820°C15
Tabela 3.7 - Influência do teor de fase sigma na CPT do aço UNS S3276024
Tabela 3.8 - Potenciais de corrosão (Ecor), densidade de corrente de corrosão (icor), das regiões de interesse da solda FHPP dúplex UNS S31803, obtidos por polarização potenciodinâmica cíclica em água do mar sintética
Tabela 3.9 - Tamanho médio de grão e fração volumétrica de fases.    46
Tabela 4.1 - Composição química da liga SAF 2205 conforme certificado do fornecedor47
Tabela 4.2 - Propriedades mecânicas da liga SAF 2205 47
Tabela 4.3 - Parâmetros de processo adotados nos processos de soldagem
Tabela 5. 1 - Composição química da liga UNS S31803 como recebida62
Tabela 5.2 - Resultados obtidos a partir das curvas de polarização.
Tabela 5.3 - Resultados obtidos a partir do tratamento dos dados dos ensaios de tração 104

# LISTA DE ABREVIATURAS

AID	Aço inoxidável duplex
AISD	Aço inoxidável super duplex
ASTM	ASTM International
СР	Corpo de Prova
FHPP	Friction Hydro Pillar Processing
FTSW	Friction Taper Stitch Welding
HV	Dureza Vickers
MB	Material Base
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
PRE	Pitting Resistance Equivalent
rpm	rotações por minuto
IS	Interface de Solda
ZTA	Zona Termicamente Afetada
ZTMA	Zona Termomecanicamente Afetada
ZTA-Pino	Zona Termicamente Afetada no Pino;
ZTMA-Pino	Zona Termomecanicamente Afetada no Pino;
ZTMA-MB	Zona Termomecanicamente Afetada no Metal Base;
ZTA-MB	Zona Termicamente Afetada no Metal Base.
α	Fase Alfa - Ferita
γ	Fase Gama - Austenita
δ	Fase Delta
σ	Fase Sigma

χ Fase Chi.

AGRADECIMENTOS	VI		
RESUMO	vii		
ABSTRACT	VIII		
LISTA DE FIGURAS	IX		
LISTA DE TABELAS	xv		
	XVI		
SUMÁRIO	XVII		
1 INTRODUÇÃO	1		
2 OBJETIVOS	3		
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4		
3.1 Acos Inoxidáveis	4		
3.2 Aços Inoxidáveis Dúplex	5		
3.2.1 Características gerais	6		
3.2.2 Precipitação de fases intermetálicas			
3.2.3 Resistência à corrosão	20		
3.3 SOLDAGEM DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DÚPLEX	29		
3.4 SOLDAGEM POR FRICÇÃO COM PINO CONSUMÍVEL	35		
3.4.1 Friction Taper Stitch Welding (FTSW)			
4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL			
4.1 MATERIAL BASE	47		
4.2 PROCESSOS DE SOLDAGEM	47		
4.3 PARÂMETROS - GEOMETRIAS DO PINO E FURO DA BASE	49		
4.4 AQUISIÇÃO DE TEMPERATURAS	52		
4.5 CARACTERIZAÇÃO MACRO E MICROESTRUTURAL	53		
4.6 MAPA DE FASES POR EBSD	54		
4.7 AVALIAÇÃO MECÂNICA	55		
4.7.1 Ensaio de dobramento	55		
4.7.2 Ensaio de Microdureza	56		
4.7.3 Ensaio de Tração	57		
4.8 AVALIAÇÃO DE RESISTÊNCIA À CORROSÃO	59		
4.8.1 Ensaio de Corrosão por Imersão (ASTM G48)	59		

# SUMÁRIO

	4.8.	2 Ensaio de Voltametria Cíclica	60
5	R	ESULTADOS E DISCUSSÕES	62
	5.1	Processamento e Aquisição do histórico térmico	63
	5.2	ENSAIOS METALÚRGICOS	65
	5.3	QUANTIFICAÇÃO DE FASES FERRITA-AUSTENITA E ESPAÇAMENTO INTERAUSTENITICO	80
	5.4	MAPA DE FASES POR EBSD	86
	5.5	CARACTERIZAÇÃO DE FASES INTERMETÁLICAS	90
	5.6	Avaliação da resistência à corrosão	95
	5.7	Αναιιαção mecânica	98
	5.7.	.1 Ensaio de dobramento	99
	5.7.	2 Ensaio de microdureza	.101
	5.7.	2.3 Ensaio de tração	.103
6	C	ONCLUSÕES	.108
7	TI	RABALHOS FUTUROS	.112
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS113		

### 1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos percebe-se um crescimento nos processos industriais no Brasil e há de ser considerar que o setor de óleo e gás acompanha fortemente este crescimento. Em consequência, é muito amplo a quantidade de equipamentos e componentes mecânicos em operação, dos mais variados materiais. Na grande maioria deles, composta de materiais metálicos, operando nos mais diversos ambientes e sujeitos à esforços e desgastes, e com isso, tornam-se susceptíveis à nucleação e propagação de defeitos ou a falhas estruturais. Dependendo do grau de severidade do defeito na estrutura, é necessário algum tipo de reparo ou a substituição do componente.

Processos convencionais de soldagem por arco elétrico por promover a fusão dos materiais envolvidos podem induzir falhas metalúrgicas associadas à fusão/solidificação em função da taxa de aquecimento/resfriamento que podem facilitar a precipitação de fases indesejadas, absorção de gases como o hidrogênio e o oxigênio provocando descontinuidades na junta soldada e trincas induzidas pelo hidrogênio.

Em função dessas dificuldades, surge a motivação para a busca de processos alternativos em reparos que permitam práticas mais seguras e que minimizem as paradas de produção. Nesse caso, a técnica de soldagem por fricção é promissora, pois é um processo de união de materiais no estado sólido apresentando vantagens sobre os processos convencionaispor proporcionar a união de componentes de uma forma rápida, com boa qualidade e com possibilidade de monitoramento e registro dos parâmetros durante o processamento da solda.

Na soldagem por fricção a união dos materiais é realizada no estado pastoso, em temperaturas abaixo da de fusão, implicando em menor aporte térmico para o material. A adoção desses processos de união possibilita um menor nível de distorção e de tensões residuais, promove maior uniformidade das juntas, dispensa a necessidade do preparo das superfícies, evita o surgimento de defeitos comuns de soldagem por fusão além de ser um processo mais limpo por não emitir fumos.

Os aços inoxidáveis dúplex (AID) possuem boa combinação de desempenho mecânico e de resistência à corrosão, que é alcançada através de uma microestrutura balanceada de ferrita e austenita, fazendo estas ligas merecerem uma posição de destaque entre os aços inoxidáveis, surgem os porém do uso destes aços, como por exemplo a exposição de AIDs em altas temperaturas durante as soldagem por métodos convencionais que envolvam fusão que pode comprometer a sua microestrutura além de favorecer a nucleação de fases intermetálicas e permeação de gases, comprometendo a resistência a corrosão e desempenho mecânico.

Estudos recentes já comprovaram a eficiência da soldagem por fricção na união de barras e de chapas de AIDs indicar aqui quais seria estes estudos - referenciar. O presente trabalho objetiva examinar as propriedades microestruturas e mecânicas, além da resistência a corrosão de um aço inoxidável duplex UNS S31803 após as soldagens realizadas pelos processos FHPP e de FTSW. Na soldagem por Costura, três diferentes passos (espaçamento entre os centros dos pinos) de soldagem em foram realizados. Para caracterização dos materiais estudados foram realizadas análises de macrografia e micrografia, percentual de ferrita e de austenita via EBSD, espaçamento interaustenítico, avaliação de percentual de intermetálicos e ensaio perfis de microdurezas, dobramento, tração e também ensaios para verificar o desempenho quanto à corrosão na superfície da solda exposta ao ambiente. Alguns dos processamentos foram produzidos com monitoramento de temperaturas através de termopares inseridos próximo a zona termicamente afetada (ZTA) em diferentes alturas da junta soldada para auxiliar nas informações que serão utilizadas para qualificar e comprovar a qualidade dos reparos.

#### **2 OBJETIVOS**

Esta dissertação tem como finalidade estudar a metalurgia do processo de soldagem por Fricção com Pino Consumível ou Friction Hydro Pillar Processing (FHPP) e de forma similar, uma variação desta técnica, a Soldagem de Costura por Fricção, conhecida como Friction Taper Stitch Welding (FTSW) em aço inoxídadvel dúplex UNS 31803, visando os objetivos específicos:

- determinação dos melhores parâmetros para a realização das juntas soldadas pelos processos FHPP e FTSW;

 - analisar a metalurgia do processo de soldagem por fricção com pino consumível em aço inoxidável dúplex, envolvendo altas taxas de aquecimento e resfriamento além das deformações plásticas.

- verificar a qualidade das juntas soldadas através macrografias das seções transversais e superficiais das soldas FHPP e FTSW.

 realizar a análise microestrutural e recristalização produzida nas juntas soldadas por FHPP e FTSW caracterizando a morfologia, a distribuição e a proporção das fases ferrita e asutenita além da precipitação de compostos intermetálicos.

 determinar a influência das regiões formadas após os processos de soldagem em relação a resistência a corrosão comparada aos materiais bases e valores literários do aço inoxidável UNS 31803.

- avaliar as propriedades mecânicas das juntas soldadas produzidas por FHPP e
 FTSW inclusive para o efeito dos diferentes passes de soldagem, com ensaios de dobramento, dureza e tração.

3

## 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 3.1 AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis pertencem a um grande grupo de ligas especialmente desenvolvidas com alta resistência à corrosão quando comparados aos aços carbonos. O cromo, quando adicionado a partir de um percentual mínimo de 12% em massa, podendo conter também níquel, molibdénio e outros elementos de liga, confere uma excelente resistência à corrosão. Este Cromo presente na liga tem como objetivo oxidar-se em contato com o oxigênio atmosférico, formando uma película muito fina e estável de óxido de cromo na superfície exposta ao meio, denominada camada passiva (KRAUSS, 2005). A formação desta camada e a sua impermeabilidade aumentam a resistência à corrosão e protegem a degradação do material no meio corrosivo (KOZMINSKI, 2015).

Elementos de liga também podem ser adicionados com a finalidade de estabilizar a formação de fases, aumentar na melhoria da resistência à corrosão ou, ainda, auxiliar nas propriedades mecânicas e soldabilidade. A classificação dos aços inoxidáveis historicamente segue de acordo com a microestrutura predominante do material após o tratamento termomecânico. As principais classes de aços inoxidáveis, conforme a microestutura, são os ferríticos, austeníticos, martensíticos, endurecíveis por precipitação e Duplex (ferrítico-austenítico). A tabela 3.1 mostra cinco principais classes descritas dos aços inoxidáveis de acordo com a American Society for Metals (ASM, 1994).

	Tipo	Composição Química	Microestrutura típica
S ÁVEIS	Aços inoxidáveis austeníticos	18-25 wt.% Cr 8-20 wt.% Ni	Matriz austenítica contendo algumas maclas de deformação
AÇO	Aços inoxidáveis ferríticos	17-30 wt.% Cr Carbono < 0.2 wt.% C	Matriz policrsitalina monofásica ferrítica.
_	Aços	12-18 wt.% Cr	Comercial: Matriz ferritica

Tabela 3.1 - Famílias de aços inoxidáveis (wt % = concentração em peso)

inoxidáveis	Carbono < 1.2 wt.% C	com carbonetos		
martensíticos		esferoidizados dispersos.		
		Usual: Matriz inteiramente		
		martensítica, podendo conter		
		austenita retida e		
		carbontetos de liga dispersos.		
Aços	18-26 wt.% Cr	Ilhas do austonita om matriz		
inoxidáveis	4-7 wt.% Ni	forrítica		
duplex	2-3 wt.% Mo	Territica.		
Aços		Varia conformo a composição		
inoxidáveis endurecidos	12-20 wt % Cr			
	(A + Ti + Mo)	todos aprosentam		
por	(AI, II, MO)			
precipitação		precipitados na matriz.		

Fonte: Adaptado pelo autor (ASM, 1994).

Salientando a atenção especial aos aços inoxidáveis duplex (AID) por apresentarem uma estrutura bifásica de ferrita e austenita, combinando as propriedades de aços inoxidáves ferríticos e austenítcos que permite sua aplicação em ambientes com meios agressivos aos metais (ASM, 1994). Aços inoxidáveis duplex e superduplex vem sendo cada vez mais utilizados em projetos relacionados ao segmento offshore, e aplicados tanto na fabricação de componentes "subsea" (desse tubulações em Arvores de Natal Molhadas e Manifolds, corpos de válvulas, até equipamentos de perfuração, dentre outros), como nos equipamentos e estruturas "top side" de plataformas de petróleo (sistemas de dessulfuração, trocadores de calor, separadores de óleo, gás e água) (DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE APLICAÇÃO, 2016). Mas a produção da classe dúplex, a nível mundial, ainda representa menos de 200.000 toneladas, ou seja, menos do que 1% da produção total de AI, embora a produção do AID tenha tido um crescimento de 100%, na última década (CHARLES, 2007).

### 3.2 AÇOS INOXIDÁVEIS DÚPLEX

Atualmente essas ligas de aços vêm sendo usadas em aplicações que ficam expostos em soluções com CO2, oxigênio e gás sulfrídrico (H2S) dissolvidos, ou nas quais o ambiente atinge concentrações altíssimas de íons cloretos. Nas décadas de 70 e 80 só era possível a construção destas estruturas através de ligas de cobre (bronze) ou com altas concentrações de níquel (inconéis), tornando os custosos. Como o Cromo

junto com outros elementos de liga confere uma boa estabilidade química em ambientes salinos, esta categoria de aços passou a ter grande utilização em indústria como, por exemplo, de óleo e gás, petroquímica, offshore, papel e celulose além de estruturas para aplicações marinhas e equipamento de controle de poluição e dessalinização da agua do mar elevados (MARTINS e CASTELETTI, 2007).

Os aços inoxidáveis dúplex (AIDs) possuem este nome devido sua microestrutura ser a mistura entre duas fases: ferrita e austenita. A matriz do aço inoxidável é composta de ferrita (fase delta,  $\delta$  com estrutura cristalina composta por célula unitária cúbica de corpo centrado (CCC)) e de austenita (fase gama,  $\gamma$  com estrutura cristalina composta por célula unitária cúbica de faces centradas (CFC)), cujas propriedades mecânicas e de corrosão são máximas quando as fases se apresentam em iguais quantidades. O exato balando na quantidade entre cada fase é função da composição química da liga, do histórico térmico e do trabalho termomecânico realizado durante sua fabricação (ASM, 1994).

### 3.2.1 Características gerais

Considerando a característica determinante dos AIDs ser a microestrutura formada por lamelas policristalinas alternadas de ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ), Larson e Lundvqvist relaram em seu trabalho que esta microestrutura bifásica combina os efeitos benéficos de ambas as fases e permite aos aços inoxidáveis dúplex obter de resistência mecânica elevada devido a ferrita e da boa tenacidade em função das propriedades da austenita, isto, até mesmo em baixas temperaturas. (LARSSON e LUNDQVIST, 1986a; LARSSON e LUNDQVIST, 1986b).

As vantagens específicas oferecidas pelos AIDs em relação aos aços inoxidáveis austeníticos são a tensão de escoamento, aproximadamente o dobro do valor (possibilitando a redução da espessura de estruturas em projetos), combinada com boa ductilidade e tenacidade quando comparado com os aços inoxidáveis ferríticos e martensíticos como pode ser observado na tabela 3.2. Também possuem a típica resistência à corrosão localizada dos aços inoxidáveis, além disto, possuem alta resistência a corrosão sob tensão em meio contendo cloretos. Sua utilização torna-se uma alternativa especialmente em temperaturas entre -50 e 300°C. Isto se deve ao fato de, em baixas temperaturas, abaixo de -50°C, a ferrita absorver pouca energia na fratura,

e em temperaturas superiores à 300°C, ocorrer precipitações e nucleação de fases deletérias (LIPPOLD e KOTECKI, 2005; SIEURIN et al., 2006). Os AIDs são relativamente mais caros que os aços inoxidáveis austeníticos devido ao custo envolvido na obtenção dos produtos finais e os processos necessários para sua fabricação e não tanto pelo custo dos elementos de liga (KOZMINSKI, 2015).

A Figura 3.1 apresenta as comparações de propriedades mecânicas entre as classes de aços inoxidáveis (BSSA 2001).



Figura 3.1 - Comparação de propriedades mecânicas entre diferentes classes de aços inoxidáveis.

Fonte: Adapta de (BSSA, 2001).

Tabela 3.2 - Valores típicos de propriedades mecânicas de aços inoxidáveis austeníticos,	ferríticos
e acos AID recozidos.	

Тіро	Aço	Limite de escoamento MPa	Limite de resistência MPa	Alongamento (%)	Dureza Vickers (HV)
Austeníticos	AISI 304	210	515-690	45	155
Austeníticos	AISI 316L	210	515-690	45	160
Ferríticos	AISI 430	205	450	20	190
Duralau	S32304 / SAF 2304	400	600-820	25	230
Duplex	S31803 / SAF 2205	450	680-880	25	260

\$32	2750/				
	SAF	550	800-1000	25	290
2	507				

Fonte: (NILSSON, 1992; SENATORE, FINZETTO, PEREA, 2007)

A condutibilidade térmica dos AIDs é maior quando comparado aos aços inoxidáveis austeníticos, acarretando que os duplex, devido à presença da fase ferrítica, possuam menor coeficiente de expansão térmica que os austeníticos, o que produz pouca distorção do material durante processos de soldagem quando comparados aos aços inoxidáveis austeníticos, sendo também menos susceptíveis à formação de trincas de solidificação (ASM VOL. 1, 1993). A tabela 3.3 apresenta um comparativo da condutibilidade térmica e do calor específico dos AIDs com os aços inoxidáveis austeníticos, e a figura 3.2 apresenta um comparativo dos coeficientes de expansão térmica entre o AID com o das ligas austeníticas AISI 316L e 304L e do aço carbono. Nota-se que os aços dúplex apresentam propriedades físicas intermediárias entre os aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos (SENATORE, FINZETTO e PEREA, 2007) confirmando o princípio de seu desenvolvimento: a união das propriedades dos inoxidáveis ferriticos com as dos austeníticos.

Tabela 3.3 - Propriedades físicas dos aços inoxidáveis.								
		Cal	Calor específico (			Condutibilidade Térmica		
Material	Aço		J/KgºC)			(W/mºC)		
		20ºC	200ºC	400ºC	20ºC	200ºC	400ºC	
Austoníticos	UNS	460	540	580	17	22	22	
Austeniticos	S43000	400	540	560	17	22	23	
Ferríticos	UNS	100	510	540	14	17	20	
	S30400	480					20	
	UNS	400	520	500	16	18	21	
	S32304	490	550	590	10		21	
Duplex _	UNS	100	520	500	1/	17	20	
	S31803	460	550	590	14	17	20	
	UNS	100	E20	E 0 0	1/	17	20	
	S32750	400	530	580	14	1/	20	

Fonte: (GOMES, VIÑAS e VATAVUK 1999).

Figura 3.2 - Expansão térmica (x10-6, por °C).



Fonte: Adapta de (GOMES, VIÑAS e VATAVUK 1999).

Microestruturalmente os aços inoxidáveis duplex são basicamente formados por uma matriz de ferrita ( $\alpha$ ) com ilhas de austenita ( $\gamma$ ), e para manter a excelente combinação entre propriedades mecânicas e resistência a corrosão, a microestrutura deve estar proporcionalmente correta, obtida, incialmente, durante o processo de solidificação e resfriamento do aço. O diagrama pseudo-binario de Fe-Cr-Ni, figura 3.3, apresenta uma faixa vertical em destaque representnado a região dos AIDs fixado em 70% de Fe (XAVIER et al., 2015).

Em temperaturas elevadas e acima da linha solvus, os AIDs são 100% ferríticos e ocorre nucleação de fase austenita somente no estado sólido em temperaturas abaixo desta linha. Na medida em que se resfria o aço, parte da ferrita se transforma, já no estado sólido, em austenita. Quanto mais lenta for a taxa de resfriamento, o sistema se aproximará cada vez mais do equilíbrio e maior será a quantidade de austenita formada. Sendo assim, é buscado o gradiente de resfriamento no qual teremos em temperatura ambiente a proporção almejada de 50% ferrita e 50% austenita.

Figura 3.3: Diagrama pseudo-binário de liga Fe-Cr-Ni, contendo 70% de Fe. Esquema das transformações de fase que ocorrem durante o aquecimento ou resfriamento.



Fonte: (LIPPOLD e KOTECKI, 2005)

Mesmo apresentando a microestrutura característica bifásica após a solidificação, um tratamento térmico de solubilização e precipitação, seguido de resfriamento rápido, é aplicado aos AIDs, para obter o balanço entre a ferrita e austenita, e principalmente dissolver possíveis precipitações de fases secundárias e intermetálicos que podem ser formados durante o resfriamento do material. As temperaturas empregadas neste tratamento, comumente chamado de normalização, variam de 950°C até 1120° C (Outokumpu, 2013). Nessa faixa de temperatura e com a deformação plástica imposta pelo trabalho mecânico, os aços inoxidáveis apresentam uma estrutura lamelar com grãos alongados na direção de laminação, conforme apresentado na figura 3.4 (a), composta por uma matriz ferrítica com ilhas de austenita, sendo de aproximadamente 45-55% de ferrita e austenita em balanço (ASM, 1994) conforme a Figura 3.4 (b).

Figura 3.4 - (a) Microestrutura do AID S31803 solubilizado por 30 minutos a 1050°C e resfriado em água. Microscopia ótica, ataque eletrolítico com solução de 30% vol HNO3. Aumento 350x. (Fonte: Londoño ,1997, Fig.39) e (b) microestrutura de um AIDs



Fonte: (LONDOÑO, 1997; NILSSON, 1992)

As combinações favoráveis das propriedades no aço duplex estão relacionadas intrinsicamente à distribuição e morfologia da microestrutura bifásica da liga. As mudanças na microestrutura e na fração volumétrica de cada fase na liga podem variar em função temperatura e taxa de resfriamento empregados no processo, conforme o diagrama Fe-Cr-Ni da Fig. 3.3 (linha vertical quando mantida constante o teor de Fe). Em função do tratamento termomecânico e também em função da composição química quando pequenas adições de elementos de liga refletem nos efeitos estabilizadores de ferrita ou austenita. O balanceamento dos elementos de liga nos AIDS tem um papel importante, pois, através deles, é possível controlar os teores de elementos estabilizadores de fase ferrita como cromo, molibdênio e silício e de elementos estabilizadores de austenita como níquel, carbono, nitrogênio (SENATORE, FINZETTO e PEREA 2007). Estes elementos de liga além de promoverem a estabilização das fases, quando adicionados em balanço correto, resultam no aprimoramento das propriedades mecânicas e de resistência à corrosão (OGAWA et al., 1989). A Tabela 3.4 apresenta a composição química dos aços inoxidáveis duplex comerciais e inclui também aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos para efeitos de comparação.

