

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

GABRIEL CORREA XAVIER

**AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL DE CORDÃO SOLDADO A LASER
UTILIZANDO MISTURA METAL-CERÂMICA (UNS S32304-TiB₂)**

VITÓRIA

2024

GABRIEL CORREA XAVIER

**AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL DE CORDÃO SOLDADO A LASER
UTILIZANDO MISTURA METAL-CERÂMICA (UNS S32304-TiB₂)**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Marcos Tadeu DAzeredo Orlando

**VITÓRIA
2024**

Ficha catalográfica disponibilizada pelo Sistema Integrado de Bibliotecas - SIBI/UFES e elaborada pelo autor

C824a Correa Xavier, Gabriel, 1996-
Avaliação microestrutural de cordão soldado a laser utilizando mistura metal-cerâmica (UNS S32304-TiB2) / Gabriel Correa Xavier. - 2024.
100 p. : il.

Orientador: Marcos Tadeu DAzeredo Orlando.
Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) -
Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico.

1. aço inoxidável duplex. 2. soldagem a laser. 3. diboreto de titânio. I. DAzeredo Orlando, Marcos Tadeu. II. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro Tecnológico. III. Título.

CDU: 621



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
CENTRO TECNOLÓGICO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO

AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL DE CORDÃO SOLDADO A LASER UTILIZANDO MISTURA METAL-CERÂMICA (UNS S32304-TiB2)

GABRIEL CORREA XAVIER

COMISSÃO EXAMINADORA

Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando
(Orientador – PPGEM/UFES)

Prof. Dr. Carlos Augusto Cardoso Passos
(Examinador Interno – PPGEM/UFES)

Prof. Dr. Jesualdo Luiz Rossi
(Examinador Externo – IPEN/USP)

Prof. Dr. José Luis Passamai Junior
(Examinador Externo – DFis/UFES)

Dr^a. Mariane Gonçalves de Miranda Salustre
(Examinadora Externa – ArcelorMittal)

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Vitória/ES, 14 de outubro de 2024.

Documento original assinado eletronicamente, conforme MP 2200-2/2001, art. 10, § 2º, por:

MARCOS TADEU D AZEREDO ORLANDO

CIDADÃO

assinado em 08/11/2024 18:43:15 -03:00

CARLOS AUGUSTO CARDOSO PASSOS

CIDADÃO

assinado em 08/11/2024 17:27:51 -03:00

MARIANE GONÇALVES DE MIRANDA SALUSTRE

CIDADÃO

assinado em 11/11/2024 09:27:52 -03:00

JOSÉ LUÍS PASSAMAI JUNIOR

CIDADÃO

assinado em 08/11/2024 17:33:40 -03:00

JESUALDO LUIZ ROSSI

CIDADÃO

assinado em 10/11/2024 12:14:46 -03:00



INFORMAÇÕES DO DOCUMENTO

Documento capturado em 11/11/2024 09:27:52 (HORÁRIO DE BRASÍLIA - UTC-3)

por ANDRÉIA GUZI EYNG (CIDADÃO)

Valor Legal: ORIGINAL | Natureza: DOCUMENTO NATO-DIGITAL

A disponibilidade do documento pode ser conferida pelo link: <https://e-docs.es.gov.br/d/2024-DHVC71>

À Deus

Aos meus pais, Fabio e Camila

Aos meus irmãos, Mateus, Julia e Tiago

À minha esposa, Jade

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus o apoio em todas as etapas da minha vida que me permitiram chegar até a finalização deste trabalho. “Trabalha como se tudo dependesse de ti e confia como se tudo dependesse de Deus” é uma frase de autoria de Santo Inácio de Loyola. Escutei-a pela primeira vez na angustiante fase de estudo para o vestibular e, desde então, levo-a como lema para a minha vida. Quando descobri que a frase estampada na bandeira do estado que tanto me acolheu, “Trabalha e confia”, também é baseada nesse lema, essa prece ganhou mais um forte significado em minha vida.

À minha família e a todos meus amigos, que nunca pouparam esforços em me apoiar e em torcer por mim. Ao meu pai Fabio a inspiração pela Engenharia e a minha mãe Camila o gosto pelo estudo. Ao meu irmão Mateus, agradeço o exemplo pelo trabalho e o interesse genuíno em querer me escutar quando compartilhava sobre meus aprendizados durante a execução desse programa de Mestrado. À minha irmã Júlia agradeço o exemplo de dedicação, resiliência e responsabilidade quando o assunto é aprender sobre coisas novas. Aproveito para agradecer o incentivo indireto a um hábito antigo que eu tinha medo de que eu o perdesse, que consiste no gosto pela leitura. Ao meu irmão Tiago agradeço o companheirismo e o exemplo de humildade. Apesar de ser o mais novo, sua sabedoria me encanta e me enche de orgulho. À minha esposa Jade agradeço o apoio incondicional fornecido a mim desde o momento que desejei entrar para esse programa até sua finalização. Obrigado por ter me ouvido nos momentos difíceis, por sempre ter acreditado em mim e no meu trabalho. Isso foi fundamental para que eu pudesse chegar até aqui. Nesse período, passamos por muitas mudanças, mas nenhuma delas mudou o meu amor por você. Te amo muito.

Ao professor Marcos Tadeu que me tratou sempre com humildade e que sempre esteve disponível em me ajudar e me motivar. Obrigado pelos ensinamentos relacionados não somente ao presente trabalho, mas também à vida. À Gabriela agradeço a confiança depositada em mim na continuidade de seu trabalho. Ao Carlos pelo apoio na preparação metalográfica das amostras no TRICORRMAT. À Luciana, à Mariane e à Érica da Arcelor que não pouparam esforços para me ajudar com o MEV. Ao professor Haimon, a ajuda com o ensaio de microtomografia. Ao Tiago, o apoio no CPID. À Georgia, a amizade e o forte incentivo para entrar nesse programa.

“Só se vê bem com o coração. O essencial
é invisível aos olhos”
(Antoine de Saint-Exupéry)

RESUMO

Aços inoxidáveis duplex (AID) são amplamente utilizados devido a sua boa resistência à corrosão e alta resistência mecânica, quando comparados com os aços inoxidáveis austeníticos, especialmente em ambientes corrosivos como nas indústrias nuclear, química, petroquímica e de óleo e gás offshore. Essa classe de materiais demanda um minucioso cuidado no controle das taxas de resfriamento durante a soldagem, tanto para manter a proporção apropriada de ferrita-austenita quanto para evitar a formação de precipitados deletérios. A alta energia concentrada desprendida na soldagem a laser é vantajosa ao produzir regiões de zonas termicamente afetadas limitadas e altas taxas de resfriamento, que dificultam a formação de precipitados indesejáveis. Com o objetivo de mesclar as boas características mecânicas encontradas nos AID's com a baixa densidade e alto rendimento no processamento, encontrados nos compostos cerâmicos, há uma forte tendência da indústria em se produzir compósitos de aços inoxidáveis sinterizados em pó. Diante disso, nesta dissertação o objetivo é avaliar as propriedades de juntas soldadas a laser em chapas de aço inoxidável duplex UNS S32304 utilizando uma mistura do mesmo aço em pó com proporções variáveis da cerâmica diboreto de titânio. Diversas técnicas, como difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS), microindentação e microtomografia foram empregadas para caracterizar a microestrutura e a dureza das amostras soldadas com o pó fabricado. Os resultados revelaram um desvio da proporção ideal de ferrita-austenita em juntas soldadas quando a cerâmica TiB_2 foi introduzida, atribuído principalmente à formação de nitreto de titânio (TiN). Os testes de microdureza indicaram um aumento na dureza na zona de fusão em função do teor de TiB_2 nas amostras e devido à presença do nitreto de titânio formado. Além disso, a microtomografia revelou uma maior homogeneidade do cordão de solda e uma zona de fusão mais estreita em amostras contendo TiB_2 , sugerindo uma qualidade de solda mais aprimorada. Essas descobertas destacam o potencial da cerâmica TiB_2 como um reforço eficaz na melhoria das propriedades microestruturais e mecânicas de juntas de AID soldadas a laser, prometendo avanços na fabricação de materiais resistentes à corrosão para várias aplicações industriais.

Palavras-chave: aço inoxidável duplex; soldagem a laser; diboreto de titânio.

ABSTRACT

Duplex stainless steels (DSS) are widely used due to their good corrosion resistance and high mechanical strength, when compared to austenitic stainless steels, especially in corrosive environments such as nuclear, chemical, petrochemical, and offshore oil and gas industries. This class of materials requires careful control of cooling rates during welding, both to maintain the appropriate ferrite-austenite ratio and to prevent the formation of detrimental precipitates. The high concentrated energy released during laser welding is advantageous in producing limited heat-affected zones and high cooling rates, which hinder the formation of undesirable precipitates. With the aim of combining the good mechanical characteristics found in DSS with low density and high process yield found in ceramic compounds, there is a strong industry trend towards producing powder metallurgy sintered stainless steel composites. Therefore, the objective of this dissertation is to evaluate the properties of laser-welded joints in UNS S32304 duplex stainless-steel sheets using a mixture of the same steel powder with varying proportions of titanium diboride ceramic. Several techniques, such as X-ray diffraction, scanning electron microscopy (SEM), energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), microindentation, and microtomography were employed to characterize the microstructure and hardness of the samples welded with the manufactured powder. The results revealed a deviation from the ideal ferrite-austenite ratio in welded joints when TiB₂ ceramic was introduced, primarily attributed to the formation of titanium nitride (TiN). Microhardness tests indicated an increase in hardness in the fusion zone as a function of TiB₂ content in the samples and due to the presence of the formed titanium nitride. Furthermore, microtomography revealed improved weld bead homogeneity and a narrower fusion zone in samples containing TiB₂, suggesting enhanced weld quality. These findings highlight the potential of TiB₂ ceramic as an effective reinforcement in improving the microstructural and mechanical properties of laser-welded DSS joints, promising advancements in the manufacturing of corrosion-resistant materials for various industrial applications.

Keywords: duplex stainless steel; laser welding; titanium diboride.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Indicação em amarelo de soldagem a arco submerso em tubulação de aço inoxidável duplex UNS S31803. Fonte: adaptado de Pardal (2011).	23
Figura 2 - Esquemático de um duto flexível para transporte do fluido de produção offshore. Fonte: autor.	24
Figura 3 - O diagrama de Schaeffler. Fonte: adaptado de Boniardi (2014).....	28
Figura 4 - Diagrama de DeLong-Schaeffler. Fonte: adaptado de Guiraldenq (2017).	30
Figura 5 - Esboço do diagrama de fase ternária Fe-Cr-Ni a 19% de cromo. Fonte: adaptado de Imoa (2012).	31
Figura 6 - Esquema da distribuição padrão dos grãos em uma liga de aço inoxidável duplex fundida sendo resfriada; a) grãos de ferrita ao longo do término da solidificação; b) formação da austenita no contorno e no interior (austenita Widmanstätten) do grão ferrítico. Fonte: adaptado de Armas (2009).....	33
Figura 7 - Diagrama TTT do efeito dos principais elementos de liga na formação de precipitados no aço inoxidável duplex. Fonte: adaptado de Gunn (1997).....	34
Figura 8 - Efeito do nitrogênio na seção do diagrama de fase ternária Fe-Cr-Ni a 68% de ferro Fonte: adaptado de Imoa (2012).....	36
Figura 9 - Microscopia eletrônica de varredura de 1300X no aço inoxidável duplex AID UNS S32304 soldado por TIG (ataque com Behara modificado), mostrando a presença de nitreto de cromo Cr ₂ N no interior dos grãos de ferrita. Fonte: autorizado por Caetano (2022).	39
Figura 10 - Esquemas de geometrias de uma junta de topo comparando-se diferentes técnicas de soldagem. Fonte: adaptado de Weglowski (2016).	40
Figura 11 – Comparação qualitativa de densidades típicas de potência entre as principais técnicas de soldagem por calor e geometrias dos cordões de solda obtidos nas respectivas densidades. Fonte: adaptado de Katayama (2013).....	41

Figura 12 - Esboço genérico de um equipamento de soldagem a laser. Fonte: adaptado de Chaturvedi (2021).....	42
Figura 13 - Modos de operação da soldagem a laser: por condução (à esquerda) e por penetração profunda ou keyhole (à direita). Fonte: adaptado de Kovacs (2017).....	43
Figura 14 - Esquema de classificação dos materiais compósitos. Fonte: adaptado de Callister (2002).....	47
Figura 15 - Esquema de classificação dos compósitos em função do material da matriz. Fonte: autor.	47
Figura 16 - Cristalinidade do diboreto de titânio. As setas azuis indicam os átomos de boro e as setas verdes indicam os átomos de titânio. a) Estrutura cristalina hexagonal do TiB ₂ ; b) Esquema da rede cristalina de átomos de boro em uma matriz de titânio como uma combinação de vários prismas trigonais. Fonte: adaptado de Munro (2000) e de Panda (2005).....	50
Figura 17 – Faixa prevista do módulo de Young, em GPa, e da densidade, em g/cm ³ , do compósito de ferro reforçado com o diboreto de titânio, com uma concentração de até 30% em volume da cerâmica. Fonte: adaptado de Zhang (2016).....	51
Figura 18 - Fluxograma geral das etapas realizadas. Fonte: autor	53
Figura 19 - Esquemático da sequência utilizada para fabricação das amostras. Fonte: autor.	54
Figura 20 - Quantificação das fases do aço inoxidável duplex UNS S32304 a partir da técnica de difração de raios X. Fonte: autorizado por Caetano (2023).	55
Figura 21 - Ambiente de visualização tridimensional do software ImageJ® para a amostra soldada com 10% de TiB ₂ . Fonte: autor.	58
Figura 22 - Metodologia adotada para obtenção da função z(x), que representa a quantificação de fase pela distância horizontal definida na linha de centro da imagem obtida do ensaio de microtomografia. Fonte: autor.	59

Figura 23 - Sequência de comandos utilizados para obtenção do perfil de intensidade de pixel RGB em função da distância horizontal utilizada como referência. Fonte: autor.	60
Figura 24 - Difrátogramas dos compósitos com o diboreto de titânio utilizados como material de adição em pó. Fonte: autor.	61
Figura 25 - Difrátogramas dos cordões submetidos à soldagem autógena e na presença de 5% e 10% de diboreto de titânio utilizados como material de adição em pó. Fonte: autor.	62
Figura 26 - Proporção entre as fases das misturas em pó utilizadas como material de adição nas amostras e entre as fases dos cordões soldados. Fonte: autor.	63
Figura 27 – Imagem obtida com elétrons secundários no microscópio eletrônico de varredura da amostra soldada com compósito de adição com 10% de TiB ₂ , explicitando as três regiões típicas de um cordão de solda: MB (metal base), ZTA (zona termicamente afetada) e ZF (zona fundida). As elipses indicam a morfologia da austenita do tipo Widmanstätten na região da ZTA. Fonte: autor.	64
Figura 28 - Imagem obtida com elétrons secundários no microscópio eletrônico de varredura da amostra submetida a soldagem autógena. Indicação de diferentes morfologias de austenita encontradas na região de ZTA. Fonte: autor.	65
Figura 29 - Imagem obtida com elétrons secundários no microscópio eletrônico de varredura na região de metal base das amostras: (a) autógena; (c) em pó com 5% de TiB ₂ ; (e) em pó com 10% de TiB ₂ e na região da zona fundida das amostras: (b) autógena; (d) em pó com 5% de TiB ₂ ; (f) em pó com 10% de TiB ₂ . Fonte: autor. ...	66
Figura 30 - Imagem obtida com elétrons secundários no microscópio eletrônico de varredura na região da zona fundida da amostra soldada com material de adição com 5% de TiB ₂ , (a) e (b), e com 10% de TiB ₂ , (c) e (d). As setas amarelas indicam os compostos de nitreto de titânio. Fonte: autor.	67
Figura 31 - Nitreto de titânio formado por meio de fusão seguida de resfriamento rápido por fluxo de gás ou em banho líquido em aço inoxidável ferrítico comercial. Setas amarelas indicam o nitreto. Fonte: adaptado de Inada (1990).	68

Figura 32 - Análise de EBSD na amostra soldada com 10% de TiB ₂ . O círculo branco indica o diboreto de titânio (em verde). As demais fases são: ferrita (em azul), austenita (em preto) e nitreto de titânio (em rosa). Fonte: autor.....	69
Figura 33 - Análise de EDS da amostra soldada com 5% de TiB ₂ com foco nos elementos nitrogênio (N), boro (B) e titânio (Ti). As três regiões da solda estão mostradas: zona fundida (ZF), zona termicamente afetada (ZTA) e metal base (MB). Fonte: autor.....	70
Figura 34 - Análise de EDS da amostra soldada com 10% de TiB ₂ com foco nos elementos nitrogênio (N), boro (B) e titânio (Ti). As três regiões da solda estão mostradas: zona fundida (ZF), zona termicamente afetada (ZTA) e metal base (MB). Fonte: autor.....	71
Figura 35 - Curvas de carregamento por profundidade de penetração das amostras soldadas com material de adição. Fonte: autor.....	72
Figura 36 - Perfil de dureza instrumentada das amostras soldadas com material de adição. Fonte: autor.	73
Figura 37 - Gráfico de efeito entre as amostras para um intervalo de confiança de 95% gerado no GraphPad Prism®. Fonte: autor.....	74
Figura 38 - Comparação entre a quantificação das fases ferrítica (verde) e austenítica (vermelha) a partir do ajuste das imagens obtidas no ensaio de microtomografia nas amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas a laser. Fonte: autor.	76
Figura 39 - Intervalo para definição dos pontos de medição considerados na região de zona fundida para as amostras. Fonte: autor.....	87
Figura 40 - Gráfico de efeito entre as amostras para um intervalo de confiança de 95% gerado no GraphPad Prism®. Fonte: autor.....	89
Figura 41 - Resultado do teste de hipótese da análise. Fonte: autor.	90
Figura 42 - Gráfico de efeito entre as amostras para um intervalo de confiança de 95% gerado no GraphPad Prism®. Fonte: autor.....	91

Figura 43 – Resultado da quantificação de fase em função da distância horizontal de referência para cada função $z(y)$ testada. Fonte: autor.....93

Figura 44 - Ficha do fabricante da chapa de aço duplex S32304 como recebido. Fonte: autor.....95

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Cristalografia dos principais precipitados encontrados em aço inoxidável duplex.....	40
Tabela 2 - Principais propriedades do diboreto de titânio avaliadas a 20 °C.....	50
Tabela 3 – Composição química da chapa de aço inoxidável como recebida (% at).	54
Tabela 4 - Resultado do melhor modelo matemático para a quantificação de fase ferrítica em função da distância (exponencial).	75
Tabela 5 - Resultado do melhor modelo matemático para a quantificação de fase austenítica em função da distância (logarítmico).	75
Tabela 6 - Valores de medição de microdureza obtidos na região de zona fundida das amostras.....	88
Tabela 7 - Resultado do Quadro ANOVA.....	89
Tabela 8 - Resultado do teste de comparação múltipla de Tukey.....	90
Tabela 9 - Funções matemáticas utilizadas na etapa de ajuste para correlação do modelo físico da quantificação de fase em função da intensidade do pixel.	92
Tabela 10 - Resultado dos valores de intensidade de pixel obtidos a partir da análise de microtomografia, bem como os coeficientes (b0, b1 e b2) para a fase ferrítica. ..	93
Tabela 11 - Resultado dos valores de intensidade de pixel obtidos a partir da análise de microtomografia, bem como os coeficientes (b0, b1 e b2) para a fase austenítica.	93
Tabela 12 - Resultado do método de comparação para a ferrita.	94
Tabela 13 - Resultado do método de comparação para a austenita.	94
Tabela 14 - Nitreto de titânio (ICSD-152807)	96
Tabela 15 – Diboreto de titânio (ICSD-134611)	97

Tabela 16 - Ferrita (ICSD-48382).....98

Tabela 17 - Austenita (ICSD-108132)99

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AID – Aço inoxidável duplex

AISI – *American Iron and Steel Institute*

ANOVA – Análise de variância

Aut – Autógena

CCC – Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado

CFC – Estrutura cristalina cúbica de face centrada

CNC – Comando numérico computadorizado

CPID – Centro de Pesquisa, Inovação e Desenvolvimento

CMC – Compósitos com matriz cerâmica

CMM – Compósitos com matriz metálica

CMP – Compósitos com matriz polimérica

DSS – *Duplex stainless steel*

EBSD – *Electron Backscatter Diffraction*

EDS – Espectroscopia por Dispersão de Elétrons

GL – Grau de Liberdade

HAZ – *Heat Affected Zone*

IC – Intervalo de Confiança

ICSD – *Inorganic Crystal Structure Database*

ISF – *International School Frankfurt Rhein-Main*

LASER – *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*

LaVa – *Laser Beam Welding in Vacuum*

LRAP – Laboratório de Recuperação Avançada de Petróleo

MAG – *Metal Active Gas*

MB – Metal Base

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

MIG – *Metal Inert Gas*

PRE – *Pitting Resistance Equivalent*

QM – Quadrado Médio (ou variância)

RGB – *Red, Green and Blue*

RWTH – *Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen*

SEM – *Scanning Electron Microscopy*

SQ – Somatório dos quadrados dos desvios em relação à média

TIG – *Tungsten Inert Gas*

TRICORRMAT – Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais

TTT – Transformação, Tempo e Temperatura

UFES – Universidade Federal do Espírito Santo

UFRJ – Universidade Federal do Rio de Janeiro

UNS – *Unified Numbering System*

ZF – Zona Fundida

ZTA – Zona Termicamente Afetada

WD – *Working distance*

LISTA DE SÍMBOLOS

α – Ferrita

γ – Austenita

$M_{23}C_6$ – Carbetos de cromo (M=Cr, Fe ou Mo)

γ_2 – Austenita secundária

σ – Fase sigma

R – Fase R

π – Fase pi

ε – Fase ε

χ – Fase chi

α' – Fase alfa linha

G – Fase G

He-Ne – laser de hélio-neônio

Nd-YAG – laser de neodímio ítrio-alumínio-granada

® – Marca registrada

y_{ti} – Valor observado

η_t – Valor predito

ε_{ti} – Resíduo

H_1 – Hipótese alternativa

H_0 – Hipótese de nulidade

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	23
2. OBJETIVOS	27
2.1. Objetivo geral	27
2.2. Objetivos específicos	27
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	28
3.1. Aço inoxidável duplex	28
3.1.1. Microestruturas e transformações de fase.....	31
3.1.2. Efeito dos principais elementos de liga.....	33
3.1.3. Principais precipitados e fases intermetálicas	37
3.2. Soldagem a laser	40
3.3. Compósitos com matriz metálica (CMM).....	46
3.3.1. Reforço de diboreto de titânio (TiB ₂).....	49
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	53
4.1. Materiais	53
4.2. Métodos	56
4.2.1. Preparação metalográfica e corte das amostras.....	56
4.2.2. Técnicas de análise	56
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	61
5.1. Identificação e quantificação de fases	61
5.2. Caracterização microestrutural	64
5.3. Perfil de microdureza	72
5.4. Análise de homogeneidade do cordão de solda por microtomografia.....	75
6. CONCLUSÃO.....	78
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	79
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	80

APÊNDICE A – RELATÓRIO DO TESTE ESTATÍSTICO APLICADO NO RESULTADO DO ENSAIO DE MICRODUREZA	87
APÊNDICE B – MÉTODO PARA OBTENÇÃO DA MELHOR CURVA DE AJUSTE QUE MODELA A QUANTIFICAÇÃO DE FASES POR INTENSIDADE DE PIXEL .	92
ANEXO I – FICHA DO FABRICANTE	95
ANEXO II – ICSD DOS COMPOSTOS	96
ANEXO III – PUBLICAÇÃO	100

1. INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis duplex (AID's) se caracterizam pela presença de duas fases que idealmente devem estar presentes em mesma proporção no material: ferrita e austenita. Esse balanço é importante para a combinação de elevada resistência à corrosão e alta resistência mecânica presente nessa classe de materiais quando comparada com os aços inoxidáveis austeníticos. Dessa forma, possuem vasta aplicação em ambientes corrosivos, como na indústria nuclear, química, petroquímica, papel e celulose, geração de energia e óleo e gás (GUNN, 1997; CHARLES, 2008; CAETANO, 2023).

Especificamente na indústria do óleo e gás, o ambiente *offshore* proporciona uma grande restrição para a seleção de materiais de seus equipamentos não somente devido ao contato com o ambiente marinho, como também devido à alta corrosividade do fluido de produção, correspondente a uma mistura de hidrocarbonetos, água e gases livres ou dissolvidos, como o gás carbônico e o ácido sulfídrico, em pressões e temperaturas bastante elevadas (200 °C e 140 MPa). Os dutos submarinos de produção transportam o fluido corrosivo das árvores de natal até a planta de processamento primário em embarcações ou plataformas fixas, sendo divididos em dois grandes grupos: rígidos ou flexíveis. A Figura 1 mostra a imagem de uma operação de soldagem em duto rígido fabricado em aço duplex UNS S31803 (PARDAL, 2011; PEREZ, 2013).



Figura 1 - Indicação em amarelo de soldagem a arco submerso em tubulação de aço inoxidável duplex UNS S31803. Fonte: adaptado de Pardal (2011).

A necessidade de uma maior padronização e flexibilização durante a instalação de dutos submarinos fez surgir um conceito diferente na fabricação dos dutos, pautada na junção de diferentes camadas, fabricadas em aços ou polímeros, que permitem um grau de deslizamento entre si, conferindo uma maior flexibilidade comparada aos dutos rígidos. Esses dutos são chamados de flexíveis e um exemplo desse conceito está mostrado na Figura 2. Cada camada possui uma função específica, seja ela estrutural ou de contenção de fluido. Por ser a primeira camada em contato com o fluido contido no interior do duto, a carcaça metálica além de ter a função de conter a pressão externa, evitando-se o colapso, necessita-se de ser fabricada em material com características especiais contra a corrosão, sendo a família dos aços duplex comumente escolhida para cumprir essa função. Durante o processo de fabricação da carcaça, as tiras metálicas necessitam de serem desenroladas, dobradas em um perfil tipo “S” e constantemente soldadas para o atendimento do comprimento desejado (TAVARES, 2021).

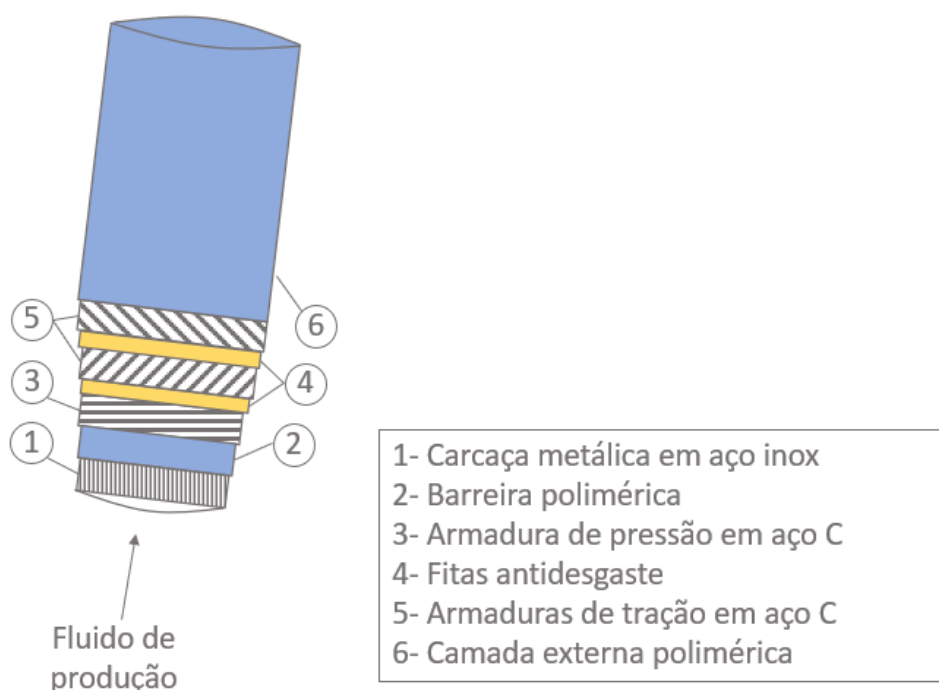


Figura 2 - Esquemático de um duto flexível para transporte do fluido de produção offshore. Fonte: autor.

Na medicina nuclear, os aços inoxidáveis duplex são fortes candidatos para a seleção da camada externa da embalagem usada para transporte de material radioativo não somente devido às propriedades de boa resistência ao impacto e de estabilidade

térmica a altas temperaturas exigidas para a aplicação, como também ao baixo custo quando comparado às ligas de níquel e aos demais aços candidatos (CAETANO, 2023; HARA, 2015)

A fabricação de peças utilizando os aços duplex necessitam em geral de operações de solda. A soldagem dessa classe de materiais possui um grande desafio relacionado ao controle da taxa de resfriamento. Ela não pode ser tão alta a ponto de alterar a proporção ideal de ferrita e austenita no cordão soldado, nem muito lenta, a ponto de induzir a formação de precipitados intermetálicos que possam fragilizar o material (CAETANO, 2023; LIPPOLD, 2005). Essas operações são realizadas com técnicas como MIG, MAG, TIG, a plasma, a laser, entre outras. A soldagem a laser apresenta uma série de vantagens em comparação com outras técnicas, como uma maior precisão e uma elevada taxa de resfriamento, resultando em um cordão de solda mais refinado e com resistência à tração aumentada. Por possibilitar altas velocidades de deslocamento, é uma técnica muito utilizada para soldagem de chapas finas (GUNN, 1997; YILBAS, 2013; JIANG, 2017; MOKHTARI, 2021).

