

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

**MARILIA FERNANDES BOLSANELLO**

**ANÁLISE DE DIFUSIVIDADE TÉRMICA EM AÇO DUPLEX UNS S32304  
SUBMETIDO A DIFERENTES PROCESSOS DE SOLDAGEM TIG E  
TRATAMENTO TÉRMICO**

Vitória

2016

MARILIA FERNANDES BOLSANELLO

**ANÁLISE DE DIFUSIVIDADE TÉRMICA EM AÇO DUPLEX UNS S32304  
SUBMETIDO A DIFERENTES PROCESSOS DE SOLDAGEM TIG E  
TRATAMENTO TÉRMICO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica, na área de concentração de Materiais Avançados.

Orientador: Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando

Co-orientador: Carlos Augusto Cardoso Passos

Vitória

2016

MARILIA FERNANDES BOLSANELLO

**ANÁLISE DE DIFUSIVIDADE TÉRMICA EM AÇO DUPLEX UNS S32304  
SUBMETIDO A DIFERENTES PROCESSOS DE SOLDAGEM TIG E  
TRATAMENTO TÉRMICO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica, na área de concentração de Materiais Avançados.

COMISSÃO EXAMINADORA:

Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando  
Universidade Federal do Espírito Santo  
Orientador

Dr. Carlos Augusto Cardoso Passos  
Universidade Federal do Espírito Santo  
Co-orientador

Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo  
Universidade Federal do Espírito Santo  
Avaliador Interno

Dr. Jesualdo Luiz Rossi  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares  
Avaliador Externo

Dr. José Luis Passamai Junior  
Universidade Federal do Espírito Santo - CCA - Alegre  
Avaliador Externo

## AGRADECIMENTOS

“Tua palavra é a lâmpada que ilumina os meus passos e a luz que clareia meu caminho” (Salmos 119:105). Mesmo quando não compreendi Seus planos, Deus preparava para mim um caminho seguro e vitorioso. Ele me proveu o sustento, a cura e a força para enfrentar mais esse desafio. A Deus, minha fonte de vida, jamais serei capaz de expressar minha gratidão.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Marcos Tadeu, por acreditar no meu potencial, apoiar-me em cada etapa desse caminho e impulsionar-me na realização dos meus sonhos profissionais. Ao meu futuro professor, Dr. Jesualdo, por me incentivar a seguir em frente. Às engenheiras e doutorandas Caruline e Mariana, por me permitirem continuar seus trabalhos, feito com tanto esmero. Ao engenheiro Victor Luiz, pela parceria incondicional.

À minha família, meu porto seguro. À minha mãe, futura mestre em gestão pública, pelo apoio ao longo dessa jornada, tendo dividido comigo as noites mal dormidas, as angústias e as conquistas de ser aluna de mestrado. Obrigada por ser meu exemplo e por renovar minhas forças a cada vez em que me senti desanimada, enquanto você, em sua jornada quádrupla – de mãe, esposa, funcionária pública e mestranda – mostrou-se incansável e provou-me que limites foram feitos para serem superados. Ao meu pai, engenheiro mecânico e minha inspiração para trilhar esse caminho. Ao meu irmão, por acreditar no meu potencial e convencer-me de que eu sou capaz de chegar onde quiser. À minha avó, pelo colo e carinho. Aos meus sobrinhos, Murilo, Isadora e Isabela, à minha priminha Ana Luiza e ao meu sobrinho do coração, Lucca, peço perdão pela ausência constante. Apesar de não estar presente fisicamente, meu coração vai estar com vocês em cada etapa de seu crescimento e aprendizagem.

Aos meus amigos, tanto os que carrego ao longo dos anos, quanto àqueles que a vida digital me deu, obrigada por aceitarem a minha escolha, ainda que não pudesse estar presente para compartilhar tantos momentos quanto gostaria. Em especial ao João Victor, por ter se feito presente em um dos momentos mais decisivos de minha vida profissional: minha colação de grau. Ao Sérgio Arthur,

pela convivência e motivação diários, indispensáveis para a conclusão desse projeto. Àqueles que me apoiaram e motivaram, àqueles que rezaram por mim nos momentos difíceis e àqueles que, mesmo a distância, torceram pelo meu sucesso, meu eterno agradecimento.