Tabela 3.4 - Composição química dos aços inoxidáveis.

Tipo	AÇO	С	Cr	Ni	Мо	Mn	Ν	Cu	W
Austenítico	304	0,07	17,5 - 19,5	8,0 - 10,5			0,10		
	316L	0,03	16,0 - 18,0	10,0 - 14,0	2,0 - 3,0		0,10		
Ferrítico	430	0,10	14,0 - 18,0	0,75		1,0			

Dúplex 2205	S31803	0,03	21,0 - 23,0	4,5 – 6,5	2,5 – 3,5	2,0	0,08 – 0,2		
	S32205	0,03	22,0 – 23,0	4,5 – 6,5	3,0 – 3,5	2,0	0,14 - 0,2		
Superdúplex	S32750	0,03	24,0 – 26,0	6,0 – 8,0	3,0 - 5,0	1,2	0,24 – 0,32	0,50	
	S32760	0,03	24,0 – 26,0	6,0 - 8,0	3,0 - 4,0	1,0	0,20 – 0,30	0,5 – 1,0	0,5 – 1,0
Fonte: Adaptado de (OUTOKUMPU, 2013).									

Fonte: Adaptado de	(OUTOKUMPU, 2013)
--------------------	-------------------

Aços inoxidáveis dúplex, por apresentar teores elevados de adições de diversos elementos de liga e possuírem na microestrutura uma ferrita metaestável à temperatura ambiente e qualquer energia na forma de calor que receber haverá uma forte tendência termodinâmica de "buscar" uma condição de equilíbrio mais estável e isso implica na precipitação de diversas fases intermetálicas (LEE, CHO e CHOI, 1999). A precipitação dos intermetálicos tem dependência com o tempo e a temperatura que fica exposto o material. Em tempos mais longos a uma dada temperatura, ou exposição a temperaturas mais elevadas dentro do intervalo de formação de determinado tipo de fase promovem uma precipitação mais extensiva (ASM VOL. 13, 2005).

A precipitação de fases terciárias, muitas vezes, pode ser indesejada, pois na presença destas fases que são ricas em elementos da própria liga, o material fica susceptível à corrosão devido sua perda das características de proteção, podendo vir a prejudicar seriamente as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão dos AIDs, apresentando um efeito mais drástico na queda da corrosão localizada, isso devido as zonas adjacentes aos precipitados ficarem empobrecidas de elementos como o cromo e níquel (POHL, STORZ e GLOGOWSKI, 2007).

### 3.2.2 Precipitação de fases intermetálicas

A relação bifásica, com concentração volumétrica de 50%  $\pm$  5% de ferrita para um material corretamente balanceado, e a conservação de sua estabilidade se apresentam como o ponto chave para os atuais aços inoxidáveis duplex. Nestes aços, microestruturalmente, além da austenita e da ferrita, que são os constituintes desejados da liga, alguns compostos intermetálicos podem precipitam na matriz ferrítica ou em contornos de grãos quando expostos a certas condições de temperatura por algum tempo durante a operação, em ciclos térmicos de soldagem, ou ainda em tratamentos termomecânicos. A precipitação de intermetálicos acaba por empobrecer a matriz de elementos essenciais (Cr, Mo e Nb) que por sua vez geram consequências indesejáveis

como as perdas de ductilidade, de tenacidade e de resistência à corrosão (TOTTEN, 2006).

Por se tratar de um processo de difusão atômica, a maior taxa de difusão em estruturas Cúbica de Corpo Centrado (CCC) e à alta concentração de elementos como Cr, Ni e Mo, as transformações de fase e precipitações são mais atribuídas à ferrita do que não há austenita que apresenta estrutura do tipo CFC. Tais fases secundárias podem se formar na faixa de temperatura entre 300°C a 1100°C, observando que quanto menores as temperaturas são necessários tempos mais prolongados para precipitação, e quanto mais ligados for o aço inoxidável dúplex, maior a sua susceptibilidade à formação destas fases deletérias (DUPOIRON e AUDOUARD, 1992).

Os diagramas de resfriamento contínuo apresentam as fases intermetálicas que podem se formar nos AIDs, a figura 3.5 mostra, esquematicamente, os efeitos dos elementos de liga na precipitação dos intermetálicos. A tabela 3.5 apresenta uma microestrutura esquemática da precipitação de fases em um aço inoxidável dúplex.



Figura 3.5 - Fases intermetálicas que podem se formar nos AIDs e o efeito dos elementos de liga na cinética das reações de precipitação.

Fonte: Adaptado de (COLPAERTE, 2008).

Possíveis fases nucleadas nos AIDs durantes resfriamento com as faixas de temperatura para a sua formação é apresentada na tabela 3.5.

	macrorann	
Fase Observadas nos AIDs (Fórmula Química)	Estrutura cristalina	Faixa de Temperatura (°C)
Ferrita (α)	CCC	-
Austenita (γ)	CFC	-
Austenita secundária (γ2)	CFC	600 - 1000
Nitreto (Cr2N)	TRIGONAL	550 - 1000
Nitreto (CrN) cfc	CFC	550 - 1000
Carboneto (M23C6)	CFC	-
Carboneto (M7C3)	ORTORRÔMBICO	950-1100
Fase chi - χ (Fe36Cr12Mo10)	CCC	400 - 950
Fase sigma - σ (FeCr)	TRETAGONAL	650 - 1000
α' (α rica em Cr)	CCC	350 - 750

Tabela 3.5 - Fases que podem se formar nos AIDs e a faixa de temperatura que os precipitados nucleiam.

Fonte: Adaptado de (NASCIMENTO, 2007; LIPPOLD E KOTECKI, 2005).

Dentre as fases que precipitam nos aços inoxidáveis duplex, a fase sigma ( $\sigma$ ) é considerada na maioria dos casos como o precipitado mais importante, pois a composição química e os processos de fabricação destes aços favorecem a formação desta fase. Em seu trabalho, Bravo et al., 2010, observaram que esta fase reduz a drasticamente a resistência à corrosão localizada, por ser uma fase rica em cromo começa a subtrair o elemento em solução sólida da sua vizinhança, a qual se transforma em austenita secundária. A precipitação que ocorre pode ser representada segundo a reação:  $\alpha = \alpha/\gamma 2 + \sigma$ , onde  $\gamma 2$  é a austenita secundária (PADILHA et al.,2007).

A formação da fase sigma ( $\sigma$ ) ocorre no intervalo de temperatura de 650 a 1000°C e o tempo para sua formação está diretamente relacionado com os teores de elementos de liga presentes no material. Como a fase  $\sigma$  é rica em Cr e Mo (a tabela 3.6 apresenta a composição química da fase sigma em comparação a ferrita e austenita), e estes elementos estão presentes em altas faixas na composição dos AIDs, acarreta que

os teores elevados de Cr e o Mo da liga tendem a acelerar a nucleação e aumentar a fração volumétrica de fase sigma ( $\sigma$ ) no material (KIM, 1998). Porém, mesmo com a alta temperatura de solubilização em 1080 °C a para a precipitação de fase sigma no aço SAF 2205 é necessária uma taxa de resfriamento inferior a 15°C/min (CHEN e YANG, 2001). Sieurin e Sandström, 2007, apresentam a sobreposição entre a curva de resfriamento contínuo em relação aos tempos de exposição em temperaturas elevadas para poder ocorrer a precipitação de fase sigma, assim como o volume desta fase que pode precipitar (figura 3.6).

termicamente a 820°C.						
Fase	Cromo	Niquel	Molibidênio			
Ferrita (α)	28,6	2,8	7,5			
Austenita (γ)	25,7	2,6	14,6			
Chi - χ	19,8	6,9	2,2			
Sigma - σ	25,1	3,4	4,5			

Tabela 3.6 - Composição química (% em peso) das fases de um aço 25Cr-7Ni-3 Mo tratado

Fonte: (CHEN, WENG e YANG, 2002)



Figura 3.6 - Curva CCT e TTT da precipitação de fase sigma.

Fonte: (SIEURIN e SANDSTRÖM, 2007).

15

Lee, Cho e Choi (1999) descreveram que a precipitação da fase intermetálica sigma ( $\sigma$ ) frequentemente começa a nuclear nos contornos ferrítico-austenítico ( $\alpha/\gamma$ ) e o crescimento se dá no interior dos grãos de ferrita. Sieurin e Sandström (2006) apresentam em seu trabalho a tendência de formação da fase sigma e com o empobrecimento de Cr e Mo na sua vizinhança. A figura 3.7 apresenta o desenho esquemático da nucleação e precipitação da fase sigma.

Figura 3.7 - Esquema mostrando a nucleação e precipitação da fase sigma na interface ferrita e austenita.



Fonte: Adaptado (SIEURIN e SANDSTRÖM, 2006).

A fase Chi  $\chi$  precipita em faixas de temperatura entre 450 a 900°C e a taxa de resfriamento para sua ocorrência são superiores à taxa de resfriamento da fase Sigma, podendo coexistir e confundir com a fase ( $\sigma$ ) (SOLOMOM e DEVINE, 1983). A fase Chi se forma antes da fase Sigma, embora, normalmente está presente em quantidades menores que a fase sigma. Por ser uma fase rica em Molibdênio (conforme a tabela 3.6 que apresenta a composição química da fase Chi) pode reduzir a resistência à corrosão pela perda deste elemento na matriz. Escriba, 2009, demonstram em seu trabalho que a Chi funciona como um sítio de nucleação para a fase Sigma, considerada uma fase metaestável, que age como facilitadora na formação da Sigma. Por apresentar condições de nucleação e composição muito próxima da fase sigma fica muito difícil a diferenciação dos efeitos deletérios destas fases (ESCRIBA, MATERNA-MORRIS e PLAUT, 2009; CHEN e YANG, 2001). A Figura 3.8 a apresenta um desenho esquemático que mostra como ocorre a precipitação de Sigma e da fase Chi. A figura

3.8 apresenta a imagem da fase Chi e o plano de orientação padrão da região do precipitado em uma análise por microscopia eletrônica de transmissão.

Figura 3.8 - Representação esquemática da precipitação de χ e σ no AID AID (a) e Micrografia de microscópio eletrônico de varredura (MEV) das fases chi e sigma (b).



Fonte: Adaptado (ESCRIBA, MATERNA-MORRIS e PLAUT, 2009)

Figura 3.9 - Micrografia de um precipitado de fase Chi (a) e a orientação padrão cristalográfica da região com o precipitado (b) em um aço 25Cr-7Ni-3Mo.



Fonte: Adaptado (CHEN, WENG e YANG, 2002).

Nos aços inoxidáveis dúplex com teores um pouco mais elevado de carbono (faixa de 0,05 a 0,08% em peso) podem precipitar carbonetos na forma M23C6, quando exposto, mesmo que em curtos períodos de tempo, em temperaturas próximas a 800°C. Há uma grande tendência do carboneto que se forme seja o Carboneto de Cromo, do tipo M23C6, pelo Cromo ser o elemento adicionado com maior teor do que outros elementos de liga e ter uma grande eletronegatividade. Preferencialmente nucleiam na interface entre grãos de ferrita/austenita previamente à formação de outros precipitados.

A precipitação do Carboneto de Cr nos AIDs pode provocar a redução da resistência à corrosão por pite nas regiões próximas a sua formacão além de também acarretar fragilização do material por ser um precipitado de alta dureza (LEE, CHO e CHOI, 1999; GUN, 1997; POHL, 2007). A micrografia da figura 3.10 mostra a precipitação de Carboneto na interface ferrita/austenita de um aço inoxidável dúplex envelhecido por 1hora a 800°C.



Figura 3.10 - Imagem de Microscopia eletrônica de precipitados de Carbonetos na interface ferrita/austenita.

Fonte: Adaptado (POHL, STORZ e GLOGOWSKI, 2007).

Além de fase Sigma, Chi e Carbonetos, outra fase intermetálica possível de precipitar nos AID é a austenita secundária ( $\gamma'$ ) que se forma na faixa de temperatura entre 600 - 1000° C por diferentes mecanismos que dependem da temperatura e de outras fases já precipitadas no material (RAMIREZ, 2001). Esta fase recebe esse nome pois também nucleia a partir da ferrita, assim como a austenita, mas possui composição química diferente (SHEK, WONG e LAI, 1998). Em seu trabalho, SIEURIN, 2006, relata que a austenita secundária formada é mais pobre em Cromo mas o teor de Níquel é mais elevado quando comparada com a austenita original do material base causando uma queda bem considerável na resistência à corrosão por pite. Normalmente se forma em condições de resfriamento rápido após processo como o de soldagem, quando a
relação de ferrita e austenita supersaturada tende a ser muito maior que a condição de equilíbrio precipitando em austenita secundária.

Nas ligas de última geração dos AIDs tem sido adicionado o Nitrogênio de forma controlada em pequenas quantidades por ser um elemento estabilizador da austenita além de ser um poderoso endurecedor por solução sólida (GUNN, 2003; LIPPOLD e KOTECKI, 2005). O nitrogênio tem um custo bem inferior em relação a outros elementos estabilizadores da austenita, desta forma, reduzem o custo o de produção dos AIDs. Porém sua adição na liga pode precipitar junto com o Cromo, formando Nitretos de Cromo. A formação destes precipitados pode ocorrer no interior do grão de ferrita devido à supersaturação de Nitrogênio na ferrita durante o resfriamento ou quando o material é exposto a uma faixa de temperatura de 550-1000 °C pode ocorrer a nucleação e precipitação do Nitreto de Cromo na interface de ferrita/austenita (SHEK, WONG e LAI, 1998; GUNN, 2003). Nos AIDS a precipitação do Nitretos de Cr é mais encontrada na forma Cr2N do que na forma CrN, apesar das duas formas terem a mesma faixa de temperatura de precipitação. A formação deste precipitado modifica a composição química na vizinhança da ferrita, pois o nitreto ao precipitar rouba o Cr e propiciando a corrosão por pite pelo empobrecimento de cromo na vizinhança (SHEK, WONG e LAI, 1998). Os Nitretos de Cr precipitados apresentam diferentes morfologias. A figura 3.11 mostra as diferentes formas de precipitação (LOUREIRO, 2010).

Figura 3.11 - Micrografia em MET de nitretos de cromo precipitados mostrando as diferentes morfologias.



Fonte: (SATHIRACHINDA et al, 2010).

#### 3.2.3 Resistência à corrosão

A corrosão pode ser definida como a deterioração de um material, geralmente metálico, por ação do meio ambiente e esforços mecânicos, é um processo espontâneo e inevitável onde a degradação do material causada por esta interação físico-química entre o material e o meio pode torná-lo inadequado para o seu uso (GENTIL, 2003). Além do ambiente e os esforços que o material está exposto, ocorre também a precipitação de intermetálicos que acaba reduzindo o percentual de Cr nas vizinhanças da matriz podendo chegar a níveis onde é difícil resistir às reações eletroquímicas impostas pelo ambiente gerando o processo de corrosão (LIPPOLD; KOTECKI, 2005). Para isso foram desenvolvidos os aços inoxidáveis dúplex, com sua composição química diferencia e a microestrutura bifásica, que unem as propriedades do austeníticos e ferríticos, os AID possuem excelente resistência à corrosão generalizada, além de elevada resistência à corrosão intergranular associado ao baixo teor de carbono (LESSA, 2016). Na prática não ocorre à corrosão generalizada nos aços inoxidáveis por possuírem um filme de óxido (camada passiva) estável aderido na superfície que se forma pela adição do cromo, além da adição de outros elementos de liga que auxiliam a inibir a corrosão. Eventualmente quando a camada passiva se rompe ocorre o processo de corrosão localizado que continua produzindo cavidades a partir da superfície em

áreas muito pequenas enquanto o restante do material permanece não afetado, chamado de corrosão por pite (SMUK, 2004; SHREIR, 1995).

A estimativa de resistência à corrosão por pite pode ser previamente determinada através da composição química da liga com uma equação empírica, chamado índice equivalente de resistência ao pite ou PRE:

$$PRE = \%Cr + (3,3\%Mo + 0,5\%W) + 16\%N$$

Cada liga possui seu PRE característico, os aços inoxidáveis bifásicos (ferrítico/austenítico) cujos valores do PREN estão na faixa de 35 a 40, constituem a família dos aços inoxidáveis duplex, como por exemplo o do aço UNS S31803 que possui PRE=35. Este índice é muito usado para selecionar o AID para a sua determinada aplicação, porém ele não leva em consideração a presença fases deletérias à resistência à corrosão, inclusões e imperfeições dos aços, bem como não correlaciona nada a respeito da microestrutura (PAULRAJ e GARG, 2015).

Em seu trabalho, Londoño relata que devido a diferença de solubilidade das fases presentes nos AIDs, e de um determinado elemento concentrar-se preferencialmente em uma determinada fase (LONDOÑO, 2005) seria necessário considerar separadamente o PRE da austenita e o da ferrita fato que não é considerado, uma vez que o PRE global é utilizado nas especificações das ligas (SILVA, 2016). Nos aços dúplex com teores de nitrogênio a austenita apresenta resistência a formação de pite , PRE=34,96, e na ferrita, sua resistência a formação de pite um pouco mais elevada, PRE=36,24 (MAGNABOSCO, 2001) por ter menor dissolução de nitrogênio e maiores teores de cromo e molibdênio, mesmo apresentado valores levemente diferentes e o PRE global representando a média entre as fases, continua sendo uma excelente forma de inicialmente prever a resistência a corrosão por pite nos AIDs (MAGNABOSCO e ALONSO-FALLEIROS, 2005).

Nos casos que o efeito da temperatura pode afetar na fração volumétrica de ferrita e austenita, como em processor de soldagem, que induzem altos níveis de ferrita na região da solda e adjacentes, o processo de corrosão por pites pode ser facilitado pela presença significativamente maior de uma fase em relação à outra (LONDOÑO, 2005; GOOCH, 2000). Em seu trabalho, Gooch demostra a diferença entre o balanço entre ferrita e austenita sobre a resistência à corrosão por pites em um metal de solda (GTA) 22%Cr/0,12%N em uma solução de FeCl3 a 50°C, a figura 3.12 apresenta o resultado deste ensaio, e fica evidente que a correta proporção de 50% de ferrita em balanço com a austenita apresenta as menores taxas de corrosão por pite.

Teor de Ferrita, %

Figura 3.12 - Efeito da taxa de corrosão por pites em relação ao teor de ferrita em um metal de solda 22%Cr/0,12%N

Fonte: (GOOCH, 2000).

Além da estimativa inicial da resistência a formação de pites com base na composição química do material e considerando as limitações do cálculo de PRE outros parâmetros para avaliação da corrosão por pites em aços inoxidáveis dúplex têm sido sugeridos. O conceito de temperatura crítica de formação de pites, o critical pitting temperature, ou CPT, é a máxima temperatura, abaixo da qual não apresentam início de propagação de pite em meios agressivos ao material, quando esta temperatura é ultrapassada, a formação do pite é facilitada e ocorre a propagação mais intensamente. A temperatura crítica de pite é uma característica muito importante para avalição de AIDs e sua utilização em projetos serão solicitadas temperaturas mais elevadas em meios corrosivos. O ensaio CPT normalizado pela ASTM G48 descreve diversos métodos de ensaios para avaliar a resistência a corrosão por pites (GUNN, 2003; WOLYNEC, 2003; SRIRAM e TROMANS, 1989; ASTM G48, 2015).

A metodologia proposta na ASTM G48 método A, onde a amostra é imersa a 6% de solução cloreto férrico (FeCl3) por 24h, inicialmente em temperatura ambiente, e gradualmente a temperatura é elevada até desenvolver a corrosão por pite, caracterizando o ensaio para determinar o CPT em aços inoxidáveis.

Gunn relata em seu trabalho a temperatura crítica de pite, em um aço inoxidável dúplex, na faixa de 50 a 550 C em de solução 3,3% NaCl está (GUNN, 2003). A Figura 3.13 mostra as temperaturas críticas de corrosão por pites (CPT) de alguns aços dúplex. (INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION, 2009).



Figura 3.13 - Temperaturas críticas de corrosão por pite (CPT) de vários AIDs.

Geralmente operações processos termomecânicos e de soldagem podem precipitar fases microestruturais indesejáveis nos aços inoxidáveis duplex, como por exemplo, as fases sigma ( $\sigma$ ), chi ( $\chi$ ), ou nitretos de cromo (Cr2N). Devido à formação destas fases precipitadas ( $\sigma$ ,  $\chi$ , Cr2N), normalmente as juntas soldadas que envolvem processos de fusão apresentam um decréscimo da temperatura crítica de pites (CPT) quando comparado ao material base. A tabela 3.7 apresenta a relação da queda do CPT em relação aumento do teor fase sigma ( $\sigma$ ) para o aço UNS S32750 (LINTON et al., 2004; TAVARES et al., 2006).

СРТ
(ºC)
80
65
60
<40

Tabela 3.7 - Influência do teor de fase sigma na CPT do aço UNS S32760.

Fonte: (LINTON at al., 2004:).

O efeito da temperatura, de modo geral, acelera o processo de corrosão por pites, pois o aumento da temperatura favorece a condutividade dos eletrólitos e da velocidade de difusão dos íons. Entretanto, pode retardar a corrosão porque diminui a solubilidade do oxigênio presente no meio. Portanto, no estudo de corrosão dos aços inoxidáveis dúplex a técnica eletroquímica de polarização potenciodinâmica cíclica em solução aquosa é muito recomendada para estudar, principalmente, as características relacionadas às diferentes zonas formadas após a soldagem nestes aços (GENTIL, 2003). Com o objetivo de poder proporcionar a repetibilidade deste do ensaio foi normalizado pela ASTM G5, onde os métodos para os ensaios eletroquímicos de polarização potenciodinâmica estão especificados.

Esta técnica consiste em efetuar uma varredura dos potenciais, com uma velocidade de varredura padronizada constante (WOLYNEC, 2003). À medida que a polarização se inicia, os dois fenômenos, catódica e anódica, tornam-se independentes. Anotando a variação da densidade de corrente parcial gera uma curva de potencial de circuito aberto e podemos observar regiões catódicas e anódicas (SANTOS, 2012). A extrapolação das curvas (anodica e catódica) em retas que se definem como retas de Tafel possibilita a obtenção da densidade de corrente de corrosão (icor) e do potencial de corrosão (Ecor) obtidos pela intersecção das extrapolações lineares das porções anódicas e catódicas e as constantes de Tafel (GENTIL, 2003) como mostra a Figura 3.14.