Em geral, as aplicações com aços apresentam uma significativa restrição quando comparada com outras classes de materiais, relacionada a alta densidade. Isso gera sérios impactos tecnológicos, financeiros e ambientais devido a uma maior complexidade em seu processamento, ao conseqüente aumento de custo para o consumidor final e, ainda, a uma maior emissão de gás carbônico para atmosfera (TIMMIS, 2015). Diante desse cenário, observa-se uma tendência nos últimos anos da indústria em desenvolver compósitos, mesclando materiais cerâmicos na matriz metálica do aço com o principal objetivo de reduzir a densidade, sem reduzir significativamente suas propriedades mecânicas desejáveis (OLIVEIRA, 2007; CAMPBELL, 2010). Além disso, o alto rendimento no processamento e a disponibilidade de tipos diferentes de pós potencializam a demanda de peças por aços inoxidáveis sinterizados (OLIVEIRA, 2007; CAMPBELL, 2010; BASAK, 2015; ALMANGOUR, 2017; OKE, 2018; OKE, 2019;). Os reforços comumente utilizados em uma matriz composta de aço inoxidável são óxidos metálicos (NAYAK, 2016; SHASHANKA, 2016), carbonetos (HAN, 2017), nitretos (OKE, 2018) e boretos (SULIMA, 2023).

Nesse contexto, a cerâmica diboreto de titânio se destaca não somente por possuir elevado módulo de elasticidade (cerca de 565 GPa), mas também por possuir uma forte interação estrutural com a matriz ferrítica, quando comparada com outros reforços (ZHANG, 2016). Segundo Braga *et al.* (2007), a adição de cerâmicas de óxido e boretos ao aço inoxidável duplex auxiliam no processo de ativação da sinterização e conseqüente melhoria no processo de densificação, provocando redução percentual de poros residuais.

Um exemplo de uma ferramenta poderosa para detecção de discontinuidades em cordão de solda, como trincas e porosidade, é a técnica de microtomografia. Vários estudos demonstram os resultados positivos na aplicação de uma metodologia de pós processamento em imagens 3D utilizando essa técnica (ALVES, 2019; ARAUJO, 2020).

Diante disso, o presente trabalho avaliou a microestrutura e microdureza de juntas soldadas a laser utilizando como material de adição uma mistura formada com o pó do mesmo aço inoxidável duplex (UNS S32304) da chapa a ser soldada e o pó da cerâmica TiB₂.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

O objetivo geral deste estudo é avaliar a qualidade microestrutural e mecânica, em termos de microdureza, de juntas soldadas a laser de uma chapa de aço inoxidável duplex UNS S32304 com uma mistura em pó utilizada como material de adição, fabricada em aço inoxidável duplex equivalente ao da chapa e diferentes teores da cerâmica TiB₂.

2.2. Objetivos específicos

- Analisar a microestrutura dos cordões de solda através de microscopia eletrônica de varredura;
- Quantificar a proporção entre as fases na mistura em pó utilizada como material de adição e na região do cordão de solda das amostras soldadas obtida da técnica de difração de raios X;
- Avaliar a influência da presença do TiB₂ em relação à microdureza das amostras através do ensaio de microdureza instrumentada;
- Avaliar a homogeneidade dos cordões de solda a laser, através da análise de microtomografia nas amostras soldadas.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Aço inoxidável duplex

Para ser considerado aço inoxidável, a liga de aço deve conter um teor mínimo de cromo, superior à 11%, responsável pela característica de boa resistência à corrosão desses aços, devido à formação de uma camada passiva, rica em óxido de cromo (CALLISTER, 2002).

De acordo com a microestrutura formada à temperatura ambiente, os aços inoxidáveis podem ser divididos em cinco classes principais: austeníticos, ferríticos, martensíticos, duplex e os endurecidos por precipitação. As diferentes microestruturas formadas dependem da composição de elementos estabilizadores da austenita e estabilizadores da ferrita na liga (GRUBERT, 2010). Uma boa ferramenta de previsão de formação de uma determinada microestrutura de um aço inoxidável por meio da adição de diferentes elementos de liga é o diagrama de Schaeffler, mostrado na Figura 3 (BONIARDI, 2014).

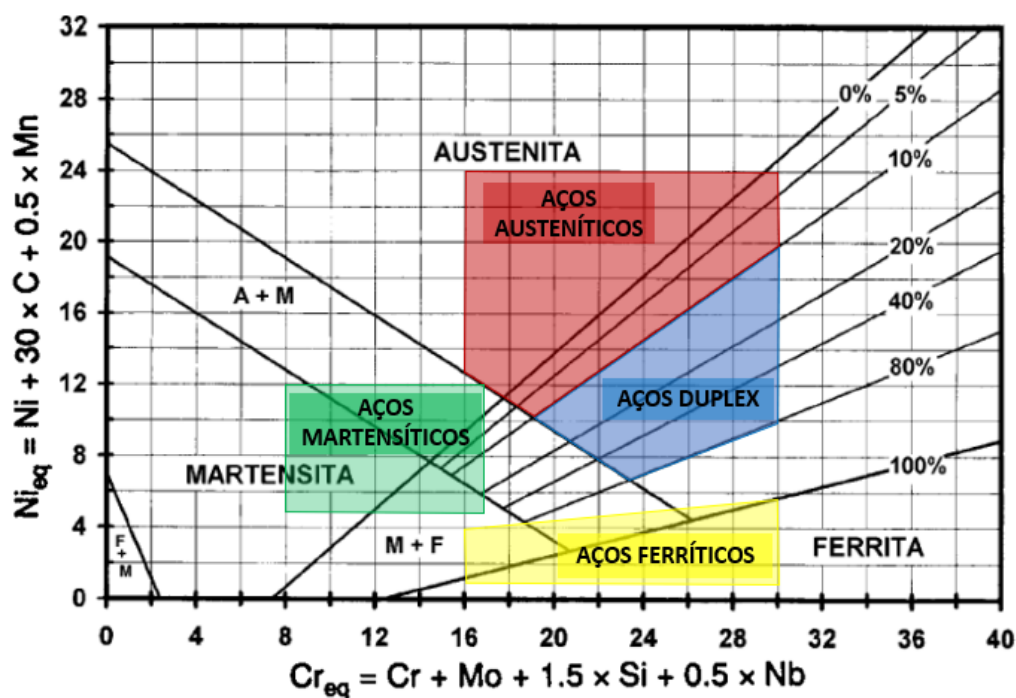


Figura 3 - O diagrama de Schaeffler. Fonte: adaptado de Boniardi (2014).

O diagrama de Schaeffler possui na abcissa um parâmetro conhecido como cromo equivalente, responsável por quantificar o efeito total dos elementos estabilizadores da ferrita em função da sua composição na liga, como o cromo, o molibdênio, o silício e o nióbio. Da mesma maneira, a ordenada do gráfico é composta pelo níquel equivalente, que soma a contribuição dos elementos de liga estabilizadores da fase austenítica, como o níquel, o carbono e o manganês.

O aço inoxidável duplex recebe esse nome devido à presença de dois microconstituintes de estruturas cristalinas diferentes, a austenita (CFC) e a ferrita (CCC), originados principalmente por conta do cromo e do níquel na liga, em teores pré-definidos. Sua principal vantagem consiste na combinação de uma maior resistência mecânica, superior à de aços inoxidáveis austeníticos, sobretudo devido à presença da fase ferrita, e valores comparáveis ou até superiores de resistência à corrosão pelo elevado teor de cromo. Essa característica justifica sua alta aplicabilidade nos mais variados ramos da indústria, como da celulose, da fabricação de eletrodos, de aplicações estruturais, da nuclear, da química, da petroquímica, de papel e celulose, de geração de energia e de óleo e gás (SILVA, 1988; GUNN, 1997; CAETANO, 2023).

De maneira a melhorar a interpretação da previsão das microestruturas especialmente na região dos aços austeníticos e na região duplex, De Long e Reid (1957) propuseram uma adaptação no diagrama, com a inclusão do efeito de contribuição do nitrogênio, como agente estabilizador da austenita nas ligas (BONIARDI, 2014; GUIRALDENQ, 2017). Esse diagrama está mostrado na Figura 4.

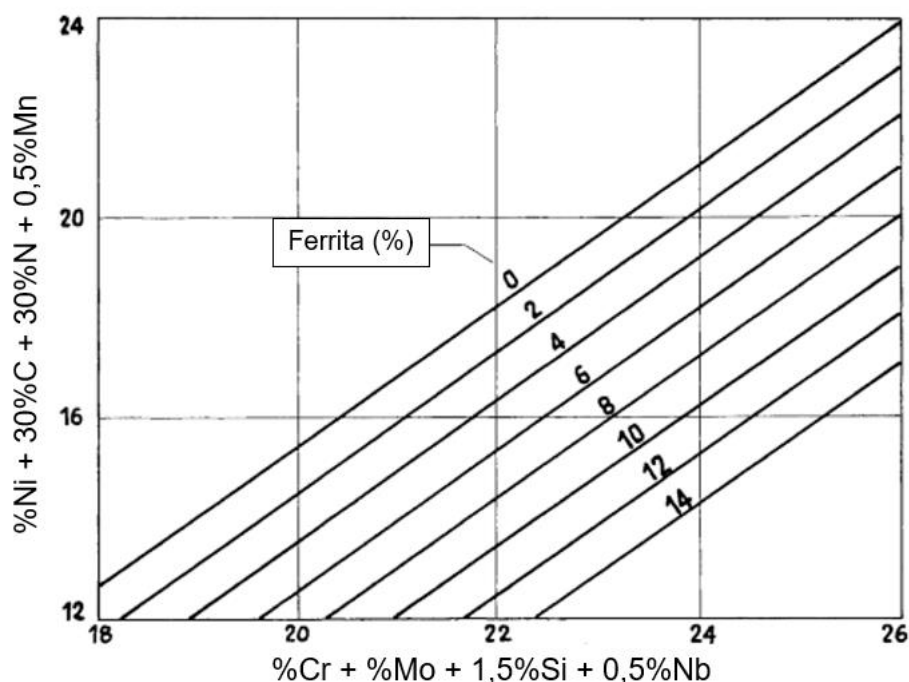


Figura 4 - Diagrama de DeLong-Schaeffler. Fonte: adaptado de Guiraldenq (2017).

Além de estabilizar a austenita, o nitrogênio possui outras contribuições na liga de aço inoxidável duplex, entre elas, a de aumentar a resistência à corrosão por pites e frestas e a de aumentar a sua tenacidade. Também é responsável por retardar a formação de fases intermetálicas, originadas pela presença de outros elementos, como o molibdênio (VIJAYAKUMAR, 2017).

Uma forma de medir a resistência à corrosão por pites de um aço inoxidável é utilizando o cálculo do PRE (*Pitting Resistance Equivalent*), definido conforme a Equação 1 abaixo, que quantifica esse efeito incluindo coeficientes multiplicadores na composição do cromo, do molibdênio, do tungstênio e do nitrogênio da liga (IMOA, 2012; GUNN, 1997).

$$\text{PRE} = \%Cr + 3,3(\%Mo + 0,5\%W) + 16\%N \quad (1)$$

Os aços inoxidáveis duplex modernos podem ser divididos em cinco famílias em ordem crescente do valor estimado de PRE: Lean Duplex (PRE inferior a 35), que não contém uma adição expressiva de molibdênio, como é o caso do UNS S32304; Duplex padrão, com valor de PRE próximo a 35; Duplex 25Cr, com cerca de 25% de cromo e

PRE inferior a 40; Super Duplex, com PRE entre 40 e 45, cromo entre 25% e 26%, além da presença de molibdênio e níquel e o Hiperduplex, conhecido por ser um aço inoxidável duplex de alta liga com PRE superior a 45 (KARLSSON, 2012; IMOJA, 2012).

3.1.1. Microestruturas e transformações de fase

Para melhor avaliar o comportamento metalúrgico e a sequência de eventos necessárias para a formação das microestruturas fundamentais no aço inoxidável duplex, a ferrita (α) e a austenita (γ), pode-se considerar o diagrama de fase ternário ferro-cromo-níquel com 19% de cromo mostrado na Figura 5.

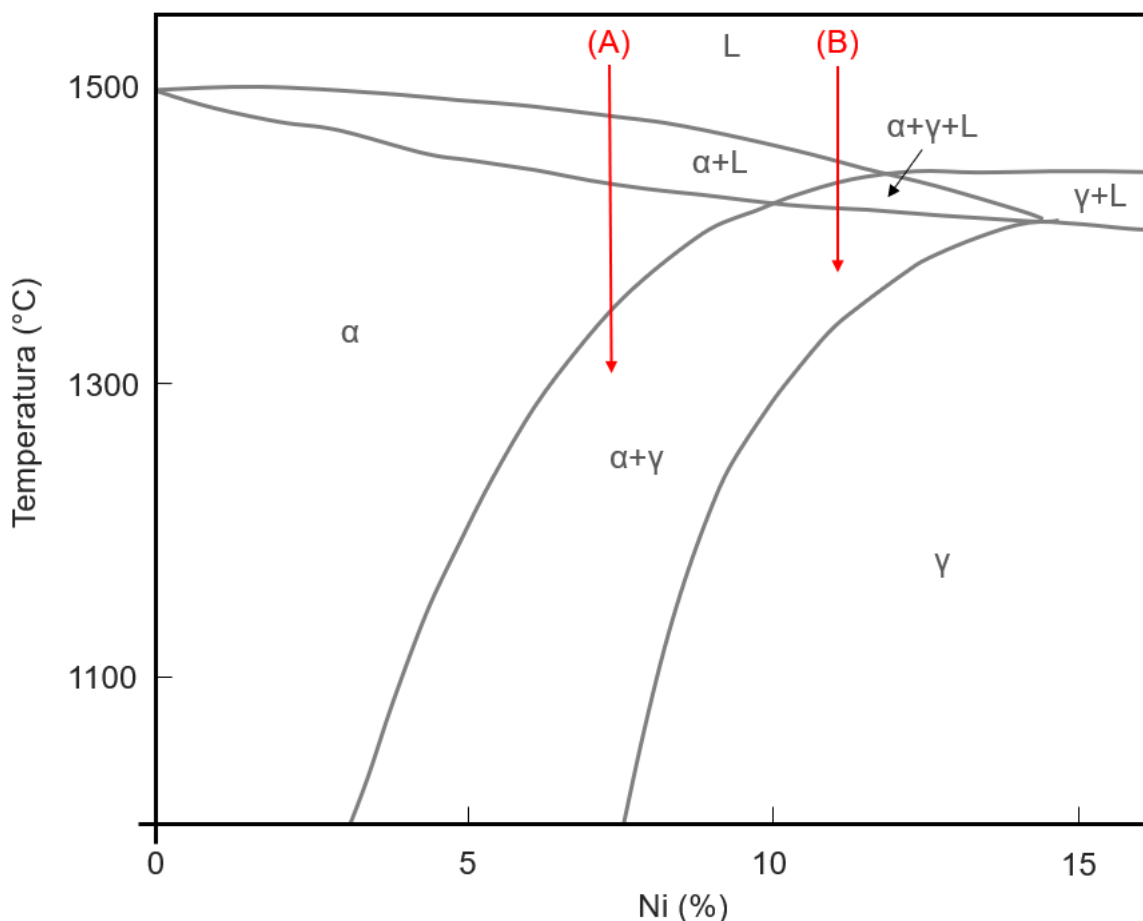


Figura 5 - Esboço do diagrama de fase ternária Fe-Cr-Ni a 19% de cromo. Fonte: adaptado de Imoja (2012).

Conforme mostrado na Figura 5, há duas curvas de resfriamento (A e B) diferentes em que a liga pode ser submetida para manter a formação de ferrita e de austenita.

Para ligas de aço duplex de baixo carbono é mais comum ocorrer o modo A de solidificação, que compreende a seguinte sequência de transformações de fase: $L \rightarrow L + \alpha \rightarrow \alpha \rightarrow \alpha + \gamma$. A solidificação se encerra na fase puramente ferrítica (acima de 1400 °C). Para esse modo de solidificação, a austenita só se forma após a liga estar totalmente sólida (IMOA, 2012).

Para o caso de ligas de duplex com alto teor de carbono, o modo de solidificação mais comum passa a ser o B, que compreende a seguinte sequência de transformações: $L \rightarrow L + \alpha \rightarrow L + \alpha + \gamma \rightarrow \alpha + \gamma$. Neste caso, a primeira fase sólida a ser formada continua sendo a ferrita, assim como ocorre na primeira transformação do modo A. O líquido residual enriquecido com elementos austenitizantes solidifica formando a austenita. Entretanto, a formação da austenita acaba gerando uma região enriquecida de elementos estabilizadores da ferrita, favorecendo a solidificação de carbeto enriquecidos em cromo do tipo $M_{23}C_6$ e da ferrita (ARMAS, 2009). Esta cristalização intercambiável é na verdade uma solidificação simultânea de dendritos de α e cristais interdendríticos de γ , repetindo até que a solidificação seja completamente concluída (KNYAZEVA, 2013).

Segundo Vicente *et al.* (2020), durante a solidificação do modo B ($L \rightarrow L + \alpha \rightarrow L + \alpha + \gamma \rightarrow \alpha + \gamma$), a austenita pode ser formada a partir de uma reação peritética ($L + \alpha \rightarrow \gamma$) ou a partir de uma reação eutética ($L \rightarrow \alpha + \gamma$). No caso da reação peritética, dependendo da taxa de difusão para formação da austenita, a reação pode não ser completa.

Conforme Knyazeva e Pohl (2013), após a solidificação do modo B, à medida que o resfriamento avança, a fração de austenita na liga começa a aumentar tanto devido ao crescimento do cristal formado anteriormente impulsionado por difusão quanto devido à transformação de solução sólida controlada por difusão $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma_2$. Essa austenita formada pela transformação da solução sólida ferrítica é chamada de austenita secundária, enquanto a formada na etapa anterior (ainda na presença da fase líquida), é chamada de austenita primária.

A cinética de nucleação e crescimento de grãos austeníticos na matriz ferrítica da liga de aço duplex ao longo do resfriamento ocorre a uma faixa de temperatura entre 1200 °C e 650 °C (ARMAS, 2009).

Um esquema da distribuição dos cristais de ferrita α , em um padrão primário durante a solidificação de um aço duplex padrão, é mostrado na Figura 6 (a), com cristais pequenos e equiaxiais próximos à superfície de resfriamento, seguidos de cristais colunares alongados, que voltam a se tornar equiaxiais mais ao interior da peça, porém como grãos maiores. Durante o avanço do resfriamento, ocorre a transformação parcial da ferrita em austenita, sendo inicialmente formadas nos contornos de grãos da ferrita e, posteriormente, avançam no interior do grão, em uma morfologia conhecida como Widmanstätten, como mostrado na Figura 6 (b) (ARMAS, 2009).

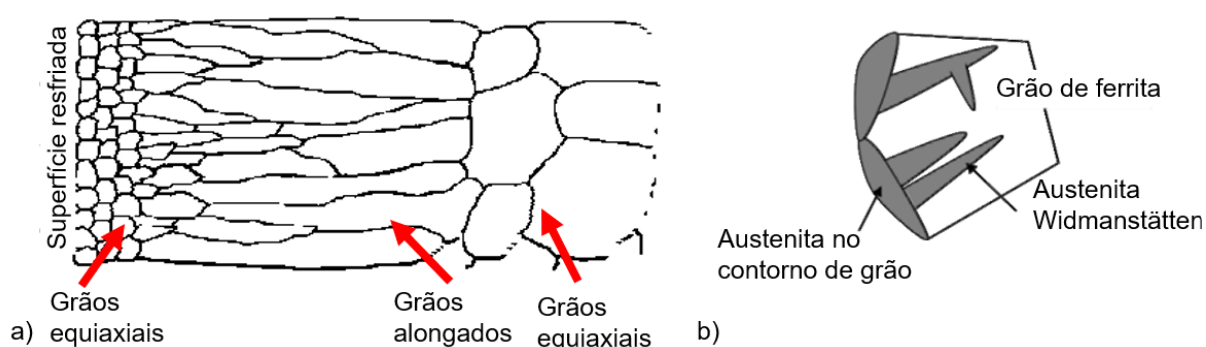


Figura 6 - Esquema da distribuição padrão dos grãos em uma liga de aço inoxidável duplex fundida sendo resfriada; a) grãos de ferrita ao longo do término da solidificação; b) formação da austenita no contorno e no interior (austenita Widmanstätten) do grão ferrítico. Fonte: adaptado de Armas (2009).

3.1.2. Efeito dos principais elementos de liga

É comercialmente aceito teores na faixa de 30% a 70% de ferrita e austenita nos aços inoxidáveis duplex, embora, na maioria de suas aplicações, o interessante é que a proporção mássica seja a mesma em ambas as fases, ou seja, 50%. Esse equilíbrio é importante devido ao balanceamento das propriedades de ambas as fases para facilitar o processamento da liga e realizar com êxito o serviço a que for destinada. Essa proporção ideal é atingida através da adição de diferentes elementos de liga no aço duplex (IMOA, 2012).

A adição desses elementos pode estar associada à formação de fases intermetálicas, sobretudo quando submetidos a altas temperaturas, como as alcançadas no processo de soldagem. Na maioria das vezes, essas fases não são desejáveis, pois possuem efeitos deletérios nas propriedades da liga, como redução da tenacidade e da resistência à corrosão. O diagrama TTT descrito na Figura 7 apresenta alguns tipos de precipitados que podem se formar dependendo da composição dos principais elementos de liga em um AID. Assim, é importante conhecer qual o efeito de cada elemento adicionado e os seus teores limites.

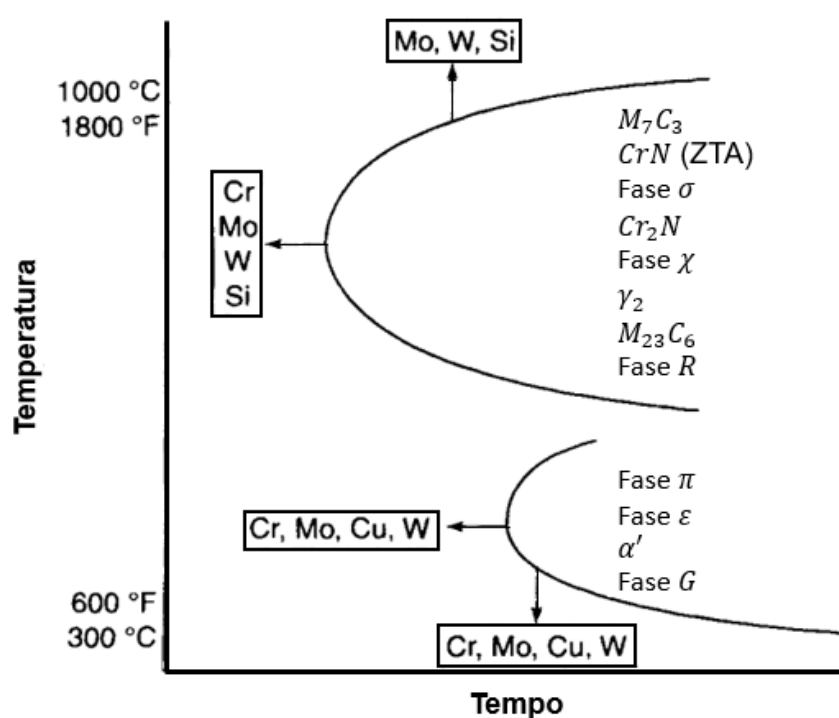


Figura 7 - Diagrama TTT do efeito dos principais elementos de liga na formação de precipitados no aço inoxidável duplex. Fonte: adaptado de Gunn (1997).

O cromo possui papel fundamental na resistência à corrosão de um AID, pois é responsável por formar uma película passiva estável mesmo em temperaturas elevadas. Normalmente, é encontrado em uma composição de no mínimo 20% em um AID. Atua como estabilizador da ferrita e, por isso, caso seja desejado aumentar sua composição, essa deve ser balanceada com a presença de outros elementos que estabilizem a austenita para poder manter a coexistência de ambas as fases na liga. Um teor alto de cromo também pode resultar na formação de fases intermetálicas, como a fase σ , mostrada na Figura 7 (VICENTE, 2020).

O molibdênio estabiliza a ferrita e atua de maneira eficaz na resistência contra corrosão por pites e por frestas em um aço inoxidável duplex, sobretudo na presença de cloreto. Também pode originar a formação de fases intermetálicas, sendo restrito a uma composição máxima de 4% na liga (AN, 2016; VICENTE, 2020).

O tungstênio atua no aumento da resistência a corrosão por pite e por frestas nos AID's. No entanto, na faixa entre 700 °C e 1000°C, atua na formação de precipitados e estimula a formação de austenita secundária (γ_2), no metal soldado. Geralmente um teor de 1% não é excedido para uma liga de AID que contenha 4% de molibdênio (GUNN, 1997).

O silício é um elemento benéfico em serviços expostos a ácido nítrico concentrado e aumenta a resistência à oxidação em altas temperaturas. Sua adição é geralmente limitada a um teor de 1%, pois pode atuar para a formação da fase σ (GUNN, 1997).

O cobre como elemento de liga no AID é conhecido por reduzir as taxas de corrosão em ambientes não oxidantes. Entretanto, sua adição é limitada a 2%, devido à redução na ductilidade a quente que maiores teores provocam na liga. Há alguns estudos que mostram que o cobre pode melhorar a usinabilidade de ligas com baixos teores de oxigênio e enxofre (GUNN 1997).

O níquel é um elemento de liga que se encontra em uma faixa ente 1,5 a 7% no AID. Sua principal função é manter a presença da austenita balanceada, uma vez que estabiliza essa fase (MUTHUPANDI, 2005). Em alta concentração e alta temperatura, pode induzir a transformação da ferrita rica em seus elementos estabilizadores em precipitados intermetálicos. Também pode acelerar a formação da fase α' , que fragiliza a ferrita (GUNN, 1997).

O nitrogênio é um forte estabilizador da austenita, sendo fundamental à manutenção da presença dessa fase em um AID processado, como quando submetido a altas temperaturas decorrentes da soldagem (MUTHUPANDI, 2005). Além disso, possui um papel fundamental no aumento da resistência mecânica da liga por solução sólida intersticial, uma vez que o carbono é muitas vezes indesejável nas ligas de aço

inoxidável devido ao risco de sensitização. Também atua no aumento da resistência à corrosão por pites e em frestas. Além disso, é responsável por retardar a precipitação de fases intermetálicas, como a σ (sigma) e a χ (chi), o suficiente para permitir o processamento e o trabalho do AID. Ademais, estudos mostram que o aumento de sua concentração na liga auxilia na diminuição da formação de nitretos, uma vez que o aumento no teor de austenita, diminui a distância entre os grãos. Seu teor na liga pode atingir valores máximos de 0,35%, alcançados geralmente na família dos superduplex (VICENTE, 2020). A Figura 8 mostra o efeito de aumento do campo de formação da austenita com a adição de nitrogênio em uma liga ternária de Fe-Cr-Ni a 68% de ferro (IMOA, 2012).

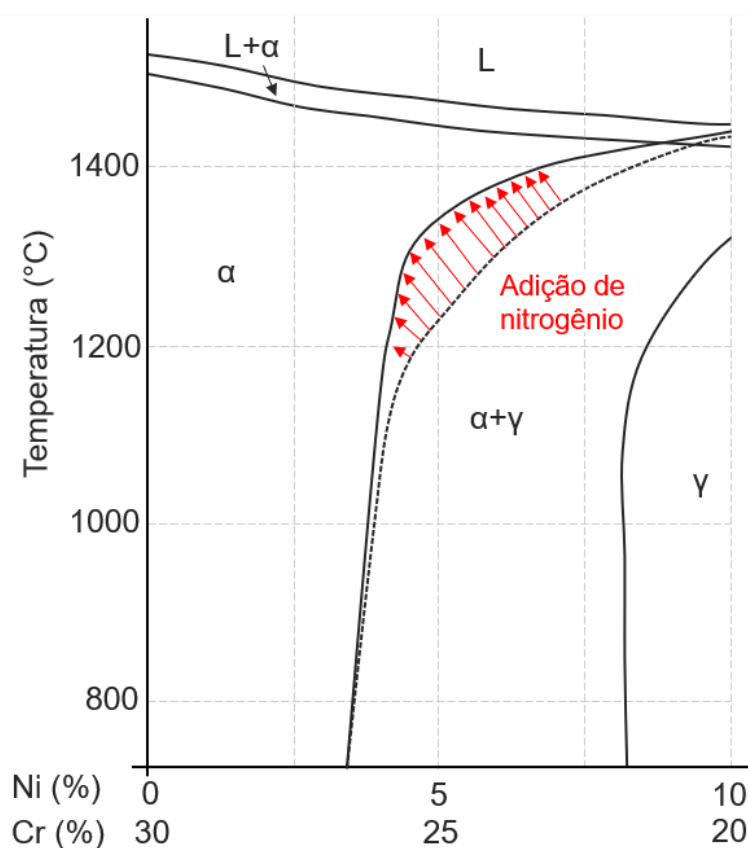


Figura 8 - Efeito do nitrogênio na seção do diagrama de fase ternária Fe-Cr-Ni a 68% de ferro Fonte: adaptado de Imoa (2012).