## RESUMO

A difusividade térmica do aço inoxidável UNS S32304 foi analisada com o objetivo de agregar conhecimento ao desenvolvimento do projeto de recipientes de contenção para transporte de substâncias radioativas. O método utilizado foi o Flash Laser, que se baseia na solução analítica da equação de difusão térmica unidimensional. Foi utilizado um laser de dióxido de carbono e perfil gaussiano, com comprimento de onda igual a  $10^{-6} m$ , de intensidade  $10\sqrt{2} W/m^2$  e diâmetro igual a  $2 mm$ . Foi analisada uma amostra de material tal como recebido, de modo a obter um valor de referência de difusividade, e também para comparação com o valor fornecido pelo fabricante, o que garantiu a eficácia do método. Em seguida, foi ensaiada uma amostra de material soldado pelo processo autógeno TIG, utilizando argônio como gás de proteção, para analisar a influência da soldagem na difusividade térmica. Também foi analisada uma amostra soldada pelo mesmo procedimento, porém tratada termicamente a  $600\text{ }^{\circ}C$  por 8 horas com resfriamento em ar, para a avaliação do efeito da exposição desse aço a elevadas temperaturas após a soldagem. Para tal, em ambas as amostras soldadas foram tomados pontos a distâncias variadas do centro da amostra, incluindo a zona fundida, a zona termicamente afetada e o metal base. Por fim, os resultados obtidos foram comparados a análises prévias de microscopia ótica, caracterização por difração de raios X, microdureza e tensões residuais. Verificou-se que tanto a soldagem quanto o tratamento térmico afetaram a difusividade térmica do material. A maioria dos pontos teve a difusividade térmica reduzida, atribuída a uma redução na condutividade térmica do material, o que é prejudicial para a utilização em questão, pois ele responderá mais lentamente a mudanças térmicas. A amostra tratada termicamente apresentou valores de difusividade mais próximos do material conforme recebido; resultados semelhantes qualitativamente também foram observados nos ensaios de tensão residual, onde o tratamento térmico equalizou o estado de tensões do material. Além disso, o ponto da zona fundida, no material apenas soldado, apresentou um valor de difusividade térmica superior ao encontrado no metal base, o que pode estar relacionado a mudanças estruturais causadas pelo aquecimento. Entretanto, tais conclusões são parciais, o que reforça a

necessidade de estudos mais aprofundados acerca da difusividade térmica do aço UNS S32304.

Palavras chave: Difusividade térmica. Aço inoxidável duplex UNS32304. Flash Laser. Soldagem TIG. Tratamento térmico. Tensão residual. Difração de raios X.

## ABSTRACT

Thermal diffusivity of UNS S32304 stainless steel was evaluated with the purpose of aggregate knowledge to the development of the radioactive material transportation containment receptacles project. The Flash Lased Method was used, which is based on unidimensional thermal diffusivity equation analytical solution. A carbon dioxide laser with Gaussian profile was used, with  $10^{-6}$  m wavelength,  $10\sqrt{2}$  W/m<sup>2</sup> intensity and  $10\sqrt{2}$  W/m<sup>2</sup> diameter. A sample of material was analyzed as received, in order to obtain a reference diffusivity value, and to compare with the value provided by the supplier, which ensured the method effectiveness. Thereafter, a sample welded by TIG autogenous process, with argon shield gas, was tested to analyze the welding process influence under thermal diffusivity. A sample welded by the same procedure, but heat treated under 600 °C for 8 hours and cooled by air was also analyzed, to evaluate the effect of these steels exposure to high temperatures after welding. To do so, in both welded samples, points with variable distance to sample middle were taken, including molted zone, heat affected zone and base metal. Finally, obtained results were compared to previous optical microscopy, ray X diffraction characterization, micro hardness and residual stresses analysis. It could be observed that thermal diffusivity was affected not only by welding process but also by heat treatment. Most of the points presented reduced thermal diffusivity, assigned to a material thermal conductive reduction, harmful for the use in question, once it will respond slowly to thermal changes. The heat treated sample presented diffusivity values closer to the material as received, qualitative similar results were also observed on residual stresses tests, where thermal treatment equalized materials stress state. Besides that, the molting zone point, at the sample only welded, presented a thermal diffusivity value above the one founded at base metal, which can be related to structural changes caused by heating. Nevertheless, those are partial conclusions, reinforcing the need of deeper studies concerning stainless steel UNS S32304 thermal diffusivity.