Figura 3.14 - Representação gráfica da polarização anódica e catódica.

Fonte: Adaptado (GENTIL, 2003).

Ao longo da curva podemos observar regiões que se definem desde um potencial mais catódico, potenciais abaixo do potencial de corrosão, até um potencial mais anódico, potenciais obtidos por polarização na faixa acima do potencial de corrosão.

Os metais como os AIDs apresentam elevada resistência a corrosão devido a sua camada passiva de óxido de cromo formada na superfície, estas ligas que apresentam passivação desenvolvem um comportamento particular da curva de polarizção anódica (JONES, 1996).

Ligas metálicas que apresentam passivação se comportam de maneira particular quando submetidas à sobretensão anódica. Inicialmente, em potenciais mais baixos, ocorre polarização por ativação e a taxa de corrosão aumenta com o aumento da sobretensão. A faixa de potenciais em que isto ocorre é chamada de região ou estado ativo. Quando o potencial de Flade ou de passivação (Ep) é alcançado, um filme passivo nanométrico estável é formado e a velocidade de corrosão cai a níveis muito baixos (SATO, 2011).

Diz-se que um metal está passivado quando ocorre se verifica na curva de polarização a diminuição da densidade de corrente desenvolvida pelo material analisado em função da camada de óxido de cromo que promove a passivação superficial. A curva se desloca de um estado ativo, em potenciais mais baixos, onde ocorre polarização por ativação e a taxa de corrosão aumenta com o aumento da sobretensão, até um estado passivo. Mesmo com maiores valores de potenciais, a densidade de corrente permanece constante, até que ocorra a quebra do filme passivo e atinja um limite definindo como potencial de pite (Epit) (JONES, 1996, WOLYNEC, 2003; POLINSKI, 2017) exibido no na Figura 3.16. Em materiais que apresentam camada passivada, dificilmente se observa a transição ativo-passivo.

Figura 3.15 - Curva de polarização característica de metais que apresentam passivação com susceptibilidade a pites. EP: potencial de passivação; ET: potencial de transpassivação; Epit: potencial de pite.



Fonte: Adaptado (SERNA, 2009).

No estudo recente de parâmetros variados de força de fricção e tempos de rotação na soldagem por fricção em aço UNS S31803, Mohammed et al., em 2015, analisaram a microestrutura, a dureza, a resistência a tração, a resistência ao impacto e a resistência à corrosão ao longo da secção transversal da juntas produzidas. Os resultados evidenciaram diferentes características na microestrutura da região soldada em relação ao material base devido as transformações termomecânicas desenvolvidas durante a soldagem. Assim como Mohammed, Ribeiro (2014) em seu trabalho de 2014, estudou as influências no comportamento eletroquímicos em ambiente marinho contendo 3,5 % de NaCl na microestrutura da zona de mistura na soldagem por fricção de um aço AID UNS S31803 pelo processo FHPP. A Figura 3.16 exibe a curva de polarização potenciodinâmicas cíclica do material base obtida por Ribeiro (2014), sendo o sentido de varredura indicado pelas setas. Os valores encontrados do potencial de corrosão, Ecor, densidade de corrente de corrosão, icor, do material base do pino (MB pino) e da

base (MB base) e da Zona Termomecanicamente Afetada (ZTMA) estão apresentados na tabela 3.8, calculados pelo método da extrapolação das retas de Tafel da curva de polarização potenciodinâmica, onde é possível notar que o autor não encontra variações significativas na resistência a corrosão. Mohammed mediu o valor de 2,11E-07 A/cm<sup>2</sup> para o material base.



Figura 3.16: Curva de polarização potenciodinâmica cíclica de aço AID UNS S31803 em solução aquosa.

Tabela 3.8 - Potenciais de corrosão (Ecor), densidade de corrente de corrosão (icor), das regiões de interesse da solda FHPP dúplex UNS S31803, obtidos por polarização potenciodinâmica cíclica em água do mar sintética.

Zona	Ecor [mVQRE]	lcor [A/cm <sup>2</sup> ]			
MB base	-267,21	1,78E-07			
Zona de mistura	-280,66	2,57E-07			
MB pino	-296,75	2,37E-07			

Fonte: (RIBEIRO, 2014).

## 3.3 SOLDAGEM DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DÚPLEX

A soldagem dos aços inoxidáveis dúplex pode ser realizada utilizando os mais diversos métodos convencionais que envolvam fusão, porém existem grandes dificuldades em manter o balanço de fases nas zonas da solda. A soldagem dos AIDS possuem caraterísticas diferenciadas, sendo necessário o conhecimento sobre a liga metálica e o processo que será aplicado na soldagem com o intuito de reduzir os danos às propriedades do componente. Os diagramas pseudo-binário Fe-Cr-Ni convencionais não levam em considerações os elementos de liga adicionais e nem o nitrogênio presente durante o processo de soldagem que podem alterar o volume das fases presentes na liga ao se resfriar (LIPPOLD e KOTECKI 2005; NOWACKI e RYBICKI, 2005; IMOA, 2009).

Schaeffler, 1949, apresentou a relação entre as fases ferrita e austenita e os elementos de liga estabilizadores de cada fase dividindo entre dois grandes grupos e desenvolveu equações de Cromo equivalente (Creq) que leva em consideração os elementos ferritizantes e Níquel equivalente (Nieq) que leva em consideração os elementos austenitizantes, utilizando estas equações, plotou em um gráfico, no eixo das abscissas, os valores de Creq, e no eixo das ordenadas, os valores de Nieq, no qual é possível prever por meio das proporções de Creq e Nieq as diferentes microestruturas que podem ser formadas ao final do processo de soldagem (SCHAEFFLER, 1949; CHARLES, 2008; SILVA, 2016). A figura 3.17 mostra o diagrama com o esquema das fases para aços inoxidáveis com relação às composições químicas e microestruturas final ferríticas (F), martensíticas (M), austeníticas (A) ou duplex.

Figura 3.17 - Diagrama de Schaeffler.



Outros autores, como DeLong modificaram o diagrama de Schaeffler, adicionando outros elementos nas equações. Outro autor que modificou o diagrama foi SCHNEIDER (1960) considerando a influência de vários elementos de liga na função do cromo e níquel equivalentes e possibilitando melhor diagnosticar as frações % de ferrita e austenita. As equações de Creq e Nieq (% em peso) são apresentadas por:

Creq = % Cr + 2% Si + 1,5% Mo + 5% V + 5% Al + 1,75% Nb + 1,5% Ti + 0,75% W

Nieq = %Ni + %Co + 0.5%Mn + 0.3%Cu + 30%C + 25%N

Durante a soldagem, o material experimenta diferentes ciclos térmicos nas regiões entre a poça de fusão até o metal base, sofrendo alterações microestruturais. Na soldagem dos AIDs o resultado da microestrutura é dependente da composição química e da velocidade de resfriamento do material, para isso, o estudo e otimização do processo adotado para a soldagem devem acarretar propriedades mais próximas possíveis entre região soldada e o metal base (TURIBUS, 2014). Na zona fundida, a solidificação e resfriamento dos AIDs, inicia com a ferrita em temperaturas próximas de 1450° C e sua microestrutura ferrítica permanece até a temperatura solvus da ferrita.

Temperaturas de trabalho entre 600° e 1100° são sempre críticas, e o resfriamento de ser efetuado em tempos menores que 102 segundos para evitar a precipitação de fases indesejáveis (BUTTING, 2009). O início da zona afetada pelo calor começa abaixo da temperatura solvus da ferrita, já no estado sólido, onde as frações volumétricas da ferrita e austenita são as de equilíbrio (RAMÍREZ-LONDOÑO, 2011; PEREIRA, 2011; ATAMERT e KING, 1992), portanto na maioria dos processos de soldagem que envolvem fusão a maior dificuldade é conseguir o acertado balanço microestrutural entre austenita e ferrita na zona fundida, determinada pelos parâmetros de soldagem, ciclos térmicos a que são submetidas, pela geometria da junta e pela composição química do AID. A figura 3.18 mostras esquematicamente as zonas de transformações durante a soldagem dos AIDs.

Figura 3.18 - Esquema mostrando o diagrama pseudobinário Cr-Ni e as zonas ocorridas na junta soldada dos Aços Inoxidáveis Duplex.



Fonte: Adaptado (ATAMERT e KING, 1992; TURIBUS, 2014).

Embora a soldabilidade dos AIDs modernos ser bastante satisfatória, a microestrutura bifásica é muito sensível às condições impostas pelo processo de soldagem, de maneira a alterar o balanço inicial de fases além de propiciar a precipitação de fases intermetálicas (ARMAS e MOREUL, 2009). Há ainda se

mencionar que os diagramas propostos permitem apenas uma análise aproximada de fases em função da composição química pelo fato de não considerarem as taxas de resfriamento e tratamentos termomecânicos (GUNN, 2003; ATAMERT, 1992).

Para minimizar a introdução de defeitos na região da solda dos AIDs e garantir as propriedades e microestrutura desejadas no na zona fundida e zona termicamente afetada pelo calor que exibem maiores frações volumétricas de ferrita, apresenta grãos mais grosseiros e maior precipitação de fases intermetálicas em relação ao material de base, deve-se além da utilização de diagramas que fornecem um valor qualitativo das fases na execução da soldagem também buscar pela melhor geometria e o rigoroso controle dos parâmetros de processo para minimizar os ciclos térmicos. Uma das grandes dificuldades de soldar o AIDs é manter o balanço de fases principalmente no metal de solda (MS), além também, da zona termicamente afetada (ZTA), por isso após a execução da solda é necessário que se faça a verificação da fração volumétrica das fases presentes nestas zonas para avaliar os parâmetros que adotados (SILVA, 2012; KOZIMINSKI, 2015; MICHALSKA, 2016).

Recomendações técnicas desenvolvidas a partir de estudos baseados na literatura e normas foram desenvolvidas para determinar as proporções toleráveis de ferrita e austenita no Material Base e zonas da solda (ZTA e Zona Fundida). A *Offshore Standard* DNV-OS-F101, de 2012, especifica como valores de aceitação para a fase ferrita no material base a faixa de 35-55%, e regiões na zona soldada, entre 30-65% de ferrita em balanço com a Austenita. Além da fração volumétrica da ferrita é de grande importância também avaliar o espaçamento interaustenítico (figura 3.19 mostra como é realizado a medida) e o "aspect ratio" (aspecto morfológico da microestrutura) da ferrita.

Figura 3.19 - Espaçamento interaustenitico em aço inoxidável dúplex.

Fonte: (DNV-RP-F112, 2012).

Em materiais polifásicos, os mecanismos de propagação de fratura atuam de maneira diferente em cada uma das fases, como no caso dos aços inoxidáveis duplex, compostos de ferrita e austenita, o comportamento da deformação depende das características elasto-plásticas de cada uma das fases, das proporções, distribuições e formas de cada fase, além da natureza dos contornos que separam estas fases. (REIS, 1999; MEINHARDT, 2013). A figura 3.20 exemplifica a diferença entre a resistência a tração versus deformação da ferrita e da austenita (maior ductilidade e alongamento), e com a acertada relação de fases, obtém-se o duplex, valores intermediários das fases.



Figura 3.20 - Gráfico esquemático de resistência a tração e o alongamento da austenita, da ferrita e do dúplex.

Fonte: Adaptado (NILSSON e CHAI, 2012).

A grande maioria dos componentes utilizados sofrem esforços e carregamentos cíclicos de fadiga, quando reparados por processos de soldagem, estes componentes, apresentam descontinuidades no aspecto microestrutural facilitando o surgimento de trincas. Durante o processo de propagação de uma trinca por fadiga, uma estreita faixa de deformação plástica se forma as margens da trinca e na ponta ocorre uma zona de deformação elástica que acompanha o crescimento, nos AIDs, as trincas geralmente se propagam em linha reta através da clivagem da fase ferrita, a propagação da fratura é detida ao ser interceptada pela fase austenita, mas dependendo do tamanho da trinca e nível de tensões, pode continuar ocorrendo o crescimento através da austenita, porém fica mais dificultada a propagação pela austenita possuir significativamente maior tenacidade que a ferrita (DNV-RP-F112, 2008).

Consequentemente, todas as técnicas de fabricação, que tendem a diminuir o espaçamento interaustenitico (caminho livre de ferrita) são favoráveis. Testes confirmam que os materiais com um espaçamento refinado de fases tem uma maior resistência mecânica do que os materiais com um espaçamento de fase grosseira. O espaçamento interaustenitico é considerado bom, em materiais que não são especificados na fabricação, se for menor que 30 micrômetros. Ensaios de mecânica da fratura mostraram que o fluxo negativo de grãos - quando os grãos de ferrita são orientadas perpendicularmente às tensões principais - pode proporcionar uma maior susceptibilidade para Trincas Induzidas por Hidrogênio em aços inoxidáveis duplex (KARLSSON, 2012; PARK e LEE, 2001; DNV-RP-F112,2008), devendo os esforços de cisalhamento estarem perpendicular ao sentido de laminação da microestrutura do aço. Neste contexto, alguns trabalhos avaliaram as propriedades e a caracterização de juntas soldadas pelo processo de arco submerso e analisaram a influência do aporte de calor em na junta, no trabalho de Pardal et al, de 2011, foi demonstrado a queda de tenacidade do centro do cordão de solda, tanto para os passes de raiz quanto de enchimento, em relação ao material base em um aço UNS S31803, figura 3.21.

Figura 3.21 - Perfil de tenacidade ao longo do cordão de solda.



Fonte: (PARDAL et al, 2011)

Em função das diversas aplicações a que os AIDs são empregados e considerando a importância da adição de elementos de liga e da diferença de solubilidade que os mesmos apresentam em ambas as fases, fica evidente que precauções devem ser tomadas em ciclos térmicos devido a operações de soldagem, uma vez que estes fatores podem influenciar na fração volumétrica de fases e na precipitação de intermetálicas, degradando as propriedades do material onde o uso em aplicações que a resistência mecânica e à corrosão, são de fundamentais importâncias (KARLSSON, 2012; SILVA, 2016; SANTOS, 2007). A soldagem pelos métodos convencionais tem sido muito bem aceita para os aços inoxidáveis dúplex, no entanto as propriedades das juntas podem ser afetadas pela adição do metal de solda empregado e pelo aporte térmico da energia de soldagem (Vasconcellos, 2010).

#### 3.4 SOLDAGEM POR FRICÇÃO COM PINO CONSUMÍVEL

A Soldagem por Fricção com Pino Consumível ou FHPP (FrictionHydro Pillar Processing) é uma técnica de soldagem que permite a união e reparo de trincas ou

defeitos em estruturas metálicas derivada da soldagem por fricção convencional desenvolvida no TWI da Inglaterra na década de 1990 (THOMAS et AL., 1997; CHLUDZINSKI, 2013). O processo consiste na rotação de um pino consumível com uma alta rotação em um furo pré-usinado na superfície a ser reparada sob aplicação de uma força axial, o contato de ambos gera calor pelo atrito e promove localmente e continuamente uma camada plastificada do pino e metal base permitindo a ligação metalúrgica dos materiais (THOMAS & NICHOLAS 1994; MEYER, 2002). O atrito decorrente da fricção do pino sob pressão na base promove energia para a remoção da camada de óxido e permite a aproximação em nível atômico para ocorrer a ligação química entre os atamos (MACHADO, 1996). Devido o aquecimento gerado e a força axial aplicada leva ao escoamento do material plastificado ao longo do plano de cisalhamento entre o consumível e o furo da base, o material excedente vai sendo expulso e formando a rebarba ao redor do pino (CHLUDZINSKI, 2013), chamado de flash, após determinado tempo ou deslocamento do pino o movimento de rotação é cessado e a força axial é mantida por um curto período de tempo para a etapa de forjamento, pois os processos de difusão prosseguem enquanto material lentamente resfria, ocorrendo recuperação e recristalização estática e um lento processo de fluência, onde as tensões internas são consideravelmente eliminadas (MATTEI, 2002). Ao final do processo o restante de material excedente do pino e flash são removidos. A sequência esquemática do processo é apresentada na Figura 3.23 e o a Figura 3.24 mostra o processamento de uma solda até a remoção do material excedente. Grande vantagem deste processo é a facilidade de ser automatizado, garantindo reprodutibilidade e qualidade da solda, aumentando a confiabilidade do processo assim como a redução do tempo de execução e custo (MEYER, 2002; ANDREWS & MITCHEEL, 1990).

Figura 3.23 - Ilustração esquemática das diferentes etapas de soldagem pelo processo FHPP.



Fonte: Adaptado (CHLUDZINSKI, 2012).





Fonte: (MEYER, 2002).

A temperatura estimada com uso de termopares na zona termomecanicamente afetada (ZTMA) para a soldagem por fricção ficam na faixa de 560 a 1200°C, mas dependem dos parâmetros de soldagem adotados e do tipo de processo. Observa-se que temperatura atingida está diretamente ligada à força axial aplicada, quanto menor a força maior o tempo de processamento fazendo aumentar a energia de soldagem e dando tempo de transferência de calor para a ZTMA (UNFRIED et al., 2008; UNFRIED et al., 2009). No trabalho de CHLUDZINSKI (2012), foram realizadas aquisições de temperaturas na ZTMA em diferentes posicionamentos da base em soldas produzidas pelo processo FHPP, com pino consumível de AISI 316L, variando a força axial aplicada durante a rotação. A figura 3.25 mostra os locais dos termopares acoplados e a as temperaturas máximas registradas para as condições de soldagem utilizadas no trabalho.

1 7	Força Aplicada (kN)	Ten	peratura	Máxima	(°C)
	Termopar	T1	T2	тз	Т4
	50	850	<mark>593</mark>	<mark>796</mark>	1053
	200	876	526	<mark>651</mark>	939
T1 0 T2 P	400	719	546	470	822

Figura 3.2 - Imagens mostrando a posição dos termopares e as temperaturas máximas observadas para as condições de soldagem pelo processo FHPP.

Fonte: (CHLUDZINSKI, 2013)

Nota-se que na soldagem por fricção há predominância da influência dos parâmetros de processo utilizados na qualidade final da junta soldada em relação as propriedades dos materiais. Admite-se que os parâmetros de processo podem ser divididos em Parâmetros Operacionais e Parâmetros Geométricos.

Os Parâmetros operacionais utilizados pra controlar o processo são os parâmetros possíveis de serem controlados pelo equipamento de soldagem. Os parâmetros geométricos são definidos como os perfis de projetados para do pino e furo da base, sendo o responsável pela geração de calor em relação a área de contato entre as superfícies. Os parâmetros de processo aliados ao projeto das geometrias influenciam consideravelmente a obtenção de uma junta com total preenchimento do furo e união metalúrgica. (MEYER, 2002; PAES, 2009; MATTEI, 2010; FIGUEIREDO, 2017).

Seguindo a maioria dos autores, dentre os parâmetros operacionais de soldagem, os de maior relevância são: velocidade de rotação (rpm), força axial, consumo do pino (burn-off) e a força de forjamento (recalque). Em seu trabalho, Ambroziak e Gul (2007) explicaram cada um deles, como segue:

Velocidade de Rotação (rpm): quando em altas velocidades de rotação ocorre o contato entre as asperezas das superfícies e ocasiona em polimento destas microrugosidades a qual é necessária para a soldagem das peças, quanto mais alta a velocidade de rotação maior a taxa de calor gerado e causando maior aquecimento. Baixas velocidades reduzem o tempo de aquecimento e aumentam as taxas podendo não

ser o suficiente para ocorrer a união dos materiais (AMBROZIAK E GUL 2007; CHLUDZINSKI, 2013).

**Força axial** (**N**): tem como função de manter o contato íntimo entre as superfícies, deve ser grande o suficiente para manter para auxiliar no fluxo do material plastificado, expulsando as impurezas e óxidos para o flash. Através da força axial temse o controle do gradiente de temperatura, altas forças reduzem a energia de soldagem ("heat input") e permitem uma soldagem mais rápida e baixas forças causam maior superaquecimento e geram maiores ZTAS (AMBROZIAK E GUL 2007; CHLUDZINSKI, 2013).

**Burn-Off** (**mm**): determinado como o comprimento do material do pino consumível durante o processado, a função deste parâmetro é preencher volumetricamente o furo da base com o material plastificado e deslocar as impurezas para a rebarba junto com o seu escoamento. A magnitude volumétrica do burn-off é controlada por cálculo matemático relacionando a velocidade de rotação junto com a força axial aplicada em função da geometria do pino e furo, determinando o valor de consumo necessário (AMBROZIAK E GUL 2007; CHLUDZINSKI, 2013).

**Força de forjamento** (**N**): definida como a força de igual ou maior magnitude que a força axial aplicada quando a rotação é cessada, é responsável por manter as superfícies em contato até o final do processo de soldagem por fricção auxilia a difusão atômica até a temperatura do processo diminuir, evitando trincas no resfriamento (AMBROZIAK E GUL 2007; CHLUDZINSKI, 2013)..

A Figura 3.26 apresenta um esquema mostrando o comportamento dos parâmetros operacionais de soldagem como se processam durante a soldagem por fricção com pino consumível junto com os períodos do processo: período de atrito, período de aquecimento, período de desaceleração (ou frenagem), e período de forjamento, conforme definido no trabalho de Meyer (2002).



Figura 3.26 - Ilustração esquemática dos parâmetros durante o processamento da soldagem por fricção com pino consumível (I: Atrito, II: Aquecimento, III: Desaceleração, IV: União).

O parâmetro geométrico atua diretamente na região de preenchimento do furo, a ausência de contato entre pino e furo causa um fluxo plástico inadequado podendo gerar descontinuidades na execução da solda e falta de união metalúrgica. Tais descontinuidades geralmente estão compreendidas no raio entre o fundo do furo e as paredes laterais. No estudo realizado por Pires et al.(PIRES et al, 2006) analisou-se a influência da geometria do furo do material base e do pino mantendo os parâmetros de processo, os autores avaliaram que ocorreu defeitos de descontinuidades na interface do raio entre o pino e o furo da base para algumas geometrias devido a falta de calor gerado no atrito. As geometrias que apresentaram melhor qualidade foram as soldas com perfil cônico (figura 3.27b), ou seja, com o raio de concordância mais "arredondado", tanto para o pino quanto o furo em relação os perfis com geometrias mais cilíndricas (figura 3.27a), e com maiores ângulos de aberturas entre o pino e o furo possibilitando o escoamento plástico do material em direção ao flash.