O manganês pode aumentar a resistência ao desgaste e à abrasão sem perda de ductilidade e aumentar a solubilidade do nitrogênio na liga. Dependendo do seu teor, pode aumentar a faixa de temperatura e a taxa de formação da fase σ e diminuir a temperatura crítica de ocorrência de pite, possivelmente em decorrência da inclusão

de sulfeto de manganês, que fragiliza o aço (AN, 2016). Seu teor deve ser cuidadosamente balanceado com o de nitrogênio para aumentar os efeitos benéficos nas propriedades da liga.

3.1.3. Principais precipitados e fases intermetálicas

Conforme mostrado na Figura 7, na faixa entre 300 °C e 1000 °C, pode ocorrer a formação de vários precipitados intermetálicos no AID. A adição de elementos de liga, necessária para a combinação das boas propriedades mecânicas desse aço, facilita a formação dessas fases, que, muitas vezes, pode resultar em efeitos deletérios em suas aplicações tradicionais (GUNN, 1997; WANG, 2021). Dessa forma, é importante conhecer as características e as morfologias dos principais precipitados, e como ocorre sua formação.

As fases α' , também conhecida como α primário, e G são formadas em baixas temperaturas, entre 300 °C e 525 °C. Consistem nas principais causas de endurecimento e fragilização de aços inoxidáveis ferríticos. A formação de α' está associada a dissociação local da ferrita devido à existência de lacunas na solução. Também pode se formar de maneira combinada durante a precipitação de nitretos de cromo. Enquanto isso, a fase G se forma na interface entre α e α' após horas de exposição quando a região está enriquecida com níquel e silício (MATEO, 1997).

A austenita secundária (γ_2) pode ser formada de maneira relativamente rápida e por meio de diferentes mecanismos no AID. Sua formação pode estar associada a um mecanismo adifusional. Porém, entre 650 °C e 800 °C, se forma por difusão à medida que é enriquecida com nitrogênio, níquel ou manganês (MARQUES, 2017). De maneira similar, a austenita secundária também pode ser formada na região de interface entre a ferrita e a austenita, por possuir baixa concentração de cromo, especialmente se houver precipitação combinada de nitretos de cromo na região. Por fim, os mecanismos de formação de γ_2 que envolvem difusão promovem a formação de locais suscetíveis à corrosão por pite (CAETANO, 2022).

Enquanto a austenita secundária possui bastante afinidade com o nitrogênio, a fase σ é rica em cromo e molibdênio, sendo extremamente dura e frágil, resultando em efeitos deletérios nas propriedades mecânicas que envolvem impacto e na resistência à corrosão. Sua precipitação ocorre preferencialmente nas regiões de contorno entre ferrita e austenita, a uma faixa entre 700 °C e 900 °C. Nessa região de contorno, a transformação de ferrita em γ ou γ_2 resulta na ferrita remanescente enriquecida em cromo e molibdênio, induzindo a formação de σ (WANG, 2021).

A fase chi, χ , se forma na mesma faixa de temperaturas que a fase σ e na interface entre ferrita e austenita. Porém, em menor quantidade. Ela pode ser formada em temperaturas inferiores, caso a ferrita seja enriquecida com elementos formadores de precipitados intermetálicos por uma longa exposição. Ademais, possui os mesmos efeitos deletérios que a fase σ (MARQUES, 2017).

Após várias horas de exposição a uma faixa de temperatura entre 550 °C e 650 °C, um composto rico em molibdênio, Fe_2Mo , também conhecido como fase R, pode se precipitar tanto nos contornos como na região de interior dos grãos. Esse precipitado reduz a resistência a corrosão por pites. Há estudos que avaliam que esse efeito deletério é acentuado quanto maior a concentração de molibdênio nessa fase (GUNN, 1997).

A fase π é identificada no interior dos grãos de aços duplex que foram submetidos a tratamento isotérmico a 600 °C por muitas horas. Assim como a fase σ , é rica em cromo e molibdênio (GUNN, 1997).

Conforme mostrado no diagrama ternário Fe-Cr-Ni da Figura 5, acima da temperatura de recozimento, cerca de 1000 °C, a proporção em volume de ferrita na liga aumenta, à medida que a temperatura é aumentada, permanecendo-se abaixo da linha de solidificação. Nessas altas temperaturas, a solubilidade do nitrogênio na ferrita é alta, porém, quando a liga é resfriada, a ferrita se torna supersaturada de nitrogênio, promovendo a precipitação de nitretos do tipo Cr_2N no interior dos grãos de ferrita. Alguns processos isotérmicos podem induzir a formação desse nitreto na região dos contornos de grão da ferrita, reduzindo a resistência à corrosão por pites da liga. A

Figura 9 mostra a formação do nitreto de cromo no interior de ferrita na região de zona fundida de um aço inoxidável duplex soldado por TIG. Além do Cr_2N , o processo de soldagem ainda pode provocar o aparecimento de um outro nitreto, o CrN , nas regiões da zona fundida e da zona termicamente afetada (CAETANO, 2022).

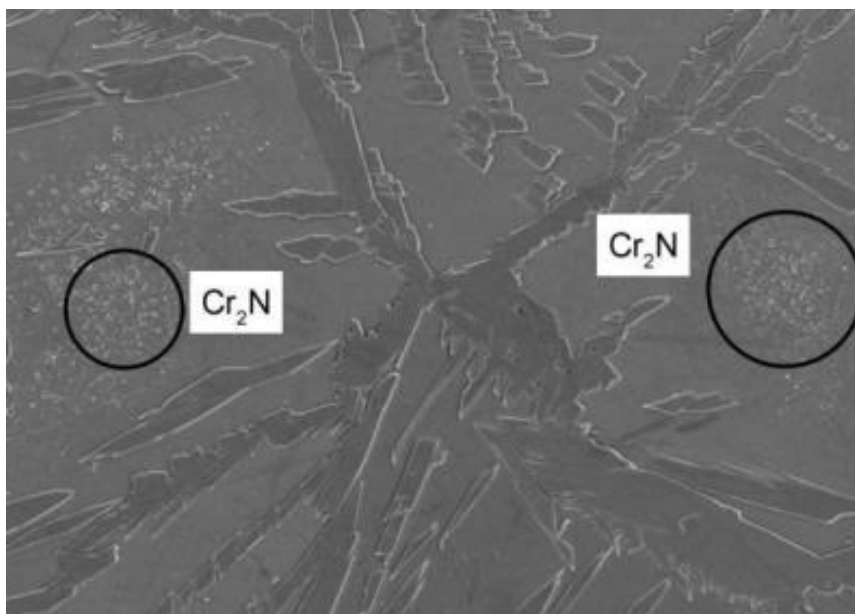


Figura 9 - Microscopia eletrônica de varredura de 1300X no aço inoxidável duplex AID UNS S32304 soldado por TIG (ataque com Behara modificado), mostrando a presença de nitreto de cromo Cr_2N no interior dos grãos de ferrita. Fonte: autorizado por Caetano (2022).

Quanto aos carbonetos, o composto M_7C_3 pode ser formado na região de contorno entre a ferrita e a austenita, porém é mais raro de ocorrer pois necessita de um grande tempo de exposição entre $950\text{ }^\circ\text{C}$ e $1050\text{ }^\circ\text{C}$. Em aços duplex com teores moderados de carbono, cerca de $0,03\%$, o mais comum de se precipitar é o composto M_{23}C_6 , cuja taxa de formação ocorre rapidamente entre $650\text{ }^\circ\text{C}$ e $950\text{ }^\circ\text{C}$. Também preferencialmente se precipita na região de contorno entre ferrita e austenita, mas pode se formar nos outros contornos (REDJAÏMIA, 2021).

Além disso, em ligas que contenham cobre, pode haver a precipitação de uma fase ϵ , devido a supersaturação do cobre na liga devido à diminuição da solubilidade desse elemento durante o resfriamento (GUNN, 1997).

Por fim, a Tabela 1 resume as principais características cristalográficas dos precipitados supracitados, que podem ser formados em aços inoxidáveis duplex.

Tabela 1 – Cristalografia dos principais precipitados encontrados em aço inoxidável duplex.

Fase	Estrutura cristalina	Grupo espacial	Parâmetros de rede
α'	CCC	Im3m	a = 2,86 – 2,88
σ	Tetragonal	P4 ₂ /mnm (136)	a = 8,79; c = 4,54
M ₇ C ₃	-	Pnma (62)	a = 4,52; b = 6,99; c = 12,11
M ₂₃ C ₆	CFC	Fm3m (225)	a = 10,56 – 10,65
Cr ₂ N	Cúbica	P3 ₁ m (162)	a = 4,80; c = 4,47
R	Trigonal	R3 (146:H)	a = 10,90; c = 19,34
χ	CCC	143m (217)	a = 8,92
γ_2	CFC	Fm3m (225)	a = 3,539
π	Cúbica	P4 ₁ 32 (213)	a = 6,47
G	-	Fm3m (225)	a = 10,9 – 11,6
ϵ	-	Fm3m (225)	a = 3,615

Fonte: adaptado de Gunn (2003).

3.2. Soldagem a laser

A soldagem a laser consiste em uma tecnologia não-convencional de processo de união de materiais através de uma fonte de calor proveniente de um feixe de laser de alta potência e alta densidade de energia. A alta energia concentrada desprendida no processo provoca a geração de uma zona termicamente afetada bem menos larga quando comparadas com as técnicas convencionais de soldagem. A Figura 10 apresenta um esquema comparativo entre as larguras dos cordões de solda obtidos pelas diferentes técnicas de soldagem existentes. (CHATURVEDI, 2021).

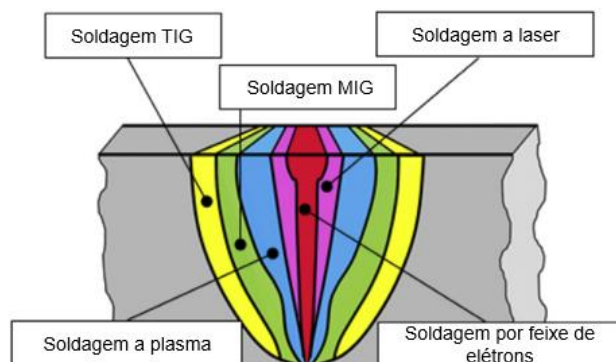


Figura 10 - Esquemas de geometrias de uma junta de topo comparando-se diferentes técnicas de soldagem. Fonte: adaptado de Weglowski (2016).

A Figura 11 apresenta uma ordem de grandeza comparativa entre as técnicas de soldagem não-convencionais (a laser e por feixe de elétrons) e entre algumas técnicas convencionais (a plasma e a arco). Nela, observa-se que a densidade de potência desprendida durante a soldagem a laser é semelhante à por feixe de elétrons, sendo ambas as principais técnicas representantes dessa nova tecnologia de processamento caracterizada pela alta densidade de energia (STEEN, 2010).

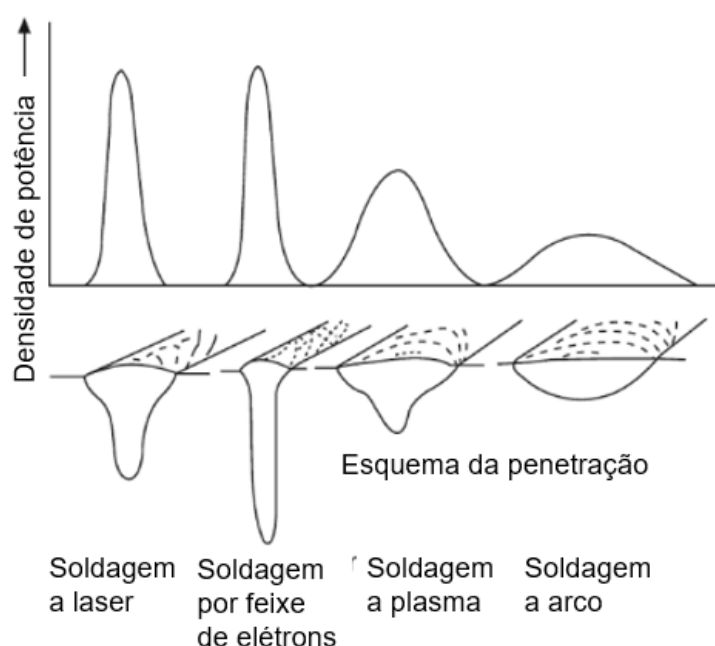


Figura 11 – Comparação qualitativa de densidades típicas de potência entre as principais técnicas de soldagem por calor e geometrias dos cordões de solda obtidos nas respectivas densidades. Fonte: adaptado de Katayama (2013).

O princípio básico de funcionamento da soldagem a laser consiste na conversão da energia cinética dos fótons presentes no feixe em energia térmica necessária para fundir e, às vezes, vaporizar a peça de trabalho (CHATURVEDI, 2021).

O arranjo geral de um equipamento genérico de soldagem a laser está esquematizado na Figura 12. A fonte de energia de alta voltagem do equipamento requer uma potência entre 1 kW e 10 kW, necessária para produzir luz no tubo, que é responsável pelo bombardeamento dos elétrons dos átomos no cristal. Os tipos de fonte a laser mais comuns nas indústrias são He-Ne ou laser CO₂, Nd-YAG laser, laser diodo e fibra. O meio de bombardeamento pode ser um cristal, que possui uma grande

quantidade de átomos, que, ao absorverem energia dos fótons provenientes da luz do tubo, excitam seus elétrons a um nível maior de energia, produzindo ainda mais fótons. Esse processo é conhecido como amplificação da luz por emissão estimulada de radiação ou por sua sigla em inglês LASER - *Light amplification by stimulated emission of radiation*. À medida que a concentração desses fótons aumenta, o laser é formado. Um conjunto de espelhos é acoplado na região de saída do feixe com a função de reabsorver os elétrons fora do feixe de volta ao cristal e acima do cristal com a função de refletir todos os fótons que podem escapar de volta ao cristal, facilitando a formação de um feixe de alta energia. Depois, o feixe é concentrado através do uso de lente, para a peça de trabalho, de tal forma que seja possível fundir e vaporizar localmente a região desejada. Além disso, há o capacitor, que é usado para fornecer os pulsos de laser durante a operação do equipamento (CHATURVEDI, 2021).

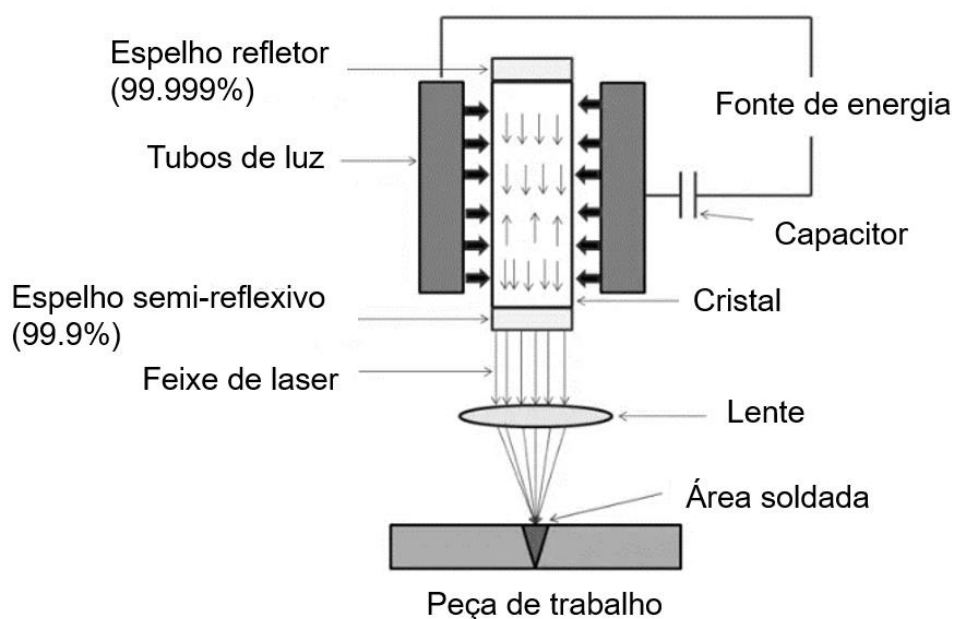


Figura 12 - Esboço genérico de um equipamento de soldagem a laser. Fonte: adaptado de Chaturvedi (2021).

De maneira a expandir sua aplicação, criou-se a tecnologia de soldagem a laser em vácuo (LaVa). Para isso, a tecnologia convencional de gerador de feixe de elétrons é adaptada a partir da instalação do cabeçote de processamento a laser dentro de uma câmara de vácuo. A combinação de um laser de alta potência com baixa pressão

ambiente resulta em um desempenho e qualidade de soldagem excelentes (JIAN, 2017).

A soldagem a laser pode ser realizada por meio de dois mecanismos diferentes, mostrados na Figura 13. Se a superfície do material for aquecida acima do ponto de fusão, porém abaixo do ponto de vaporização, a fusão do material ocorre apenas pela condução do calor através da poça e a junta possui dimensões mais próximas às demais produzidas em outras técnicas convencionais de soldagem por fusão, conforme mostrado à esquerda na Figura 13. Entretanto, se a superfície do material ultrapassar seu ponto de vaporização, a soldagem ocorre com uma penetração profunda, também conhecida pelo nome em inglês *keyhole*, como mostrado à direita na Figura 13. Nesse caso, o feixe de laser penetra sob a poça de fusão (CAO, 2003).

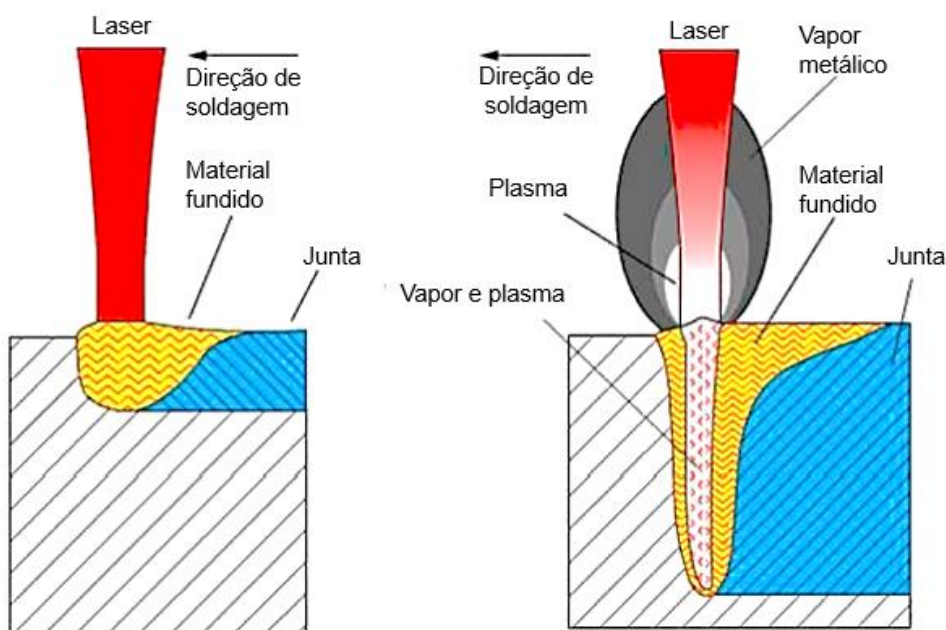


Figura 13 - Modos de operação da soldagem a laser: por condução (à esquerda) e por penetração profunda ou *keyhole* (à direita). Fonte: adaptado de Kovacs (2017).

A alta densidade de energia concentrada desprendida na técnica de soldagem a laser promove uma largura da zona termicamente afetada inferior às encontradas em técnicas convencionais, como MIG, MAG ou a plasma, o que resulta em uma menor distorção das peças após o processamento. Por possibilitar altas velocidades de deslocamento, a soldagem a laser produz um cordão de solda mais refinado e com resistência à tração aumentada, sendo também uma técnica muito utilizada para

soldagem de chapas finas (GUNN, 1997; YILBAS, 2013; JIANG, 2017; MOKHTARI, 2021).

A experiência da soldagem a laser aplicada a ligas de aços inoxidáveis mostra-se vantajosa pois ao produzirem regiões de ZTA limitadas e altas taxas de resfriamento, a formação de precipitados indesejáveis no cordão é dificultada. Por outro lado, essa maior velocidade de resfriamento pode provocar excesso de formação de ferrita, dificultando a obtenção da proporção ideal das fases no cordão (IMOA, 2012).

Pekkarinen *et al.* (2010) avaliou empiricamente quais as principais mudanças na microestrutura de aços inoxidáveis AISI 2101 e AISI 2205 com acréscimo de calor em função dos parâmetros de soldagem a laser. Seu resultado principal foi que a microestrutura é bastante dependente da taxa de resfriamento, sendo possível atingir proporções próximas a da ideal (50% de ferrita e 50% de austenita) ao utilizar parâmetros adequados de soldagem, mesmo na ausência de material de adição. Observou-se também que o teor de ferrita diminui com o aumento da magnitude do calor. Por fim, os parâmetros de soldagem ideais foram ajustados para cada tipo de aço analisado, uma vez que a microestrutura também é dependente da composição.

Keskitalo *et al.* (2015) utilizou nitrogênio como gás de proteção em soldagem a laser como forma de avaliar seu impacto na formação de austenita e aumento da tenacidade à fratura do cordão. No seu trabalho, verificou que o uso de nitrogênio como gás de proteção aumenta o teor de austenita no cordão e concluiu que maiores velocidades de soldagem estão ligadas a menores teores de austenita no cordão, além de soldas mais duras e frágeis.

Hu *et al.* (2018) também estudaram o efeito de parâmetros de soldagem em cordões de solda em aço inoxidável duplex 2205. Concluíram que os parâmetros de soldagem desempenharam um importante papel na qualidade da junta soldada, sendo possível obter uma amostra com fração volumétrica de ferrita baixa (42,5%), alta resistência à tensão (848 MPa) e com boa qualidade superficial.

Ghosh *et al.* (2019) analisaram a soldagem a laser em AID UNS S32205. Foi observado que o aumento da taxa de resfriamento provoca o aumento do teor de ferrita e a diminuição do teor de austenita. A alta entrada de calor durante a soldagem contribuiu para uma granulometria grosseira e formação da austenita. Além disso, devido à cinética do resfriamento, a microdureza diminui da zona de fusão até o metal base.

Abdo e Seikh (2021) avaliaram a microestrutura e propriedades mecânicas de cordão de aço duplex S32520 submetido à soldagem a laser em função de três parâmetros de soldagem: potência do laser, velocidade de soldagem e diâmetro do feixe. Verificaram que há uma faixa ideal desses parâmetros que combinam máxima resistência à tração e alongamento nas amostras. Além disso, concluíram que a microdureza na zona de solda é bem maior do que na região de base das amostras soldadas, sendo a causa dessa discrepância atribuída à alternância da composição observada entre as fases. Diferenças entre as durezas nas amostras foram justificadas pela quantidade adicional de compostos intermetálicos formados e a formação de bainita. Uma maior taxa de resfriamento ocasiona aumento da dureza na zona fundida. Por fim, apesar de possuírem grãos mais alongados, verificaram a existência de regiões de ZTA com maior dureza que a região de metal base devido à presença de carbonetos próximos à região de contorno de grãos.

Köse e Topal (2023) avaliaram a qualidade da união dissimilar entre os aços inoxidáveis AISI 2507 superduplex e o AISI 317L obtida pela técnica de soldagem por feixe de laser. Observaram que à medida que o aporte térmico aumenta, os valores de resistência à tração, de dureza e da força de flexão da união soldada diminuem, enquanto os valores de tenacidade à fratura aumentam.

Sharef *et al.* (2023) comparou a qualidade entre cordões de solda obtidos por duas diferentes técnicas de soldagem (a laser e MIG) aplicadas em aço inoxidável duplex 2507. Tanto a resistência à tração quanto a ductilidade aumentaram na região da ZTA para ambas as técnicas, entretanto as amostras soldadas a laser apresentaram maiores valores dessas propriedades.

3.3. Compósitos com matriz metálica (CMM)

As aplicações com aços em geral apresentam uma significativa restrição quando comparada com outras classes de materiais, relacionada a alta densidade (CALLISTER, 2002). Isso pode gerar sérios impactos tecnológicos, financeiros e ambientais devido ao aumento da complexidade em seu processamento, do custo para o consumidor final e da emissão de gás carbônico para atmosfera (TIMMIS, 2015). Diante desse cenário, observa-se uma tendência nos últimos anos da indústria em desenvolver compósitos, mesclando reforços cerâmicos na matriz metálica do aço com o principal objetivo de reduzir a densidade, sem reduzir significativamente suas propriedades desejáveis (OLIVEIRA, 2007; CAMPBELL, 2010).

Segundo Callister (2002), compósito pode ser definido como qualquer material multifásico que exiba uma relevante combinação entre as propriedades de ambas as fases constituintes. Em outras palavras, os materiais compósitos são formados pela combinação de dois ou mais materiais, possuindo propriedades superiores às dos seus constituintes isoladamente (CAMPBELL, 2010). As propriedades finais de um material compósito fabricado dependem das propriedades individuais dos constituintes e de suas quantidades relativas, da geometria e da distribuição (EGBO, 2021).

Os materiais compósitos são normalmente constituídos por duas fases: a matriz, que consiste na fase contínua, e a fase dispersa, também chamada de reforço. Em geral, a matriz engloba a fase dispersa e enquadra o compósito no formato requerido, enquanto os reforços aumentam as características mecânicas (SHARMA, 2020). Eles podem ser classificados em quatro divisões principais, conforme mostra a Figura 14: reforçados com partícula, reforçados com fibras, compósitos estruturais e os nanocompósitos (CALLISTER, 2002).

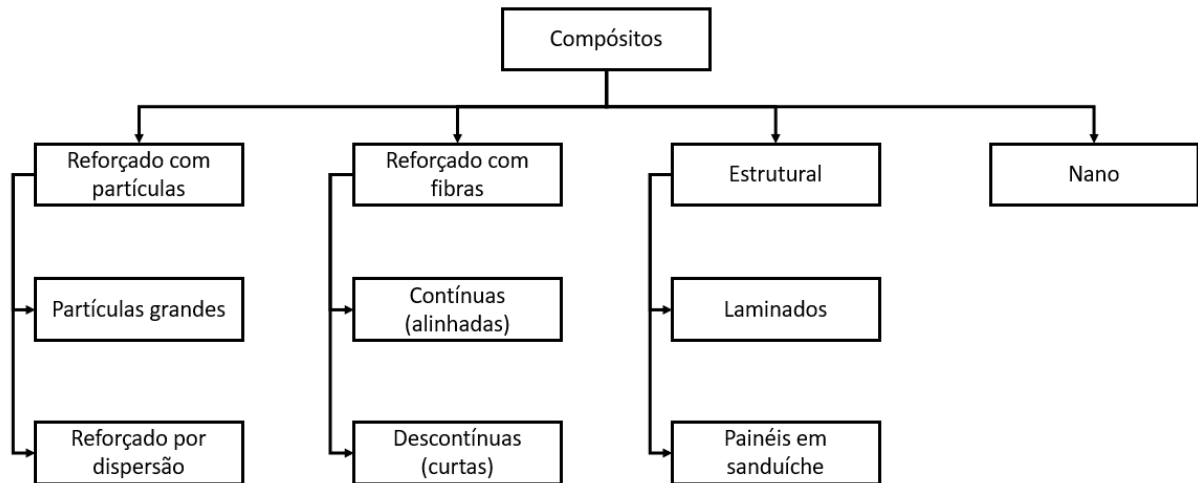


Figura 14 - Esquema de classificação dos materiais compósitos. Fonte: adaptado de Callister (2002).

Os compósitos reforçados com partículas possuem a fase dispersa constituída de partículas cujas dimensões são aproximadamente as mesmas em todas as direções. Nos compósitos reforçados com fibras, as partículas da fase dispersa possuem uma razão de aspecto elevada entre o comprimento e o diâmetro. Os compósitos chamados estruturais são aqueles constituídos de múltiplas camadas, normalmente projetados para apresentar baixas massas específicas e elevado grau de integridade estrutural. Por fim, os nanocompósitos possuem partículas cujas dimensões são da ordem de nanômetros (CALLISTER, 2002).

Outra classificação comumente utilizada para dividir os compósitos é baseada em função do material da matriz, conforme apresentado na Figura 15. Nela, os compósitos são divididos em três grupos principais: os de matriz polimérica, os de matriz metálica e os de matriz cerâmica.