Keywords: Thermal diffusivity. UNS32304 stainless steel. Flash Laser. IG welding. Heat treatment. Residual Stress. Ray X diffraction.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Secção vertical com Fe constante 70% do diagrama ternário Fe-Cr-Ni. Fonte: Adaptado de (Gunn, 1997).....	27
Figura 2 - Efeito dos elementos de liga na formação de vários precipitados. Fonte: Adaptado de Kotecki and Lippold, (2005). ....	28
Figura 3 - Diferença entre austenita primária ( $\gamma_1$ ) e austenita secundária ( $\gamma_2$ ) no UNS S 32205. Fonte: (Ramirez et al., 2003).....	32
Figura 4 - Diagrama de transformação tempo-temperatura para as ligas S32404. Fonte:(Gunn, 1997).....	33
Figura 5 - Diagrama esquemático processo de soldagem TIG. Fonte: Adaptado de (Kou, 2003).....	35
Figura 6 - Diagrama das mudanças ocorridas na junta soldada dos AID's. Fonte: (Atamert and King, 1992) e (Turibus, 2014). ....	37
Figura 7 - Solubilidade do nitrogênio na fase ferrita e na austenita. Fonte: (Kotecki and Lippold, 2005).....	39
Figura 8 - Tensões residuais de acordo com a escala de comprimento. Fonte: (Withers and Withers, 2001).....	41
Figura 9 - Tensões termicamente induzidas: (a) durante o aquecimento; (b) durante o resfriamento; (c) tensões residuais na solda. Fonte: Adaptado de Gunn, (1997).....	43
Figura 10 - Mudanças na temperatura e no estado de tensões durante a soldagem. Fonte: Adaptado de (Gunn, 1997). ....	45
Figura 11 - Tensão residual determinada pela deformação plástica em flexão. Fonte: (Cullity, 1956). ....	48
Figura 12 - Esquema da difração na condição de Bragg. Fonte: (Callister and Rethwisch, 2007).....	50
Figura 13 - Medidas de difusividade térmica através do Método Flash Laser..	58
Figura 14 - Tira de aço inoxidável UNS S32304 como recebida. A seta indica a direção de laminação. Fonte: (Machado, 2015) .....	62
Figura 15 - Fluxograma da metodologia adotada.....	64
Figura 16 - Fluxograma das atividades realizadas .....	65

Figura 17 - Procedimento de corte para a preparação dos corpos de prova. Fonte: (Machado, 2015) .....	66
Figura 18 - Corpos de prova produzidos para o ensaio de fluorescência. Escala em centímetros. Fonte: (Machado, 2015).....	67
Figura 19 - Corpos de prova produzidos para ensaio de microdureza e microscopia ótica. Escala em centímetros. Fonte: (Machado, 2015). .....	67
Figura 20 - Aparato para realização das soldas. Fonte: (Machado, 2015). .....	70
Figura 21 - Localização das medidas, em mm, de tensão residual nas amostras soldadas (a) para a fase ferrítica (b) para a fase austenítica. ....	73
Figura 22 - Amostras submetidas ao ensaio de difusividade térmica e a localização dos pontos de aferição. ....	75
Figura 23 - Esquema da bancada de medição para determinação de propriedades termofísica através do método Flash de laser do PRESLAB – UFES.....	77
Figura 24 - Micrografia da amostra como recebida: região clara (austenita), região escura (ferrita). Ataque eletrolítico com KOH 10N. Fonte: (Machado, 2015). .....	79
Figura 25 - Extensão da ZF e ZTA obtidas através do estereoscópio Fonte: (Machado, 2015). .....	80
Figura 26 - Ataque com ácido oxálico 10%; amostra TA. Fonte: (Machado, 2015). .....	81
Figura 27 - Ataque com ácido oxálico na ZTA; amostra TA. Fonte: (Machado, 2015). .....	81
Figura 28 - Amostras TA 600. Ataque com ácido oxálico 10% (a) vista geral, (b) ZTA, (c) ZF. Fonte: (Machado, 2015). .....	82
Figura 29 - Difratoograma do aço inoxidável duplex UNS S 32304 no estado como recebido. Radiação de Cobre $\lambda=0,1542$ nm. Fonte: (Machado, 2015). .....	84
Figura 30 - Ajuste dos difratogramas da amostra não soldada. Comparação entre o padrão calculado (vermelho) e o observado (preto). Radiação de Cobre $\langle\lambda\rangle=0,1542$ nm. Fonte: (Machado, 2015). .....	85
Figura 31 - Fração volumétrica das fases (obtidas por refinamento de Rietveld). Fonte: (Machado, 2015). .....	86
Figura 32 - Microdureza Vickers das amostras de material conforme recebido. Fonte: (Machado, 2015). .....	87