Figura 3.27 - Croqui mostrando o (a) perfil cilíndrico e o (b) perfil cônico.



Fonte: Adaptado (PIRES, 2007).

Lessa et al (Lessa et al, 2015) estudaram os parâmetros operacionais e a melhor geometria para soldagem em aço UNS S31803, pelo processo de pino consumível FHPP. Os autores analisaram as juntas soldadas após a união e constaram que perfis cônicos com raios mais abertos melhoraram o contato entre o pino e a base. A figura 3.28 mostra as micrografias das juntas soldadas na região do raio, os parâmetros adotados para a solda 3.28 (e) apresentou-se livre de defeitos e com boa união metalúrgica, sendo estes os parâmetros utilizados como estudo deste trabalho.

Figura 3.28 - Micrographs. a) The force 5 kN show incomplete. b) The force 10 kN show incomplete filling too. c) The force 18 kN show insufficient mixing. d) The force 25 kN show complete bonding.



Fonte: Adaptado (LESSA et al. 2016).

### 3.4.1 Friction Taper Stitch Welding (FTSW)

A Friction Taper Stitch Welding (FTSW) é uma proposta de processo inovador de soldagem por fricção, método derivado do processo de soldagem por fricção com pino consumível (Friction Hydro Pillar Process – FHPP). É um reparo pratico em estado sólido, usado quando um dano pontual progride até desenvolver um defeito planar no material, são utilizadas sobreposições de uma série de soldas por fricção, de modo a reparar defeitos planares e pode ser uma solução viável para reparar os defeitos propagados em maiores extensões, como por exemplo em cascos de navio, tanques de transporte de gases, plataformas offshore ou qualquer outras estruturas que aceite maiores dimensões de soldagens. Novamente, por não apresentar fusão, este processo de soldagem causa menores aportes térmicos na estrutura em relação aos métodos convencionais com fusão (UNFRIED at al. 2010; STEPHEN, 1994 ; ANDREWS, 1990; PAULY, 1999; THOMAS, 1997).

Os fatores que influenciam a qualidade da solda dependem principalmente da seleção adequada dos parâmetros básicos da soldagem por fricção, em seu trabalho, para este processo, os parâmetros operacionais e geométricos são definidos pela soldagem com pino consumível (FHPP). Em relação à sequência do processo de soldagem por FTSW é definido exclusivamente pela geometria do furo e pino (UNFRIED at al. 2010; YIN et al, 2015, ZANG et al, 2015). No trabalho de Zang et al, de 2015, foram produzidas soldas pelo processo FTSW subaquáticas em um aço carbono, o processo de fabricação foi realizado de forma intercalada, na primeira etapa os pinos foram soldados em furações com espaçamento de 24mm, na segunda etapa, foi colocado no meio das primeiras soldas com o mesmo espaçamento de 24mm na sequência mostrado na figura 3.29, e a figura 3.30 apresenta a análise macrográfica deste processo de soldagem na seção transversal da junta



Figura 3.29 - Desenho esquemático da sequência da soldagem do processo FTSW.

Fonte: (ZANG et al., 2015)

Figura 3.30 - Análise macrográfica da secção transversal da solda FTSW em aço carbono.



Fonte: (ZANG et al., 2015)

A qualidade da ligação da solda por fricção formada no processo FTSW passa a ter mais a uma variável, ou parâmetro: da distância entre os passos de soldagem, definida como passo de soldagem. Quanto mais próximos os passes de soldagens, maior será a influência do passe posterior (pino soldado na segunda etapa) sobre a região já soldada (Figueiredo, 2017), porem os efeitos nas transformações metalúrgicas de recuperação, recristalização e características microestruturais da junta soldada são diretamente ligadas às propriedades de difusão de calor do material e dos parâmetros de soldagem. As soldas objetos de estudo neste trabalho foram produzidas com passes intermitentes e sequenciais, conforme apresentado na figura 3.31.



Figura 3.31 - Desenho esquemático da sequência de soldagem de FTSW.

Fonte: (FIGUEIREDO, 2017)

A deformação gerada na junta pelo trabalho da deformação no processo de soldagem de fricção gera uma condição de maior energia interna do que o material não

deformado. Com as temperaturas mais altas alcançadas no processo de soldagem, o material sofre recuperação e reverte-se para uma condição livre de deformações, pois facilita a difusão atômica e a mobilidade das discordâncias, o encruamento e as deformações na rede cristalina são aniquiladas pela nucleação de novos grãos (DIETER, 1981). Normalmente os processos de recuperação e recristalização permitem que ocorram grandes níveis de deformaçõo no material, uma vez que as deformações são acompanhadas destes dois mecanismos (HELMAN e CETLIN, 2005), porém nos materiais bifásicos, como o aço inoxidável dúplex, o comportamento mecânico durante o processo de deformação termomecânico dependerá das características plásticas da austenita e da ferrita e do teor volumétrico de cada fase (REIS, 1999) relembrando que a fração volumétrica de ferrita tende a aumentar com a temperatura, enquanto que a da austenita tende a diminuir com incrementos de temperatura.

Saeid et al. (2010) estudaram a evolução da microestrutural na união de chapas com 2 mm de espessura em aço inoxidável dúplex SAF 2205 soldado pelo processo FSW (Friction Stir Welding) mantendo os mesmos parâmetros ao longo de todo o processo: velocidade de avanço de 20 mm/min e velocidade rotacional de 800 rpm. Através do método de análise por elétrons retroespalhados (EBSD), os autores verificaram refino na microestrutura sofrido nas regiões desenvolvidas na solda em comparação ao material base MB, porém é de suma importância perceber que a proporção entre as fases praticamente manteve-se inalterada conforme apresentado na tabela 3.9 os resultados de tamanho de grão médio e a fração volumétrica calculada de ferrita e austenita. A figura 3.32 apresenta as imagens obtidas por EBSD no Material Base (MB), na Zona de Mistura (ZM) e na Zona termomecanicamente afetada (ZTMA).





#### Fonte: (SAEID et al., 2010).

	MB	ZTMA (Lado de avanço)	ZM (Lado de avanço)
Tamanho de Grão Ferrita (um)	7,04	4,14	0,73
Tamanho de Grão Ferrita (um)	5,16	3,45	0,66
Fração volumétrica de Ferrita	51,5	54	51,5
Fração volumétrica de Austenita	48,5	46	48,5

Tabela 3.9 - Tamanho médio de grão e fração volumétrica de fases

Fonte: (SAEID et al., 2010).

Nos aços ao carbono, são formados pela ferrita diferentes constituintes microestruturais resultante da decomposição da austenita, que nucleiam e crescem por mecanismos diversos em função das condições de taxas de aquecimento e resfriamento e de trabalhos termomecânicos. Essas diferentes morfologias microestruturais que ocorrem na fase ferrita resultantes da decomposição da fase austenita podem ser classificadas a partir de um sistema proposto por Dubé e estendido por Aaronson, Enomoto e Lee, 2010 para os aços ao carbono, conforme apresentado na figura 3.33.

Figura 3.33 - Sistema de classificação morfológica de Dubé e estendido por Aaronson, Enomoto e Lee, 2010: (a) Alotriomórfica de contorno de grão (b) Placas laterais de Widmanstatenn primárias e secundárias (c) Estruturas serrilhadas de Widmanstätten primárias e secundárias (d) Idiomórfica (intragranular e em contorno de grão) (e) Placas intragranular de Widmanstatten (f) estrutura massiva.



Fonte: Adaptado (Aaronson, Enomoto e Lee, 2010).

#### **4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

#### 4.1 MATERIAL BASE

Neste trabalho foram utilizadas barras chatas para confecção de bases e barras redondas laminadas para confecção de pinos consumíveis, ambos em aço inoxidável duplex UNS S31803. A composição química e propriedades mecânicas destas barras, conforme certificados do material são apresentados, respectivamente, na Tabela 4.1 e na Tabela 4.2.

Tabela 4.1 - Composição química da liga SAF 2205 conforme certificado do fornecedor

Material	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо	Ni	Nb	Ti	W	Ν
UNS	≤0,03	≤1	≤2	≤0,03	≤0,02	21-	2,5-	4,5-	0,07	-	-	0,2-
S31803						23	3,5	6,5				0,8
	Fonte: Certificado de qualidade do fornecedor											
			Tabela	a 4.2 - Pr	opriedad	les mecân	icas da	liga SAF 2	2205			
Aço			Tensão de escoamento [MPa]		٦ ru	Tensão de ruptura [MPa]		Alongam (%)	nento		Dure Rock [HR	eza well C]
UNS S318	03		44	.8		700		25			3(	)

Fonte: Certificado de qualidade do fornecedor

#### 4.2 PROCESSOS DE SOLDAGEM

As soldas foram realizadas no Laboratório de Metalurgia Física (LAMEF) pelas técnicas de soldagem por fricção FHPP e FTSW. A máquina utilizada para processar a solda pode ser visualizada na figura 4.1. Este equipamento, chamado de MSA 50, é um equipamento desenvolvido no próprio LAMEF-UFRGS (Laboratório de Metalurgia Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul) e possui acionamento direto, força axial máxima 50 kN e 220 mm de curso, com motor elétrico acoplado de 32 kW de potência, rotação máxima de 8000 rpm, torque 50 Nm (a 200 bar) e podem ser realizados os controles de deslocamento, força axial e de rotação durante a soldagem,

Figura 4.1 - Máquina para processamento FHPP MSA 50 (a) projeto (b) máquina.



Fonte: Autor/LAMEF

Nas soldas FHPP e FTSW a base possui um furo de dimensões projetadas que irá ser preenchida pelo pino, que com certa rotação, força axial e dimensionamento, faz ocorrer a solda de reparo. A figura 4.2 apresenta a solda durante o processamento, onde pode ser visto o posicionamento do pino e da base.



Figura 4. 2 - Máquina para processamento FHPP MSA 50

Fonte: Autor/LAMEF

A confecção das bases através das barras retangulares, foram faceadas em fresa mecânica para corrigir o alinhamento e remover a carepa formada durante o tratamento

térmico de solubilização realizado pelo fornecedor após o forjamento e os pinos consumíveis confeccionados a partir das barras redondas, foram usinadas em torno mecânico para remoção da carepa e para atingir o diâmetro de 12 mm.

#### 4.3 PARÂMETROS - GEOMETRIAS DO PINO E FURO DA BASE

Baseado nos diversos estudo da literatura, com base na influência das geometrias e parâmetros de soldagem por fricção FHPP e FTSW, foram pré-definidos as geometrias e parâmetros, então alguns pré-testes foram feitos para o melhor ajuste dos parâmetros, como rotação, força axial, taxa de carregamento, mantendo fixo o burn off e geometrias. A descrição detalhada da determinação dos testes e parâmetros está documentada no estudo de Lessa et al., 2015.

Os parâmetros utilizados de operação considerados ótimos, estão listados na tabela 4.3, e na figura 4.3 estão apresentadas as informações de rotação, burn-off e força em relação ao tempo, obtidos durante o processamento da solda.

Parâmetros	Valor
Rotações por minuto	7.000 rpm
Força axial	25 kN
Consumo do pino (burn-off)	8 mm
Recalque (forjamento)	25 kN (por 15 segundos)
Taxa de carregamento	25 kN/s

n.

Fonte: Autor



Figura 4. 3 - Dados obtidos durante o processo de soldagem para união do pino com a base. Aquisição de dados do processo: rotação: 7000RPM, burn-off: 10mm, força: 25kN.

Após serem realizadas as soldas FHPP, foram realizadas as soldas FTSW, com os parâmetros operacionais e de geometria mantidos constantes em todos os experimentos. As geometrias dos pinos e das bases adotadas neste trabalho para as soldas FHPP e para as soldas FTSW estão apresentadas na figura 4.4.

Figura 4.4 - Geometria dos furos e pinos utilizados nas soldas FHPP e FTSW.



Na solda FTSW, o passo de soldagem (distância entre centro dos pinos) foi determinado em função do diâmetro superior do furo cônico. Neste trabalho os passos de soldagem foram de 1/3 D; 1/2 D; 3/4D. A figura 4.5 mostra um desenho esquemático das distâncias (passes de soldagem), quanto menor o passo de soldagem, menor a distância reparada no processo de soldagem e também, menor a distância entre as os eixos dos pinos.

Figura 4.5 - Geometria dos passos utilizadas nas soldas FTSW.



Fonte: Adaptado de (FIGUEIREDO, 2017).

# 4.4 AQUISIÇÃO DE TEMPERATURAS

Com o objetivo de monitorar as temperaturas durante o processo de soldagem FHPP, foram acoplados três termopares do tipo K não encapsulados, os termopares foram inseridos em furos usinados nas bases, onde cada ponta foi inserida em um furo e soldados com solda capacitiva, após foram preenchidos os furos com pasta térmica. Para a aquisição dos dados térmicos foi utilizado o Módulo condicionador de sinais marca Lynx modelo ADS050008W e o controlados Spider 8-30, de 600Hz, e plotados em gráficos com ajuda de software apropriado.

Os termopares foram dispostos conforme mostrados na representação da figura 4.6 (a), e denominados como TP1 o termopar que fica próximo à superfície superior da base, TP2 o que fica no centro da espessura da base e o TP3 o que fica próximo à

superfície inferior da base. A figura 4.6 (b) mostra a solda após o processamento com os locais onde os termopares foram acoplados.

Com o intuito de garantir o isolamento térmico durante a soldagem, e evitar que a estrutura da máquina não interferisse na extração de calor durante o processamento de soldagem, foi utilizada uma manta de fibra cerâmica (manta refratária) com especificações de 25 mm de espessura e densidade 64kg/m<sup>3</sup>, temperatura de trabalho 1200°C. Essa manta foi anexada entre a parte inferior da base a ser soldado e a superfície de contato da máquina de soldagem, conforme indicado na figura 4.6a (manta refratária).

Figura 4.6 - Imagem (a) mostrando a representação da disposição dos termopares acoplados e (b) solda após o processamento.



Fonte: Autor

### 4.5 CARACTERIZAÇÃO MACRO E MICROESTRUTURAL

Para caracterização metalúrgica de cada solda foi necessário realizar cortes na secção transversal da junta soldada a fim de preparar o corpo de prova, após isto, foram lixadas e polidas de acordo com procedimento de preparo metalográfico apropriado com o objetivo de realizar uma análise mais detalhada via Microscopia Otica, O microscópio ótico empregado para a visualização foi o Leica modelo DM 2500, com câmera digital MC170 HD acoplada e software *Leica Application Suite* para a aquisição das imagens. Para revelar a microestrutura, as amostras foram atacadas quimicamente por imersão em Behara modificado, solução de 10 ml de ácido clorídrico, 40 ml de água destilada, 1 g de bifluoreto de amônio e 0,5 g de metabissulfito de potássio.

As análises cobriram todas as zonas das juntas soldadas, mas por se tratar de uma união, houve um aprofundamento das análises das microestruturas próximas à zona de mistura entre o pino e base. Para ponderação quanto à qualidade da união realizada por atrito se fez a avaliação dos percentuais de fases α e γ e avaliação do espaçamento interaustenítico baseado com o procedimento descrito na norma ASTM E562-11 "Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systenatic Manual Point Count", que referencia a norma "ASTM E1245-03(2016) Pratice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent of Metals by Automatic Image Analysis", e seguindo a norma "ASTM A923-14 Standard Test Methods for Detecting Detrimental Intermetallic Phase in Duplex Austenitic/Ferritic Stainless Steels" recomendação prática "DNV-RP-F112, October 2008". Para efetuar as análises e cálculos foi utilizada a norma "E112-13 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size", que indica os critérios a serem adotados no projeto de aços inoxidáveis duplex para aplicação em dutos e equipamentos submarinos. A avaliação do percentual de fases intermetálicas e precipitados deletérios também seguiram a recomendação pratica "DNV-RP-F112, October 2008".

Uma análise microestrutural mais detalhada foi efetuada com o intuito de localizar fases intermetálicas presentes no material soldado. Para identificar as fases precipitadas e/ou intermetálicos, foi utilizado a técnica de Difração de Raios-X. Os difratogramas foram obtidos utilizando uma fonte de  $Cu(\alpha)$  e difratômetro da marca Phillips, modelo X´pert. As análises de DRX foram realizadas em um difratômetro PHILIPS® modelo X´ PERT MDP, equipado com monocromador de grafite e ânodo fixo, utilizando fonte de radiação CuK $\alpha$ . Para interpretação do difratograma foi utilizado o programa Philips High Score X'Pert e para ajuste assimétrico das curvas obtidas nas difrações foi utilizado o programa OriginPro 7.5.

#### 4.6 MAPA DE FASES POR EBSD

Para a análise por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) é necessário um acabamento superficial de forma que a superfície fique com aspecto especular, para isso, as amostras foram submetidas a um eletropolimento com uma solução de 80% de etanol, 12% de água destilada e 8% de ácido perclórico (vol%) a uma tensão de polimento de 35 V. Foram realizadas análises na matéria prima da base e do pino, e
também na região da face superior da ZTMA Recristalizada junto com a Interface da Solda após a soldagem além da região central do pino.

# 4.7 AVALIAÇÃO MECÂNICA

Para que sejam averiguadas as propriedades mecânicas da solda e constatar a sua ductilidade, foram utilizados os ensaios mecânicos de dobramento, de microdureza e de tração.

#### 4.7.1 Ensaio de dobramento

O ensaio de dobramento tem como principal objetivo confirmar a ductilidade da solda, os ensaios foram baseados na norma ASTM E190-08. Para sua execução, foi utilizada uma máquina eletromecânica marca Instron modelo 5585H, com cutelo e roletes nas dimensões mostradas na Figura 4.7. A taxa de deslocamento da máquina foi de 1 mm/min e o diâmetro do rolete superior utilizado para os ensaios foi de 15 mm.



Fonte: Norma (ASTM E190-08).

Onde:

D: Diâmetro dos roletes superiores (mm)

*L:* Largura do CP (mm)

*alfa:* Ângulo de dobramento*a:* espessura do CP*l:* distância entre os roletes de apoio

Os corpos de prova seguiram o modelo da norma ASTM A370, a figura 4.8 apresenta o desenho esquemático dos corpos de prova utilizados para a solda FHPP e a figura 4.9 apresenta o desenho esquemático para os corpos de prova utilizados para as soldas FTSW.



Fonte: Autor.

Figura 4. 9 - CP esquemático para ensaio de dobramento conforme da ASTM A370 solda FTSW. Corpo de prova



Fonte: Autor.

### 4.7.2 Ensaio de Microdureza

Foram realizados perfis de dureza em amostras da seção transversal utilizada para as análises macrograficas e micrográficas, perfilando através das zonas de soldagem. O objetivo dos perfis foi de mensurar a variação de microdureza das juntas soldadas. Estas medições foram feitas com o microdurômetro INSTRON Tukon 2100-B com indentador Vickers acoplado.

Os perfis de microdureza realizados nas amostras da seção transversal das soldas FHPP e FTSW 1-3D, 1-2D, 3-4D, foram obtidas ao longo da espessura, 4 mm abaixo da superfície, conforme a figura 4.11 (a) para a solda FHPP e figura 4.11 (b) para as soldas FTSW. Foram realizadas endentações igualmente distribuídas em intervalos de 0,2mm, com força aplicada de 0,3Kgf por tempo de 10s. O modelo de perfil utilizado no estudo teve como base estudos anteriores (CUI et al., 2014b; LESSA, 2011; MEYER, 2003).



Figura 4. 11 - Desenho esquemático de como foram feitos os perfis de microdureza nas soldas: (a) FHPP e (b) FTSW.

#### 4.7.3 Ensaio de Tração

A extração dos corpos de prova para ensaios de microtração foi no sentido horizontal na face transversal da solda, e o posicionamento para esta extração dos corpos de prova procurou-se manter as regiões de interesse dentro da área útil da amostra como critério para determinação da resistência à tração da solda, dessa forma, a posição de extração está deslocada em relação ao centro da junta de solda, conforme mostra a figura 4.12 para a solda FHPP e para as soldas FTSW.



Figura 4. 12 - Posição de extração dos corpos de prova para ensaios de microtração. horizontal deslocada do centro para solda FHPP e extração dos corpos de prova das soldas FTSW.

Fonte: Autor.

Os corpos de prova, analisados através do ensaio de microtração, tiveram as suas respectivas largura e espessura, mensurados com o auxílio de paquímetros digitais, para que fosse possível a obtenção da área útil da seção transversal de cada corpo de prova através do cálculo de área para seções retangulares. As dimensões do corpo de prova para ensaios de tração estão indicadas na figura 4.13.

Figura 4.13 - Dimensões do corpo de prova para ensaios de microtração.



Fonte: Autor.

Antes do início do ensaio, nos corpos de prova foram afixadas fitas retroreflexivas nos locais indicados na marcação do comprimento inicial, de forma que tornasse possível a leitura do alongamento de cada corpo de prova pelo extensômetro a laser, a marcação do comprimento inicial foi mensurada através de paquímetros digitais. Durante o ensaio os dados foram coletados com auxílio de um extensômetro a laser marca MTS, modelo LX500 acoplado ao ensaio para aquisição dos dados de deformação no CP. Os ensaios foram realizados em uma máquina MTS com uma célula de carga de 10KN acoplada, a velocidade de deslocamento da máquina foi de 0,375 mm/min e a base de medida (Lo) para determinação do alongamento foi de 25 mm. Os dados gerados durante o ensaio foram coletados e processados no software MTS Teststar IIs.

## 4.8 AVALIAÇÃO DE RESISTÊNCIA À CORROSÃO

A corrosão por pites é um tipo de corrosão localizada altamente destrutiva que ocorre nos aços inoxidáveis e suas ligas, normalmente nos locais expostos a meios aquosos, salinos ou com drenagem insuficiente. Além da estimativa inicial da resistência a formação de pites com base na composição química do material através dos ensaios de corrosão é comum a utilização do ensaio da perda de massa através da norma ASTM G48 método A, e da resistência ao pite das juntas soldadas com o ensaio de voltametria cíclica.

#### 4.8.1 Ensaio de Corrosão por Imersão (ASTM G48)

O ensaio de resistência à corrosão foi realizado de acordo com a norma ASTM G 48 que tem como objetivo a determinação da resistência à corrosão localizada (por pites) em ambientes oxidantes contendo cloretos. Os métodos sugeridos na norma permitem determinar o efeito dos elementos de liga do aço e de fases presentes no material, e também do tratamento térmico e do acabamento superficial em relação à resistência à corrosão. O "método A" de ensaio da norma ASTM G 48 sugere um procedimento para a determinação da resistência à corrosão localizada na imersão da amostra em uma solução de cloreto férrico (Fe3Cl).