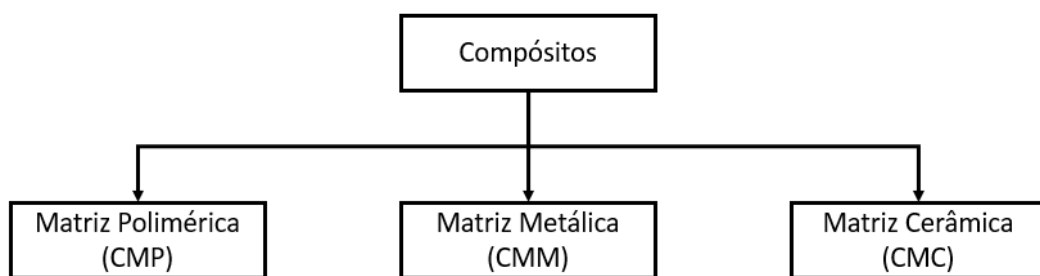


Figura 15 - Esquema de classificação dos compósitos em função do material da matriz. Fonte: autor.

Os compósitos com matriz polimérica (CMP) caracterizam-se por possuírem uma resina polimérica como a fase matriz, reforçados normalmente com fibras cerâmicas de elevada resistência mecânica. Os compósitos reforçados com fibras de vidro e os reforçados com fibras de carbono são os destaques desse grupo. Os compósitos de matriz cerâmica (CMC) podem ser reforçados por metais, vidros, polímeros e até por outros cerâmicos. Por fim, há os compósitos de matriz metálica (CMM), que normalmente são reforçados por cerâmicas com o objetivo de aumentar resistência e módulo de elasticidade do composto final (SHARMA, 2020).

O uso atual dos compósitos de matriz metálica ultrapassa o conceito tradicional de reforço com cerâmicas em metal leve, sendo estudado uma variedade de outros conceitos, como compósitos de matriz de cobre, compósitos em camadas, compósitos de alta condutividade, compósitos em nanoescala (FANG, 2024), metais microcelulares e compósitos bioderivados (MORTENSEN, 2010).

O alto rendimento no processamento e a disponibilidade de tipos diferentes de pós potencializam a demanda de peças por aços inoxidáveis sinterizados (OLIVEIRA, 2007; CAMPBELL, 2010; BASAK, 2015; ALMANGOUR, 2017; OKE, 2018; OKE, 2019).

Mariappan *et al.* (2009) avaliou o efeito do comportamento de densificação e das propriedades mecânicas de peças sinterizadas a partir do pó de aços inoxidáveis (316L e 430L). Em seu estudo, verificou que os aços inoxidáveis sinterizados em atmosfera de argônio apresentaram melhor taxa de densificação do que a sinterização em atmosfera de nitrogênio. Além disso, detectou-se constituintes lamelares com Cr_2N na matriz ferrítica nas amostras sinterizadas com atmosfera de nitrogênio.

Os reforços comumente utilizados em uma matriz composta de aço inoxidável são óxidos metálicos (NAYAK, 2016; SHASHANKA, 2016), carbonetos (HAN, 2017), nitretos (OKE, 2018; TANPRAYOON, 2020) e boretos (SULIMA, 2023).

Efeitos da adição de nano- Y_2O_3 em matriz de aços inoxidáveis duplex e ferrítico foram avaliados por Shashanka *et al.* (2016). Constatou-se que o valor de dureza aumentou

de 257 HV₂₅ a 567 HV₂₅ do aço inoxidável duplex para 332 HV₂₅ a 576 HV₂₅ da amostra do aço inoxidável duplex com dispersão de ítria. Além disso, observou-se a predominância da fase austenita em relação à ferrita em temperaturas de sinterização mais altas e em atmosfera de nitrogênio. Por fim, evidenciou-se que a adição de ítria melhora a transformação de fase de α -Fe para γ -Fe.

Han *et al.* (2017) estudou o processo de obtenção de aço inoxidável duplex por sinterização a plasma com a adição do carbeto TiC. Como resultado, observou que a dureza do aço inoxidável duplex fabricado por metalurgia do pó pode ser significativamente aumentada, apesar do aumento da porosidade nos compósitos.

Tanprayoon *et al.* (2020) e Oke *et al.* (2018) avaliaram os efeitos da adição do nitreto de titânio como reforço em matriz de aço inoxidável. O primeiro investigou a viabilidade do processo de fusão seletiva a laser (comparando-se condições atmosféricas da câmara à vácuo com e sem o fluxo de argônio) e o efeito da adição do nitreto em aço inoxidável 316L. Como resultado, observou que a qualidade da construção da amostra foi melhorada com o uso do fluxo de gás argônio e a microdureza obtida nas amostras reforçadas foi comparável à encontrada em estudos em compósito 316L/TiN, mas menor em comparação com 316L/TiB₂ e 316L/TiC. O segundo avaliou o reforço do TiN nanométrico sinterizado a plasma em matriz de aço inoxidável duplex (SAF 2205). Eles concluíram que a microestrutura do compósito apresentou diminuição da fase austenita com o aumento da temperatura e do tempo.

3.3.1. Reforço de diboreto de titânio (TiB₂)

O composto TiB₂ é uma cerâmica metálica eletricamente condutora de alto ponto de fusão, alto módulo de elasticidade, alta dureza, alta resistência específica e elevada resistência ao desgaste. Por isso, há muito interesse em seu estudo em diversas aplicações, como blindagem, ferramentas de corte, cadinho, revestimentos, eletrodos e utilização como reforços em aços (PANDA, 2005; FAHRENHOLTZ, 2017). A Tabela 2 apresenta os valores de algumas das principais propriedades desse composto.

Tabela 2 - Principais propriedades do diboreto de titânio avaliadas a 20 °C.

Propriedade	Valor
Densidade	4,5 g/cm ³
Dureza	25 GPa
Módulo de elasticidade	565 GPa
Ponto de fusão	3.225 ± 20 °C

Fonte: adaptado de Munro (2000).

O monocristal de diboreto de titânio exibe uma simetria hexagonal de átomos de boro em uma matriz de titânio, conforme mostrada na Figura 16 (a). Sua célula unitária no formato hexagonal é obtida a partir do empilhamento vertical compacto de prismas trigonais, conforme mostrado na Figura 16 (b), cujas faces são totalmente compartilhadas com as faces dos prismas vizinhos (CABRAL, 2012; PANDA, 2005).

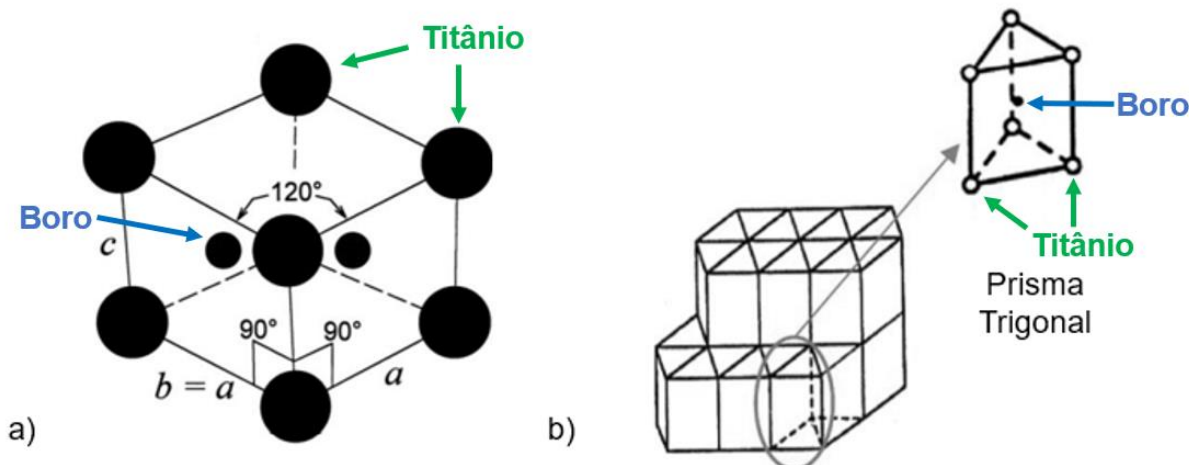


Figura 16 - Cristalinidade do diboreto de titânio. As setas azuis indicam os átomos de boro e as setas verdes indicam os átomos de titânio. a) Estrutura cristalina hexagonal do TiB₂; b) Esquema da rede cristalina de átomos de boro em uma matriz de titânio como uma combinação de vários prismas trigonais. Fonte: adaptado de Munro (2000) e de Panda (2005).

A combinação das boas propriedades mecânicas desse composto é dependente do seu processo de fabricação, ao produzir grãos refinados, baixa porosidade e composição homogênea. Entretanto, a ligação química de alta energia e extremamente direcional do diboreto de titânio resulta em desafios e limitações em relação ao seu processo de sinterização. As altas temperaturas necessárias no processo ocasionam uma acelerada taxa de crescimentos de grãos e a anisotropia da dilatação dos grãos na estrutura hexagonal pode provocar tensões internas indesejáveis, que induzem a formação de microtrincas durante o processo de resfriamento (CABRAL, 2012).

O diboreto de titânio é de grande interesse na siderurgia pois, misturado ao aço, forma um compósito que une duas características difíceis de serem combinadas, alto módulo de elasticidade e baixa densidade. Esse efeito combinado é mostrado na Figura 17, sendo possível notar que a adição de 30,0% em volume da cerâmica resultou em um aumento de mais de 25% na rigidez e uma diminuição de quase 13% na densidade do compósito final em relação ao ferro puro (MIRANDA, 2019; ZHANG, 2016).

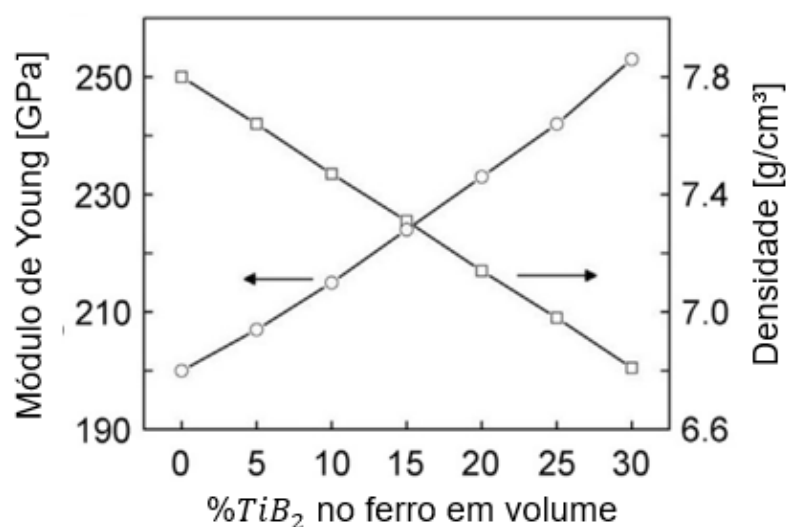


Figura 17 – Faixa prevista do módulo de Young, em GPa, e da densidade, em g/cm³, do compósito de ferro reforçado com o diboreto de titânio, com uma concentração de até 30% em volume da cerâmica. Fonte: adaptado de Zhang (2016).

O ferro e suas ligas são materiais de matriz promissores para compósitos nos quais o diboreto de titânio atua como reforço por ser um componente duro e resistente ao desgaste (ZHUNKOVSKII, 2021). Ademais, esse composto cerâmico possui forte interação estrutural com a matriz ferrítica, quando comparada com outros reforços (ZHANG, 2016).

Salustre *et al.* (2023) estudou o compósito de matriz de aço baixo carbono microligado com 12% em massa de TiB_2 produzido por sinterização a plasma. Em seu trabalho, concluiu que a dispersão das partículas da cerâmica no aço resultou em uma redução no desgaste abrasivo de 36,8% em comparação com o aço utilizado na matriz. Além disso, houve uma redução de 5% na densidade do compósito.

Sulima *et al.* (2023) avaliou o efeito do diboreto de titânio na microestrutura e nas propriedades físicas, mecânicas e tribológicas de compósitos à base de aço inoxidável 316L. Os resultados mostram que a fração da cerâmica afeta as características físicas, mecânicas e tribológicas propriedades dos compósitos sinterizados. A adição do boreto mostrou-se eficaz no aumento da dureza e resistência à compressão dos compósitos. A dureza dos compósitos com adição de 10% de TiB_2 aumentou em 100% em comparação com a dureza do aço 316L sinterizado.

Segundo Braga *et al.* (2007), a adição de cerâmicas de óxido e boretos ao aço inoxidável duplex auxiliam no processo de ativação da sinterização e consequente melhoria no processo de densificação, provocando redução percentual de poros residuais.

Caetano (2023) estudou a viabilidade da produção de pó do aço duplex a partir de chapas do mesmo aço e sua utilização com dispersão de TiB_2 como material de enchimento na soldagem a laser. Como resultado da análise de microscopia ótica, verificou a penetração completa da solda, com fusão total do pó e da chapa, não sendo detectada a presença de poros.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia adotada para a realização deste trabalho está mostrada em forma de fluxograma na Figura 18. Ela pode ser dividida em três etapas principais: Materiais (Seção 4.1), Métodos (Seção 4.2) e Resultados e Discussão (Capítulo 5).

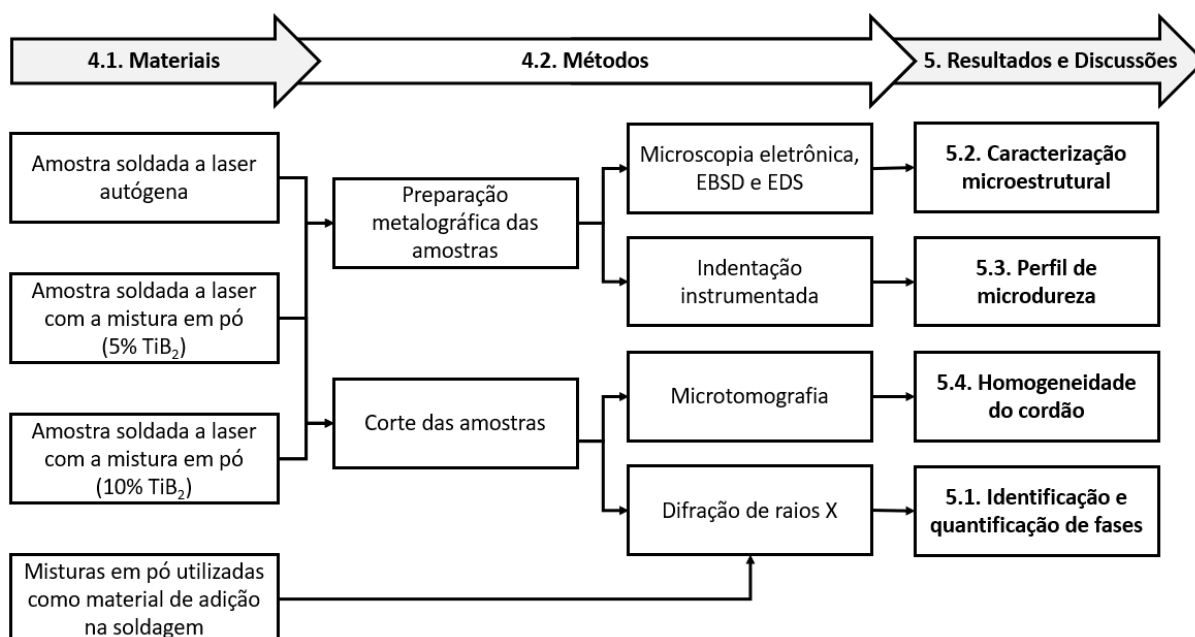


Figura 18 - Fluxograma geral das etapas realizadas. Fonte: autor

A Seção 4.1 discute a fabricação das amostras soldadas e da mistura em pó que foi utilizada como material de adição. A preparação das amostras, informações dos equipamentos e condições dos ensaios realizados estão descritos na Seção 4.2. Por fim, os resultados e discussão estão presentes no Capítulo 5.

4.1. Materiais

A Figura 19 mostra uma sequência de etapas utilizadas para a fabricação das amostras de cordões de solda utilizadas nesse trabalho. Foram escolhidas as amostras soldadas com a proporção de 5% e 10% da cerâmica TiB₂ baseando-se no trabalho de Caetano (2023), que avaliou a viabilidade de soldagem para amostras com essa proporção. A amostra autógena (sem material de adição) foi escolhida para efeito de comparação.

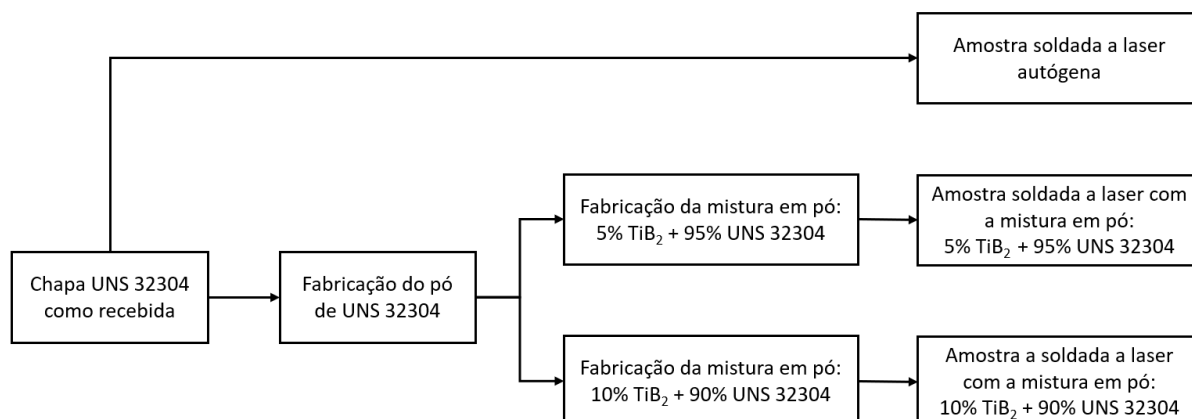


Figura 19 - Esquemático da sequência utilizada para fabricação das amostras. Fonte: autor.

A composição das chapas laminadas de aço inoxidável duplex UNS S32304 com 100 x 72 mm² como recebida, obtida através de fluorescência de raios X em espectroscopia está mostrada na Tabela 3. Para as amostras submetidas à soldagem a laser com material de adição foram usinados chanfros para deposição do pó.

Tabela 3 – Composição química da chapa de aço inoxidável como recebida (% at).

Cr	Ni	Mn	Cu	Mo
22,9 ± 0,7	3,6 ± 0,1	1,38 ± 0,2	0,37 ± 0,5	0,24 ± 0,2

Fonte: autorizado por Caetano (2023).

A medida mostrada na Tabela 3 está em consonância com os dados fornecidos pelo fabricante (Anexo I).

O pó utilizado nesse estudo foi fabricado seguindo a tecnologia *top-down*, conforme Salustre *et al.* (2023) com desbaste mecânico da chapa de aço utilizando-se uma fresa diamantada com pressão de contato de 8×10^4 Pa numa temperatura de 90 K realizado no laboratório de Nanometria Fotônica do Departamento de Engenharia Mecânica da UFES. O *setup* para a temperatura foi realizado com termopar. O pó produzido foi peneirado nos tamanhos de 100, 53 e 38 μm e pesado em balança de alta precisão (10^{-4} g) no *High Pressure Laboratory* do Departamento de Física da UFES. Ressalta-se que o pó fabricado foi analisado em estudo anterior (CAETANO, 2023) por difração de raios X, que identificou a proporção das fases ferrítica e austenítica nos pós em um difratômetro em geometria Bragg-Brentano e radiação de molibdênio, com tensão de

40 kV e corrente de 20 mA. A Figura 20 apresenta a proporção de ferrita e austenita do pó utilizado obtida da análise com difração em raios X para a chapa do aço UNS 32304 como recebida e os pós fabricados a partir dela.

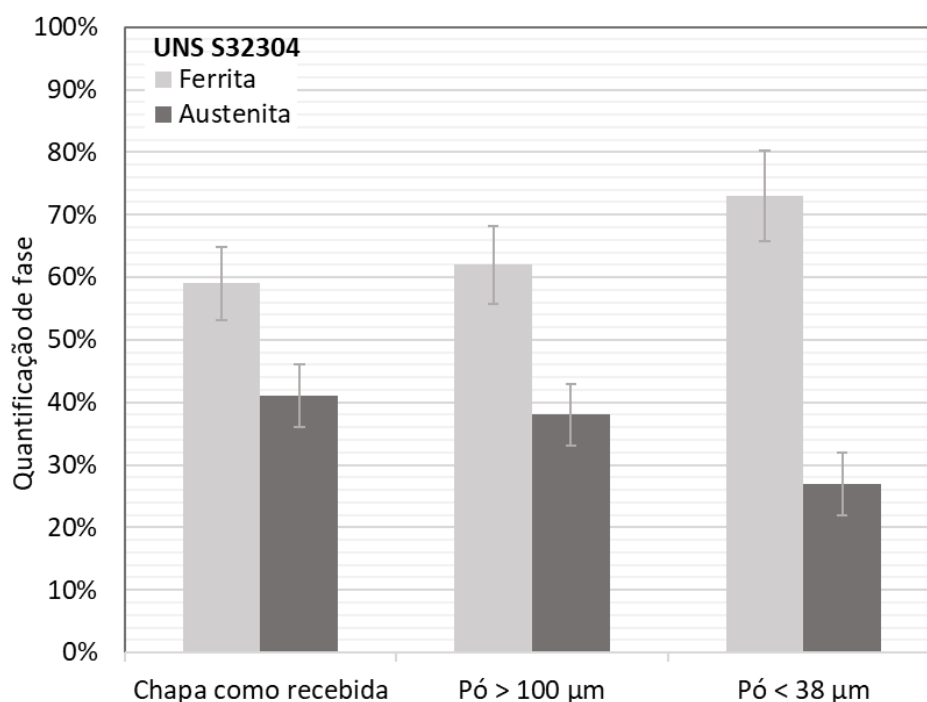


Figura 20 - Quantificação das fases do aço inoxidável duplex UNS S32304 a partir da técnica de difração de raios X. Fonte: autorizado por Caetano (2023).

A quantificação de fases obtida pelo resultado da técnica de difração de raios X aplicada na chapa como recebida e nas amostras fabricadas em pó mostra que, apesar de haver um aumento percentual da fase ferrítica de maneira inversa às dimensões do pó, é mantida ambas as fases do duplex mesmo após sua fabricação em teores comerciais. Para a soldagem, foi utilizado o pó de menor granulometria.

Para a fabricação do material de adição com a presença da cerâmica, há uma etapa adicional que consiste na mistura do diboreto de titânio à mistura do pó de aço duplex UNS 32304 fabricada. A cerâmica em pó foi comprada da empresa Sigma-Aldrich com tamanho médio de partícula de 10 µm e 99% de pureza.

A soldagem a laser a vácuo foi realizada no ISF, RWTH na Alemanha no equipamento FOCUS LaVa L95, com sistema CNC, com câmara de vácuo 500 x 500 x 400 mm³. O gerador de feixe foi o laser Multimodo da Trumpf, modelo TruDisk 16002, λ de 1030

nm e diâmetro de fibra de 200 nm. Em todos os processos de soldagem foram utilizadas uma pressão de trabalho de 1 mbar e argônio com vazão de 0,5 L/min como gás de proteção. Para a soldagem autógena, a potência de trabalho foi de 420 W, velocidade de 300 mm/min e distância focal do feixe nula. Para a soldagem na presença do pó, foram realizadas seis etapas de *baking*, que consiste no pré-aquecimento indireto do material, e uma etapa final de soldagem. Para as etapas de *baking*, foram utilizadas 320 W de potência, uma velocidade de 300 mm/min e uma distância focal do feixe de 25 mm. Para a etapa de soldagem final, a potência foi de 550 W e uma velocidade de 180 mm/min, sem distância focal do feixe.

4.2. Métodos

4.2.1. Preparação metalográfica e corte das amostras

Toda a etapa de preparação metalográfica foi realizada no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais – TRICORRMAT, localizado na UFES. O corte de todas as amostras em chapa foi realizado na Máquina de Corte Struers Labotom – 3.

Em seguida, as amostras posteriormente submetidas à microscopia e indentação instrumentada foram embutidas, utilizando-se a Embutidora Metalográfica Arotec, modelo PRE 30Mi. O lixamento foi feito na Politriz Semi-Automática Panambra, respeitando-se a sequência de cinco granulometrias diferentes para lixas, sendo elas, 180, 320, 500, 800 e 1200 mesh e com giro da amostra em 90° em cada passo, de tal modo que a cada lixamento subsequente realizado fosse capaz de eliminar a marcação da etapa de lixamento anterior. O polimento foi feito com alumina de 1 µ e ataque químico com Behara modificado (HCl + H₂O + metabissulfato de potássio) por 3 minutos.

4.2.2. Técnicas de análise

Para todas as amostras foram realizados a caracterização microestrutural, com o auxílio das microscopias ótica e eletrônica de varredura, a quantificação de fases por

difração de raios X, o ensaio de microdureza instrumentada e a análise de microtomografia.

As imagens para caracterização microestrutural foram obtidas através do microscópio eletrônico de varredura (MEV) da Laboratório do Centro de Pesquisas Global R&D Brazil Centre, localizado na ArcelorMittal Tubarão. O microscópio utilizado foi o JEOL – JSM 7100FT, com resolução de 1,2 nm a 30 kV e 2,0 nm a 10,0 kV e com detector EDS X-MAXN –Oxford. Houve utilização de diferentes distâncias de trabalho (WD) de forma a possibilitar visualização de mais detalhes em algumas micrografias, sobretudo para avaliação de amostras em que se esperam estruturas mais diversas e complexas, como as soldadas na presença da cerâmica (5% e 10% de TiB_2). O microscópio compensa menores distâncias de trabalho com o aumento da corrente elétrica, diminuindo o campo de observação e possibilitando o aumento da capacidade de resolver maiores detalhes.

A técnica de difração de raios X foi realizada no Laboratório de Nanometria Fotônica do Departamento de Engenharia Mecânica da UFES por meio do difratômetro com geometria Bragg-Bretano, utilizando um goniômetro de diâmetro 185 mm, com step de 0,02 graus e monocromador de grafite). A etapa de ajuste das curvas dos difratogramas obtidos pela técnica de difração de raios X foi realizada com o auxílio do software Fityk®. A etapa de ajuste das curvas dos difratogramas obtidos pela técnica de difração de raios X foi realizada manualmente com o auxílio do software Fityk®. Após o estabelecimento da linha de base, os picos foram ajustados utilizando-se o comando *PseudoVoigt*, com a modificação dos parâmetros de altura, centro, largura e formato, de tal forma que o ruído estivesse com a menor amplitude e distribuído em torno da linha de base. A identificação das fases foi feita comparando-se os picos estabelecidos com os difratogramas da base ICSD de informação dos compostos obtidos na literatura, conforme apresentados no Anexo II. Por fim, foram calculadas as proporções volumétrica e mássica entre as fases a partir da proporção das áreas dos picos ajustados.

A indentação instrumentada foi realizada no Centro de Pesquisa, Inovação e Desenvolvimento (CPID) através do medidor Anton Paar, modelo Step 700 – Surface

Testing Platform com indentador Vickers e carga de 1 N. Foi utilizado o modelo de Oliver (1992) para obtenção do valor de dureza a partir dos ensaios obtidos de carga aplicada em função da profundidade de penetração.

A microtomografia foi realizada no equipamento CoreTOM®, da TESCAN, localizado no Laboratório de Recuperação Avançada de Petróleo (LRAP) na Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). A fonte de raios X utilizada é do tipo aberta/reflexão possuindo tensão variável entre 30 e 230 kV e potência máxima de 300 W. O detector de raios X foi o *flat panel* (Si amorfo), com matriz de 2856 × 2856 pixels. A resolução espacial máxima do equipamento é de 3 µm. Para a obtenção da imagem tridimensional obtida da análise de microtomografia foi utilizado o software ImageJ®. Para cada amostra, obteve-se um conjunto de imagens, que foram importadas no software ImageJ® de forma sequencial, utilizando-se os comandos “File > Import > Image Sequence”. Depois, foram utilizados os comandos “Plugins > 3D > Volume Viewer” para migração para o ambiente de visualização tridimensional, sobrepondo as micrografias provenientes do ensaio. Em seguida, define-se o comando função de transferência como sendo o “Thermal LUT”. Finalmente, realizou-se um ajuste manual para obtenção da imagem bidimensional da seção transversal no cordão de solda para cada amostra. A Figura 21 mostra o ambiente de visualização tridimensional no software utilizado para a amostra soldada na presença de 10% de TiB₂.