Figura 33 -Perfil de microdureza das amostras sem tratamento térmico posterior (a) Fase austenítica, (b) Fase ferrítica, (c) Ferrita e nitretos. Fonte: (Machado, 2015).	88
Figura 34 - Perfil de microdureza das amostras soldadas com posterior tratamento térmico a 600°C, soldadas com argônio. Fonte: (Machado, 2015).	90
Figura 35 - Comparação da tensão residual total (austenita) da amostra CR em diferentes direções: DL (direção de laminação) e DT (direção transversal). Fonte: adaptado de (Machado, 2015).	91
Figura 36 - Tensão residual macro (austenita) na direção de laminação da amostra CR. Fonte: adaptado de (Machado, 2015).	91
Figura 37 - Perfis de tensão residual das fases austenita (a) e ferrita (b) para a amostra soldada. A linha azul informa o valor na amostra como recebida. Fonte: (Machado, 2015).	96
Figura 38 - Efeito do tratamento térmico a 600 °C. TA somente soldada; TA 600 soldagem com argônio e posterior tratamento a 600 °C. Fase Ferrita. Fonte: (Machado, 2015).	97
Figura 39 - Efeito do tratamento térmico a 600 °C. TA somente soldada; TA 600 soldagem com argônio e posterior tratamento a 600 °C. Fase Austenita. Fonte: (Machado, 2015).	98
Figura 40 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a amostra de material conforme recebido.	101
Figura 41 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra apenas soldada em função do tempo de experimento para a Zona Fundida a 1 mm do centro da amostra.	103
Figura 42 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a Zona Termicamente Afetada a 3 mm do centro da amostra.	105
Figura 43 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a Zona Termicamente Afetada a 20 mm do centro da amostra.	106
Figura 44 - Difusividade térmica da amostra soldada de acordo com a posição.	108
Figura 45 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a Zona Fundida no centro da amostra.	108

Figura 46 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a Zona Termicamente Afetada a 5 mm do centro da amostra. ....	110
Figura 47 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para o metal base, a 25 mm do centro da amostra. ..	111
Figura 48 - Difusividade térmica da amostra soldada e tratada termicamente a 600°C de acordo com a posição. ....	113
Figura 50 - Difusividade térmica da amostra soldada e tratada termicamente a 600 °C de acordo com a posição. ....	114