Neste contexto, o aparato utilizado para os testes é apresentado na Figura 4.14. A temperatura desejada foi atingida com auxílio de uma manta térmica, a qual aquecia o copo de Becker de 1L e o acréscimo de temperatura foi monitorada com um termopar do modelo pt100, conectado à um software para aquisição de dados. Para a avaliação de perda de massa foi utilizado uma balança de precisão de 0,001g (mínimo). Por fim, foi

empregada para visualização das características dos pites (ou seja, profundidade, diâmetro, etc) uma lupa de baixo aumento (mínimo 20x), conforme sugerido na norma.



Figura 4. 14- Equipamento utilizado para o ensaio de corrosão por imersão.

Fonte: Autor.

#### 4.8.2 Ensaio de Voltametria Cíclica

Por fim, a avaliação do comportamento eletroquímico do material foi avaliado através de curvas de polarização potenciodinâmica cíclica em solução 3,5% NaCl (em peso) em temperatura ambiente, simulando o meio marinho utilizando uma célula eletroquímica padrão de três eletrodos: grade de platina como contra eletrodo, como eletrodo de referência foi utilizado um eletrodo prata-cloreto de prata e o "material em análise" como eletrodo de trabalho com área da superfície exposta de aproximadamente 0,5 cm<sup>2</sup>, todas as áreas foram medidas por análise de imagens para os cálculos de densidade de corrente. Os CPs utilizados foram extraídos das amostras soldadas por FHPP e FTSW, da face de topo na região que agrega a ZTMA Recristalizada e a lixa 600, atendendo a recomendação da norma ASTM G61. Os experimentos foram realizados em um potenciostato-galvanostato Aulotlab modelo 302 N, conforme apresentado na figura 3. 17, controlado pelo software Nova 1.4. com potencial de circuito aberto (OCP), monitorado por uma hora e a média dinâmica dos últimos 5 min

foi utilizada como potencial de referência para voltametria. Todas as polarizações potenciodinâmicas foram conduzidas com uma velocidade de varredura de 1 mV/s e iniciadas em 250 mV abaixo do potencial de circuito aberto, que foi previamente medido por 1h. A de reversão de corrente foi aplicado para inverter o sentido da varredura assim que a densidade de corrente alcançou aproximadamente 10<sup>-3</sup> A/cm2. O ensaio finalizou no potencial de 250mV abaixo do potencial de circuito aberto (OCP).

### **5 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

O resultado da composição química do AID UNS S31803 para os materiais do Pino e Base, está de acordo com os limites. A liga teve sua composição química medida por espectrometria de emissão ótica e no equipamento de marca Bruker, modelo Quantum Magellan, na matéria-prima dos pinos e das bases, os resultados das análises químicas é apresentado na tabela 5.1, discriminados por amostra e salientando-se que o resultado é a média de três análises efetuadas em cada amostra.

Tabela 5.1 - Composição química da liga UNS S31803 como recebida.

Materia I	С	Si	Mn	Ρ	S	Cr	Мо	Ni	Со	Cu	Nb	Ti	v	W	Ν
MB	0,0 2	0,5 2	1,6 5	0,0 2	0,00 3	22, 9	3,1 6	4,7 4	0,0 5	0,1 9	0,0 3	0,00 4	0,0 8	0,0 9	0, 2
Pino	0,0 3	0,5 7	1,4 5	0,0 2	0,00 3	23	2,7 2	5,0 9	0,0 4	0,0 8	0,0 3	0,00 4	0,0 7	0,0 9	0, 3

OBS.: Bal. Fe.

O PRE (Pitting Resistance Equivalent) de acordo com a composição química foi:

Pino: PRE = %Cr + (3,3%Mo + 0,5%W) + 16%N = 37,96

Base: PRE = %Cr + (3,3%Mo + 0,5%W) + 16%N = 39,08

A microestrutura típica do material da base "como recebido" (MB) é mostrada na figura 5.1 e a do material do pino é mostrado na figura 5.2 com ataque por imersão em Beraha modificado. O material da base apresentou microestrutura composta por uma matriz ferrítica (fase escura) alternada com ilhas de austenita (fase clara), sem orientação preferencial, típica de material forjado. O material do pino apresentou microestrutura composta por matriz de ferrita (fase escura) e com ilhas de austenita (fase clara) bandeadas no sentido de laminação, típica de material laminado.

Figura 5. 1 - Metalalografias do metal da base mostrando a microestrutura composta de matriz ferrítica com ilhas de austenita (Ataque: Beraha modificado).



Fonte: Autor.

Figura 5.2 - Metalografias mostrando a microestrutura do pino (à esquerda) seção longitudinal (à direita) seção transversal (Ataque: Beraha modificado).



Fonte: Autor.

## 5.1 PROCESSAMENTO E AQUISIÇÃO DO HISTÓRICO TÉRMICO

A descrição do ciclo térmico na soldagem por fricção é bastante complexa, considerando a dificuldade de se medir exatamente as temperaturas alcançadas na ZM sem que haja o comprometimento dos termopares, pois o processamento da solda inevitavelmente acarretaria na destruição destes. Com o intuito de conseguir a melhor aquisição das temperaturas, os termopares foram fixados na região adjacente à Interface da Solda, porém, ocorre uma diferença de temperatura entre a medida pelos termopares e a real temperatura na Interface de Solda, podendo desenvolver temperaturas ainda maiores no local de contato entre pino e base. Outra forte questão que interfere na exatidão das temperaturas refere-se à condutividade de calor do UNS S31803 apresenta um coeficiente de condutividade considerada baixa em relação aos aços ao carbono (k = 19 Wm-1K-1 e k = 53 Wm-1K-1, respectivamente), espera-se que a influência da distância dos termopares à face quente seja ainda maior. Levando em conta esta consideração, os dados térmicos obtidos não podem ser considerados como valores

absolutos, mas sim como a possibilidade de observar os picos de temperaturas e o comportamento dos ciclos térmico em locais muito próximos a Interface de Solda da junta. Os resultados dos ciclos térmicos dos termopares, TP1, TP2 e TP3 (conforme figura 4.6 a), estão apresentados na figura 5.3.



A maior temperatura registrada, de 908°C, ocorreu no termopar inferior, e considerando o tempo do processo entre o início da rotação do pino aplicando a força axial até a desaceleração da rotação do pino, de aproximadamente 6 segundos, gerando uma taxa de aquecimento de aproximadamente 170°C/s e taxa de resfriamento médio da base, após cessar a rotação, foi de 30 °C/s.

Os valores apresentados por Lippold e Kotecki, 2005, demonstram que para precipitação de fases secundárias, são necessário temperaturas acima de 300°C por tempos superiores a 3.000 segundos ou então temperaturas de 700°C por mais que 60 segundos. Considerando que o calor gerado pela soldagem por fricção é pequeno, e há rápida dissipação deste calor no material da base, confirmado pela taxa de resfriamento onde as temperaturas medidas não ultrapassam os 300°C por mais de 25 segundos, então

não se espera a observação de fases secundárias na junta soldada pelos processos de soldagens FHPP e FTSW, sendo considerados processos seguros na prevenção da formação de precipitados de fases secundárias em soldagem de aços UNS S31803.

# 5.2 ENSAIOS METALÚRGICOS

As juntas soldas, após processadas, apresentam as zonas típicas, identificadas em trabalhos anteriores de PAES; POPE, 2009 e LESSA, 2015. As diferentes morfologias da microestrutura ferrita resultantes da decomposição da austenita podem ser classificadas a partir de um sistema proposto por Dubé e estendido por Aaronson, Enomoto e Lee, 2010 para os aços carbono. Este estudo serviu de base para a análise de classificação dos constituintes das zonas da solda por fricção em aços inoxidáveis duplex, nos quais, a matriz é ferritica e a partir da decomposição dessa fase que ocorrem as formações austeníticas e precipitações intermetálicas. Um esquema das zonas da solda por fricção do tipo FHPP e FTSW estão apresentadas na figura 5.4.

Figura 5.4 - Esquema mostrando as zonas formadas para processo de soldagem FHPP e FTSW: Interface da Solda; ZTMA-Recristalizado: Zona Termomecanicamente Afetada Recristalizado; ZTA-Pino: Zona Termicamente Afetada no Pino; ZTMA-Pino: Zona Termomecanicamente Afetada no Pino; ZTMA-MB: Zona Termomecanicamente Afetada no Metal Base; ZTA-MB: Zona Termicamente



Afetada no Metal Base; Pino e Material Base.

Fonte: Autor.

A macrografia da figura 5.5 mostra a vista em corte da solda FHPP após o processo de soldagem e a remoção do pino em excesso. Nesta figura estão indicadas as regiões das análises metalográficas, tanto na face transversal quanto na de topo, referente aos locais que sofreram alterações microestruturais no processo de soldagem. Inicialmente já é possível destacar através da análise macrográfica da solda que não há uma zona fundida como acontece nos processos de soldagens a arco, fato esse esperado considerando que todas as temperaturas máximas registradas pelos termopares no processamento da solda por fricção são inferiores à temperatura necessária para fusão do AID.

Nas macrografias das soldas, tanto na seção transversal quanto na de topo, observa-se a presença do Pino Processado e do Metal da Base (MB), da Zona Termicamente Afetada na base e no pino (ZTA-MB e ZTA-Pino), uma Zona Termomecanicamente Afetada de tamanho bem inferior na base quando compara com a do pino (ZTMA-MB e ZTMA-Pino) e uma região entre as duas ZTMAs chamada de Zona Termomecanicamente Afetada Recristalizada (ZTMA-Recristalizada) - esta contendo também a interface de solda. Na região central do pino na solda, observa-se a presença de uma variação microestrutural (figura 5.10) decorrente da velocidade linear de rotação no entorno ao eixo central do pino ser nula ou quase nula.



Figura 5. 5 - Macrografia da amostra de solda FHPP com as demarcações com retângulos tracejados das regiões de análises microestruturais, tanto na seção transversal quanto na de topo. (Ataque: Behara modificado).

Fonte: Autor.

A figura 5.6 apresenta uma parte da seção transversal onde estão indicado as regiões que ocorrem transformações microestruturais após soldagem. Essas alterações ocorrem por consequência do gradiente de temperatura e da intensa deformação termoplástica decorrente do processo de fricção. Percorrem desde o material do pino processado, passando pela ZTA, ZTMA e ZTMA-recristalizado do pino e indo até a Interface de Solda. Mesma analogia ocorre no Material da Base iniciando no material inalterado da base até a interface de solda, passando pela ZTA, ZTMA e ZTMA-recristalizada da base, porém é verificado na microestrutura um maior tamanho de ZTMA do pino em comparação ao da base, provocado pelo processo de conformação termomecânica oriundos da produção da solda. Além disso, também se pode observar a diferença entre a microestrutura lamelar no sentido de laminação do pino e a

microestrutura típica de material forjado, sem alinhamento preferencial, no material da base.



Figura 5.6 - Metalografia mostrando as regiões na seção transversal da solda FHPP (Ataque:

Fonte: Autor.

A figura 5.7 mostra as a interface de solda e a transição entre as zonas da seção transversal com maiores detalhes. Nessa imagem é possível verificar as transformações que ocorrem na morfologia das fases ferrita e austenita ao longo diferentes regiões da solda. Ainda é possível perceber a ZTA do pino e da base, alterando seu aspecto original da estrutura duplex devido ao incremento da temperatura. Nota-se que quanto mais próximo da Interface de Solda, maior é a alteração microestrutural.

Figura 5.7 - Metalografia (à esquerda) obtida na região envolvendo a ZTMA-recristalizada e Interface de Solda e (à direita) a metalografia em maior detalhe mostrando a ausência de defeitos e união do pino com a base (Ataque: Beraha modificado).



Fonte: Autor.

A figura 5.8 mostra, em maiores detalhes, a zona transição entre a ZTMArecristalizada do pino e da base contendo a Interface de Solda, local que sofre os maiores gradientes de temperatura e de deformação plástica. Nesta região, a microestrutura da austenita apresenta morfologia Alotriomórfica de Contorno de Grão (1) e Idiomórfica (intragranular) (2), além de vários tipos Widmanstätten: Placas Laterais (3), Placas Intragranular, (4) e Estruturas serrilhadas (5), isso baseado no sistema propostas de Dubé e estendido por Aaronson, Enomoto e Lee, 2010. A matriz de ferrita apresenta microestrutura com morfologia equiaxial.

Figura 5. 8 - Metalografia da ZTMA-recristalizada juntamente com a Interface de Solda na seção trasnsversal mostrando as morfologias da austenita: Alotriomórfica de Contorno de Grão (1), Idiomórfica (intragranular) (2), Placas Laterais de Widmanstatenn (3), Placas Intragranular de Widamanstatten (4) e Estruturas serrilhadas Widamanstatten (5), e a matriz de ferrita com morfologia equiaxial (Ataque: Beraha modificado).



Fonte: Autor.

A figura 5.9(a) mostra a região de Interface de Solda entre o fundo do pino e a base, local onde acontece o primeiro contato de ambos no processamento da solda.

Na região do fundo do pino, entre a ligação da ponta do pino e a base, ocorre na ZTMA-recristalizada um intenso refinamento da microestrutura duplex provocado pela deformação plástica em altas temperaturas, promovendo, dessa forma, uma microestrutura austenítica de grãos equiaxiais bastante refinados, dispostos ao longo da matriz ferrítica, essa estrutura é denominada microduplex, mostrado na figura 5.9 (b). Esta região representa o exato momento em que a intensa deformação plástica gerou alto grau de encruamento e, por consequência, um grão ferrítico refinado com alta densidade de discordâncias com grande quantidade de contornos de grãos que geram sítios de nucleação favoráveis para a formação da austenita, então, da decomposição da ferrita gera essa estrutura microduplex no momento em que cessa a rotação e não há mais calor para continuar a evolução microestrutural.

À medida que nos afastamos da interface de solda do fundo do pino com a base, em direção à superfície do pino, notamos na figura 5.9(a) a ocorrência de uma longa ZTMA, e na figura 5.9(c) podemos observar que nesta zona há crescimento do percentual de ferrita devido ao processo de crescimento de grão causado pelo calor e a deformação mecânica gerados durante o processamento da solda.

Figura 5.9 – a) Metalografia mostrando a região de interface da solda da Ponta do Pino/Fundo do Furo, b) metalografia mostrando a formação de estrutura microduplex na região de Interface ponta do pino/fundo do furo em maior detalhe e C) a microestrutura composta por ilhas de austenita em matriz ferrítica na região da ZTMA do pino (Ataque: Beraha modificado).



Fonte: Autor.

À medida que nos aproximamos da região central do pino, na seção transversal, é possível verificar alterações que ocorrem na textura da microestrutura austenita/ ferrita. Percebe-se na figura 5.10 uma diferença morfológica da textura da microestrutura do pino passando de ilhas de austenita em matriz ferrítica sem alinhamento, para uma

textura alinhada e novamente chegando em uma microestrutura sem alinhamento, provocadas por conta das diferenças de rotação linear no pino. Na parte central onde a rotação fica zero ou praticamente zero, a microestrutura apresentou variação em relação as regiões adjacentes ao centro do pino, observamos que ocorre um sentido de alinhamento nas ilhas de austenita na matriz ferrítica, incidindo assim em uma linha de transição microestrutural.

Figura 5. 10 - Microestrutura da região central do pino na solda, onde observa-se a presença de uma variação microestrutural decorrente da velocidade linear de rotação no entorno ao eixo central do pino ser nula ou quase nula (Ataque: Beraha modificado).



Fonte: Autor.

A figura 5.11 apresenta a macrografia da seção de topo e uma parte desta seção em maior detalhe, onde estão demarcadas as zonas formadas após soldagem, iniciando no material do pino processado (designação Pino Processado foi utilizada para diferenciar o material do pino após a soldagem quando comparado ao pino do material originalmente recebido em barras laminadas, pois o pino após a soldagem possa ter sofrido alguma influência da difusão da temperatura), passando pela ZTA, ZTMA e ZTMA-recristalizado do pino e indo até a Interface de Solda, após passando pela ZTMA-recristalizada, ZTMA e ZTA da base. Pode-se observar que na região central do pino, não ocorreu alterações microestruturais devido o processo de soldagem quando comparada com a microestrutura do material de base do pino na seção transversal (figura 5.2).





A figura 5.12A mostra, em maior aumento, a transição microestrutural do material do pino até a ZTMA do pino. A figura 5.12B mostra, em maior aumento, a região da Interface de Solda com ZTMA-recristalizada do pino e da base. Já a figura 5.12C apresenta a transição microestrutural da ZTMA da base, passando pela ZTA e chegando até o material de base inalterado.

Figura 5. 12 - Metalografias mostrando (a) a região central do pino processado de topo (b) a região da ZTMA-recristalizada contendo a interface de solda e (c) a microestrutura do material de base de topo composta por ilhas de austenita em matriz ferrítica (Ataque: Beraha modificado).





A figura 5.13 mostra, com maiores detalhes, na seção de topo na região que envolve a ZTMA-recristalizada e Interface de Solda, local que sofre os maiores gradientes de temperatura e de deformação plástica. Nessa imagem é possível verificar as transformações que ocorrem na morfologia da ferrita e principalmente da austenita.

As microestruturas da austenita presente nessa zona apresenta morfologia Alotriomórfica de Contorno de Grão (1) e Idiomórfica (intragranular) (2), além de vários tipos Widmanstätten: Placas Laterais (3), Placas Intragranular, (4) e Estruturas serrilhadas (5), identificadas na figura 5.13., e a matriz de ferrita apresenta uma microestrutura com morfologia equiaxial.

Figura 5. 13. Metalografia da ZTMA-recristalizada juntamente com a Interface de Solda na face de topo mostrando as morfologias da austenita: Alotriomórfica de Contorno de Grão (1), Idiomórfica (intragranular) (2), Placas Laterais de Widmanstatenn (3), Placas Intragranular de Widamanstatten (4) e Estruturas serrilhadas Widamanstatten (5) e matriz de ferrita com morfologia equiaxial (Ataque: Beraha modificado).



Fonte: Autor.

Seguindo a mesma metodologia de análise macro e micrográfica das soldas FHPP, foram realizadas as análises macrográficas das soldas FTSW 1/3D, FTSW 1/2D e FTSW 3/4D. Também foi analisada a microestrutura, principalmente, em duas regiões específicas da união entre os pinos: uma na metade da altura do corpo de prova, e outra no raio da ponta dos pinos, regiões estas. Através das análises, constatou-se que não ocorreram alteração micro e macroestrutura, fato esse esperado, considerando que tanto os parâmetros de geometria quanto os parâmetros operacionais das soldagens foram mantidos constantes, apenas variando-se a distância entre os pinos, como já mencionado no procedimento experimental.

As figuras 5.15 e 5.16 apresentam respectivamente as metalografias na união entre os pinos na metade da altura do corpo de prova, e no raio da ponta dos pinos, regiões estas, demarcadas com retângulos tracejados na macrografia da solda FTSW 1/3D apresentada na figura 5.14.



Figura 5.15 - Metalografias da solda FTSW 1/3D mostrando (à esquerda) a união entre os pinos na metade da altura do corpo de prova e (à direita) a microestrutura na região em maior detalhe (Ataque: Beraha modificado).



Figura 5.16 - Metalografias da solda FTSW 1/3D mostrando (à esquerda) a união dos pinos no raio de concordância da ponta dos pinos e (à direita) a microestrutura na região em maior detalhe (Ataque: Beraha modificado).



Fonte: Autor.

As figuras 5.18 e 5.19 apresentam respectivamente as metalografias na união entre os pinos na metade da altura do corpo de prova, e no raio da ponta dos pinos, regiões estas, demarcadas com retângulos tracejados na macrografia da solda FTSW 1/2D apresentada na figura 5.17. A solda com passo 1/2D possui maior distância entre os pinos quando comparada com a solda de passo 1/3D, assim ela possui um maior rendimento de distância, porém a profundidade de defeito que ela pode reparar é menor, visto que a o limite de profundidade de reparo é na união entre o raio da ponta dos pinos.



Figura 5.17 - Macrografia da solda FTSW 1/2D mostrando com demarcação de retângulos pontilhados as regiões de análises microestruturais da união entre os pinos na metade da altura e da união entre os raios de concordância da ponta dos pinos. (Ataque: Beraha modificado).

Fonte: Autor.

Figura 5.18 - Metalografias da solda FTSW 1/2D mostrando (à esquerda) a união entre os pinos na metade da altura do corpo de prova e (à direita) a microestrutura na região em maior detalhe (Ataque: Beraha modificado).



Fonte: Autor.

Figura 5.19 - Metalografias da solda FTSW 1/2D mostrando (à esquerda) a união entre os pinos no raio de concordância da ponta dos pinos e (à direita) a microestrutura na região em maior detalhe (Ataque: Beraha modificado).



Fonte: Autor.

As figuras 5.21 e 5.21 apresentam respectivamente as metalografias na união entre os pinos na metade da altura do corpo de prova, e no raio da ponta dos pinos, regiões estas, demarcadas com retângulos tracejados na macrografia da solda FTSW 3/4D apresentada na figura 5.20. A solda com passo 3/4D possui a maior distância entre os pinos quando comparada com os outros passo de soldagem por FTSW, assim ela possui o maior rendimento em distância, porém a profundidade de defeito que ela pode reparar é consideravelmente menor que nos passos 1/3D e 1/2D, visto que a o limite de profundidade de reparo até na união entre o raio da ponta dos pinos.



Fonte: Autor.

Figura 5.21 - Metalografias da solda FTSW 3/4D mostrando (à esquerda) a união entre os pinos na metade da altura do corpo de prova e (à direita) a microestrutura na região em maior detalhe (Ataque: Beraha modificado).



Fonte: Autor.

Figura 5.22 - Metalografias da solda FTSW 3/4D mostrando (à esquerda) a união entre os pinos no raio de concordância da ponta dos pinos e (à direita) a microestrutura na região em maior detalhe (Ataque: Beraha modificado).



Fonte: Autor.

No projeto da geometria do furo e do pino é previsto um espaço entre as paredes laterais, por onde irá fluir o material aquecido e amolecido que irá formar o "flash" na superfície. Observando as macrografias da soldas, podemos notar que material que atrita na interface da solda, se deforma plasticamente em temperaturas altas e vai sendo empurrado para fora do furo para e forma a rebarba ("flash"), a qual foi removida, junto com excesso do pino, após o processamento da solda, ocorre, portanto, a exposição à maior temperatura na interface de solda e na região adjacente à essa: a ZTMA-recristalizada, e a exposição a essas altas temperaturas que geram o processo de ferritização.