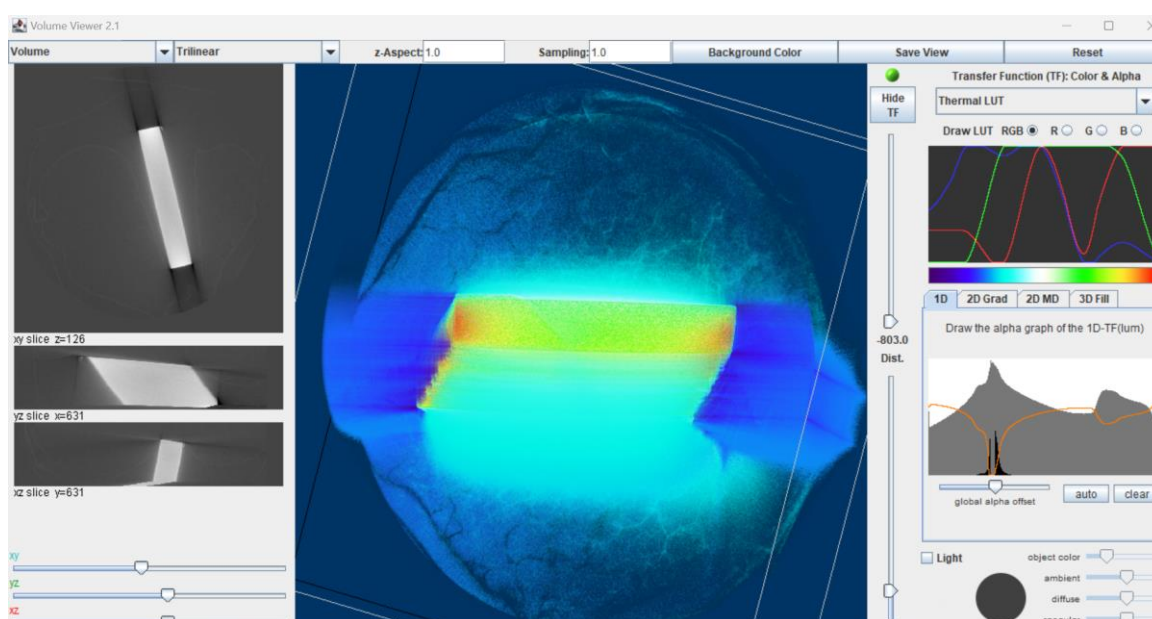


Figura 21 - Ambiente de visualização tridimensional do software ImageJ® para a amostra soldada com 10% de TiB₂. Fonte: autor.

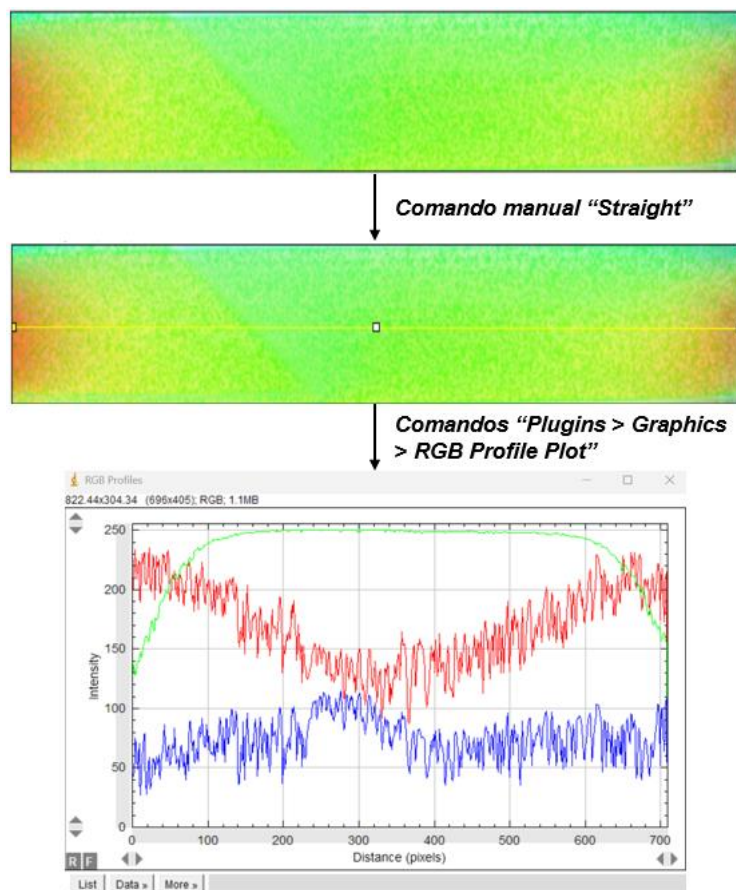


Figura 23 - Sequência de comandos utilizados para obtenção do perfil de intensidade de pixel RGB em função da distância horizontal utilizada como referência. Fonte: autor.

Conforme mostrado na Figura 22, foi necessário adicionalmente realizar uma metodologia de ajuste para determinação da função $z(y)$, que representa a quantificação de fases por intensidade de pixel. As funções matemáticas testadas nessa etapa de ajuste com o objetivo de modelar o fenômeno físico descrito foram a linear, exponencial e logarítmica. O Apêndice B apresenta o detalhamento do método de ajuste aplicado para obtenção da melhor curva matemática que descreve esse modelo físico.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Identificação e quantificação de fases

Os difratogramas da mistura em pó do aço UNS S322304 com 5% e 10% de TiB_2 e dos cordões soldados utilizando essas misturas estão apresentados, respectivamente, na Figura 24 e na Figura 25.

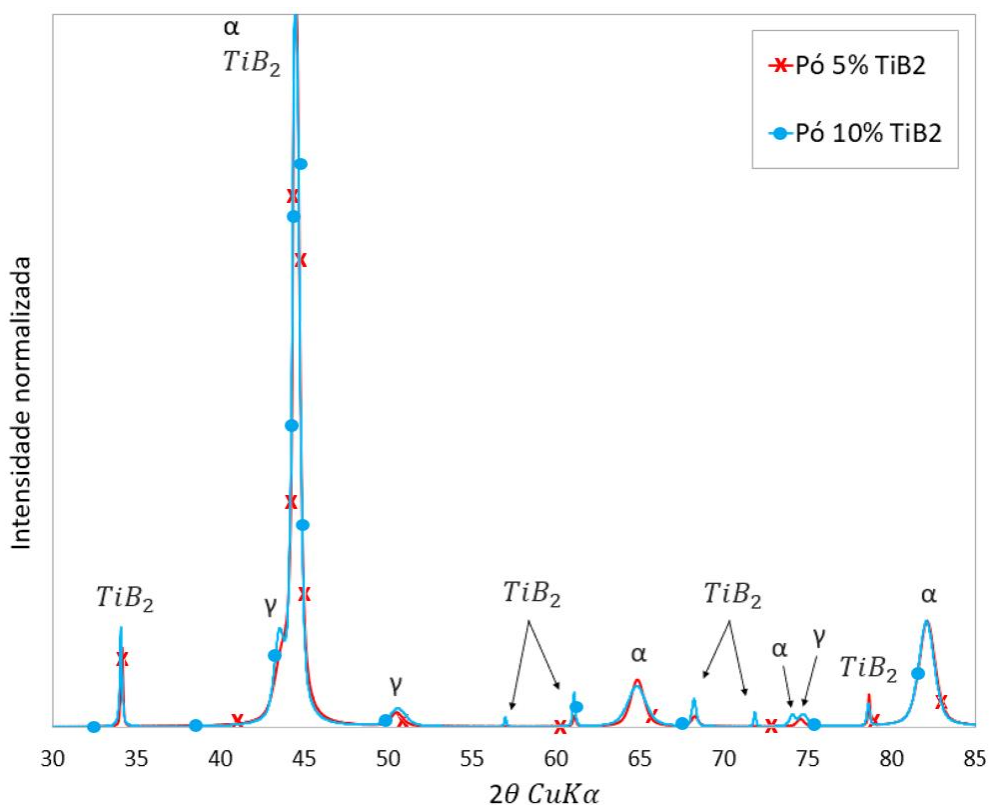


Figura 24 - Difratogramas dos compósitos com o diboreto de titânio utilizados como material de adição em pó. Fonte: autor.

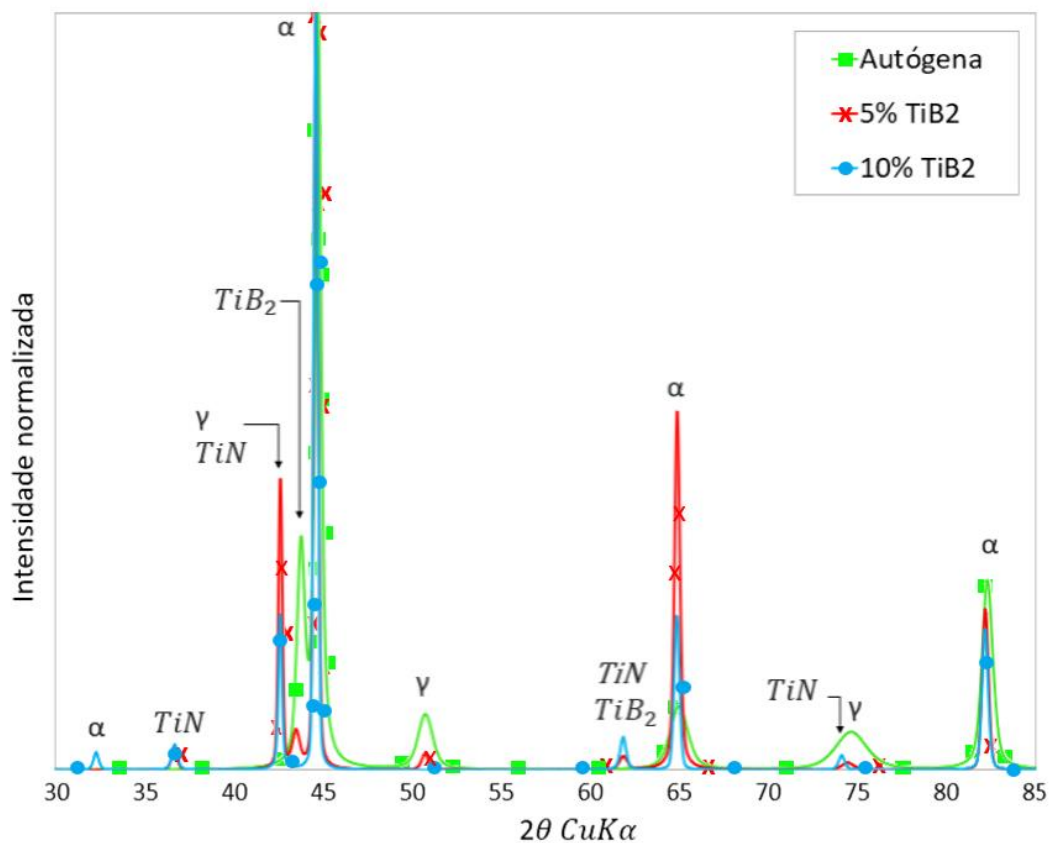


Figura 25 - Difractogramas dos cordões submetidos à soldagem autógena e na presença de 5% e 10% de diboreto de titânio utilizados como material de adição em pó. Fonte: autor.

Comparando-se ambas as imagens, pode-se observar a presença de uma nova fase nas amostras das chapas soldadas, o nitreto de titânio.

A proporção entre as fases do pó e dos cordões soldados estão mostrados na Figura 26.

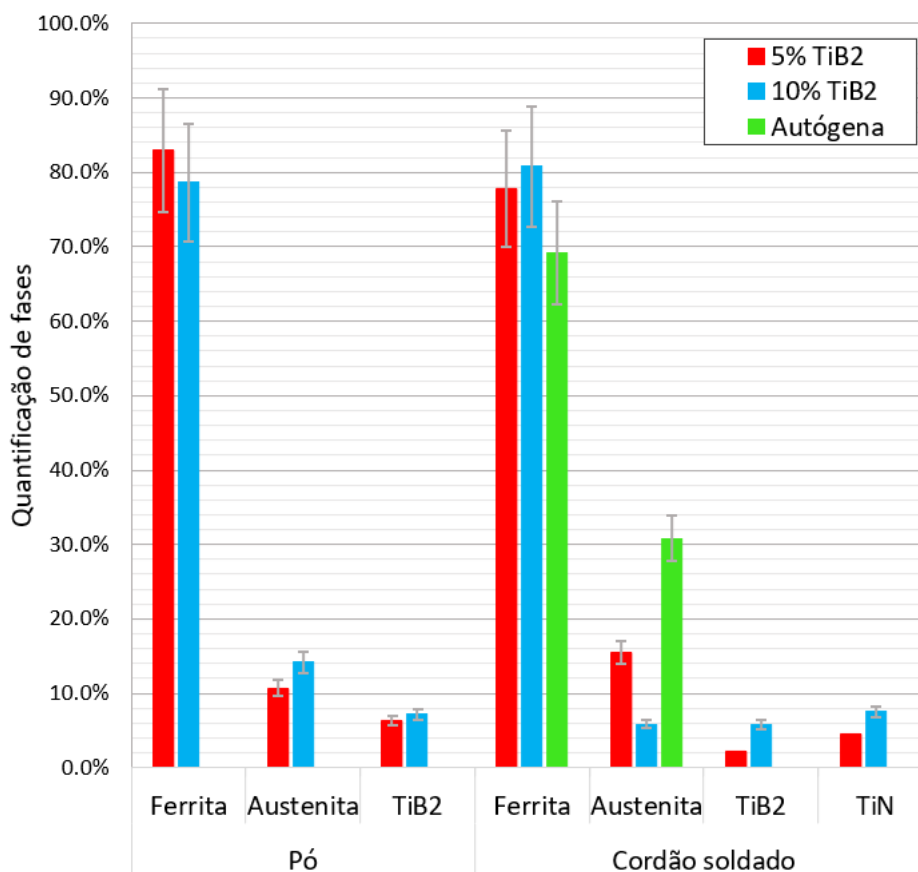


Figura 26 - Proporção entre as fases das misturas em pó utilizadas como material de adição nas amostras e entre as fases dos cordões soldados. Fonte: autor.

Ao analisar a Figura 26, pode-se concluir que a soldagem a laser autógena aplicada na chapa de aço como recebida (59% de ferrita e 41% de austenita, conforme mostrado na Figura 20) conseguiu manter 31% da fase austenítica. Entretanto, as amostras soldadas com adição em pó do TiB_2 , possuíram uma redução mais acentuada do teor de austenita, sendo 15% na amostra com 5% TiB_2 e 6% na amostra com 10% TiB_2 . Essa dificuldade de estabilização da austenita em aços inoxidáveis duplex após exposição de aporte térmico está coerente com o observado em outros estudos, como o mostrado por Ghosh *et al.* (2019) e Ramirez *et al.* (2003). Além disso, como o nitrogênio é o elemento típico de estabilização da fase austenítica, sua depleção ocasionada pela formação do nitreto de titânio pode ter contribuído na diminuição do teor de austenita observado para as amostras soldadas na presença do boreto. Adicionalmente, ressalta-se que há um desbalanceamento inerente entre as fases do duplex ocorrido no processamento de ambos os pós, conforme mostrado na Figura 26, que também explica a elevada fração da fase ferrítica nos cordões soldados com o pó de adição.

5.2. Caracterização microestrutural

A Figura 27 apresenta uma micrografia obtida pelo MEV da amostra soldada na presença de 10% do diboreto de titânio, mostrando as três regiões típicas de um cordão soldado: metal base, zona termicamente afetada e zona fundida.

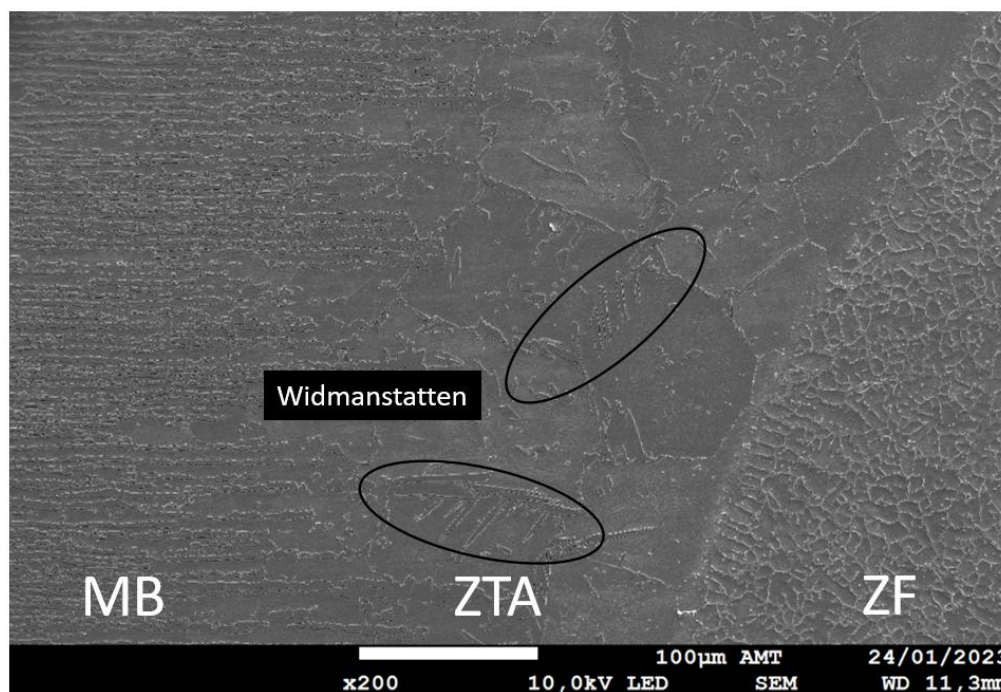


Figura 27 – Imagem obtida com elétrons secundários no microscópio eletrônico de varredura da amostra soldada com composto de adição com 10% de TiB₂, explicitando as três regiões típicas de um cordão de solda: MB (metal base), ZTA (zona termicamente afetada) e ZF (zona fundida). As elipses indicam a morfologia da austenita do tipo Widmanstätten na região da ZTA. Fonte: autor.

Para os aços duplex submetidos a transformação de fase devido ao aporte térmico, a solidificação se encerra normalmente no campo da estrutura ferrítica, ou seja, na ausência da fase austenítica. Somente durante o avanço do resfriamento é que ocorre a transformação parcial da ferrita em austenita. Inicialmente, essa transformação acontece nos contornos de grãos da ferrita, podendo, posteriormente, avançar no interior do grão, morfologia conhecida como Widmanstätten, conforme indicado na Figura 27 (ARMAS, 2009).

A Figura 28 mostra uma micrografia obtida pelo MEV da região de ZTA da amostra submetida à soldagem autógena com ampliação maior.

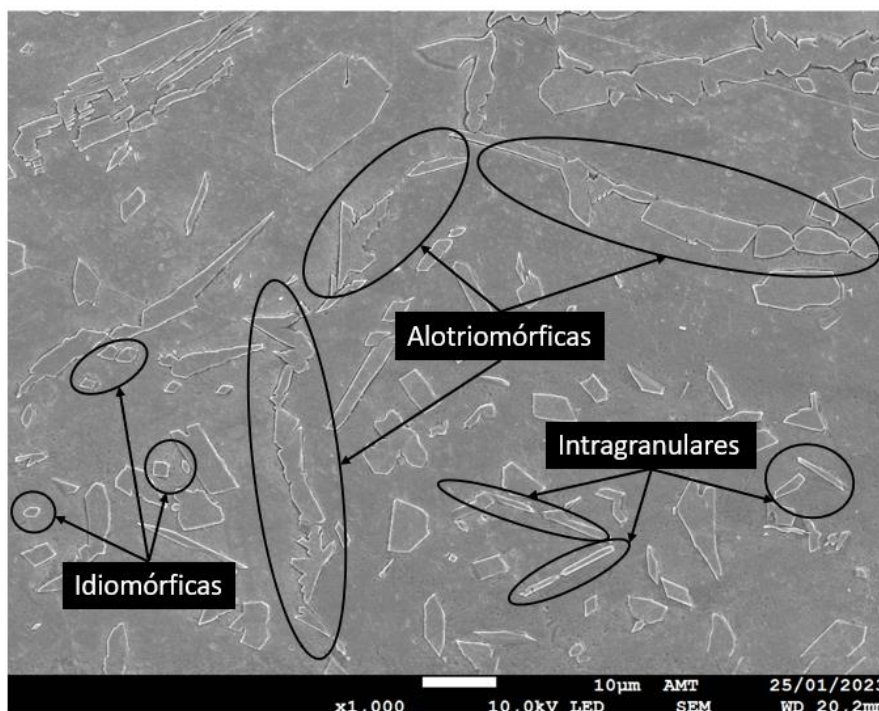


Figura 28 - Imagem obtida com elétrons secundários no microscópio eletrônico de varredura da amostra submetida a soldagem autógena. Indicação de diferentes morfologias de austenita encontradas na região de ZTA. Fonte: autor.

Conforme indicado na Figura 28, observa-se outras morfologias de austenita tipicamente encontradas em cordões de solda de aços inoxidáveis duplex: alotriomórfica, geralmente heterogênea e localizada nos limites dos grãos ferríticos, idiomórficas, localizadas no interior dos grãos ferríticos sem orientação preferencial, e intragranulares, em forma de placas ou agulhas no interior dos grãos (CHEN, 2002; DUBÉ, 1958; KRAL, 2005; THEWLIS, 2004).

A Figura 29 mostra as micrografias das regiões de metal base e da zona fundida para as três amostras analisadas (autógena, soldada com 5% de TiB_2 e soldada com 10% de TiB_2) obtidas em MEV.

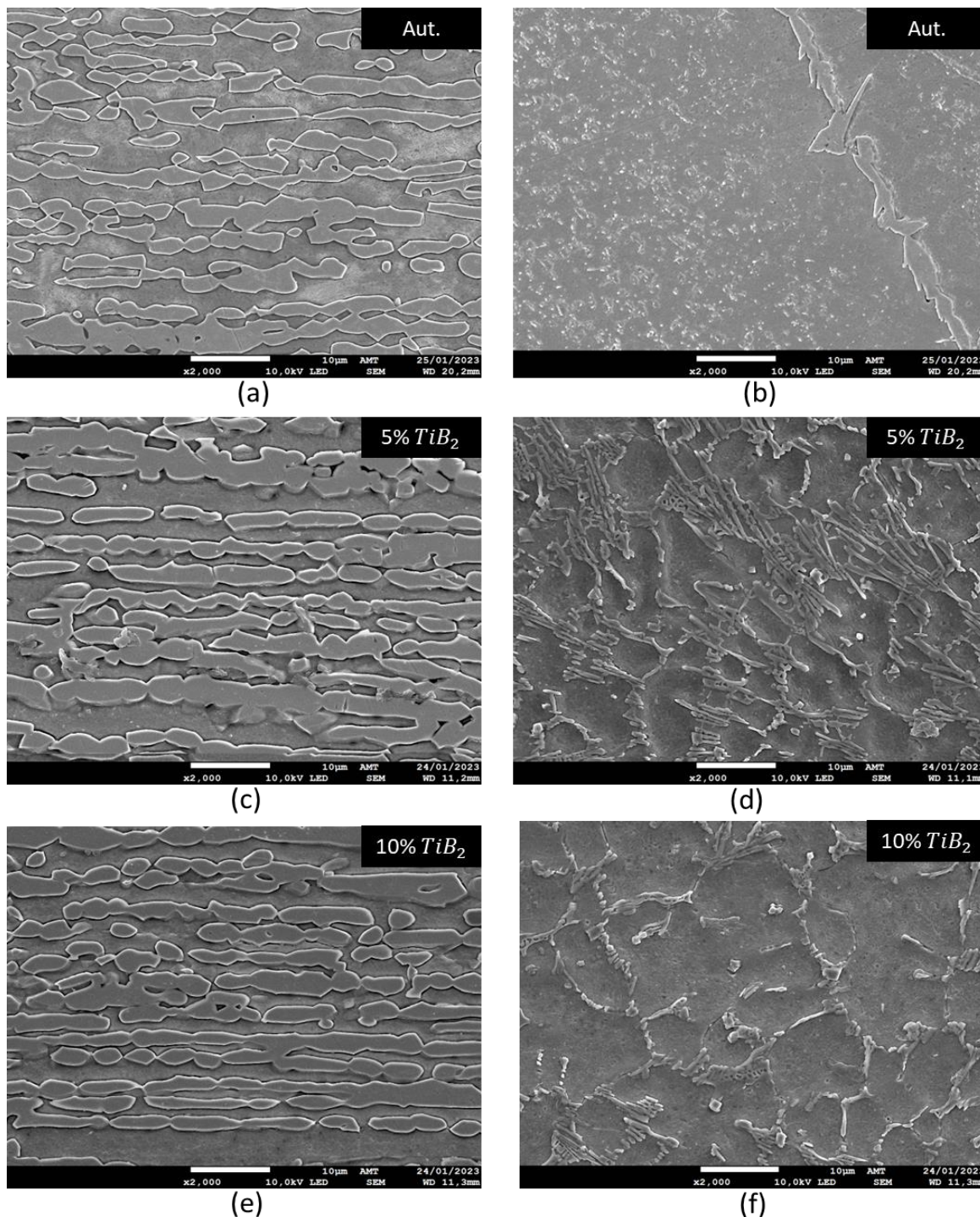


Figura 29 - Imagem obtida com elétrons secundários no microscópio eletrônico de varredura na região de metal base das amostras: (a) autógena; (c) em pó com 5% de TiB₂; (e) em pó com 10% de TiB₂ e na região da zona fundida das amostras: (b) autógena; (d) em pó com 5% de TiB₂; (f) em pó com 10% de TiB₂. Fonte: autor.

As imagens obtidas por MEV da região do metal base nas amostras analisadas, conforme mostrado na Figura 29 (a,c,e) detectam a presença de ambas as fases esperadas do duplex, sendo possível observar as lamelas alternadas de ferrita e

austenita. Na região fundida, é possível observar uma nítida diferença na qualidade encontrada no interior dos grãos recristalizados entre a amostra soldada autógena (b) e as amostras que sofreram o tratamento térmico na presença da cerâmica (d,f). Essa diferença está coerente com o efeito observado em outros estudos pela adição de TiB_2 em aços duplex pela técnica da manufatura aditiva por fusão a laser no que se refere à eliminação de rachaduras internas e de porosidade típicas nesse processo (CAETANO, 2023; ALMANGOUR, 2017; SULIMA, 2016).

Com o objetivo de analisar com maior detalhe as microestruturas das zonas fundidas das amostras soldadas com o material de adição em pó na presença do diboreto de titânio, realizou-se micrografia por MEV com maior ampliação dessas regiões, cujo resultado está mostrado na Figura 30.

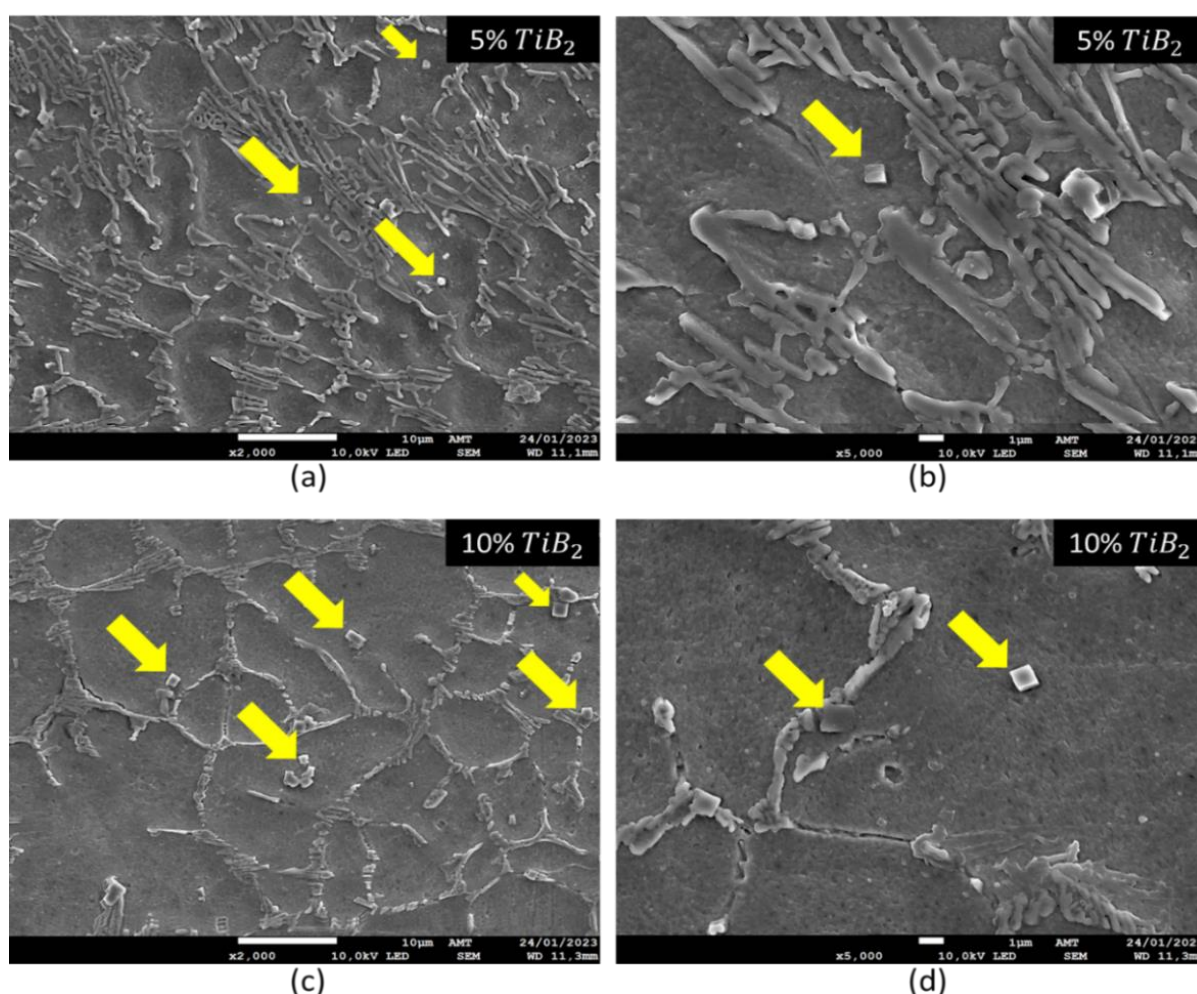


Figura 30 - Imagem obtida com elétrons secundários no microscópio eletrônico de varredura na região da zona fundida da amostra soldada com material de adição com 5% de TiB_2 , (a) e (b), e com 10% de TiB_2 , (c) e (d). As setas amarelas indicam os compostos de nitrato de titânio. Fonte: autor.