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química da liga 2304 .....	60
Tabela 2 - Propriedades físicas da liga 2304 .....	61
Tabela 3 - Propriedades Mecânicas da liga 2304 .....	61
Tabela 4 - Composição química fornecida pelo fabricante.....	62
Tabela 5 - Métodos utilizados para caracterização das amostras.....	64
Tabela 6 - Dados do ensaio de difração de raios X.....	68
Tabela 7 - Parâmetros de soldagem .....	70
Tabela 8 - Identificação das amostras.....	71
Tabela 9 - Resultados e condições experimentais dos ensaios de difração de raios X .....	72
Tabela 10 - Especificações dos ensaios de difratometria de Raios X.....	73
Tabela 11 - Amostras e localização das medidas de difusividade térmica.....	75
Tabela 12- Composição química do aço obtida via fluorescência.....	78
Tabela 13 - Tabela resumo das fases e morfologias encontradas nas micrografias para as diferentes condições analisadas. ....	83
Tabela 14 - Parâmetros ajustados refinamento de Rietveld das amostras tratadas termicamente a 600 °C e na condição como recebida. ....	84
Tabela 15 - Microdeformação e tamanho de cristalito obtidos através do gráfico Williamson Hall.....	86
Tabela 16 - Tensão residual (MPa) em diferentes níveis para as fases austenita e ferrita medidas na direção de laminação.....	92
Tabela 17 - Valores de tensão residual total para a amostra como recebida... 93	
Tabela 18 - Tensão residual total das amostras soldadas e soldadas com posterior tratamento térmico. Fase Austenita.....	94
Tabela 19 - Tensão residual total das amostras soldadas e soldadas com posterior tratamento térmico. Fase Ferrita. ....	94
Tabela 20 - Dados do aço inoxidáveis UNS S32304 fornecidos pelo fabricante. ....	100
Tabela 21 - Valores de difusividade térmica e erro obtidos para as diferentes regiões da amostra apenas soldada. ....	107

Tabela 22 - Valores de difusividade térmica e erro obtidos para as diferentes regiões da amostra soldada e tratada termicamente a 600 °C. .... 112

## LISTA DE ABREVIATURAS

AID	Aço inoxidável duplex
CNEN	Comissão Nacional de Energia Nuclear
CR	Amostra de material conforme recebido
DL	Direção de Laminação
DP	<i>Dual Phase</i> (Aços bifásicos)
DT	Direção transversal
GTAW	<i>Gas Tungsten Arc Welding</i> (Soldagem arco com eletrodo de Tungstênio)
IPEN	Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
MB	Metal base
PPGEM	Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
RMB	Reator Multipropósito Brasileiro
T 600	Amostra tratada termicamente a 600 °C
TA	Amostra soldada com gás de proteção Ar
TA 600	Amostra soldada com gás de proteção Ar e posteriormente tratada termicamente a 600 °C
TAN	Amostra soldada com gás de proteção Ar+2%N <sub>2</sub>
TAN 600	Amostra soldada com gás de proteção Ar+2%N <sub>2</sub> e posteriormente tratada termicamente a 600 °C
TIG	Tungsten Inert Gas (Soldagem com eletrodo de Tungstênio e gás inerte)

TRIP	<i>Transformation Induced Plasticity</i> (Aços de plasticidade induzida por transformação de fase)
TWIP	<i>Twinning Induced Plasticity</i> (Aços de Plasticidade Induzida por Maclação)
UNS	<i>Unified Numbering System for Metals and Alloys</i> (Sistema numérico unificado para metais e ligas)
ZTA	Zona termicamente afetada
ZF	Zona fundida

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\alpha$	Fase ferrita alfa
$\gamma$	Fase austenita
$\delta$	Fase ferro delta
$\sigma$	Fase sigma
L	Fase líquida
$\alpha'$	Fase alfa primária
G	Fase G
$\gamma_2$	Fase austenita secundária
$\chi$	Fase chi
R	Fase R ou de Laves
$\pi$	Fase pi
$\tau$	Fase tau
$\epsilon$	Fase épsilon
$\Delta T$	Mudança de temperatura
$\sigma_i$	Tensões normais
n	Ordem de difração
$\lambda$	Comprimento de onda do feixe incidente
d	Distância entre os planos
$\theta$	Ângulo de difração do plano
E	Módulo de elasticidade
$\nu$	Coefficiente de Poisson