Através das análises metalográficas pode-se observar que a maior deformação e calor gerado na ponta do pino/fundo do furo, propiciou a formação da microestrutura microduplex. Também podemos observar o que o processo de ferritização foi mais acentuado na ZTMA-recristalizada e que microestrutura do pino sofreu maior deformação e aquecimento, formando uma ZTMA maior a ZTMA da base, fato coerente, pois o pino possui menores dimensões que a base, assim dissipa menos calor, além de ser o pino quem faz a rotação e gera o calor durante o processamento da solda. Outro fato que pode ser observado através da análise metalográfica, é que a Interface de Solda, na ponta do pino com o fundo do furo, se torna praticamente uma linha de ligação e, na medida em que nos aproximamos do eixo central do pino, observamos nova transição na morfologia das fases, devido velocidade linear de rotação ser nula ou quase nula. Resumidamente, as soldas produzidas pelos processos FHPP e FTSW apresentaram microestruturas típicas de AIDs soldados, com boa união entre o pino e a base e não foram observados defeitos nas juntas produzidas.

# 5.3 QUANTIFICAÇÃO DE FASES FERRITA-AUSTENITA E ESPAÇAMENTO INTERAUSTENITICO

A quantificação das fases e o espaçamento interaustenitico foram realizados via microscopia ótica e, com auxílio do software de análise de imagens ImageJ®, as micrografias foram realizadas na escala binária e com cinco metalografias distintas para se obter um valor médio nos cálculos e o índice de confiança (%RA). Nos cálculos das frações de fases ferrita e austenita, foi mensurada a porcentagem da área ocupada pela fase ferrita em relação à área total da imagem.

Para o cálculo do espaçamento interaustenitico foi combinado uma imagem contendo linhas paralelas entre si com as metalografias binarizadas, conforme exemplificado na figura 5.23. Esta combinação entre as metalografias e as imagens com linhas permitiu obter o comprimento médio dos setores destas linhas que interceptam as lamelas de ferrita, ou seja, o espaçamento médio entre as ilhas de austenita (espaçamento interaustenitico). As análises foram confrontadas com o indicado pela recomendação técnica "Offshore Standard DNV-OS-F101, August 2012 - Sec.7 – Page 118, Item 408", que cita que o teor da fase ferrita no material base deve estar entre 35-55% em balanço com a Austenita e na região do metal soldado o teor da fase ferrita deve estar entre 30-65% em balanço com a Austenita e o espaçamento interaustenitico é considerado bom, quando não especificados pelo fabricante, se for menor que 30 micrômetros (Recommended Practice DNV-RP-F112, October 2008; Sec.7 – Page 16).

Figura 5.23 - Metalografia do material base com linhas sobrepostas (à esquerda) e imagem do resultado do espaçamento interaustenitico (à direita), o valor do espaçamento médio da análise desta



#### Fonte: Autor.

A Figura 5.24 mostra a microestrutura da base e as microestruturas do pino na seção longitudinal e transversal. Partindo do princípio que a fração em área permite equivaler à fração volumétrica das fases mensurou-se que a base apresenta média de 49,69% (%RA: 7,56) de ferrita e espaçamento interaustenítico de 25,76  $\mu$ m (%RA: 5,14), enquanto o pino apresenta na seção longitudinal média de 49,63% (%RA: 4,80) de ferrita e espaçamento interaustenítico de 31,54  $\mu$ m (%RA: 6,73) e na seção transversal média de 55,01% (%RA: 5,28) de ferrita e espaçamento interaustenítico de 24,43  $\mu$ m (%RA: 6,80).



Fonte: Autor.

Cada região da junta soldada também foi registrada com cinco metalografias distintas para que se obtivesse um valor médio nos cálculos. Foi necessário registro em diferentes magnificações por haver grande diferença no refinamento da microestrutura de cada zona. As quantificações de fases ferrita e o espaçamento interaustenitico foram realizadas para a solda FHPP na face transversal e de topo, a Figura 5.6 mostra a macragrafia da junta solda soldada com as regiões A, B e C nas quais foram realizados os cálculos na face transversal e as regiões (D e E) que foram realizados os calculo na face de topo.

### <u>REGIÃO A</u>

A análise da Região A, contendo a ZTMA-recristalizada e a interface da solda, figura 5.25, apresentou média de 68,49% (%RA: 8,85) de ferrita e espaçamento interaustenítico de 9,26  $\mu$ m (%RA: 7,38). A quantidade da fase  $\alpha$  apresentou percentual maior que no encontrado inicialmente no material da base, porém esta quantidade de fase e a precisão relativa (%RA) estão dentro dos níveis aceitáveis conforme o especificado pela DNV-RP-F112.



Figura 5.25 - Metalografia binarizada da Região A, representando a ZTMA-recristalizada contendo a interface de solda.

Fonte. Au

# <u>REGIÃO B</u>

A região B apresenta, além da região chamada de microduplex, a ZTMA do pino, assim a análise foi dividia em duas partes, uma contendo o microduplex (próximo da

interface de solda na ponta do pino) e outra na parte da ZTMA do pino, figura 5.26. O microduplex apresentou média de 57,93% (%RA: 7,83) de ferrita e espaçamento interaustenítico de 11,24  $\mu$ m (%RA: 6.36) e a parte da ZTMA do pino apresentou média de 69,95% (%RA: 5,76) de ferrita e espaçamento interaustenítico de 11,21  $\mu$ m (%RA: 3,78).



Fonte: Autor.

# REGIÃO C

Para a análise da Região C, foram mensurados os cálculos em duas partes, uma na linha central do pino onde a velocidade linear é zero e outra na parte adjacente a esta linha central, figura 5.27. A parte central apresentou média de 54,94% (%RA: 5,08) de ferrita e espaçamento interaustenítico de 27,18  $\mu$ m (%RA: 3,87) e a parte adjacente à linha central apresentou média de 62,81% (%RA: 2,11) de ferrita e espaçamento interaustenítico de 21,22  $\mu$ m (%RA: 6,65).

Figura 5.27 - Metalografias binarizadas da Região C, representando (à esquerda) linha central do pino onde a velocidade linear é zero e (à direita) parte adjacente a esta linha central.



## REGIÃO D e E

As análises da parte superior da solda, na face de topo, foram realizadas na parte central do pino processado (Região D) e, na região envolvendo as ZTMAs e a interface da solda (Região E), conforme apresentado na figura 5.28. Os valores mensurados dos cálculos na região D apresentou média de 48,14% (%RA: 7,54) de ferrita e espaçamento interaustenítico de 16,35  $\mu$ m (%RA: 3,48) e a Região E apresentou média de 71,43% (%RA: 8,15) de ferrita e espaçamento interaustenítico de 11,60  $\mu$ m (%RA: 11,45).



As análises mostraram uma proporção de  $\alpha$  balanceada com a  $\gamma$  e dentro da especificado nas recomendações técnicas citadas. Em conformidade ao que já foi discutido na revisão bibliográfica, taxas intermediárias de extração de calor, na faixa de50°C/s (Lippold e Kotechi 2005), resultam em um balanço equivalente de  $\alpha/\gamma$ , além

de uma boa tenacidade relativa nos AIDs, pois as propriedades mecânicas destes aços estão intrinsecamente ligadas à proporção entre as fases ferrita e austenita. De forma geral, teores de ferrita muito baixos levam à redução da resistência mecânica aumentando a susceptibilidade propagação de falhas por corrosão sob tensão, e, por outro lado pequenas proporções de austenita em matriz ferritica, promovem redução da tenacidade e resistência à corrosão localizada (MEINHARDT, 2013). Assim como nos processos de soldagem que envolve fusão, também já era esperado que na soldagem por fricção dos AIDs ocorresse a tendência à ferritização da junta soldada conforme observado nos resultados do percentual de ferrita nas Zonas geradas na solda, além de que quanto maior a taxa de resfriamento, maior é o percentual de ferrita resultante (Gunn, 2003), fato este demonstrado que o local que ocorreu a maior taxa de ferrita, de 71,43%, foi na região da ZTMA da ponta do pino, onde a extração de calor é a mais rápida, porém manteve valores muito próximos aos citados em normas e recomendações técnicas como sendo proporções adequadas para regiões soldadas.

As trincas nos AIDs geralmente se propagam em linha reta através da clivagem da fase ferrita. A propagação da trinca pode ser detida ou pode continuar a se propagar através da fase austenita dependendo do tamanho do tamanho do espaçamento entre as austenitas e o nível de tensão. Testes confirmam que todas as técnicas de fabricação, que tendem a diminuir o espaçamento interaustenitico (caminho livre de ferrita) são favoráveis à resistência à propagação de defeitos quando comparados aos materiais com um espaçamento grosseiro. O espaçamento interaustenitico é considerado bom se for menor que 30 micrômetros e estudos de análises de falhas mostraram que o fluxo negativo de grãos - quando os grãos de ferrita são orientadas perpendicularmente às tensões principais – diminui a susceptibilidade para propagação de trincas em AIDs (Norsok, 2004). As análises do espaçamento interaustenítico mostraram que houve uma redução do espaçamento  $\gamma$  quando se compara as regiões da solda com o material como recebido da base.

#### 5.4 MAPA DE FASES POR EBSD

O EBSD foi usado principalmente para determinar a proporção de limites de grão de alto ângulo (diferença de orientação superior a 15°) e também o tamanho de grão efetivo, como informação de segundo plano, obteve-se as proporções de ferrita/austenita. A amostra de EBSD foi colocada na câmara do microscópio eletrônico de varredura FEITM Quanta FEG 450 de alta resolução e, em seguida, inclinados para um ângulo de 70 ° em relação à horizontal em direção à câmera de coleta. Usando essa configuração, o controle de foco dinâmico foi ativado para manter a imagem inteira em foco para fins de coleta de dados. Os parâmetros de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) usados para EBSD foram os seguintes: tensão de aceleração de 20 kV, ampliação de 1000 x e distância de trabalho (WD) de 15 mm. A figura 5.6 indica as regiões analisadas via EBSD da solda FHPP na face de topo que ficará exposta ao meio após a remoção do pino no final do processo de soldagem. A região identificada como A: pino processado de topo; B: região da Interface da Solda envolvendo a região da ZTMA Recristalizada e a Interface de Solda; C: material base sem sofrer interferência da soldagem.

As figuras 5.29, 5.30 e 5.31 apresentam os resultados de proporção de fases ferrita e austenita e o tamanho de grão médio nestas fases, após realizado o ensaio por EBSD na região A, região B e região C, respectivamente.

Figura 5.29 - Imagem da região A, centro da solda no pino processado, (à esquerda) proporção de fases ferrita (54%)/austenita (46%) e (à direita) resultado análise EBSD para o tamanho de grão na fase ferrita: 19,1µm e na fase austenita: 13,4 µm.



Fonte: Autor.

Figura 5.30 - Imagem da região B, região da Interface da Solda envolvendo a ZTMA Recristalizada com a Interface de Solda, (à esquerda) proporção de fases ferrita (68,3%)/austenita (31,7%) e (à direita) resultado análise EBSD para o tamanho de grão na fase ferrita: 60,0µm e na fase austenita: 10,9µm.



Fonte: Autor.

Figura 5.31 - Imagem da região C, material base sem sofrer interferência da soldagem, (à esquerda) proporção de fases ferrita (52,1%)/austenita (47,9%) e (à direita) resultado análise EBSD para o tamanho de grão na fase ferrita: 57,1µm e na fase austenita: 32,7µm.



Fonte: Autor.

As análises por EBSD revelaram que o material da base como recebido continha 52,1% de fase austenita compreendendo grãos equiaxiais com tamanho médio de 32,7 µm, sobre uma matriz de ferrita com grãos de tamanho médio de 57,1 µm. A região da ZTMA-Recristalizada envolvendo a Interface da Solda ficou marcadamente modificada pela deformação termoplástica ocorrida durante o processamento da solda. Como um resultado de tal deformação termoplástica intensa associada com o calor gerado acarretou em transformações microestruturais e na quebra da microestrutura inicial recozida do material base e, além de redução do tamanho médio do grão na fase austenita.

Esta redução do tamanho de grão na fase austenita, presente na zona termomecânica está associada ao ciclo térmico experimentado neste local. Como

podemos ver na figura 5.32, no início do processo de soldagem, ocorre rapidamente um aquecimento até próxima a temperatura de 908 °C (temperatura máxima registrada no processo de soldagem através do termopar TP3), com isso, parte da austenita transforma-se em ferrita. Quando a rotação cessa, a temperatura reduz gradativamente e de forma mais lenta quando comparada ao aquecimento, propiciando o crescimento de grão ferrítico e também ocorrendo a nucleação de austenita a partir da ferrita e o posterior crescimento da austenita. Considerando o fato que a austenita está nucleando a partir da ferrita, terá menos tempo para o crescimento do grão desta fase.

Figura 5.32 - Diagrama pseudo-binário de liga Fe-Cr-Ni, contendo 70% de Fe mostrando a análise do ciclo térmico do termopar (TP3) em comparação com as transformações de fases que ocorrem durante o aquecimento e resfriamento do processo de soldagem FHPP.



Fonte: Adaptado de (LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

Também devemos considerar que as mudanças microestruturais nos metais altamente deformados acontecem de maneira a diminuir a energia armazenada na deformação, esta diminuição na energia se dá por mecanismos de rearranjo e eliminação de defeitos cristalinos (recuperação, recristalização e crescimento de grão), porém cada fase do material passará pelas mudanças microestruturais em momentos diferentes. Na maioria dos casos, a fase austenita suporta maiores taxas de encruamento durante a deformação plástica quando comparada com a fase ferrita (PADILHA e SICILIANO, 1996), pois a austenita além de ter um número maior de sistemas de escorregamento ativos também tem menor Energia de Defeito de Empilhamento (EDE) (VANDERMEER, 2005). Desta maneira, a fase ferrita, que apresenta menor taxa de encruamento, também terá menores taxas de recristalização em comparação à fase austenita, possuindo assim mais energia para redução de áreas totais de contornos de grão, ou seja: o crescimento do grão. Tanto o crescimento de grão quanto a recristalização são termicamente ativados, porém o potencial termodinâmico para o crescimento de grão é cerca de duas ordens de grandeza maior do que para a recristalização, então enquanto na austenita ainda está ocorrendo à recristalização (formação de subgrãos dos grãos deformados plasticamente) e posteriormente o crescimento destes (HORNBOGEN e KOSTER, 1978; KÖSTER, 1974; PADILHA e SICILIANO, 1996) a ferrita, no mesmo momento, já experimenta o crescimento do grão, apresentando assim maior tamanho de grão do que a austenita após a soldagem por fricção.

No seu trabalho, Chen, L. et. al. (2012), estudaram a influência de taxas de resfriamento na formação microestrutural de um AID. Simulando uma ZTA em amostras que foram aquecidas até 1350°C, mantidas por 2 segundos nessa temperatura e então resfriadas até 800°C, porém foram com taxas diferentes de resfriamento variando de 10 a 100°C/s. Os resultados demonstraram que a fase austenita nucleia a partir da matriz ferrítica e que o crescimento de grãos austeníticos, dispostos em forma de ilhas na matriz ferrítica, foi maior, nas menores taxas de resfriamento demonstrando que a ocorre a precipitação da austenita a partir da ferrita, e posteriormente ocorre o processo de nucleação e crescimento governado pela difusão, a qual necessita de calor para ocorrer. Dessa forma, a diminuição da taxa de resfriamento irá facilitar a difusão e propiciar o crescimento austenita transformada a partir da ferrita. Desta maneira, outro

fator que pode influenciar o menor tamanho do grão austenítico, causando diferenças na densidade de discordância, que são provenientes da diferença de resposta às deformações plásticas aplicadas, deve-se à questão que a fase austenita apresenta estruturas com a célula cristalina CFC (Cúbica de Face Centrada) as quais possuem maior fator de empacotamento e taxas difusionais menores quando comparada a fase ferrita que apresentam estruturas com célula cristalina CCC (Cúbica de Corpo Centrado).

Xu, 2008 e Santos, 2016, ainda sugerem que outros processos alternativos de mecanismos de recristalização e crescimento de grão também possam ocorrer durante a soldagem por fricção de aço inoxidável duplex, como, por exemplo, o efeito da "textura".

### 5.5 CARACTERIZAÇÃO DE FASES INTERMETÁLICAS

Os ciclos térmicos sofridos pelo material durante o processamento da soldagem podem propiciar a precipitação de fases intermetálicas. Através da aquisição das temperaturas e tempos de processamentos foi possível realizar o estudo do ciclo térmico sofrido pelo material. Para determinar a ocorrência destas fases foi realizada preparação de uma amostra da face do topo da solda, e baseando na metodologia indicada pela norma ASTM A923, método A, foi realizado, após a preparação da amostra, o ataque químico com solução de NaOH (40g de NaOH em 100ml de água destilada) a fim de detectar a precipitação de fases intermetálicas por análise em microscopia ótica e como critério de aceitação foi utilizado a DNV-RP-F112, August 2012 - Sec.7, página 118, Item 407, onde a análise para o material de base como recebido deve ser realizado com magnificação de 400X e o teor de fases intermetálicas deve ser menor que 1,0% (máx. 0,5% para cada fase intermetálica). Na região do metal soldado o teor de fases intermetálicas não é citado, e foi utilizado o mesmo critério que é sugerido para o metal sem solda. Toda a superfície da amostra (solda de topo) foi observada, a fim de detectar algum tipo de precipitado, apenas regiões entre à ZTMA Recristalizada e a ZTMA da base e ZTMA do pino apresentaram alguma fase secundária. A Figura 5.33 mostra a microestrutura das ZTMAs envolvendo a interface de solda, com os possíveis precipitados indicados nas regiões adjacentes às ZTMAs da base pino.
Figura 5.33 - Microestrutura das ZTMA Recristalizada envolvendo a Interface de Solda, com os possíveis precipitados indicados nas regiões adjacentes com as ZTMAs da base e pino.



Fonte: Autor.

Para a análise de quantificação de precipitados, foram realizadas imagens com magnificação de 400 vezes, porém a incidência da aparente precipitação de partículas de segunda fase foi pequena, tanto que, mesmo em maiores aumentos, como mostrado na Figura 5.34 (metalografias com magnificação de 1.000 vezes), não foi possível identificar de qual tipo de intermetálico se tratam. O método utilizado para obter os percentuais de precipitados intermetálico, foi através da análise por software ImageJ®,

utilizando a fração em área. A figura 5.34 apresenta o resultado do teor de precipitado registrados na Zona Termomecanimente Afetada da pino, local onde foi verificado o maior teor de fases intermetálicas.

Figura 5.34 - Análise do percentual em área de precipitados registrados interface da ZTMA Recristalizada e ZTMA da base



Fonte: Autor.

Os valores encontrados de intermetálico, 0,36% em área, estão abaixo do citado na DNV-RP-F112 para o material de base (0,5%). Em seu trabalho, Lessa, 2016, demonstrou através de simulação termodinâmica, a precipitação de fases intermetálicas previstas na soldagem FHPP: MnS, M23C6, fase  $\sigma$ , e a fase  $\chi$  (Fe36Cr12MolO) e, analisando os resultados de trabalhos já realizados, percebeu que ocorre maior possibilidade de formação de fase  $\sigma$  quando ocorre precipitação de intermetálicos, fase essa que mais prejudica a resistência à corrosão em meios contendo cloretos e além de influenciar negativamente a tenacidade do componente soldado (ESCRIBA et al., 2009; GUNN, 2003; TOTTEN, 2006).

Além das fases  $\sigma$ , o difratograma revelou a existência de Cr2N e  $\chi$ . Na revisão bibliográfica foi citado que os nitretos (Cr2N) atuam como pontos para formação de pites e afetam negativamente na resistência à corrosão localizada. Já em relação fase  $\chi$ , é difícil a sua diferenciação em comparação à fase  $\sigma$ , pois as duas fases provocam efeitos deletérios similares além de coexistirem simultaneamente, pois conforme citado na revisão bibliográfica, o mecanismo para crescimento da fase  $\sigma$  transcorre da formação de  $\chi$  que tem caráter "metaestável".

Para esclarecer a dúvida acerca da natureza dos precipitados, a região envolvendo a ZTMA-recristalizada com a Interface de Solda e as ZTMAs, foi observada através da técnica de difração de raios-X, figura 5.35, devido ao reduzido tamanho dos precipitados, esperava-se que pudesse ocorrer interferência da matriz nos resultados, já que as partículas analisadas são possivelmente menores que o volume necessário para efetivamente serem definidas pela técnica de raios-X, para isso reduziu-se o espectro de análise e aumentou-se o tempo de análise no intervalo angular de varredura em 2 $\theta$  de 35°-42°, com passo angular de 0,02°, tempo de contagem de 10 segundos por passo, e o ângulo de abertura da janela do feixe incidente (slits) de 1/2°, assim houve o entendimento que há presença dos intermetálicos (para real comprovação da formação dos precipitados, é necessário a formação de dois picos no difratograma): fase  $\sigma$ , Cr2N e a fase χ (Fe36Cr12MolO), conforme difratograma da figura 5.36. A precipitação de fase  $\sigma$  ocorreu em menor proporção relativa às fases precipitadas de Nitreto (Cr2N) e de  $\chi$ , as quais apresentaram praticamente mesmos teores. Esse teor menor de fase  $\sigma$  explica-se, pelo fato de a fase  $\chi$  ser metaestável e precipitar previamente a fase  $\sigma$  nos AIDs (ESCRIBA et al., 2009).



Fonte: Autor.



Figura 5.36 - Difratograma referente à amostra soldada por FHPP

Fonte: Autor.

Bravo et al., 2010, investigaram o efeito da precipitação de fases secundárias sobre a resistência a corrosão, observaram que estas reações de precipitações modificam drasticamente o balanço original do PRE localizado, por ser uma fase rica em cromo, subtraem este elemento de sua vizinhança, reduzindo a resistência à corrosão localizada. Além da precipitação de fases intermetálicas afetar, principalmente as propriedades de corrosão a localizada também afeta negativamente as outras propriedades mecânicas (POHL; STORZ; GLOGOWSKI, 2007). Apesar de ter se precipitado fases intermetálicas durante o processamento da soldagem, ainda assim o percentual (0,36% em área) está abaixo do esperado conforme a recomendação técnica DNV-RP-F112 para o material de base (0,5%). Para demonstrar que a solda possui boa qualidade em relação às suas propriedades referentes à corrosão, mesmo contendo precipitação de fases intermetálicas, foi testada através de ensaios normatizados para analisar a resistência à corrosão e ao pite.