Nas amostras soldadas na presença da cerâmica TiB_2 foi possível identificar a presença de vários compostos de nitreto de titânio dispersos de maneira aleatória na região fundida, conforme mostrado no resultado da análise dos difratogramas da Figura 25. Vários estudos, como o de Kacar *et al.* (2021), Sommer *et al.* (2022), Unthank *et al.* (1974), Kunze *et al.* (2016), Inada (1990) e Poole *et al.* (1997), mostram essa típica geometria cuboide do nitreto em aço inoxidável, quando submetido a tratamento térmico. A Figura 31 mostra duas micrografias em que é possível identificar esse composto apresentado no trabalho de Inada (1990) obtido por meio da fusão seguido de resfriamento rápido em aço inoxidável ferrítico comercial.

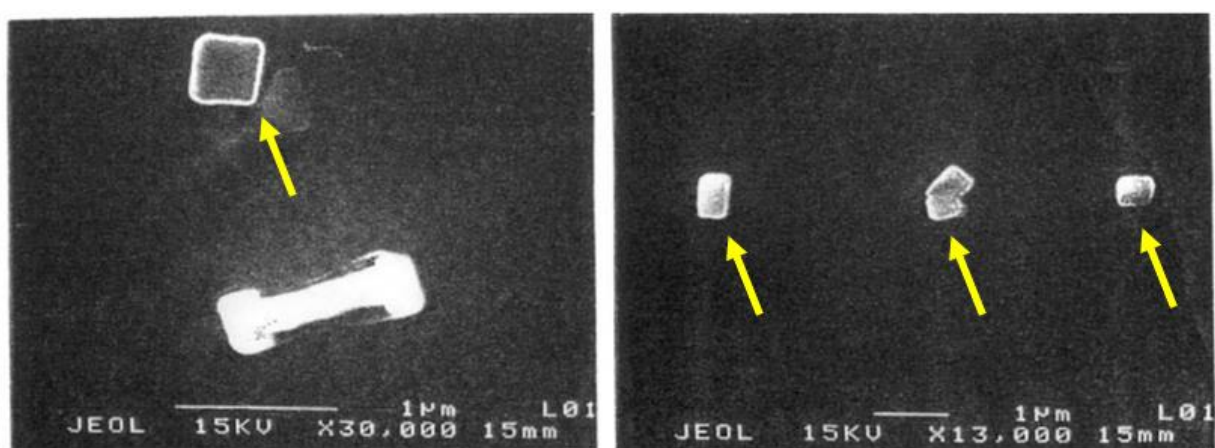


Figura 31 - Nitreto de titânio formado por meio de fusão seguida de resfriamento rápido por fluxo de gás ou em banho líquido em aço inoxidável ferrítico comercial. Setas amarelas indicam o nitreto. Fonte: adaptado de Inada (1990).

Devido à dificuldade de localizar o diboreto de titânio esperado nessas regiões, optou-se por realizar a análise de EBSD nas amostras soldadas com o material de adição dessa cerâmica dispersa no pó. A Figura 32 mostra o resultado da análise na amostra que foi submetida à soldagem a laser com a mistura em pó com 10% do diboreto de titânio.

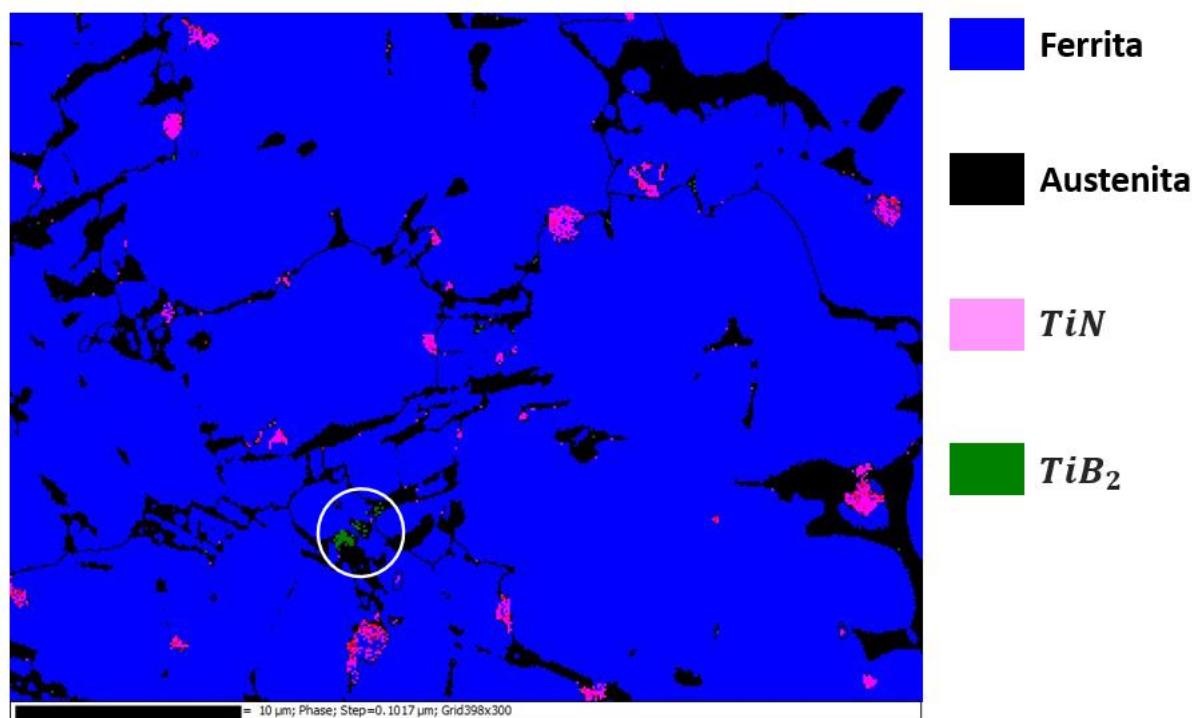


Figura 32 - Análise de EBSD na amostra soldada com 10% de TiB_2 . O círculo branco indica o diboreto de titânio (em verde). As demais fases são: ferrita (em azul), austenita (em preto) e nitreto de titânio (em rosa). Fonte: autor.

Analisando o resultado do EBSD apresentado na Figura 32, verifica-se a existência de uma pequena quantidade da cerâmica, representada em verde. Em azul, está representada a fase ferrítica e em rosa, o nitreto de titânio. Nesta análise, não foi possível obter solução exata para a fase austenítica, indicada pela cor preta na figura, resultando em solução nula. Isso ocorre pois os parâmetros cristalográficos da austenita estão ligeiramente alterados, o que dificulta o reconhecimento da célula cristalográfica pelo banco de dados do software. Não foi possível detectar a presença do diboreto de titânio no cordão soldado com fração mássica de 5% dessa cerâmica. Conforme calculado pela análise de difratograma, mostrado na Figura 26, é esperado apenas 2% desse composto na amostra, devido à intensa formação de nitreto de titânio na presença de alta energia térmica, consequente do processo de soldagem.

Por fim, realizou-se uma análise em EDS nas amostras soldadas na presença de 5% e 10% da cerâmica adicionada no pó com o objetivo de avaliar qualitativamente a presença dos elementos nitrogênio, boro e titânio comparando-se as três regiões de solda: zona fundida, zona termicamente afetada e metal base. A Figura 33 apresenta

o resultado da análise de EDS para amostra com 5% de TiB_2 e a Figura 34 mostra o resultado para a amostra soldada com 10% TiB_2 .

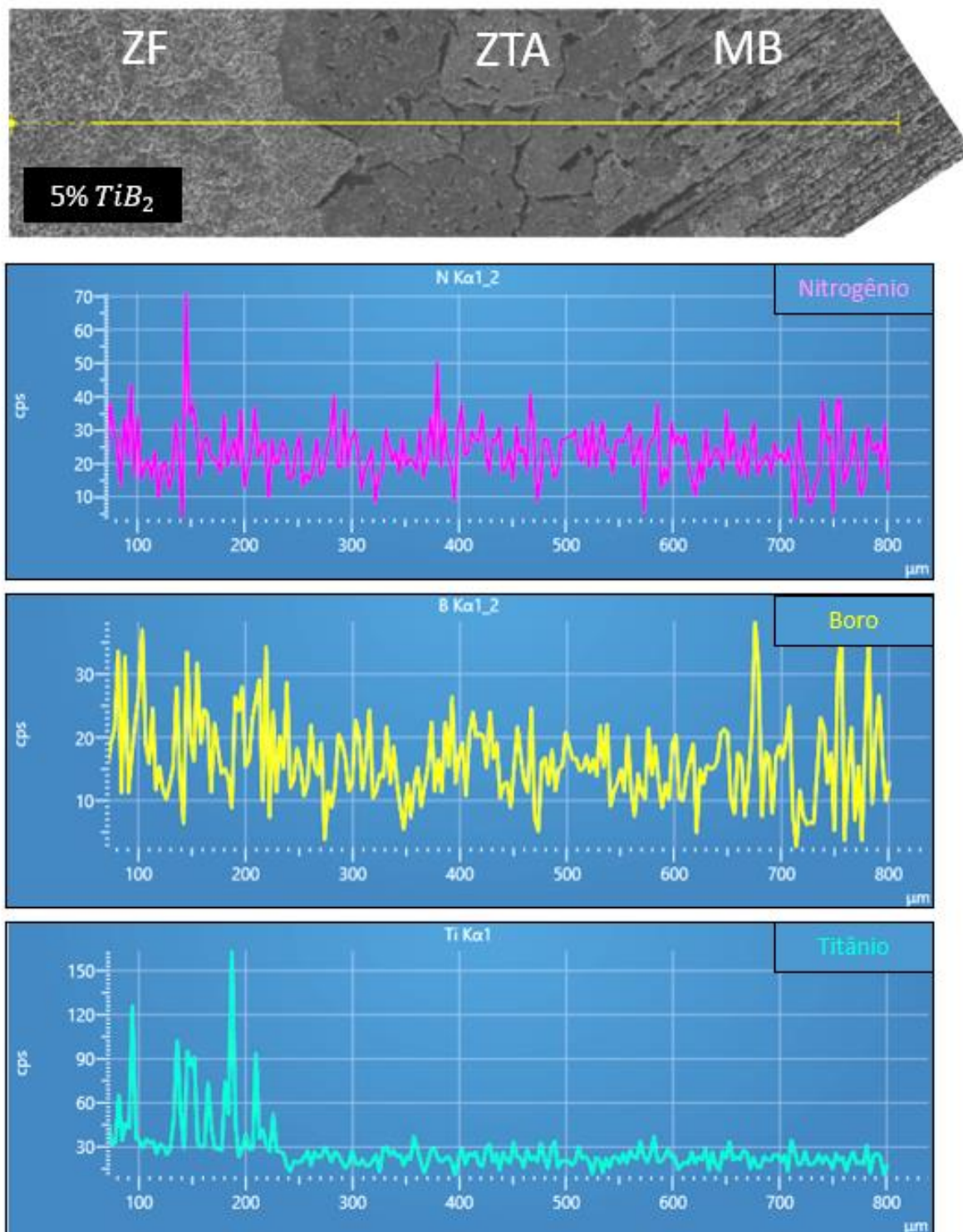


Figura 33 - Análise de EDS da amostra soldada com 5% de TiB_2 com foco nos elementos nitrogênio (N), boro (B) e titânio (Ti). As três regiões da solda estão mostradas: zona fundida (ZF), zona termicamente afetada (ZTA) e metal base (MB). Fonte: autor.

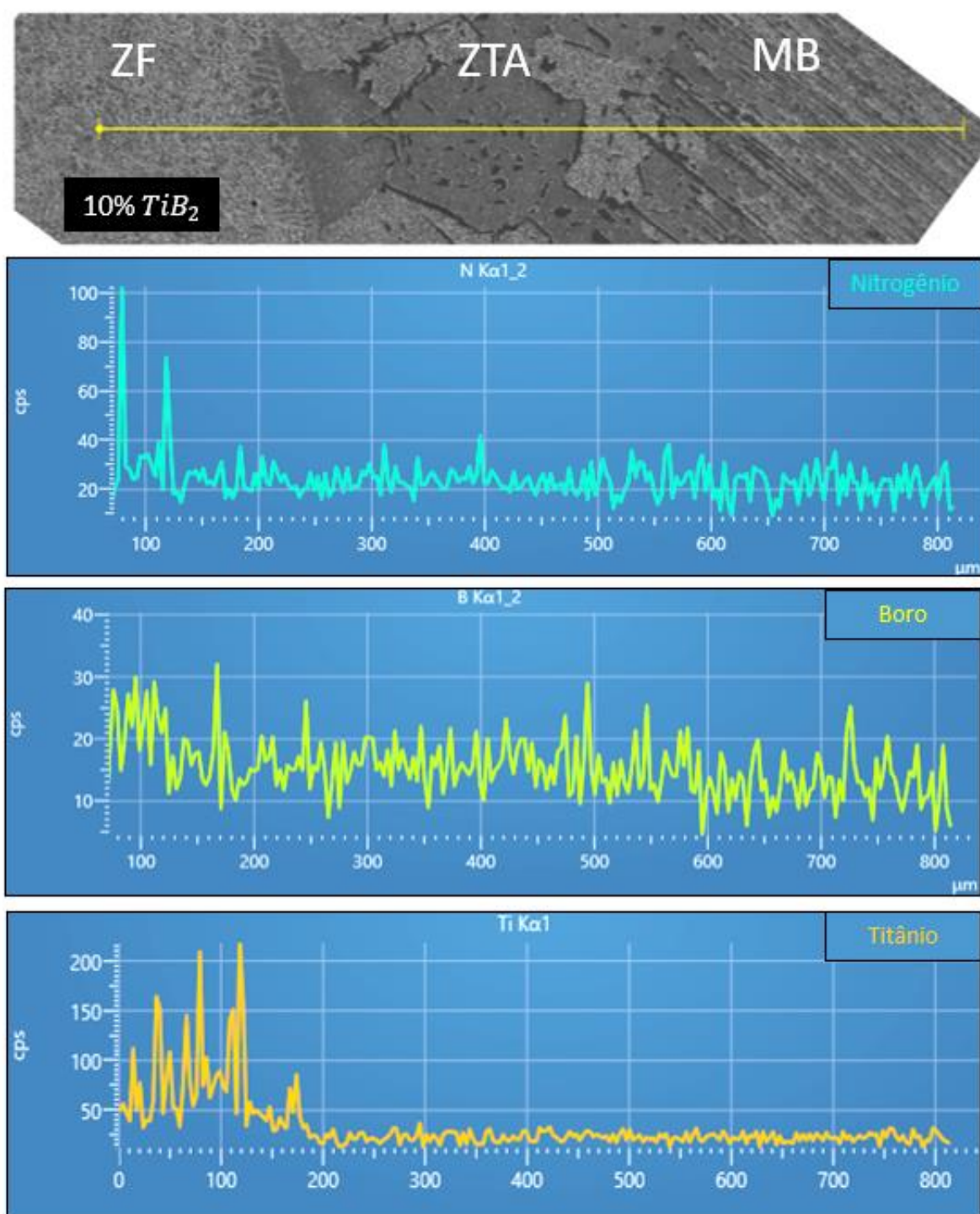


Figura 34 - Análise de EDS da amostra soldada com 10% de TiB_2 com foco nos elementos nitrogênio (N), boro (B) e titânio (Ti). As três regiões da solda estão mostradas: zona fundida (ZF), zona termicamente afetada (ZTA) e metal base (MB). Fonte: autor.

Apesar da baixa contagem de boro, observa-se a presença desse elemento em ambas as amostras soldadas com TiB_2 . Entretanto, no caso do nitrogênio e do titânio é possível observar uma nítida concentração desses elementos na zona fundida, o que

está de acordo com o que já discutido nos resultados da análise de difração de raios X e das micrografias do MEV supracitadas, sobretudo no que se refere à formação do composto de nitreto de titânio nas zonas fundidas dessas amostras.

5.3. Perfil de microdureza

A Figura 35 mostra as curvas típicas de carga aplicada em função da profundidade de penetração para o metal base e para zona fundida das amostras soldadas a laser utilizando-se a mistura em do aço UNS S32304 como material de adição com diferentes percentuais de dispersão de TiB_2 .

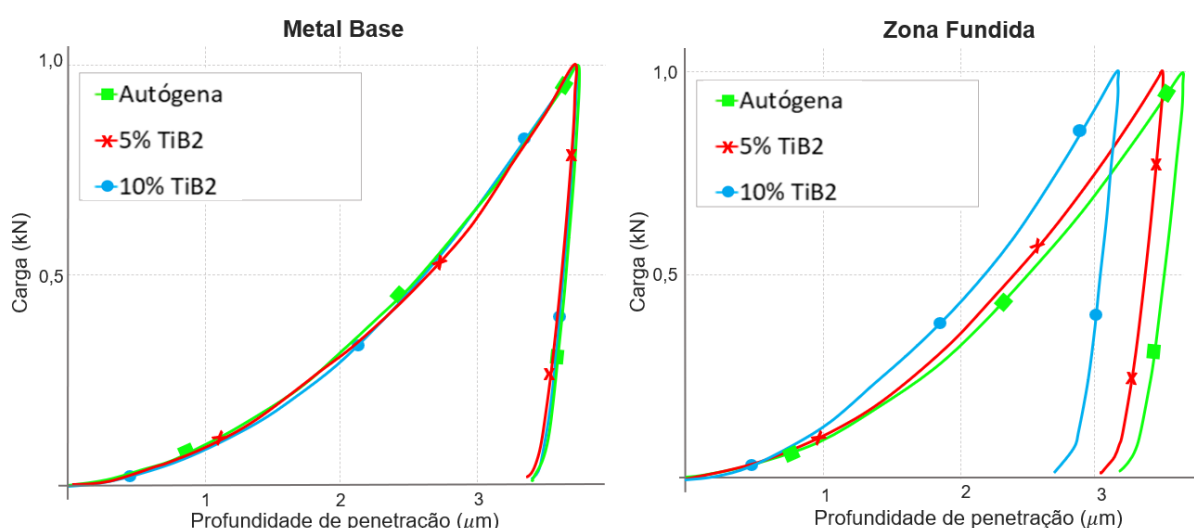


Figura 35 - Curvas de carregamento por profundidade de penetração das amostras soldadas com material de adição. Fonte: autor.

Nela, observa-se que não há diferença entre as amostras relacionado ao comportamento delas durante o ensaio na região de metal base, não havendo a presença de nenhuma cerâmica. Entretanto, analisando a zona fundida, observa-se que quanto maior o teor do diboreto de titânio na mistura em pó, menor a profundidade alcançada para uma mesma carga aplicada.

A Figura 36 apresenta o perfil de dureza em linha obtido em cada medição para as amostras analisadas.

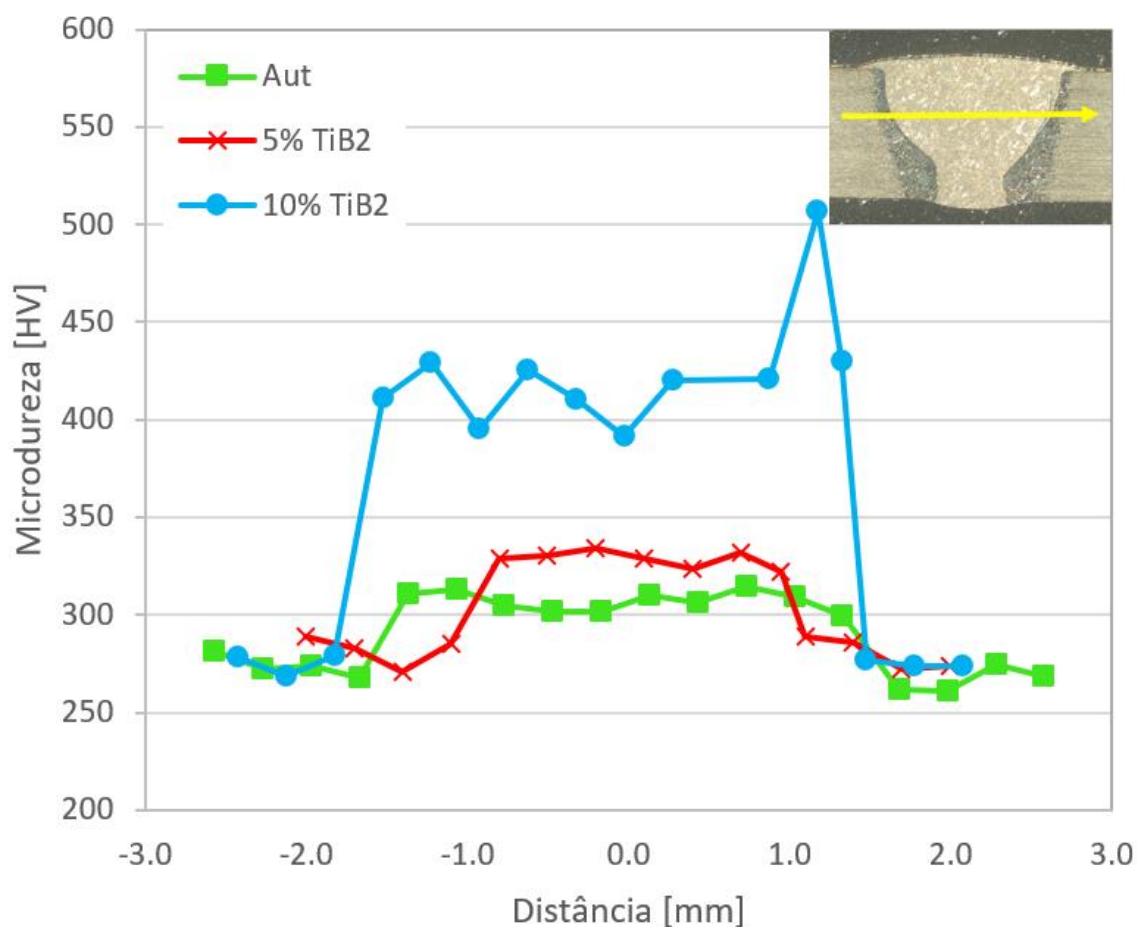


Figura 36 - Perfil de dureza instrumentada das amostras soldadas com material de adição. Fonte: autor.

De maneira a avaliar se há diferença significativa no valor de microdureza entre os grupos de amostras independentes (Autógena, 5% TiB₂ e 10%TiB₂), realizou-se o teste estatístico conhecido como Análise de Variância ou ANOVA com o auxílio do software GraphPad Prism®.

Com um nível de significância de 5% e com um intervalo de confiança de 95%, pelo menos uma das amostras possui diferença significativa em relação às demais. O resultado gráfico comparativo das médias dos valores de microdureza medidas para cada amostra está mostrado na Figura 37.

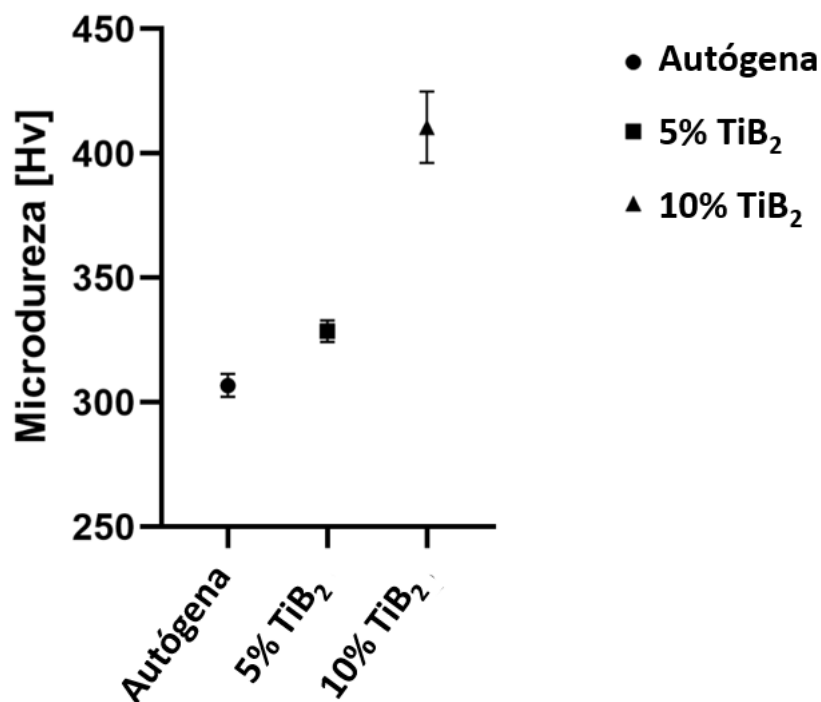


Figura 37 - Gráfico de efeito entre as amostras para um intervalo de confiança de 95% gerado no GraphPad Prism®. Fonte: autor.

Analisando o gráfico apresentado na Figura 37, nota-se que há diferença significativa de cada amostra em relação às demais para o intervalo de confiança de 95%. Ademais, o valor de microdureza medido para amostra com 10% de TiB₂ é expressivamente maior que as demais amostras. O detalhamento do estudo estatístico está apresentado no Apêndice A.

Comparando-se o perfil de dureza instrumentada obtido no ensaio, conforme mostrado na Figura 36, com o resultado das análises de EDS em linha, exibidos na Figura 33 e na Figura 34, e as discussões supracitadas, é possível inferir que ambas as cerâmicas diboreto de titânio e nitreto de titânio auxiliam no aumento de microdureza observado na zona fundida da amostra soldada na presença de 10% de TiB₂. Estudos comprovam que o nitreto de titânio possui muitas características promissoras quando sintetizados junto ao aço inoxidável duplex, não somente devido ao seu elevado módulo de elasticidade, que explica esse aumento de dureza observado na zona fundida, como também por atuarem na prevenção de crescimentos de grãos em altas temperaturas devido a formação de nanopartículas discretas na região de contorno dos grãos (JIANG, 2017).

Além disso, ao analisar a Figura 36, observa-se que há um valor de medição de dureza superior a 500 HV que desvia significativamente da tendência geral da amostra com 10% de TiB₂, funcionando como um *outlier*. É provável que essa medição tenha ocorrido exatamente sobre um desses precipitados de dureza elevada.

5.4. Análise de homogeneidade do cordão de solda por microtomografia

A Tabela 4 apresenta o resultado do melhor ajuste calculado para a função $z(y)$, que modela o efeito da quantificação da fase ferrítica em função da linha central das imagens obtidas pelo ensaio de microtomografia de cada amostra.

Tabela 4 - Resultado do melhor modelo matemático para a quantificação de fase ferrítica em função da distância (exponencial).

Amostra	Melhor função para $z(y)$
Autógena	$0,76(1 - e^{-0,0095 \cdot y})$
5% TiB₂	$0,76(1 - e^{-0,0152 \cdot y})$
10% TiB₂	$0,89(1 - e^{-0,0088 \cdot y})$

Fonte: autor.

De maneira análoga, a Tabela 5 apresenta o resultado da etapa de ajuste da função $z(y)$ para a fase austenítica.

Tabela 5 - Resultado do melhor modelo matemático para a quantificação de fase austenítica em função da distância (logarítmico).

Amostra	Melhor função para $z(y)$
Autógena	$\log(0,0138 \cdot y)$
5% TiB₂	$\log(0,0122 \cdot y)$
10% TiB₂	$\log(0,0125 \cdot y)$

Fonte: autor.

A partir dos resultados mostrados na Tabela 4 e na Tabela 5, verifica-se que é possível explicitar modelos matemáticos que descrevem o efeito da proporção das fases por intensidade de pixel resultante da análise de imageamento da região de um cordão submetido à soldagem no substrato de aço duplex. Ademais, nota-se que o melhor ajuste para o comportamento esperado da proporção da fase por intensidade de pixel obtido para a fase ferrítica (exponencial) é diferente da curva obtida para a austenita (logarítmica). Isso ocorre devido à diferença de temperatura para formação, da

cinética de formação e da estrutura cristalina de cada fase. A solidificação se encerra na fase ferrítica e com a redução da temperatura ocorre a formação da austenita (ARMAS, 2009).