$\psi, \phi$	Ângulos de giro da amostra
$\sigma_\phi$	Tensão residual superficial
$b$	Interseção com o eixo
$T(x, t)$	Temperatura na face em função do espaço e do tempo
$a_n$	Constante da série de Fourier
$n$	Número inteiro
$\pi$	Constante numérica
$L$	Espessura do sólido
$b_n$	Constante da série de fourrier
$Q$	Feixe de energia radiante
$g$	Profundidade de absorção do feixe na face da amostra
$\rho$	Densidade
$c_p$	Capacidade térmica específica
$V(L, t)$	Acréscimo de temperatura adimensional na face posterior da amostra
$\omega$	Parâmetro adimensional
$\alpha_0$	Difusividade térmica
$t_{1/2}$	Tempo que a face oposta leva para atingir metade da temperatura máxima
$\tau$	Fator de correção
$\alpha$	Difusividade térmica corrigida

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>19</b>
<b>2. OBJETIVOS .....</b>	<b>23</b>
2.1. <i>OBJETIVO GERAL</i> .....	23
2.2. <i>OBJETIVOS ESPECÍFICOS</i> .....	23
<b>3. REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>25</b>
3.1. <i>AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX (AID)</i> .....	25
3.2. <i>SOLDAGEM GTAW</i> .....	35
3.2.1. Soldagem de aços inoxidáveis duplex.....	36
3.2.1.1. Efeito de Nitrogênio em AID .....	38
3.3. <i>TENSÕES RESIDUAIS</i> .....	40
3.3.1. Tensões residuais em soldas .....	42
3.3.2. Tensões residuais em Tensões residuais em aço duplex .....	46
3.3.3. Métodos para a determinação de tensões residuais .....	47
3.3.3.1. Difração de raios x .....	49
3.4. <i>DIFUSIVIDADE TÉRMICA</i> .....	52
3.4.1. Fundamentos de difusividade térmica .....	52
3.4.2. Método Flash Laser para a determinação da difusividade térmica.....	54
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>60</b>
4.1. <i>MATERIAL</i> .....	60
4.2. <i>Metodologia</i> .....	62
4.2.1. Caracterização das amostras .....	65
4.2.1.1. Fluorescência .....	65
4.2.1.2. Microscopia ótica.....	67
4.2.1.3. Identificação das fases por difração de raios X .....	68
4.2.2. Microdureza .....	69
4.2.3. Soldagem .....	69
4.2.4. Amostra soldada e tratada termicamente .....	71

4.2.5.	Tensão residual .....	71
4.2.5.1.	Medida de tensão residual total.....	71
4.2.5.2.	Medida das macro e micro tensões residuais .....	74
4.2.6.	Difusividade Térmica .....	74
<b>5.</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>78</b>
5.1.	<i>CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS</i> .....	78
5.1.1.	Espectroscopia por fluorescência de raios X.....	78
5.1.2.	Microscopia ótica .....	79
5.1.2.1.	Amostra como recebida (CR) .....	79
5.1.2.2.	Amostras soldada (TA).....	79
5.1.2.3.	Amostra soldada e tratada termicamente (TA 600).....	82
5.1.3.	Caracterização por Difração de raios X.....	83
5.1.4.	Microdureza .....	86
5.1.4.1.	Amostra de material conforme recebido (CR) .....	86
5.1.4.2.	Amostra soldada (TA).....	87
5.1.4.3.	Amostra soldada e tratada termicamente (TA 600).....	89
5.1.5.	Tensões Residuais .....	90
5.1.5.1.	Amostra de material conforme recebido (CR) .....	90
5.1.5.2.	Amostra soldada (TA).....	93
5.1.5.3.	Amostra soldada e tratada termicamente (TA 600).....	97
5.2.	<i>DIFUSIVIDADE TÉRMICA</i> .....	99
5.2.1.	Amostras de material conforme recebido (CR).....	99
5.2.2.	Amostras apenas soldadas (TA).....	102
5.2.3.	Amostras soldadas e tratadas termicamente a 600 °C (TA 600). 108	
5.2.4.	Análise.....	113
<b>6.</b>	<b>CONCLUSÃO.....</b>	<b>121</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>124</b>