# 5.6 AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO

A avalição da resistência à corrosão foi realizada pelo ensaio de imersão em cloreto férrico baseado na norma ASTM G48-11 e pelo ensaio de voltametria cíclica.

O estudo da resistência à corrosão realizado através do ensaio de imersão em cloreto férrico baseado na norma ASTM G48-2011, método A, usando como avaliação do resultado a perda de massa, as amostras foram submetidas ao ensaio realizado na faixa de temperatura de 20°C até 52°C seguindo as recomendações da norma e, de acordo com a mesma norma, a qual sugere a taxa de perda de massa mínimo de 0,0001 g/cm<sup>2</sup> (em relação à área exposta) para presença de pites, não ocorreram diferenças expressivas em relação aos seus pesos iniciais das amostras devido à alta resistência a corrosão da liga (também percebida através do PRE). A junta soldada foi aprovada em conformidade com a as sugestões baseadas na norma. No entanto, devido a alta resistência a corrosão da liga, então, decidiu-se extrapolar o ensaio para outras condições de temperatura e tempo mais severas, utilizando a temperatura de 70°C durante 24 horas. Assim, uma amostra foi ensaiada nesta condição, a figura 5.37 mostra a aparência superficial da amostra ensaiada, onde da corrosão localizada permitiu a entrada da solução em uma região subsuperficial do aço e ocorreu evolução para uma grande deterioração na região adjacente a toda interface de solda, envolvendo a região da ZTMA Recristalizada (local onde foram identificado maiores alterações na proporção de ferrita/austenita e também foram identificado algumas formações de precipitados de segunda fase) as ZTMAs e parte das ZTAS do pino e base.

Figura 5.37 - Imagem da face superior da amostra utilizada para o ensaio de imersão em Cloreto Férrico na temperatura de 70°C por 24horas.





Fonte: Autor

Com o resultado gerado na extrapolação da temperatura do ensaio baseado na norma ASTM G48-11, método A, observou-se na face de topo da solda (a qual fica exposta ao meio) que ocorreu maior degradação na região adjacente à Interface de Solda. Para melhor compreensão da resistência à corrosão, foi realizado o ensaio de Voltametria Cíclica, que é a técnica usada para obtenção da curva de polarização potenciodinâmicado material.

A figura 5.38 mostra as curvas de polarização potenciodinâmica obtidas para diferentes regiões da superfície de topo da junta soldada: FHPP (região envolvendo a ZTMA Recrsitalizadas com a Interface de Solda), Pino Processado (região central da solda) avaliadas em relação ao material como recebido do pino na seção transversal e material como recebido da base. Também foram avaliadas as superfícies de topo das soldas FTSW na região envolvendo a ZTMA Recristalizada com a Interface de Solda, no intuito de avaliar possíveis influências dos múltiplos passes de soldagem. A Figura 5.39 mostra as curvas de polarização para as soldas 1/3D, 1/2D e 3/4D.

Figura 5.38 - Imagem das curvas de polarização potenciodinâmica obtidas para o material da Base e do Pino trasnversal como recebido, do Pino processado (região central da solda FHPP) e da solda FHPP (região envolvendo a ZTMA-Recristalizada com a Interface de Solda).



Figura 5. 39 - Imagem das curvas de polarização potenciodinâmica obtidas para as soldas FTSW 1/3D, 1/2D e 3/4D.



#### Fonte: Autor.

Para obtenção dos valores de potencial de corrosão (Ecorr) e densidade de corrente de corrosão (icorr) foram realizadas extrapolações das retas de Tafel com auxílio do software NOVA 1.10 para cada região analisada e estes valores são apresentados na Tabela 5.2. Além disso, também foram encontrados os valores de resistência potencial de pite (E pite) e potencial de repassivação do pite (E repass).

	Tabela 5.2 - Resultados obtidos a partir das curvas de polarização.				
	E corr (mV)	E pite (mV)	i	E repass (mV)	
			corr(mA/cm <sup>2</sup> )		
MB	-192	918	-5,19	952	
Pino	-278	938	-5,09	960	
Transversal					
Pino Processado	-145	923	-4,96	951	
FHPP	-220	914	-5,41	928	
1/3D	-251	778	-5,83	881	
1/2D	-217	836	-5,14	897	
3/4D	-222	867	-5,52	938	

Fonte: Autor.

De maneira geral, o processo de soldagem por fricção e mistura mecânica não provocou alterações expressivas na resistência à corrosão da junta soldada em relação a seu ao material como recebido, fato que pode ser explicado pelo baixo aporte térmico característico do processo que não gera condições necessárias para formação de precipitação de fases secundárias além de também, manter boas proporções entre ferrita/austenita após o processamento da solda fatos esse constatados pela observação das análises metalúrgicas.

# 5.7 AVALIAÇÃO MECÂNICA

Buscando observar as propriedades mecânicas das juntas soldadas produzidas pelos processos de soldagem FHPP e FTSW foi necessário realizar ensaios para

determinar as características das propriedades físicas da solda a fim de se assegurar a qualidade do conjunto e o quão apto a união se encontra para executar suas funções.

### 5.7.1 Ensaio de dobramento

Buscando observar a ductilidade da região soldada e verificar se ouve boa união metalúrgica nos matérias soldados, foram realizados ensaios de dobramentos laterais nos corpos de prova das juntas soldas pelos processos FHPP e FTSW com passes de 1/3D, 1/2D e 3/4D. Neste ensaio, as amostras foram dobradas até o ângulo de 180° ou até que apresentasse um defeito visível (trinca), o ensaio foi realizado em duas etapas, onde a primeira etapa foi até o ângulo de aproximadamente 150° e a segunda etapa foi até o ângulo final de 180°, conforme mostrado na figura 5.40 (1ª e 2ª etapa).



Fonte: Autor.

A Figura 5.41 apresenta os resultados dos ensaios de dobramento lateral das amostras ensaiadas com ângulo de dobramento até 180°. Após o dobramento verificouse que não houve qualquer tipo de descontinuidade ou fissuras nas juntas soldadas e, dessa forma, o resultado permite afirmar que as soldas produziram uma união de qualidade em relação à ductilidade.



Figura 5.41 - Resultados obtidos a partir para as curvas de polarização.

Fonte: Autor.

### 5.7.2 Ensaio de microdureza

Considerando a importância de avaliar a microdureza, pois, indiretamente também se avalia a resistência mecânica do material nas diferentes zonas das juntas soldadas, indicando possíveis alterações microestruturais decorrentes do processo de soldagem por fricção. A forma de perfil utilizado para a análise teve como base estudos anteriores (MEYER, 2002; MACHADO, 2016; LESSA, 2016). As medições de microdurezas Vickers foram realizadas para os processos de soldagem FHPP e FTSW com passos 1/3D, 1/2D e 3/4D. A Figura 5.42 apresenta os resultados dos perfis de dureza Vickers mostrando também esquematicamente as regiões das amostras dos conjuntos soldados pelo processo fricção entre o pino e base, os valores de dureza estão apresentados em função da distância do centro das soldas produzidas.

Figura 5.42 - Resultados gráficos obtidos dos perfis de dureza Vickers para as amostras de solda FHPP, FTSW: 1/3D, 1/2D e 3/4D.





Fonte: Autor.

Analisando os gráficos de durezas é possível observar uma dureza média de 260 HV para o material da base (valore medido no material da base como recebido: 255HV) e valores variando na faixa de 235 até 317 HV na região da solda, com o resultado é possível notar que ocorreram pequenas variações de dureza nas diferentes regiões da solda, sendo evidenciada uma leve elevação nos valores do perfil de microdurezas nas regiões envolvendo a ZTMA-Recristalizada com a Interface de Solda e nas ZTMAs, isso decorreu em função da formação de austenita de Widmanstätten e do refinamento de grão ocorrido, principalmente, na fase austenita, conforme demonstrado na Figura 5.31 (análise de EBSD na região evolvendo a ZTMA Recristalizada e Interface de Solda), decorrentes do intenso processamento termomecânico gerado na soldagem.

Nas regiões centrais das soldas, local que tem como referência o material como recebido do pino laminado, observa-se uma oscilação de dureza, na faixa de 260HV até 290HV devido às modificações microestruturais presente nesta região após o processo de soldagem, em seu trabalho, Meyer, 2002, mostrou que essas variações de dureza ao longo da face transversal da solda por fricção são comuns. Como o aço inoxidável duplex não é endurecido por tratamento térmico, diferente dos aços carbono, não era

esperado um grande incremento de dureza ao longo dos perfis soldados e, apesar de extremamente refinada, a microestrutura nas regiões adjacentes à interface de solda, não apresentou dureza muito superior à apresentada pelo material da base e do pino como recebido. Outro fator que possivelmente auxiliou para a dureza ter se mantido com pequenas variações, decorre da proporção entre ferrita e austenita não ter sofrido grande alterações após o processamento da solda.

#### 5.7.3 Ensaio de tração

Os corpos de prova utilizados no ensaio de tração tiveram as suas respectivas largura e espessura, mensurados com o auxílio de paquímetros digitais, para que fosse possível a obtenção da área útil da seção transversal de cada corpo de prova através do cálculo de área para seções retangulares. A resistência à tração foi calculada dividindo a carga máxima pela área da seção reduzida do corpo de prova medido antes do ensaio. Como critério de aceitabilidade - segundo a norma ASTM E8/8M - o ensaio de tração para as soldas será considerado válido se:

• A fratura deve ocorrer dentro da região onde a seção é reduzida.

• A fratura não pode ocorrer a uma distância menor que duas vezes a largura da amostra com relação aos pontos de fixação da amostra.

• O limite de resistência à tração registrado no ensaio deve ser maior ou igual ao limite de resistência mínimo especificado para o material como recebido.

A figura 5.43 apresenta os resultados dos ensaios de tração dos corpos de prova do material da base como recebidos e dos corpos de prova das soldas FHPP e FTSW 1/3D, 1/2D e 3/4D. A tabela 5.3 apresenta os resultados numéricos de Limite de escoamento (Mpa), Limite de Resistência à Tração (MPa) e Alongamento (%), após o tratamento dos dados coletados durante a realização dos ensaios com as medidas obtidas dos corpos de prova.

Figura 5.43 - Resultados obtidos a partir para as curvas do ensaio de tração: tensão x deformação.



Fond. Autor.	Fonte:	Autor.
--------------	--------	--------

	Limite de escoamento [MPa]	Limite de Resistência à Tração [MPa]	Alongamento (%)
FHPP	567,99	713,29	21
1-3D	596,47	700,92	19
1-2D	570,72	710,356	14
3-4D	566,52	699,17	22
MB	519,27	681,37	36
		Fonte: Autor.	

O conjunto de corpos de tração ensaiados para as condições soldadas não apresentaram dispersão dos resultados observáveis no gráfico Tensão x Deformação conforme apresentado na figura 5.43, porém, em comparação ao resultado dos ensaios de tração dos corpos de prova do material como recebido da base, é possível verificar um menor percentual de alongamento nos corpos de prova com das soldas. A figura 5.44 apresenta as macrografias obtidas dos corpos de prova, após o ensaio de tração, mostrando o local onde romperam.

Figura 5.44 - Corpos de prova rompidos após ensaios de microtração. a) MB ; b) FHPP c) FTSW passo 1/3D;.



Fonte: Autor.

Em uma análise do local de fratura dos ensaios nos corpos de prova com soldados, conforme apresentado na figura 5.44, é notado que todas as rupturas ocorreram próximo a região central do pino, distante da interface de solda. Neste local a velocidade de rotação linear é nula ou quase nula, causando uma mudança na orientação microestrutural e esta linha onde acontece alteração da microestrutura propicia a propagação de trincas. Como as trincas se propagam por clivagem em linha reta na fase ferrita, e a propagação é dificultada quando intercepta a austenita, pois esta fase possuir significativamente maior tenacidade que a ferrita, então, devido a mudança microestrutural presente na região central da solda, gera um livre caminho ocorrendo a propagação seguindo a orientação microestrutural na linha da interface, figura 5.46, e assim a propagação da fratura não foi dificultada pela austenita, reduzindo o alongamento.

Figura 5.45 - Local de extração do corpo de prova das soldas. Região central do pino, onde ocorreram as fraturas, apresenta rotação linear zero.



Fonte: Autor.

Figura 5.46- Metalografia da fratura do corpo de prova do ensaio de tração: mostrando (à esquerda) o local onde a orientação microestrutural está em sentido paralelo à propagação da trinca e (à direita) a microestrutura orientada em sentido perpendicular à propagação da trinca.



Fonte: Autor.

Já o material de base, que rompeu na região central do corpo de prova, e obteve maior alongamento devido à morfologia da microestrutura do material ser bem homogênea, com uma matriz ferrítica e ilhas austeníticas em iguais proporções (50/50%) distribuídas de forma que auxilie a deter a propagação da trinca. Também fica

evidenciado na figura 5.47 que o corpo de prova do material de base apresentou fratura do tipo "taça-cone", típica em fraturas dúcteis. Também se observa através dos resultados obtidos nos ensaios de tração, que o limite de escoamento para a soldagem manteve-se praticamente igual para a solda por fricção e o material de base como recebido, característica mantida do material como recebido.



Fonte: Autor.

Analisando os resultados obtidos nos ensaios de tração, observa-se que o alongamento foi inferior nos corpos de prova da solda por fricção em comparação ao material como recebido da base, já o limite de resistência à tração teve um pequeno acréscimo nas soldas por fricção, isto pode ser atribuído à redução do tamanho de grão da fase austenita na região adjacente à Interface de Solda contida na ZTMA-Recristalizada, porém, não interferiu na qualidade mecânica da solda.

## 6 CONCLUSÕES

O objetivo deste trabalho foi fornecer análises e resultados a respeito de reparos através da aplicação do processo de Soldagem Friction Hydro Pillar Processing (FHPP), aplicados em chapas de aços inoxidável duplex AID UNS S31803, e de forma similar, houve um estudo com o processo de Soldagem de Costura Friction Taper Stitch Welding (FTSW), onde foram utilizados os mesmos parâmetros geométricos do pino e do furo da base e também os mesmos parâmetros operacionais. Através dos resultados dos ensaios realizados foi possível obter as seguintes conclusões:

Os parâmetros geométricos utilizados em conjunto com os parâmetros operacionais: Rotações por minuto: 7.000 rpm; Força axial: 25 kN; Consumo do pino (burn-off): 8 mm; Recalque (forjamento): 25 kN (por 15 segundos) e Taxa de carregamento: 25 kN/s, produziram soldas com boa união e sem defeitos.

- A maior temperatura registrada ocorreu no termopar posicionado na parte inferior da base, atingindo a temperatura de 908°C. Considerando o tempo do processo entre o início da rotação do pino aplicando a força axial até a desaceleração da rotação do pino, foi de aproximadamente 6 segundos, e gerou uma taxa de aquecimento de 170°C/s e taxa de resfriamento médio de 30 °C/s, demonstrando desta forma que calor gerado na soldagem pelos processos FHPP e FTSW foi inferior aos citados na literatura para a precipitação de fases deletérias na junta soldada, assim, sendo considerados processos seguros na prevenção da formação de precipitados de intermetálicos em soldagem de aços UNS S31803.

- Nas juntas soldas pelos processos FHPP e FTSW não foram observados defeitos nas juntas produzidas, apresentaram boa união entre o pino e a base e além de microestruturas típicas de AIDs soldados e zonas coerentes com as identificadas em trabalhos realizados anteriormente.  Através das análises metalográficas pode-se observar que a maior deformação e calor gerado na ponta do pino, propiciou a formação da microestrutura microduplex.
 Também podemos observar que o processo de ferritização foi mais acentuado na ZTMA-recristalizada e que microestrutura do pino sofreu maior deformação e aquecimento, formando uma ZTMA de maior dimensão que a ZTMA da base.

- A Interface de Solda na ponta do pino com o fundo do furo, se torna praticamente uma linha de ligação e na medida que nos aproximamos do eixo central do pino, observamos nova transição na morfologia das fases, devido velocidade linear de rotação ser nula ou quase nula.

- As análises de percentual de fases mostraram uma proporção balanceada de  $\alpha$  com  $\gamma$  e em concordância com o especificado nas recomendações técnicas, porém, assim como nos processos de soldagem que envolve fusão, já era esperado que na soldagem por fricção dos AIDs ocorresse a tendência à ferritização em algumas zonas da junta, conforme observado nos resultados do percentual de ferrita nas zonas geradas da solda. O resultado de espaçamento interaustenítico apresentou valores abaixo de 30um, demonstrando que a soldagem pelos processos FHPP e FTSW mantem uma dispersão da microestrutura duplex, dificultando a propagação de fraturas.

- Através das análises por EBSD, observou-se que o material da base como recebido continha matriz de ferrita com grãos de tamanho médio de 57,1  $\mu$ m e 51,9% de fase austenita, esta apresentando grãos equiaxiais com tamanho médio de 32,7  $\mu$ m. A região da ZTMA-Recristalizada envolvendo a Interface da Solda, após o processo de soldagem, ficou marcadamente modificada pela deformação termoplástica. Como um resultado de tal deformação plástica intensa associada com o calor gerado acarretou transformações microestruturais e na quebra da microestrutura inicial recozida do material base, além de redução do tamanho médio do grão na fase austenita. Esta redução do tamanho de grão na fase austenita, presente na zona termomecânica está associada ao ciclo térmico experimentado neste local.

- O difratograma da análise de raio-X demonstrou que ocorreu a precipitação de Cr2N e  $\chi$ , porém pela análise de quantificação de precipitados foi possível estimar que os valores encontrados de intermetálico, 0,36% em área, estão abaixo do citado na DNV-RP-F112 e.

- O estudo da resistência à corrosão realizado através do ensaio de imersão em cloreto férrico baseado na norma ASTM G48-2011, método A, e pelo ensaio de voltametria cíclica demonstrou que, de maneira geral, o processo de soldagem por fricção FHPP e FTSW não provocaram alterações expressivas na resistência à corrosão da junta soldada, mantendo o potencial de corrosão (Ecorr) e a densidade de corrente de corrosão (icorr) muito próximo aos valores do material como recebido.

- Após o dobramento verificou-se que não houve qualquer tipo de descontinuidade ou fissuras nas juntas soldadas e, dessa forma, o resultado permite afirmar que os parâmetros utilizados nas soldas produziram pelos processos FHPP e FTSW produziram uma união de qualidade em relação à ductilidade.

- Através do ensaio de durezas foi possível observar uma dureza média de 260 HV para o material da base e valores variando na faixa de 235 até 317 HV na região soldada. Através deste ensaio, foi possível notar pequenas variações de dureza ao longo das zonas da solda, sendo evidenciada uma leve elevação nos valores do perfil de microdurezas nas regiões envolvendo a ZTMA-Recristalizada com a Interface de Solda e as ZTMAs, isso ocorreu em função da formação de austenita de Widmanstätten e pelo refinamento de grão na fase austenita, conforme demonstrado nos resultados de EBSD da ZTMA-Recristalizada e Interface de Solda, decorrentes do intenso processo termomecânico gerado na soldagem.

- Os ensaios de tração das soldadas FHPP e FTSW não apresentaram dispersão nos resultados de limite de escoamento quando comparado ao material base sem solda, porém foi possível verificar que ocorreu uma queda no alongamento dos corpos de prova solda. Em uma análise do local de fratura nos corpos de prova de tração com solda, notou-se que todas as fraturas ocorreram na região central do pino, local onde a velocidade de rotação linear é nula - ou quase nula - causando uma mudança na orientação microestrutural, e assim propiciando a propagação da fratura na interface de transição da orientação microestrutural, o que não interfere na qualidade mecânica da solda.

Diante de todas as averiguações sobre o material soldado e parâmetros utilizados neste estudo, houve a comprovação da possibilidade de utilização dos processos FHPP e FTSW serem mais um processo com potencial para ser utilizado na manutenção de estruturas de petróleo e gás, papel e celulose, farmacêutica e demais indústrias químicas. Em resumo, ao qualificar ambos os processos de soldagem, FHPP e FTSW com passes variados de soldagem, verificou-se que os processos atendem as necessidades para reparar estruturas que utilizem o AID UNS S31803.

### 7 TRABALHOS FUTUROS

Com os resultados das investigações realizadas neste trabalho, é possível sugerir aos trabalhos de pesquisa posteriores a este o seguinte:

- Buscar melhores maneiras de qualificar mecanicamente a soldagem por fricção, pois ainda não existem ensaios padronizados para este processo em aços inoxidáveis duplex, e o que existe acaba sendo uma adaptação dos ensaios utilizados nos processos convencionais;
- Desenvolver uma normatização para análises em solda por fricção nos aços inoxidáveis duplex, pois ainda se carece de ensaios para qualificar variações nos parâmetros de soldagem;
- Testar outros parâmetros de processamento e verificar a influência das variações dos parâmetros na energia de soldagem e sua influência na qualidade da junta produzida em aço AID's.
- Avançar nos estudos referentes ao aporte térmico envolvido no processamento, principalmente nas regiões mais próxima à Interface de Solda;
- ✓ Averiguar demais aços inoxidáveis de larga utilização em estruturas petroquímicas a possibilidade utilizar as soldagens FHPP e FTSW nestes aços;
- ✓ Avançar nos estudos do método FTSW, dessa forma poderia aumentar a possibilidade de restaurar descontinuidades de qualquer tamanho, tornando a soldagem FTSW um método concorrente no mercado.

# 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AARONSON H. I., ENOMOTO M., LEE J. K. Mechanisms of Diffusional Phase Transformations in Metals and Alloys. 1st Edition. 2010. 685 pages. CRC Press. eBook ISBN 9781439882535.
- ANDREWS, R. E.; MITCHELL, J. S. Underwater repair by friction stitch welding. **Metals** and Materials, v. 6, n. 12, p. 796-7, Dec. 1990.
- ARMAS, S. D.; MOREUIL, I. A. **Duplex stainless steels**. London: John Wiley and Sons, 2009.
- ASM INTERNATIONAL. Stainless Steels: Specialty Handbook. Ed. Davis & Associates, 285p, 1994.
- ASM SPECIALTY HANDBOO. Stainless Steels. 1. ed. Ohio: ASM International, 1994.
- ASM HANDBOOK VOLUME 1. Properties and Selection. Irons, Steels and High Performance Alloys. ASM International, 1993.