Por fim, a Figura 38 apresenta o resultado da função $z(x)$, que representa a quantificação de fases ferrítica (em verde) e austenítica (em vermelho) a partir da distância definida pela linha de centro usada como referência para análise do resultado do ensaio de microtomografia. Esse resultado considera os melhores modelos matemáticos para a função $z(y)$ obtidos para cada uma das fases, conforme explicitados na Tabela 4 e na Tabela 5.

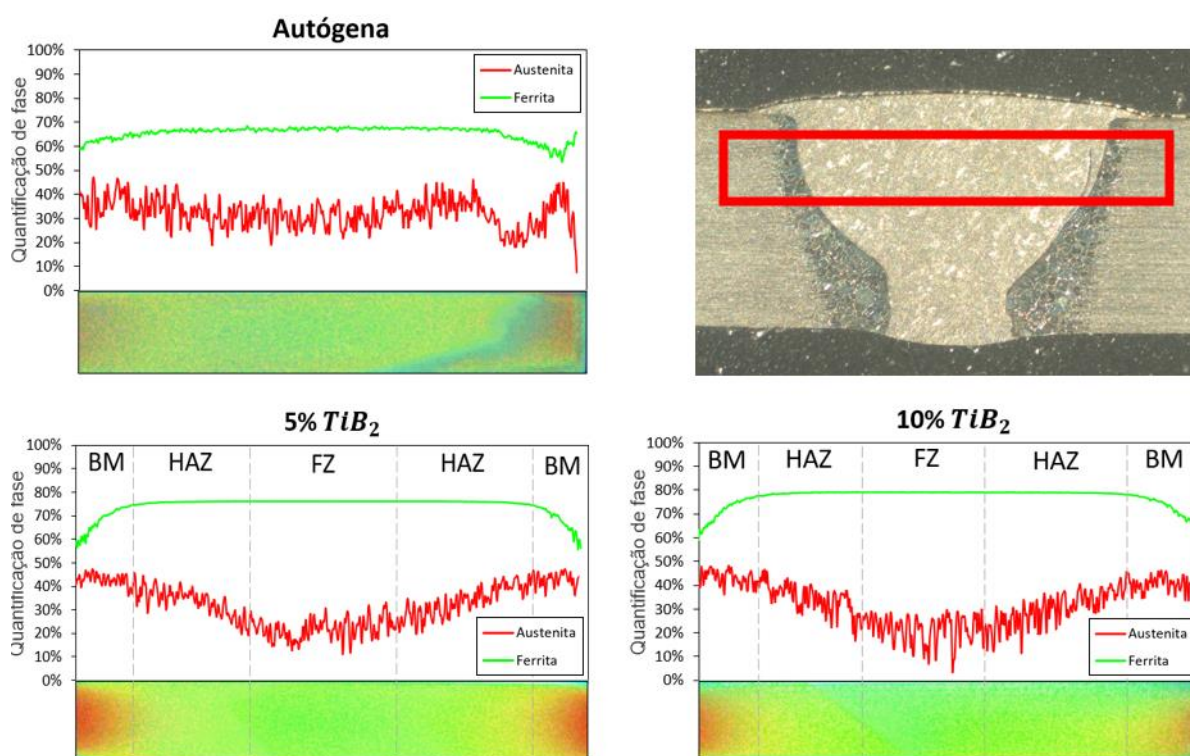


Figura 38 - Comparação entre a quantificação das fases ferrítica (verde) e austenítica (vermelha) a partir do ajuste das imagens obtidas no ensaio de microtomografia nas amostras do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldadas a laser. Fonte: autor.

Verifica-se que as amostras soldadas na presença do diboreto de titânio (5% e 10%) apresentaram um cordão de solda mais homogêneo, sendo nítida a diferenciação entre a zona fundida e a zona termicamente afetada quando comparada com a imagem obtida do cordão de solda autógeno. Além disso, a proporção das fases apresentadas na Figura 38 está coerente com o resultado da quantificação de fases

mostrada na Figura 26, sendo possível detectar a dificuldade de estabilização da austenita na região de zona fundida, quando comparada com a ferrita. É possível observar ainda que há um ruído expressivo no resultado da composição da fase austenítica quando comparado com o ruído proveniente da fase ferrítica. Isso ocorre devido à cinética e à dinâmica de nucleação e crescimento de grãos austeníticos na matriz ferrítica da liga de aço duplex ao longo do resfriamento, além da diferença de cristalinidade existente entre as fases. O fato da austenita estar localizada preferencialmente na região de contorno de grão da ferrita e estar com baixa proporção podem explicar esse maior ruído no sinal e a maior dificuldade de detecção dessa fase no cordão de solda.

6. CONCLUSÃO

Com base nos resultados experimentais obtidos no presente estudo acerca da avaliação microestrutural de cordão de solda em aço inoxidável duplex UNS S32304 por soldagem a laser com uso de material compósito de adição formado por uma mistura em pó de aço equivalente ao metal base e o diboreto de titânio, foi possível concluir que:

- a) A metodologia de soldagem a laser em chapa de aço inoxidável obteve como resultado 31% da fase austenítica, que corresponde a um valor percentual menor do que o encontrado na chapa como recebida (41%). Entretanto, as amostras soldadas com adição em pó do TiB_2 , possuíram uma redução mais acentuada do teor de austenita, sendo 15% na amostra com 5% TiB_2 e 6% na amostra com 10% TiB_2 ;
- b) A evidência da formação do nitreto de titânio nas amostras soldadas com o diboreto de titânio contribui para a redução do teor de austenita detectada nelas, devido à depleção do nitrogênio, um elemento tipicamente austenizante;
- c) A adição do TiB_2 ao pó do duplex incrementou a resistência na zona fundida do cordão de solda (análise de microdureza) e tornou o cordão de solda ainda mais homogêneo (análise da microtomografia) quando comparado com a soldagem autógena. Porém, a adição da cerâmica reduziu a fração austenítica nessa região;
- d) O estudo propôs dois diferentes modelos matemáticos que descrevem o efeito da proporção de fases por intensidade de pixel resultante da análise de imageamento da região de um cordão submetido à soldagem no substrato de aço duplex. Esse comportamento foi descrito por uma função exponencial para a ferrita e por uma função logarítmica para a austenita;
- e) A soldagem a laser com adição de uma mistura em pó de duplex e de TiB_2 se apresenta como uma técnica promissora tendo em vista a homogeneidade do cordão de solda e o aumento de dureza quando comparada com a soldagem autógena.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a. Refazer os experimentos a laser nas mesmas condições de ensaio apresentadas utilizando o gás de proteção de nitrogênio ao invés do argônio, de maneira a comparar a microestrutura e dureza de ambas as condições;
- b. Realizar ensaio de tração com o objetivo de obter propriedades não avaliadas no estudo, como a resistência mecânica e o alongamento, tanto para as amostras soldadas com o TiB_2 tanto para a autógena;
- c. Realizar ensaio para obtenção da condutividade térmica das amostras e comparar essa propriedade para amostras soldadas na presença e na ausência do TiB_2 ;
- d. Realizar ensaios de corrosão nas regiões do metal base e da zona fundida das amostras soldadas com o objetivo de avaliar a manutenção das características anticorrosivas do material base UNS S32304 na presença e na ausência do TiB_2 ;
- e. Realizar estudo de viabilidade técnico-econômica para fabricação de eletrodo a partir do pó do UNS S32304 com dispersão de TiB_2 de forma a simplificar o processo e a obter melhor qualidade na soldagem a laser com material de adição.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ABDO, H. S.; SEIKH, A. H. Mechanical Properties and Microstructural Characterization of Laser Welded S32520 Duplex Stainless Steel. *Materials*, v. 14, 5532, 2021 DOI: <https://doi.org/10.3390/ma14195532>
2. ALMANGOUR, B.; GRZESIAK, D.; YANG, J.-M. Selective laser melting of TiB₂/316L stainless steel composites: The roles of powder preparation and hot isostatic pressing post-treatment. *Powder Technology*, v. 309, p. 37–48, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2016.12.073>.
3. ALVES, H.; FIRMINO, J.; CAVICHINI, A.; ORLANDO, M.; TADEU, R. Synthesis and characterization of metal-ceramic composite 316l/sycro. 9th Conference on Industrial Computed Tomography, Padova, Italy (iCT 2019), 2019. DOI: <https://doi.org/10.58286/23678>;
4. AN, Lc.; CAO, J.; WU, Lc. *et al.* Effects of Mo and Mn on Pitting Behavior of Duplex Stainless Steel. *J. Iron Steel Res. Int.*, v. 23, p. 1333-1341, 2016. DOI: [https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(16\)30196-0](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(16)30196-0).
5. ARAUJO, O.; MACHADO, A.; OLIVEIRA, D.; LOPES, R. Enhancement of microCT images of steel cracks using mathematical filters. 10th Conference on Industrial Computed Tomography, Wels, Austria (iCT 2020), 2020. DOI: <https://doi.org/10.58286/25106>;
6. ARMAS, Iris Alvarez; DEGALAIX, Suzanne Moreuil, *Duplex stainless steels*, 1ª 1ª ed. [s.l.]: Wiley, 2009.
7. BASAK, A.K.; PRAMANIK, A.; ISLAM, M.N.; ANANDAKRISHNAN, V. Challenges and recent developments on nanoparticle-reinforced metal matrix composites. *Fillers and Reinforcements for Advanced Nanocomposites*, p. 349-367, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100079-3.00014-4>.
8. BONIARDI, M; CASAROLI, A. *Stainless steels*. Grupo Lucefin Research & Development. Dipartimento Di Meccanica, Politecnico Di Milano, Italy, 2014.
9. BRAGA, N.D.A.; FERREIRA, N.G.; CAIRO, C A.A. Obtenção de titânio metálico com porosidade controlada por metalurgia do pó. *Química Nova*, v. 30, n. 2, p. 450-457, 2007. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0100-40422007000200037>.
10. CABRAL, S. C. Sinterização de Compósitos Superabrasivos no Sistema TiB₂ – AlN Assistido por Altas Pressões e Altas Temperaturas. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, 2012.
11. CAETANO, G. A. Estudo do Comportamento Mecânico em Soldas do Aço Inoxidável Lean Duplex UNS S32304 Utilizando Modelos de Encruamento. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2023.
12. CAETANO, G.A., GONORING, T.B., COELHO, L.M. *et al.* Mechanical Properties Study of a Duplex Stainless Steel Weld Using Physical Simulation and Work Hardening Models. *J. of Materi Eng and Perform*, v. 31, p. 113–127, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11665-021-06155-8>

13. CALLISTER, W. D., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. John Wiley & Sons, Inc., 2002.
14. CAMPBELL, F.C. *Structural Composite Materials*. Ohio: ASM International, 2010.
15. CAO, X.; WALLACE, W.; POON, C.; IMMARIGEON, J. P. Research and Progress in Laser Welding of Wrought Aluminum Alloys. I. Laser Welding Process, Materials and Manufacturing Process, v. 18, 1, p. 1-22, 2003. DOI: 10.1081/AMP-120017586;
16. CHARLES, J. Duplex Stainless Steels, A Review After DSS' 07 Held in Grado, *Revue de Metallurgie, Int. J. Metall.*, v. 105, 3, p. 155-171, 2008. DOI: <https://doi.org/10.1051/metal:2008028>
17. CHATURVEDI, M.; VENDAN, S. A. Laser Beam Welding and Design, 2021. In: *Advanced Welding Techniques*. Springer, Singapore. DOI: https://doi.org/10.1007/978-981-33-6621-3_5.
18. CHEN, T.H.; YANG, J.R. Microstructural characterization of simulated heat affected zone in a nitrogen-containing 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, v. 338, p. 166-181, 2002. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00065-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00065-5).
19. DELONG, W. T.; REID, H.F. Properties of Austenitic Chromium in Austenitic Chromium-Manganese Stainless Steel Weld Metal, *Weld. J.*, 37(1), p 1-8, 1957.
20. DUBÉ, C.A.; AARONSON, H.I.; MEHL, R.F. La formation de la ferrite proeutectoïde dans les aciers au carbone. *Revue de metallurgie*, v. 55, n. 3, p. 201-210, 1958. DOI: <https://doi.org/10.1051/metal/195855030201>.
21. EGBO, M. K. A fundamental review on composite materials and some of their applications in biomedical engineering. *Journal of King Saud University – Engineering Sciences*, v. 33, p. 557–568, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jksues.2020.07.007>.
22. ESTEVES, L. Corrosion Study of Standard Duplex Stainless Steel UNS S31803 and Lean Duplex Stainless UNS S32304 in Liquor from Paper and Pulp Mill. Tese de doutorado, Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016.
23. FAHRENHOLTZ, W. G.; HILMAS, G. E. Ultra-high temperature ceramics: Materials for extreme environments. *Scripta Materialia*, v. 129, p. 94-99, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.10.018>.
24. FANG, Y.; ZHANG, Y.; KIM, M.; KIM, T.; DUAN, Z.; Y, Q.; SUHR, J. Multi-scale hybrid reinforced super duplex stainless steel matrix composites with high strength and ductility via laser powder bed fusion and an in-situ synthesis strategy. *Additive Manufacturing*, 85, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2024.104152>.
25. GHOSH, A.; MISRA, D.; ACHARYYA, S.K. Experimental and Numerical Investigation on Laser Welding of 2205 Duplex Stainless Steel. *Lasers in Manufacturing and Materials Processing*, v. 6, p. 228–246, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1007/s40516-019-00090-2>.
26. GRIFFIN, W. L.; GAIN, S.; SAUDERS, M.; BINDI, L.; ALARD, O. Parageneses of TiB₂ in corundum xenoliths from Mt Carmel, Israel: Siderophile behaviour of Boron under reducing conditions. *American Mineralogist*, v. 105, p. 11, 2020. DOI: 10.2138/am-2020-7375.

27. GRUBERT, R.D.B. Análise de falha e de proposta para procedimento de fabricação e reparo de defletor de vaso de pressão confeccionado em aço inoxidável duplex. Monografia, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.
28. GUIRALDENQ, P.; DUPARC O. H. The genesis of the Schaeffler diagram in the history of stainless steel, *Metall. Res. Technol.* 114, 613, 2017. DOI: 10.1051/metal/2017059.
29. GUNN, R. N. *Duplex stainless steel Microstructure, properties and application*. 1ª ed. Outubro, 1997. ISBN: 9781855733183
30. HAN, Y.; ZHANG, W.; SUN, S.; CHEN, H.; RAN, X. Microstructure, Hardness, and Corrosion Behavior of TiC-Duplex Stainless Steel Composites Fabricated by Spark Plasma Sintering. *Journal of Materials Engineering and Performance*, v. 26, n. 8, p. 4056-4063, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11665-017-2840-2>
31. HARA, D.H.S.; FIORE, M.; LUCCHESI, R.F.; MANCINI, V.A.; ROSSI, J.L. Materials selection for a transport packaging of Mo-99. *International Nuclear Atlantic Conference - INAC 2015*, São Paulo, 2015. ISBN: 978-85-99141-06-9
32. HARMER, C. P.; KAMALI, S.; LEBEDEV, O. I.; LEE, S. J.; RIBEIRO, R. A.; CANFIELD, P. C.; KOVNIR, K. Pseudo-Polymorphism in Layered FeS Intercalates: A Competition between Charged and Neutral Guest Species. *Chem. Mater.*, V. 34, p. 5397, 2022. DOI: 10.1021/acs.chemmater.2c00270
33. HASEGAWA, M.; YAGI, T. Systematic study of formation and crystal structure of 3d-transition metal nitrides synthesized in a supercritical nitrogen fluid under 10 GPa and 1800 K using diamond anvil cell and YAG laser heating. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 403, p. 131-142, 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2005.04.197>.
34. HU, S.; ZHENG, D.; ZHAO, G.; LI, G.; TANG, H. The effect of welded joint properties on the surface characteristics of laser-welded 2205 duplex stainless steel. *Advances in Mechanical Engineering*, v. 10, 9, p. 1-11, 2018. DOI: 10.1177/1687814018797449
35. IMO. Orientações práticas para processamento dos aços inoxidáveis Duplex. *International Molybdenum Association*, Londres, 2012. ISBN 978-1-907470-07-3.
36. INADA, T. TiN Inclusion Formation during the Solidification of Stainless Steel. *Dissertação de Mestrado*, Department of Materials Science and Engineering, University of Tokyo, Japan, 1990.
37. JIANG, M.; TAO, W.; CHEN, Y. Laser Welding under Vacuum: A Review. *Applied sciences*, v. 7, n. 9, p. 909, 2017. DOI: <https://doi.org/10.3390/app7090909>.
38. KACAR, Y; KRUGER, D.; PISTORIUS, P. C. Evolution of oxide and nitride inclusions during processing of stainless steel. *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, vol. 121, no. 8, pp. 379–384, 2021. DOI: <http://dx.doi.org/10.17159/2411-9717/923/2021>.
39. KARLSSON, L. Welding Duplex Stainless Steels — A Review Of Current Recommendations. *Weld World*, v. 56, 65–76, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF03321351>
40. KATAYAMA, S. *Handbook of Laser Welding Technologies*. A volume in Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials, 2013. ISBN: 978-0-85709-264-9.

41. KESKITALO, M.; MÄNTYJÄRVI, K.; SUNDQVIST, J.; POWELL, J.; KAPLAN, A. F. H. Laser welding of duplex stainless steel with nitrogen as shielding gas. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 216, p. 381-384, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.10.004>.
42. KNYAZEVA, M.; POHL, M. Duplex Steels: Part I: Genesis, Formation, Structure. *Metallogr. Microstruct. Anal.*, v. 2, p. 113–121, 2013. DOI: 10.1007/s13632-013-0066-8
43. KÖSE, C.; TOPAL, C. Dissimilar laser beam welding of AISI 2507 super duplex stainless to AISI 217L austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering*, v. 862, 144476, 2023. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144476>.
44. KOVACS, T. Laser welding process specification base on welding theories. *Procedia Manufacturing*, v. 22, p. 147-153, 2018. DOI: 10.1016/j.promfg.2018.03.023
45. KRAL, M.V.; SPANOS, G. Three-dimensional analysis and classification of grain-boundary–nucleated proeutectoid ferrite precipitates. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 36A, p.1199-1207, 2005.
46. KUNZE, J. *et al* Precipitation of titanium nitride in low-alloyed steel during cooling and deformation. *Steel Research International*, v. 68, 10, p. 441-449, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1002/srin.199700580>
47. LIPPOLD, J.C.; KOTECKI, D.J. *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2005.
48. MARIAPPAN, R; KUMARAN, S.; RAO, TS. Effect of sintering atmosphere on structure and properties of austeno-ferritic stainless steels. *Mater Sci Eng. A517*, 1, p. 328–333, 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.04.011>
49. MARQUES, I. J.; VICENTE, A. A.; TENÓRIO, J. A. S.; SANTOS, T. F. A. Double Kinetics of Intermetallic Phase Precipitation in UNS S32205 Duplex Stainless Steels Submitted to Isothermal Heat Treatment. *Materials Research*, v. 20, 2017. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2016-1060>.
50. MATEO, A., LLANES, L., ANGLADA, M. *et al*. Characterization of the intermetallic G-phase in an AISI 329 duplex stainless steel. *Journal of Materials Science*, v. 32, p. 4533–4540, 1997. DOI: <https://doi.org/10.1023/A:1018669217124>.
51. MIRANDA, M. G. Síntese e Caracterização do Compósito Nanoestruturado Aço (ARBL) /Cerâmica (TiB₂). Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2019.
52. MOKHTARI, M.; POMMIER, P.; BALCAEN, Y.; ALEXIS, J. Laser Welding of AISI 316L Stainless Steel Produced by Additive Manufacturing or by Conventional Processes. *J. Manuf. Mater. Process.*, 5, 136, 2021. <https://doi.org/10.3390/jmmp5040136>
53. MORTENSEN, A.; LLORCA, J. Metal Matrix Composites. *Annual Review of Materials Research*, v.40, p. 243-270, 2010. DOI: <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070909-104511>
54. MUNRO, R.G. Material Properties of Titanium Diboride. *J Res Natl Inst Stand Technol.*, v. 105, n. 5, p. 709-720, 2000. DOI: 10.6028/jres.105.057.
55. MUTHUPANDI, V.; SRINIVASAN, P. B.; SHANKAR, V. SESHADRI, S. K.; SUNDARESAN, S. Effect of nickel and nitrogen addition on the microstructure and mechanical properties of power

- beam processed duplex stainless steel (UNS 31803) weld metals. *Materials Letters*, v. 59, 18, p. 2305-2309, 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.03.010>.
56. NAYAK, A.K.; SHASHANKA, R.; CHAIRA, D. Effect of Nanosize Yittria and Tungsten Addition to Duplex Stainless Steel During High Energy Planetary Milling. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, v. 115, p. 012008, 2016. DOI: 10.1088/1757-899X/115/1/012008.
57. OKE, S.R.; IGE, O.O.; FALODUN, O.E.; OBADELE, B.A.; MPHAAHLELE, M.R.; OLUBAMBI, P.A. Influence of sintering process parameters on corrosion and wear behaviour of SAF 2205 reinforced with nano-sized TiN. *Materials Chemistry and Physics*, v. 206, p. 166-173, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2017.12.018>
58. OKE, S.R.; IGE, O.O.; FALODUN, O.E.; OKORO, A.M.; MPHAAHLELE, M.R.; OLUBAMBI, P.A. Powder metallurgy of stainless steels and composites: a review of mechanical alloying and spark plasma sintering. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, v. 102, p. 3271–3290, 2019. DOI: 10.1007/s00170-019-03400-2.
59. OLIVEIRA, J. F. S. Estudos da Influência da Configuração em Compósitos Poliméricos Híbridos. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007.
60. OLIVER, W.C.; PHARR, G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, v. 7, n. 6, p. 1564-1583, 1992. DOI: <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>.
61. PANDA, K. B.; RAVI CHANDRAN K. S. Determination of elastic constants of titanium diboride (TiB₂) from first principles using FLAPW implementation of the density functional theory. *Computational Materials Science*, v. 35, p. 134-150, 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2005.03.012>.
62. PARDAL, J. M. *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 & Inspeção*, 16, 4, 2011. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0104-92242011000400002>.
63. PEKKARINEN, J.; KUJANPÄÄ, V. The effects of laser welding parameters on the microstructure of ferritic and duplex stainless steels welds. *Physics Procedia*, v. 5, p. 517–523, 2010. DOI: 10.1016/j.phpro.2010.08.175.
64. PEREZ, T. E. Corrosion in the Oil and Gas Industry: An Increasing Challenge for Materials. *JOM*, v. 55, p. 1033-1042, 2013. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11837-013-0675-3>
65. POOLE, W. J.; MITCHELL, A.; WEINBERG, F. Inoculating Stainless Steel with Titanium Nitride. *High Temperature Materials and Process*, v. 16, n. 3, 1997. DOI: <https://doi.org/10.1515/HTMP.1997.16.3.173>.
66. RAMIREZ, A.J., LIPPOLD, J.C. and BRANDI, S.D. Brandi, The Relationship Between Chromium Nitride and Secondary Austenite Precipitation in Duplex Stainless Steel, *Metall. Mater. Trans. A*, 34A, p 1575-1597, 2003. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11661-003-0304-9>.
67. REDJAÏMIA, A.; GARCIA, A. M. M. On the M₂₃C₆-Carbide in 2205 Duplex Stainless Steel: An Unexpected (M₂₃C₆/Austenite)—Eutectoid in the δ-Ferritic Matrix. *Metals*, 11, 1340, 2021. DOI: <https://doi.org/10.3390/met11091340>.

68. RIDLEY, N.; STUART, H. Partial Molar Volumes from High-Temperature Lattice Parameters of Iron–Carbon Austenites. *Metal Science Journal*, v. 4, 1970. DOI: <https://doi.org/10.1179/msc.1970.4.1.219>
69. SALUSTRE, M. G.; GONORING, T. B.; MARTINS, J. B. R.; LOPES, H. D. A.; ORLANDO, M. T.D. Study of steel matrix composite samples with 12%Wt TiB₂ produced by spark plasma sintering. *Materials Chemistry and Physics*, 302, 127736, 2023. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2023.127736>.
70. SHAREF, T.; MORGHEM, M.; IGHNEGEWA, A.; DAW, A. Comparison of the Effects Metal Inert Gas and Laser Beam Welding on Duplex Stainless Steel Properties. *Journal of pure and applied sciences*, v. 22, n. 3, 2023. DOI: <https://doi.org/10.51984/jopas.v22i3.2728>.
71. SHARMA, A. K.; BHANDARI, R.; AHERWAR, A.; RIMASauskiene, R. Matrix materials used in composites: A comprehensive study. *Materials Today: Proceedings*, v. 21, 3, p. 1559-1562, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.11.086>
72. SHASHANKA, R.; CHAIRA, D. Effects of Nano-Y₂O₃ and Sintering Parameters on the Fabrication of PM Duplex and Ferritic Stainless Steels. *Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)*, v. 29, n. 1, p. 58-71, 2016. DOI: 10.1007/s40195-015-0362-1.
73. SIDDHARTH, P. N.; NARAYANAN, C. S. A review on Electron Beam Welding process. *Journal of Physics: Conference Series*, 1706, 012208, 2020. DOI: 10.1088/1742-6596/1706/1/012208.
74. SILVA, A. L. C. E.; MEI, P. R. *Aços e ligas especiais*. 2ª ed. Sumaré, SP: Eletrometal S.A. Metais Especiais, 1988.
75. SOMMER, N.; WARRES, C.; LUTZ, T.; KAHLMEYER, M.; BOHM, S. Transmission Electron Microscopy Study on the Precipitation Behaviors of Laser-Welded Ferritic Stainless Steels and Their Implications on Intergranular Corrosion Resistance. *Metals*, 12, 86, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/met12010086>
76. STEEN, W. M.; MAZUMDER, J. *Laser Material Processing*, 4ª Ed.; 2010. e-ISBN 978-1-84996-062-5. ISBN: 978-1-84996-061-8. DOI: 0.1007/978-1-84996-062-5
77. SULIMA, I.; BOCZKAL, S.; JAWORSKA, L. SEM and TEM characterization of microstructure of stainless steel composites reinforced with TiB₂. *Materials Characterization*, v. 118, p. 560–569, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.07.005>.
78. SULIMA, I.; HYJEK, P.; PODSIADLO, M.; BOCZKAL, S. Effect of Zirconium Diboride and Titanium Diboride on the Structure and Properties of 316L Steel-Based Composites. *Materials*, v. 16, 439, 2023. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma16010439>.
79. TANPRAYOON, D.; SRISAWADI, S.; SATO, Y.; TSUKAMOTO, M.; SUGA, T. Microstructure and hardness response of novel 316L stainless steel composite with TiN addition fabricated by SLM. *Optics & Laser Technology*, v. 129, 106238, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2020.106238>
80. TAVARES, S. S. M. *et al. Microstructural characterization and non-destructive testing and of welded joints of duplex stainless steel in flexible pipes*. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 15, p. 3399-3408, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.09.087>.

81. THEWLIS, G. Classification and quantification of microstructures in steels. *Materials Science and Technology*, v. 20, p. 143-160, 2004. DOI: <https://doi.org/10.1179/026708304225010325>
82. TIMMIS, A. J. Environmental impact assessment of aviation emission reduction through the implementation of composite materials. *LCA for Manufacturing and Nanotechnology*, v. 20, p. 233-243, 2015. DOI: 10.1007/s11367-014-0824-0.
83. TUKEY, J. W. The Philosophy of Multiple Comparisons. *Journal Article, Statistical Science*, v.6, n.1, p. 100-116, 1991. DOI: 10.1214/ss/1177011945
84. UNTHANK, D. C.; DRIVER, J. H.; JACK, K. H. (1974) Nitride-Hardening of an Austenitic Stainless Steel Containing Titanium, *Metal Science*, 8:1, 209-214. DOI: 10.1179/msc.1974.8.1.209
85. VICENTE, A. A.; SANTOS, I. L.; JUNIOR, A. B. B.; ESPINOSA, D. C. R.; TENÓRIO, J. A. S. Study of the Distribution of Cr, Mo, Ni and N in δ Ferrite and Austenite in Duplex Stainless Steels. *Saudi Journal of Engineering and Technology*, 2020. ISSN 2415-6264 (Online). DOI: 10.36348/sjet.2020.v05i04.005
86. VIJAYAKUMAR, V.; AGILAN, H. Finite Element Analysis of Welding induced Residual Stresses for Duplex Stainless Steel Weld Joint using Contour Method. *IJSTE - International Journal of Science Technology & Engineering*, v. 4, 5, 2017. ISSN (online): 2349-784X
87. WANG, R. Precipitation of sigma phase in duplex stainless steel and recente development on its detection by electrochemical potentiokinetic reactivation:A review. *Corrosion Communications* 2, p. 41-54, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.corcom.2021.08.001>.
88. WEGLOWSKI, M. St.; BLACHA, S.; PHILLIPS, A. Electron beam welding – Techniques and trends – Review. *Vacuum*, v. 130, p. 72-92, 2016. DOI: 10.1016/j.vacuum.2016.05.004.
89. YILBAS, B.S.; AKHTAR, S. Laser Welding of AISI 316 Steel: Microstructural and Stress Analysis. *J. Manuf. Sci. Eng.*, 135, 031018, 2013. DOI: 10.1115/1.4024155.
90. Zagorac, D., Müller, H., Ruehl, S., Zagorac, J. & Rehme, S., *J. Appl. Cryst.*, v. 52, p. 918-925, 2019. DOI: 10.1107/S160057671900997X
91. ZHANG, H. *et al.* Improving the mechanical properties of Fe – TiB 2 high modulussteels through controlled solidification processes. *Acta Materialia*, [s.l.], v. 118, p.187-195, 2016. Elsevier BV. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.056>.
92. ZHUNKOVSKII, G. L.; GRIGORIEV, O. N.; VEDEL, D. V. Interaction of titanium diboride with iron and AISI 321H stainless steel. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, v. 60, p. 7-8, 2021. DOI: 10.1007/s11106-021-00257-7.