## 1. INTRODUÇÃO

O setor de medicina nuclear brasileiro, cujos procedimentos para diagnóstico ou terapia utilizam radiofármacos, conta com 432 serviços de medicina nuclear distribuídos pelo território brasileiro. Em virtude disso os radiofármacos de produção nacional propiciam a realização de aproximadamente um milhão e meio de procedimentos de medicina nuclear por ano. No caso de radiofármacos injetáveis, destinados a diagnósticos precisos com maior sensibilidade nas imagens obtidas e terapias de inúmeras patologias, atendem a cerca de 3 milhões de pessoas por ano. Neste sentido, a fabricação dos geradores de  $^{99}\text{Mo}$ - $^{99\text{m}}\text{Tc}$  para os hospitais requer o transporte do insumo  $^{99}\text{Mo}$  em recipientes com características muito específicas de desempenho e resistência a condições adversas (Produção de Radiofármacos – Conselho Nacional de Engenharia Nuclear).

O transporte de materiais radioativos no Brasil, seja por via aérea, marítima ou quer seja por via terrestre, deve cumprir as exigências de normas e regulamentos nacionais para a segurança do transporte de produtos perigosos. No caso do transporte de materiais radioativos, são estabelecidos requisitos de segurança e proteção radiológica a serem atendidos desde a origem até o destino final das remessas, de forma a assegurar níveis adequados de eventuais exposições a pessoas, bens e meio ambiente aos efeitos nocivos das radiações ionizantes. Os requisitos das normas se aplicam às condições rotineiras, normais e acidentais que possam ocorrer durante uma operação de transporte (Transporte de Material Radioativo – Conselho Nacional de Engenharia Nuclear).

Para os próximos anos, o Brasil poderá registrar grandes avanços na produção de radiofármacos, garantindo a independência nacional nesta área. Neste mercado, os principais riscos associados são decorrentes do fato de que alguns insumos são importados, em especial o  $^{99}\text{Mo}$ . Com isso em mente, criou-se um projeto cujo intento é a avaliação de materiais, a modelagem matemática e a fabricação de um recipiente nacional para o transporte de  $^{99}\text{Mo}$  que atenda às futuras necessidades previstas com a construção e operação do Reator Multipropósito Brasileiro – RMB. O projeto do RMB é visto atualmente como a solução para garantir segurança no suprimento de radioisótopos para a

produção de radiofármacos através da nacionalização do radioisótopo  $^{99}\text{Mo}$ , garantindo segurança no fornecimento do gerador de tecnécio  $^{99\text{m}}$ , com pleno atendimento da demanda do mercado brasileiro e de todos os outros radioisótopos produzidos em reatores de pesquisa, que hoje são importados pelo Brasil, para aplicação médica em diagnóstico e terapia.

De acordo com o Artigo 177 da Constituição da República Federativa do Brasil de 1988, é monopólio da união a pesquisa, a lavra, o enriquecimento, o reprocessamento a industrialização e o comércio de minérios e minerais nucleares e seus derivados, com exceção dos radioisótopos, cuja produção, comercialização e utilização poderão ser autorizadas sob regime de permissão (Brasil, 1988). Ainda assim, a emenda constitucional nº49, de 2006, afirma que compete à União no quesito de segurança, a responsabilidade civil por danos nucleares independentemente da existência de culpa. Isso reforça a responsabilidade do desenvolvimento de um receptáculo para transporte de materiais altamente radioativos pela Comissão Nacional de Energia Nuclear (CNEN) e seus institutos coligados.

O Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) é a principal unidade produtora do CNEN, e produz atualmente 38 diferentes tipos de radiofármacos, além de ser o único produtor de geradores de Tecnécio- $^{99\text{m}}$  no país. Por ser uma instituição pioneira nessa área, o IPEN iniciou, em 2013, o projeto de desenvolvimento de recipientes de contenção capazes de transportar substâncias que sejam fontes de alta radiatividade. Caberia então, no escopo do projeto, a realização das seguintes etapas:

- i. Fabricação de receptáculos de contenção para transporte de substâncias que sejam fontes de alta radioatividade, em especial o  $^{99}\text{Mo}$  com atividade acima de 0,6 (16,2) TBq (Ci) com blindagem em urânio ou tungstênio;
- ii. Avaliação de materiais em altas taxas de deformação – medida de propagação de pulso de tensão em metais;
- iii. Modelagem matemática e simulação por elementos finitos do desempenho do receptáculo de contenção.