ASM HANDBOOK VOLUME 13. Corrosion. ASM International, 2005.

- ASTM G48-11 Standard Test Method for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution. (Reaproved 2015).
- ASTM A923-14. Standard Test Methods for Detecting Detrimental Intermetallic Phase in Duplex Austenitic/Ferritic Stainless Steels, 2014.
- ASTM E1245-03 (2016). Pratice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent of Metals by Automatic Image Analysis, [s.d.].
- ASTM E562-11. Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count, [s.d.].
- ASTM E8/E8M-13A. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, [s.d.].

- ASTM E112-13. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013, [s.d.].
- ASTM G61–86-14. Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron-, Nickel-, or Cobalt-Based Alloys, 2014.
- ASTM G48-11(2015). Standard Test Methods for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015.
- ATAMERT, S., KING, J. Super duplex stainless steels part 1 heat affected zone microstructures. **Materials Science and Technology**, v. 8, pp. 896–911, 1992.
- BRAVO, I. M. ET AL. Evolución Microestructural de um Acero Inoxidable Superdúplex Bajo Ciclos Térmicos de Corts Duración. Soldagem & Inspeção, Vol. 15, No. 3, p.242-249, Jul/Set. São Paulo, 2010.
- BRINATTI, A. M. Uso de espectroscopia e difração de raios X aplicadas à caracterização mineralógica de solos. (Tese de Doutorado) Instituto de Física de São Carlos -Departamento de Física e Informática, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2001.
- BSSA. Introduction to Stainless Steel. British Stainless Steel Association. 2001.
- CHARLES, J. Duplex stainless steels, a review after DSS'07 in Grado. Metallurgical Research & Technology, vol. 105, p. 155 171, 2008.
- CHARLES, J. Past, present and future of duplex stainless steels. Duplex Conference, Grado, Italy. Anais.2007 Disponível em: <a href="http://worldstainless.steel-sci.org/NR/rdonlyres/850A3BA9-9175-43B4-B729-12245A164C3A/3330/Pastpresentandfutureoftheduplexstainlesssteels.pdf">http://worldstainless.steelsci.org/NR/rdonlyres/850A3BA9-9175-43B4-B729-12245A164C3A/3330/Pastpresentandfutureoftheduplexstainlesssteels.pdf</a>>. Acesso em: 27 maio. 2017
- CHEN, T.H.; WENG, K.L.; YANG, J.R. The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel.
   Materials Science and Engeneering A, vol. 338, pp. 259-270, 2002.
- CHEN, T.H.; YANG, J.R. Effects of solution treatment and continuous cooling on σ- phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel. Materials Science and Engineering A, vol. 311, p. 28-41, 2001.

- CHLUDZINSKI, M. Avaliação da tenacidade à fratura em juntas soldadas por fricção com pino consumível. (Tese de Doutorado), Programa de Pós Graduação de Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Escola de Engenharia Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2013
- CHLUDZINSKI, M. et al. Fracture toughness of Friction Hydro-Pillar Processing welding in C-Mn steel, **Materials and Design**, vol. 33, p. 340-344, 2012.
- COLPAERT, H. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**. 4a ed. Brasil: Blucher, 2008.
- Departamento de Engenharia de Aplicação, 2016. (info.welding@voestalpine.com) Disponível em: <a href="https://docplayer.com.br/8267671-Soldagem-de-componentes-em-aco-inoxidavel-duplex-e-superduplex-aplicados-nos-modulos-de-plataforma-de-petroleo.html#show\_full\_text>. Acesso em: 19 novembro de 2016..
- DIETER, G.E. Metalurgia Mecanica. 2 ed. Guanabara Dois, 202-209 p, 1981.
- DNV-RP-F112. Recommended Practice, DNV-RP-F112: Design of Duplex Stainless Steel Subsea Equipment Exposed to Cathodic Protection, October 2008.
- DUPOIRON, F.; AUDOUARD, J. P. "Duplex stainless steel: a high mechanical properties stainless steels family"; Scandinavian Journal of Metallurgy. v. 25, p. 95 102, 1992.
- ESCRIBA, D.M; MATERNA-MORRIS, E.; PLAUT, R.L.; PADILHA, A.F. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. **Materials Characterization**, vol. 60, pp. 1214-1219, 2009.
- FIGUEIREDO, A. P. Caracterização microestrutural e mecânica de juntas soldadas pelo processo de soldagem por fricção com pino consumível (SFPC) e solda de costura por fricção (SCF) em aço inoxidável duplex UNS S31803. (Tese de Doutorado), Programa de Pós Graduação de Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Escola de Engenharia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2017.
- FONTES, T. F. Efeito da fase alfa linha nas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão do aço inxidável duplex UR 52N+. 93 f. (Dissertação de Mestrado). Instituto de Pesquisas Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

- GOOCH, T. G. Welding New Stainless Steels for the Oil and Gas Industry. **Corrosion** (NACE), 55th Annual Conference and Exposition, Orlando, USA, 2000.
- GOMES, E.S.P.; VIÑAS, J.B.; VATAVUK, J. Aços inoxidáveis duplex propriedades e aplicações na indústria química. In: Proc. Congresso de Automação e Equipamentso da Indústria Química, ABIQUIM, São Paulo, 1999.
- GUNN, R.N. Duplex Stainless Steels: Microstructure, properties and applications. **Woodhead Publishing**, 1997.
- GUNN, R.N, Duplex Stainless Steels. Microstructure, properties and applications, Cambridge-UK, Elsevier, Abington Publishing, 2003
- HELMAN H.; CETLIN, P. R. Fundamentos da Conformação Mecânica dos Metais. 2 ed. São Paulo, Artliber, 2005.
- HORNBOGEN E.; KÖSTER U. **Recrystallization of two-phase alloys.** In: HAESSNER F, Editor. Recrystalization of metallic materials. Stuttgart: Dr. Riederer Verlag; 1978. p. 159-194.
- INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION. Practical Guidelines for the fabrication of Duplex Stainless Steels. 2<sup>a</sup>. ed. London: International Molybdenum Association, 2009. 64 p.
- JONES, D. A. Principles and prevention of corrosion. Prentice Hall, v. 2, 1996.
- KAHN, H. Difração de Raios X, 2000. 18 p. Disponível em <a href="http://www.angelfire.com/crazy3/qfl2308/1\_multipart\_xF8FF\_2\_DIFRACAO.pdf">http://www.angelfire.com/crazy3/qfl2308/1\_multipart\_xF8FF\_2\_DIFRACAO.pdf</a>>. Acesso em: 2 de setembro de 2017.
- KARLSSON, L. Welding duplex stainless steels: a review of current recommendations. Welding in The World, vol. 56, p. 65-76, 2012.
- KIM, S. B.; PAIK, K.W.; KIN, Y.G. Effect of Mo substitution by W on high temperature embrittlement characteristics in duplex stainless steels. Materials Science and Engineering A, v. 247, pp. 67 – 74, 1998.

KÖSTER, U. Recrystallization involving a second phase. Metal Science. 1974; 8:151-160

- KOZMINSKI, E.L.O. Análise microestrutural e avaliação mecânica de juntas soldadas por fricção e mistura mecânica (fsw) do aço inoxidável dúplex UNS s31803.
  (Dissertação de Mestrado), Escola de Engenharia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.
- KRAUSS, G. Steels: Processing, Structure, and Performance. Ohio: ASM International, 2005.
- LARSSON, B.; LUNDQVIST, B. Fabrication of ferritic-austenitic stainless steels: part A. Materials and Design, vol. 7, No 1, 1986.
- LARSSON, B.; LUNDQVIST, B. Fabrication of ferritic-austenitic stainless steels: part B. Materials and Design, vol. 7, No 1, 1986.
- LEE, K. M.; CHO, H. S.; CHOI, D. C. Effect of isothermal treatment of SAF 2205 duplex stainless steel on migration of δ/γ interface boundary and growth of austenite. **Journal** of Alloys and Compounds, v. 285, n. 1–2, p. 156–161, 30 jun. 1999
- LESSA, C. R. L. Qualificação Metalúrgica do Processo de Soldagem FHPP Aplicado no Aço Inoxidável Duplex SAF 2205. (Tese de Doutorado). Escola de Engenharia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016.
- LESSA, C. R. et al. Microstructural behavior of SAF 2205 Duplex Stainless Steel Welded by Friction Hydro Pillar Processing. **Materials Research**. June, 2016.
- LINTON, V.M. et al. Failure of superduplex stainless steel reaction vessel, Engineering Failure Analysis. pp.243-256, 11(2), 2004.
- LIPPOLD, J. C.; KOTECHI, D. J. Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels. Wiley-Interscience, Hoboken Editor, Estados Unidos, 2005.
- LONDOÑO, A. J. R. Estudo da precipitação de nitreto de cromo e fase sigma por simulação térmica da zona afetada pelo calor na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex. (Dissertação de Mestrado), Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 1997.
- LOUREIRO, J. P. **Caracterização do aço inoxidável duplex uns s 31803 pela técnica não destrutiva de correntes parasitas pulsada.** (Trabalho de conclusão de curso) Engenharia Metalúrgica - Escola Politécnica da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.

- MACHADO, R. B. Efeitos do Processo de Soldagem por Fricção com Pino Consumível sobre a microestrutura de um aço inoxidável duplex UNS S 31803. (Dissertação de Mestrado) Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016.
- MACHADO, I. G., Soldagem e Técnicas Conexas: Processos, cap. 13, 2007
- MAGNABOSCO, R. Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205). (Tese de Doutorado) – ECSola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

MAGNABOSCO, R.; ALONSO-FALLEIROS, N. Pit Morphology and its Relation to Microestruture of 850°C Aged Dúplex Stainless Steel. Corrosion (NACE), v.61, n.2., p.130-136, fev. 2005.

- MARQUES, P. V.; MODENESI, P. J.; BRACARENSE, A. Q. Soldagem: fundamentos e tecnologia. 363 p. 2<sup>a</sup> Ed. revista e ampliada. UFMG, 2009.
- MARTINS, M.; CASTELETTI, L. C. Aços inoxidáveis duplex e super duplex-obtenção e caracterização. **Revista Fundição e Serviços**, ano 17, nº 169, 2007.
- MATTEI, F. Desenvolvimento de equipamento para estudo de soldagem a fricção com pino consumível. (Dissertação de Mestrado) - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.
- MEYER, A. **Hydro Pillar Processing Bonding Mechanism and Properties**. (Tese de Doutorado), Engenharia Mecânica, Technischen Universitat Braunschweig, 2002.
- MICHALSKA, J; et al. Qualitative and quantitative analysis of sigma and χ phases in 2205 duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 56, p. 355–362, 2006.
- MOHAMMED A.M.; et al. The impact of heat input on the strength, toughness, microhardness, microstructure and corrosion aspects of friction welded duplex stainless steel joints. **Journal of Manufacturing Processes**. v. 18, p 92-106, 2015
- MORENO, J.R.S. Degradação da resistência à corrosão de aços inoxidáveis duplex, devido ao envelhecimento em baixas temperaturas por tempos prolongados. (Tese

de Doutorado) em Ciência e Engenharia de Materiais - Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2004.

- NASCIMENTO, A. M. Obtenção por Tratamento a Laser e Caracterização de Compósito Superficial em Aços Inoxidáveis Duplex Fundidos. (Tese de Doutorado) Engenharia Mecânica. Universidade Estadual de Campinas. São Paulo, Brasil, 2007.
- NILSSON, J.-O. Super duplex stainless steels. **Materials Science and Technology**, v. 8, p.685-700, Agosto 1992.
- NILSSON, O. J.; CHAI, G. **The physical metallurgy of duplex stainless steel.** Sandvik Materials Technology, R&D Centre, S-81181 Sandviken, Sweden, 2012
- NORSOK, NORWAY STANDARDS. M-601: welding and inspection of piping, common requirements. Rev. 4, julho de 2004.
- NOWACKI, J.; RYBICKI, P. The influence of welding heat input on submerged arc welded duplex steel joints imperfections. **Journal of Materials Processing Technology**. p 164-165: 1082-1088, 2005
- OFFSHORE STANDARD DNV-RP-F112. **Submarine Pipeline Systems**. Det norske veritas. Agosto, 2012.
- OGAWA, T; et al. Effect of composition profiles on metallurgy and corrosion behavior of duplex stainless steel weld metals. **Welding Journal**, v. 68, n. 5, p. 181-191, 1989.
- OUTOKUMPU. Handbook of Stainless Steel, 2013. Disponível em http://www.outokumpu.com/sitecollectiondocuments/outokumpu-stainless-steelhandbook.pdf.
- PADILHA, A.F.; F. SICILIANO JR. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. São Paulo, ABM, 2ª edição, 158 páginas, 1996.
- PAES, M. T. P. Características fundamentais de soldas por atrito tipo FHPP. Exame de qualificação para doutorado. UFRJ, 2009.
- PARDAL, J.; et al. Caracterização e avaliação da resistência à corrosão na soldagem de tubulação de aço inoxidável duplex UNS S31803 pelo processo a arco submerso. Soldagem e Inspeção, vol. 16, N° 4, p. 310-321, Out/Dez 2011.

- PARK, Y.H. & LEE, Z.H. The effect of nitrogen and heat treatment on the microstructure and tensile properties of 25Cr 7Ni 1,5Mo 3W xN duplex stainless steel castings;
  Materials Science & Engineering A, 297, p. 78 84, 2001.
- PAULRAJ, P.; GARG, R.. Effect of intermetallic phases on corrosion behavior and mechanical properties of duplex stainless steel and super-duplex stainless steel.
   Advances in Science and Technology Research Journal. Volume 9, No. 27, pp 87– 105, Sept. 2015.
- PAULY, D. Process Development on an Experimental Friction Hydro Pillar Processing System, GKSS, International report, 1999.
- PINHEIRO, G.A., Local Reinforcemento of Magnesium Components by Friction Processing: Determination of Bonding Mechanism and Assessment of Join Proprties, Universität Hamburg-Harburg, 2008.
- PIRES, R. R. Efeitos da geometria, da força axial e da rotação no reparo por atrito. (Dissertação de Mestrado) Escola de Engenharia, Universidade Federal de Uberlândia. 2007.
- PIRES R. R., C. L. A.; PAES M. T. P.; FRANCO S. D. Influência da Força Axial, da Rotação e das Geometrias do Pino e do Furo na Qualidade do Reparo de Trincas por Atrito.
  Paper presented at the Simpósio de Pós Graduação em Engenharia Mecânica. 16° POSMEC. Uberlândia. MG, 2006.
- POHL, M.; STORZ, O.; GLOGOWSKI, T. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. Materials Characterization, v. 58, n. 1, p. 65–71, jan. 2007.
- POLINSKY, E.L. Influência da energia de soldagem na resistência à corrosão por pites do aço inoxidável duplex saf 2205. (Disseratação de Mestrado) - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2017.
- RAMÍREZ-LONDOÑO, A. J. Precipitação de fases intermetálicas e austenita secundária na ZAC de soldagens multipasse de aços inoxidáveis duplex. (Tese de Doutorado) -Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, São Paulo, 2001.

- REIS, G. S. Influência da Microestrutura e das Condições de Deformação nas Curvas de Escoamento Plástico de Aços Inoxidáveis Dúplex no Ensaio de Torção a Quente. (Tese de Doutorado). PPGCEM, Universidade Federal de São Carlor, São Carlos, 1999.
- RIBEIRO, R. F. Avaliação da resistência à corrosão de uma junta de aço inoxidável dúplex uns s31803 soldada por processo a fricção com pino consumível (Dissertação de Mestrado) Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2014.
- SAEID, T. et al. On the formation of grain structure during friction stir welding of duplex stainless steel. Materials Science and Engineering, A 527 p. 6484–6488, 2010.
- SANTOS, F. S. Investigação sobre a passividade do aço SAF 2205 envelhecido em baixas temperaturas. 2007. (Dissertação de Mestrado). Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2007.
- SANTOS, T. F. A. Avaliação microestrutural e de desempenho de juntas soldadas de aços inoxidáveis duplex por atrito com pino não consumível. (Tese de Doutorado)
  Faculdade de Engenharia Mecânica. Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2012.
- SANDVIK, catalogo online de aços Inoxidáveis Duplex, disponível em:<www.smt.sandvik.com/globalassets/global/downloads/products\_downloads/tubular -products/s-120-eng\_10.pdf> : acessado em 11 de agosto de 2017
- SATHIRACHINDA, N.; et al. Scanning Kelvin probe force microscopy study of chromium nitrides in 2507 super duplex stainless steel - Implications and limitations. Eletrochimica Acta. 2010.
- SATO, N. Basics of Corrosion Chemistry. In: SHARMA, S. K. Green Corrosion Chemistry and Engineering: Opportunities and Challenges. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, p. 419, 2011.
- SCHAEFFLER, A. Constitution diagram for stainless steel weld metal. **Metal Prog**., vol. 56, N° 11, p. 680-680, 1949.
- SCHNEIDER, H. Investment casting of high-hot strength 12 per-cent chrome steel; Foundry Trade Journal. v. 108, p. 562, 1960.

- SENATORE, M.; FINZETTO, L.; PEREA, E. Estudo comparativo entre os aços inoxidáveis duplex e os inoxidáveis AISI 304L/316L. **Revista Escola de Minas**, Vol. 60. 2007.
- SHEK, C.H.; WONG, K.W.; LAI, J.K.L. Review of temperature indicators and the use of duplex stainless steels for life assessment. Materials Science and Engineering. Vol. 19, pp. 153-200, 1996.
- SHREIR,L.L. Corrosion. Vol 1. Seção 3.3 Stainless Steels. Third edition. Butterworth,Oxford, 1995.
- SIEURIN, H., SANDSTROM, R. Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205. Materials Science & Engineering A, Vol. A444, p. 271-276, 2007.
- SICILIANO F. Jr. Mathematical Modeling of the Hot Strip Rolling of Nb microalloyed Steels. Ph.D. Thesis, McGill University, Canada, 165 p., 1999.
- SIEURIN, H. et al. Austenite reformation in the heat-affected zone of duplex stainless steel 2205. Materials Science and Engineering A,418, p. 250-256, 2006.
- SILVA, A. L. Caracterização mineralógica por difração de raios x e determinação de terras raras por icp-ms de rochas da região sul da bahia. (Dissertação de Mestrado) Escola de Engenharia - Departamento de Engenharia Nuclear, Universidade Federal de Minas Gerais Belo Horizonte, Minas Gerais, 2013.
- SILVA, G.R. Avaliação da susceptibilidade à corrosão sob tensão do aço inoxidável superduplex uns s32750 soldado pelo processo tig orbital em meios contendo cl-, co2 e h2s (Dissertação de Mestrado) - Programa de pós-graduação em engenharia mecânica, Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2012.
- SILVA, R. Efeito do envelhecimento em baixa temperatura nas propriedades de aços inoxidáveis lean duplex. (Dissertação de Mestrado) Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2016.
- SMUK, O. Microstructure and Properties of Modern Superduplex Stainless Steels. Royal Institute of Technology, Stockolm 2004.
- SOLOMON, H; DEVINE JR, T. Duplex Stainless Steel A tale of two phases. In: Proc. Conf. Duplex Stainless Steel, 25-28 out. 1982. St. Louis, USA, ASM (1983) pp. 693 – 756.

- SRIRAM, R.; TROMANS, D. Pitting corrosion of dúplex stainless steels. Corrosion (NACE), v. 45, n. 10, p. 804-810, out. 1989.
- STEPHEN, L.; et al **Underwater Welding of Marine Structures**, International Workshop, NEW Orleans, Louisiana, USA, 1994.
- TAVARES, S.S.M; CASTRO, J.L.G; CORTÊ, R.R.A; SOUZA, V.M; PARDAL, J.M.
  Detecção de pequenos teores de fase sigma e avaliação dos seus efeitos na resistência à corrosão do aço inoxidável duplex uns s31803. Engevista, v. 8, n. 2, p. 77-82, dezembro, 2006.
- THOMAS, W.; NICHOLAS, D. The Need for Gas Shielding. Positive Advantages for Two Friction Processes, TWI Bull. 84-88, 1997.
- TOTTEN, G. **Steel heat treatment: metallurgy and technologies**. Ed. Taylor & Francis Group, LLC, 2006.
- TURIBUS, S. N. Análise por difração de raios x do estado das tensões residuais em chapas de aço inoxidável duplex após soldagem. (Tese de Doutorado) Programa de Engenharia Nuclear, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Jeneiro, 2014.
- UNFRIED, J. et al **Estudo da Influência dos Parâmetros de Processo na Microestrutura da Zona Termo-Mecanicamente Afetada na Soldagem por Atrito com Pino Consumível em Aços C-Mn**. Tecnologia em Metalurgia e Materiais, v.4, p. 27-32, 2009.
- UNFRIED, S.J.; et al., **Study of Microstructural Evolution of Friction Taper Plug Welded Joints of C–Mn Steels**, Sci. Tech.Welding Joining. ens. V.15 (6), p. 506–513 (2010).
- UNFRIED, S.J; et al. Influence of Process Parameters in the TMAZ Microstructural Evolution of C-Mn Steels Friction Hydro-Pillar Welded Joints. Proceedings of the 8th International Conference on Trends in Welding Research. Pine Mountain, Geórgia USA. June 2008.
- VANDERMEER R.A; Microstructural descriptors and the effects of nuclei clustering on recrystallization path kinetics. Acta Materialia. 2005; 53(5):1449-1457.
- VASCONCELLOS, P. I. G. et.al. Estudo da Soldagem de Tubos de Aço Inoxidável Duplex e Superduplex na posição 5G. Soldagem e Inspeção. Vol. 15, São Paulo, Jul/Set 2010.

- XAVIER, C.R.; JUNIOR, H.G.D.; CASTRO, J.A. An Experimental and Numerical Approach for the Welding Effects on the Duplex Stainless Steel Microstructure. Materials Research, vol. 18(3), p. 489- 502, 2015.
- ZHANG, X.; et al. Improving bonding quality of underwater friction stitch welds by selecting appropriate plug material and welding parameters and optimizing joint design.Materials & Design, 91, p. 398-410, 2016.
- YANG, Y.; et al. The effect of large heat input on the microstructure and corrosion behaviour of simulated heat affected zone in 2205 duplex stainless steel. Corrosion Science, 53(11), p. 3756-3763, 2011.
- WAINER, E.; BRANDI, S.D.; MELLO, F.D.H. Soldagem Processos e Metalurgia. São Paulo, Edgard Blücher, 1992.
- WOLYNEC, S. Técnicas eletroquímicas em corrosão. 1 Ed., São Paulo: EDUSP, p. 37-161, 2003