APÊNDICE A – RELATÓRIO DO TESTE ESTATÍSTICO APLICADO NO RESULTADO DO ENSAIO DE MICRODUREZA

O objetivo do teste estatístico realizado é avaliar se há diferença significativa nos valores de microdureza medidos na região da zona fundida entre os três grupos de amostra do estudo. Para isso, primeiramente, foi necessário definir quais pontos de medição se encontram na região da zona fundida. Esse intervalo foi definido como o compreendido entre as distâncias -1,0 mm e 1,0 mm, conforme mostra a Figura 39, devido ao fato de as medições apresentarem um comportamento mais homogêneo nessa faixa.

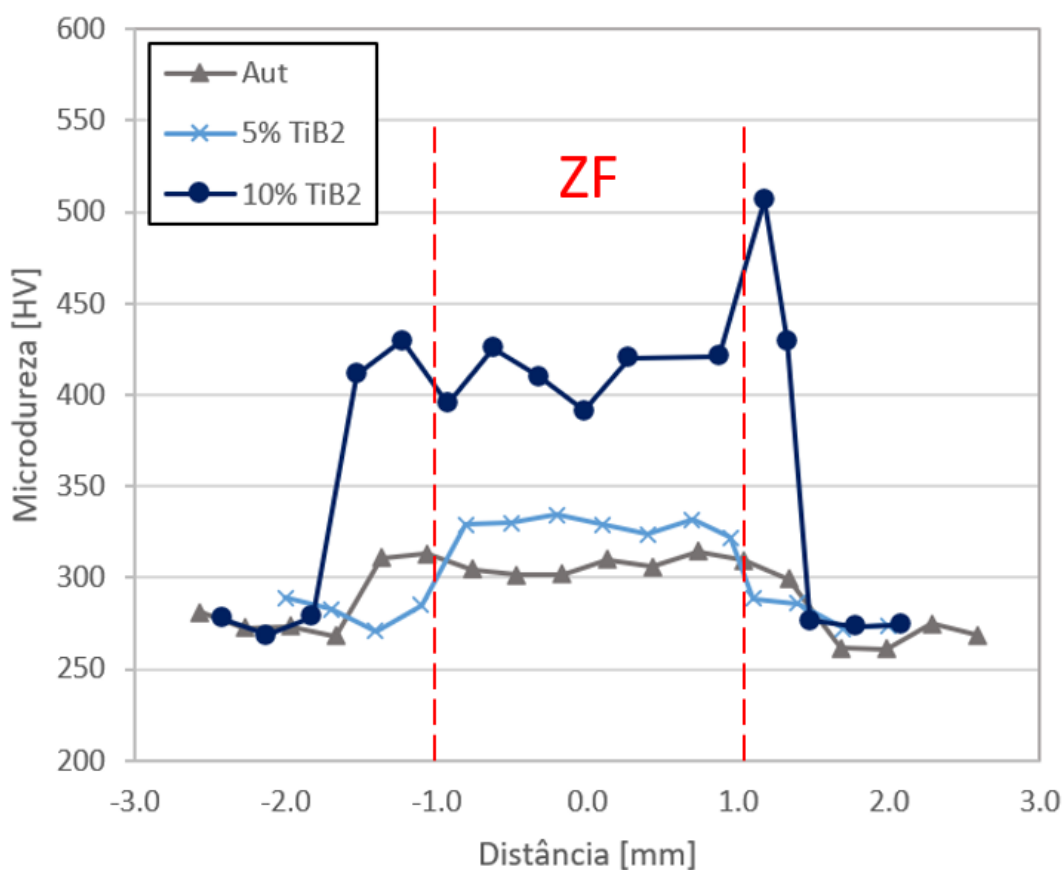


Figura 39 - Intervalo para definição dos pontos de medição considerados na região de zona fundida para as amostras. Fonte: autor.

A Tabela 6 mostra os valores medidos de microdureza para todos os pontos de cada amostra que pertencem a esse intervalo que define a zona fundida. Nesse trabalho, define-se tratamento como sendo o grupo de amostras. Dessa forma, a análise realizada possui três tratamentos (Autógena, 5% TiB₂ e 10% TiB₂).

Tabela 6 - Valores de medição de microdureza obtidos na região de zona fundida das amostras.

Tratamento	Microdureza (Hv)
Autógena	304.7
Autógena	301.7
Autógena	301.8
Autógena	309.8
Autógena	306.1
Autógena	314.4
Autógena	309.3
5% TiB ₂	329.2
5% TiB ₂	330.1
5% TiB ₂	334.2
5% TiB ₂	329.2
5% TiB ₂	324.0
5% TiB ₂	331.6
5% TiB ₂	321.9
10% TiB ₂	395.4
10% TiB ₂	425.4
10% TiB ₂	410.0
10% TiB ₂	391.3
10% TiB ₂	420.3
10% TiB ₂	421.0

Fonte: autor.

As hipóteses para a presente análise são:

- I. Cada tratamento possui uma população normal com a mesma variância, mas com médias populacionais diferentes, ou seja, as três amostras são aleatórias;
- II. O modelo Anova One Way é descrito como $y_{ti} = \eta_t + \varepsilon_{ti}$, onde y_{ti} é o valor observado, η_t é o valor predito e ε_{ti} consiste no resíduo, que são variáveis independentes e identicamente distribuídas com distribuição normal com a média centrada em zero e com uma determinada variância;
- III. A hipótese alternativa (H_1) é saber se existe diferença entre os tratamentos. Dessa forma, a hipótese de nulidade (H_0) ocorre caso os três tratamentos sejam iguais;
- IV. O nível de significância definida para análise foi de 5%.

A análise de estatística foi realizada com o auxílio do software GraphPad Prism®.

A Tabela 7 apresenta o resultado obtido da ANOVA. Para cada fonte de variação, SQ representa o somatório dos quadrados dos desvios em relação à média, GL consiste no grau de liberdade e QM (Quadrado Médio) consiste na razão entre SQ e GL para cada fonte de variação, também compreendido como variância.

Tabela 7 - Resultado do Quadro ANOVA.

Fontes de variação	SQ	GL	QM
Entre tratamentos	37.870	2	18.935
Dentro do tratamento	1.263	17	74,3
Total em torno da média	39.133	19	2.059

Fonte: autor.

A Figura 40 que apresenta o gráfico de resíduos em função do valor predito mostra que os resíduos estão aleatoriamente distribuídos em torno de zero. Isso é um forte argumento de que a hipótese II é válida.

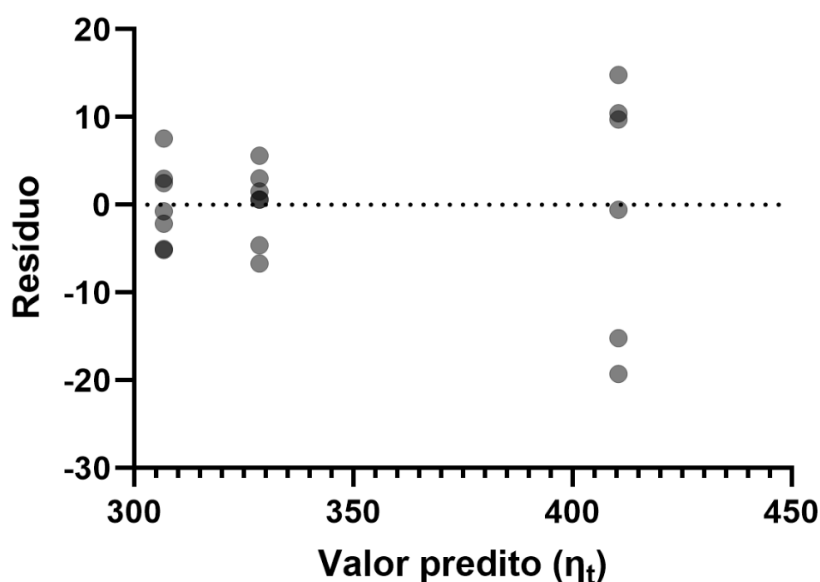


Figura 40 - Gráfico de efeito entre as amostras para um intervalo de confiança de 95% gerado no GraphPad Prism®. Fonte: autor.

Para o teste de hipótese, deve-se comparar o valor de F_{obs} , que consiste na razão entre QM Dentro do Tratamento e o QM Entre Tratamentos, com o valor de $F_{2,17}$ (os valores de entrada consistem nos graus de liberdade entre tratamentos e dentro do

tratamento, respectivamente), obtido da distribuição F para um nível de significância de 5%. O valor calculado para F_{obs} (254,8) é maior que o valor tabelado de $F_{2,17}$ (3,59). Como F_{obs} é maior que $F_{2,17}$, isso significa que o F_{obs} está localizado na região de rejeição da hipótese nula H_0 , conforme mostra a Figura 41 abaixo.

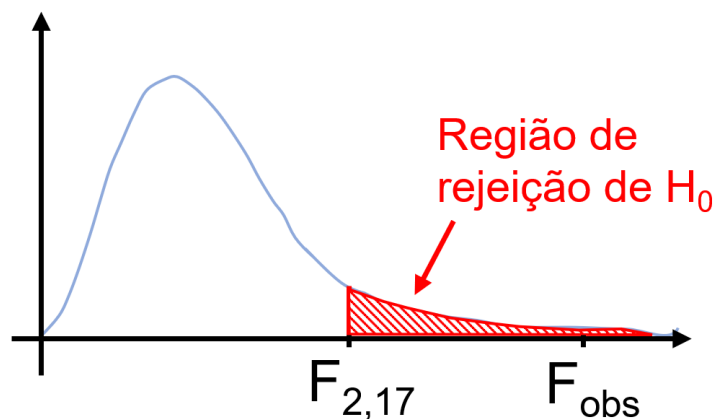


Figura 41 - Resultado do teste de hipótese da análise. Fonte: autor.

Em outras palavras, como F_{obs} caiu em uma região de rejeição de H_0 , a hipótese alternativa (H_1) é válida e, por isso, pode-se afirmar que, com um nível de significância de 5%, pelo menos uma das amostras possui diferença significativa em relação às demais.

Para saber quais amostras são significativamente diferentes em relação às demais, obtive um teste de comparação múltipla de Tukey (1991), cujo resultado está apresentado na Tabela 8.

Tabela 8 - Resultado do teste de comparação múltipla de Tukey.

Teste de comparação múltipla	Diferença de média (IC 95%)	Resumo	P-valor ajustado
Aut vs. 5% TiB ₂	(-33,59; -9,95)	***	0,0005
Aut vs. 10% TiB ₂	(-116,0; -91,43)	****	<0,0001
5% TiB ₂ vs. 10% TiB ₂	(-94,27; -69,66)	****	<0,0001

Fonte: autor.

A Tabela 8 mostra que há diferença significativa em todas as combinações de pares entre as três amostras analisadas e que a diferença significativa da amostra soldada

com 10% de TiB_2 em relação às demais é bem mais expressiva (exibindo um p valor obtido da análise $< 0,0001$).

Por fim, a Figura 42 exhibe o efeito comparativo entre as amostras para um intervalo de confiança de 95% gerado com o auxílio do software GraphPad Prism®.

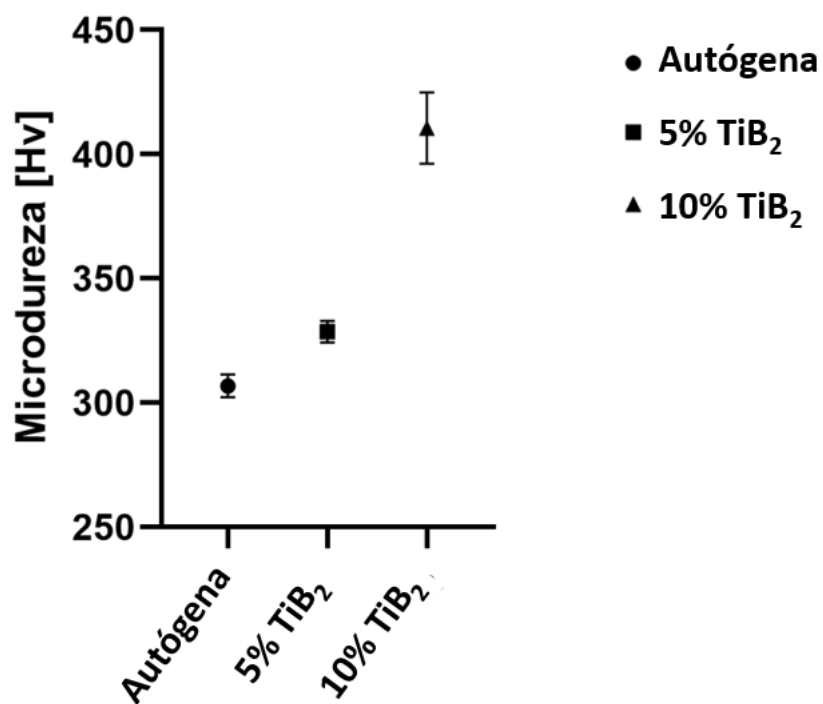


Figura 42 - Gráfico de efeito entre as amostras para um intervalo de confiança de 95% gerado no GraphPad Prism®. Fonte: autor.

APÊNDICE B – MÉTODO PARA OBTENÇÃO DA MELHOR CURVA DE AJUSTE QUE MODELA A QUANTIFICAÇÃO DE FASES POR INTENSIDADE DE PIXEL

A Tabela 9 explicita as funções matemáticas (linear, exponencial e logarítmica) que foram testadas nessa etapa de ajuste com o objetivo de modelar a função $z(y)$, que descreve a quantificação de fase por intensidade de pixel.

Tabela 9 - Funções matemáticas utilizadas na etapa de ajuste para correlação do modelo físico da quantificação de fase em função da intensidade do pixel.

Ajuste	Função $z(y)$	Coefficiente
Linear	$b_0 \cdot y + \frac{z(y_{max})}{y_{max}}$	b_0
Exponencial	$z(y_{max}) \cdot (1 - e^{-b_1 \cdot y})$	b_1
Logarítmico	$\log(b_2 \cdot y)$	b_2

Fonte: autor

Nota-se que y_{max} equivale ao valor máximo de intensidade de pixel registrada na fase para cada amostra e $z(y_{max})$ representa o valor no limite superior máximo (considerando o desvio) da proporção da fase na intensidade de pixel máxima, ou seja, na região em que se espera a maior proporção da fase em questão, sendo a região da zona fundida do cordão de solda para a ferrita e a do metal base para a fase austenítica. Os coeficientes b_0 , b_1 e b_2 são calculados considerando a condição de contorno inicial ($x=0$), que é conhecida. A função $y(x)$ no estado inicial (y_0) representa o primeiro valor de pixel da função $y(x)$ obtida da imagem do ensaio de microtomografia, enquanto o estado inicial da função $z(x)$ (z_0) representa a quantificação da fase esperada para região do metal base das amostras, ou seja, conforme a proporção da fase da chapa como recebida.

A Tabela 10 e a Tabela 11 apresentam os valores de intensidade de pixel y_0 e y_{max} obtidos a partir da análise de microtomografia, bem como os coeficientes (b_0 , b_1 e b_2) calculados para cada amostra para ferrita e austenita, respectivamente.

Tabela 10 - Resultado dos valores de intensidade de pixel obtidos a partir da análise de microtomografia, bem como os coeficientes (b_0 , b_1 e b_2) para a fase ferrítica.

Amostra	y_0	y_{max}	b_0	b_1	b_2
Autógena	157	238	0,0021	0,0095	0,0248
5% TiB ₂	93	251	0,0017	0,0125	0,0418
10% TiB ₂	123	251	0,0023	0,0088	0,0316

Fonte: autor

Tabela 11 - Resultado dos valores de intensidade de pixel obtidos a partir da análise de microtomografia, bem como os coeficientes (b_0 , b_1 e b_2) para a fase austenítica.

Amostra	y_0	y_{max}	b_0	b_1	b_2
Autógena	186	214	0,0014	0,0130	0,0138
5% TiB ₂	211	245	0,0012	0,0115	0,0122
10% TiB ₂	206	243	0,0011	0,0117	0,0125

Fonte: autor

A Figura 43 apresenta o resultado da função $z(x)$ para a amostra autógena para cada função testada $z(y)$ (linear, exponencial e logarítmica). As linhas tracejadas representam os limites mínimos e máximos da dispersão dos valores de medição obtidos da quantificação de fase das amostras soldadas por difração em raios X, conforme mostrado na Figura 26.

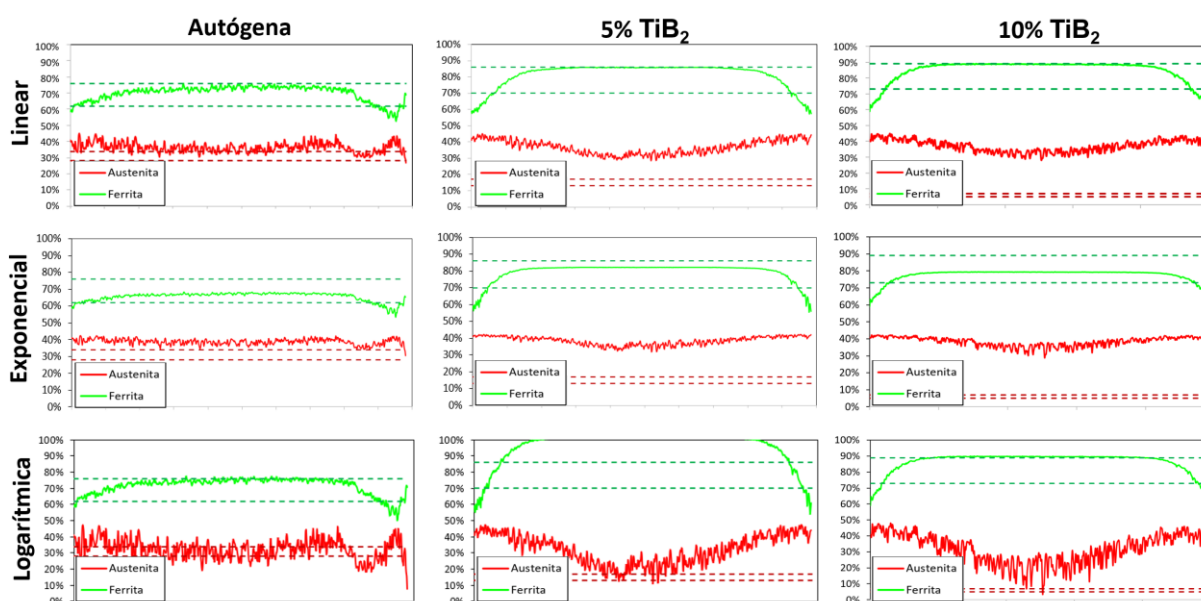


Figura 43 – Resultado da quantificação de fase em função da distância horizontal de referência para cada função $z(y)$ testada. Fonte: autor.

Uma matriz de comparação qualitativa foi criada para determinar o melhor ajuste matemático de $z(y)$ entre aqueles analisados para cada fase. Uma pontuação de 0, 1

ou 2 foi atribuída para indicar um resultado identificado como ruim, médio ou bom, respectivamente, baseado no desvio em relação ao limite obtido a partir da análise de quantificação de fase por DRX. Quando a curva está muito próxima do limite superior ou inferior, considera-se o resultado de ajuste como "médio". Os resultados são mostrados na Tabela 12 para ferrita e na Tabela 13 para austenita.

Tabela 12 - Resultado do método de comparação para a ferrita.

Função	Autógena	5% TIB₂	10% TIB₂	Pontuação
Linear	Bom	Médio	Médio	4
Exponencial	Bom	Bom	Bom	6
Logarítmica	Médio	Ruim	Médio	2

Fonte: autor

Tabela 13 - Resultado do método de comparação para a austenita.

Função	Autógena	5% TIB₂	10% TIB₂	Pontuação
Linear	Ruim	Ruim	Ruim	0
Exponencial	Ruim	Ruim	Ruim	0
Logarítmica	Bom	Médio	Ruim	3


Fonte: autor

Finalmente, analisando-se o resultado do método de ajuste mostrado na Tabela 12 e na Tabela 13, nota-se que a função exponencial melhor descreve o modelo físico para $z(y)$ no caso da ferrita, enquanto para a austenita, essa função é mais bem descrita por um comportamento logarítmico.

ANEXO I – FICHA DO FABRICANTE

A ficha do fabricante da chapa de aço S32304 como recebida está mostrada na Figura 44.

Pág. 1/1

Aperam Inox América do Sul S.A. 1078 

Head Office: Av. Carandá, nº 1115, 2º Andar - Centro - Belo Horizonte - MG - 30130-015 - Brazil
 Plant Praça 1ª de Maio, nº 9 - Centro - Friburgo - MG - 35160-010 - Brazil
 Branches: Av. Mercedes Benz, nº 1.420 - Distrito Industrial - Campinas - SP - 13054-750 - Brazil
 Rodovia RSC 483, Km 2,2 - S/N - Distrito Industrial - Caxias do Sul - RS - 95110-690 - Brazil

QUALITY CERTIFICATE

Number: 1495807
 APERAM Order: 73256501
 Date: 28/05/2013
 Invoice: 342791

Customer: FLEXIBRAS TUBOS FLEXIVEIS LTDA
 R ERWIN BALLE 1323, ST A GALP2
 29135000 - VIANA - ES
 BRASIL
 P.O.NR.: PO 245683

IN ACCORDANCE WITH
MP 887 N

Steel grade: UNS S32304 Finish: 2B Product: COIL
 Dimensions: 1,80 mm x 72 mm
 Marks:

Chemical composition													
Heat nr.	C %	Mn %	Si %	P %	S %	Cr %	Ni %	Mo %	N PPM	Ti %	Cu %	Co %	PREN.
302123E	0,018	1,36	0,310	0,020	0,001	22,36	3,59	0,229	1073	0,0043	0,4257	0,097	24,841
302122G	0,016	1,40	0,250	0,023	0,001	22,20	3,52	0,265	1030	0,0041	0,4171	0,090	24,691

Test/Variable	Unit	Results											
		302123E5082B		302122G3084B		302122G3085B							
		H	T	H	T	H	T	H	T	H	T	H	T
Tensile Strength	MPA	728,00	723,00	735,00	729,00	735,00	729,00						
Yield Strength 0.2%	MPA	560,00	555,00	577,00	571,00	577,00	571,00						
Elongation 2"	%	33,00	34,00	28,00	24,00	28,00	24,00						
Bend Test (180) L	S	S	S	S	S	S	S						
Hardness RC	HRC	16,66	16,66	16,00	16,00	16,00	16,00						
Ferrite	%	50.7	50.7	50.9	50.7	50.9	50.7						
Net Weight	Kg	2.259		1.602		1.602							
Gross Weight	Kg	2.339		1.662		1.692							

Heat & Lot identification (U.M.): OK
 Surface quality / dimensions: OK
 Heat treatment: Minimum Solution anneal temp.1900 F
 Standards: ASTM A480/A480M 11B ASTM A240/A240M 12A FLEXIBRA FE08-REV.04 09
 FLEXIBRA FE04FE0801AS 100 DIN EN 10088-2 05 DIN EN ISO 6892-1 09E
 DIN EN ISO9445-2 10

Remarks:
 a) Free from mercury contamination.
 b) Material free of contamination from radioactivity. (Guarantee while stored under responsibility of Aperam Inox América do Sul S.A.).
 c) Certify that the results above are correct and in acc. with the specifications or accepted concession.
 d) Quality management system certified acc to standard ISO 9001 - Certificate ABS QE Nº 30071
 e) Quality management system certified acc to standard ISO/TS 16949 - Certificate ABS QE Nº 38324.
 f) Environmental management system certified acc to standard ISO 14001 - Certificate ABS QE Nº 65989.
 g) Country of Melt: Brazil. Country of manufacture: Brazil.

Julio Cesar Sartório da Trindade
 BU 824.468.833
 19/05/13

Paulo Sérgio Ribeiro
 Qualified Inspector
 Aperam South America

Technip INSPECTION
 REVIEW
 21 JUN. 2013
 Valdir Pereira
 IDP

Figura 44 - Ficha do fabricante da chapa de aço duplex S32304 como recebida. Fonte: autor.

ANEXO II – ICSD DOS COMPOSTOS

ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) corresponde a um banco de dados de estruturas cristalinas inorgânicas. Ele contém informações sobre a estrutura atômica de uma ampla variedade de materiais inorgânicos, como compostos químicos, minerais e metais.

As fichas ICSD dos compostos TiN, TiB₂, ferrita e austenita de referência para análise de difração em raios X desse trabalho estão mostradas respectivamente nas Tabelas 14, 15, 16 e 17. Todas as tabelas de ICSD presentes nesse anexo consideram a radiação de cobre como referência.

Tabela 14 - Nitreto de titânio (ICSD-152807)

2θ	Intensidade
36,8	519,4
36,8	519,4
36,8	519,4
36,8	519,4
42,7	1000,0
42,7	1000,0
42,7	1000,0
62,0	247,7
62,0	247,7
62,0	247,7
62,0	247,7
62,0	247,7
62,0	247,7
74,3	49,8
74,3	49,8
74,3	49,8
74,3	49,8
74,3	49,8
74,3	49,8
74,3	49,8
74,3	49,8
74,3	49,8
74,3	49,8
74,3	49,8
74,3	49,8
74,3	49,8
74,3	49,8
78,2	101,9
78,2	101,9
78,2	101,9

78,2	101,9
93,5	59,1
93,5	59,1
93,5	59,1

Fonte: (HASEGAWA, 2005; ZAGORAC, 2019)

Tabela 15 – Diboreto de titânio (ICSD-134611)

2θ	Intensidade
27,7	1000,0
34,3	960,2
34,3	960,2
34,3	960,2
44,6	839,5
44,6	839,5
44,6	839,5
44,6	839,5
44,6	839,5
44,6	839,5
44,6	839,5
57,2	465,3
61,4	366,5
61,4	366,5
61,4	366,5
68,4	108,1
68,4	108,1
68,4	108,1
68,4	108,1
68,4	108,1
68,4	108,1
68,4	108,1
68,6	72,3
68,6	72,3
68,6	72,3
68,6	72,3
68,6	72,3
68,6	72,3
72,2	90,3
72,2	90,3
72,2	90,3
79,0	127,4
79,0	127,4
79,0	127,4
79,0	127,4
79,0	127,4
79,0	127,4
88,8	123,5
88,8	123,5
88,8	123,5

88,8	123,5
88,8	123,5
88,8	123,5
91,8	30,1
98,8	41,2
98,8	41,2
98,8	41,2
98,8	41,2
98,8	41,2
98,8	41,2

Fonte: (GRIFFIN, 2020; ZAGORAC, 2019).

Tabela 16 - Ferrita (ICSD-48382)

2θ	Intensidade
44,7	1000,0
44,7	1000,0
44,7	1000,0
44,7	1000,0
44,7	1000,0
44,7	1000,0
65,1	292,6
65,1	292,6
65,1	292,6
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
82,4	139,9
99,0	96,0
99,0	96,0
99,0	96,0
99,0	96,0
99,0	96,0
99,0	96,0

Fonte: (HARMER, 2022; ZAGORAC, 2019).

Tabela 17 - Austenita (ICSD-108132)

2θ	Intensidade
43,3	1000,0
43,3	1000,0
43,3	1000,0
43,3	1000,0
50,5	595,2
50,5	595,2
50,5	595,2
74,1	143,1
74,1	143,1
74,1	143,1
74,1	143,1
74,1	143,1
74,1	143,1
74,1	143,1
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
89,9	75,6
95,1	65,5
95,1	65,5
95,1	65,5
95,1	65,5

Fonte: (RIDLEY, 1970; ZAGORAC, 2019).

ANEXO III – PUBLICAÇÃO

XAVIER, G. C.; ALVES, H. D. L.; ORLANDO, M. T. D. **Evaluation of the weld bead homogeneity obtained by laser welding with powder addition in duplex steel UNS S32304 through images acquired by micro-CT.** In: Anais do Encontro Científico de Física Aplicada, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2024. DOI: 10.29327/1420690.896061.

Acesso à página do trabalho: <https://dx.doi.org/10.29327/1420690.896061>

Acesso à publicação: <https://even3.blob.core.windows.net/anais/896061.pdf>