No âmbito do desenvolvimento e análise de materiais adequados à fabricação dos receptáculos, o aço inoxidável duplex (AID) mostrou ser o material mais adequado para a fabricação de cápsulas para o transporte de  $^{99}\text{Mo}$ , dada sua elevada resistência ao impacto e à corrosão. Os aços inoxidáveis duplex são caracterizados por uma estrutura bifásica ferrítica-austenítica que é obtida mantendo-se um balanço de elementos estabilizadores de ferrita e de elementos estabilizadores de austenita e por um tratamento térmico adequado (Varol et al., 1997). A estrutura bifásica visa agregar as melhores características de ambas as fases num mesmo material, ou seja, a ferrita melhora a resistência à tração e a soldabilidade, a austenita contribui para a resistência ao impacto. Além das notadamente superiores propriedades mecânicas, os aços inoxidáveis duplex se destacam pela resistência à corrosão sob tensão e à corrosão intercrystalina, sendo por isso largamente utilizados na indústria “offshore” (Casteletti and Martins, 2005).

O surgimento dessa classe foi na França em 1933, quando a fusão de um aço 18%Cr-9%Ni-2,5%Mo na então J. Hotzler Company obteve como resultado um aço com 20%Cr-8%Ni-2,5%Mo. Análises microestruturais subsequentes apontaram que esse material fundido seria composto por uma alta fração de ferrita numa matriz austenítica, e ainda, o material não demonstrou sensibilidade à corrosão intergranular em vários meios corrosivos. À época, essa foi uma descoberta de grande significância, uma vez que os aços alto carbono puramente austeníticos então utilizados tendiam a formar uma rede contínua de carbeto, levando à rápida corrosão nas adjacências das áreas pobres em cromo. Essa observação, combinada com a resistência superior às grades austeníticas, encorajaram as patentes a serem realizadas em 1935 e 1937. A segunda patente, 1937, cobria grades com adições de cobre de modo a elevar a resistência à corrosão em meios mais agressivos. Pesquisas foram conduzidas em diversos laboratórios até que, ao fim da década de 40, surgia uma nova família de aços carbono, que foi patenteada e comercializada simultaneamente na França, na Suíça e nos Estados Unidos (Gunn, 1997).

No início da década de 70, a grade duplex se desenvolveu na Alemanha e na Suíça, e apesar de ainda existirem grandes faixas de composição química nas especificações nacionais e internacionais, os fornecedores e consumidores

finais usualmente requerem limites mais rigorosos, de modo obter maior controle de soldabilidade. Em particular, mostrou-se de suma importância manter os níveis de nitrogênio próximos do superior, já que sua adição melhorou a resistência a corrosão e elevou a estabilidade térmica da estrutura bifásica, pela estabilização da austenita.

Por serem termodinamicamente metaestáveis na condição solubilizada, AIDs estão sujeitos a alterações microestruturais quando expostos ao calor, seja durante tratamentos térmicos para alívio de tensões ou durante o processo de soldagem. A tendência dos AIDs de atingirem um estado termodinamicamente estável leva à precipitação de fases intermetálicas e/ou de carbetos ricos basicamente em cromo e molibidênio. Nesse sentido, o desenvolvimento com o objetivo de aprimorar o material e evitar possíveis falhas durante a sua utilização levou à introdução da terceira geração de ligas duplex, indicando que os parâmetros metalúrgicos de produção e soldagem se tornaram bem estabelecidos.

De modo a aprimorar o conhecimento acerca dos aços inoxidáveis duplex, bem como assegurar sua aplicabilidade ao transporte de 99Mo, o estudo subsequente visa a compreensão de aspectos e comportamentos característicos do material, bem como de sua reação a situações adversas. Com isso em mente, serão qualificados e quantificados os impactos causados pelo tratamento térmico e pela soldagem do material, através de diversas técnicas laboratoriais tais como a difração de raios X, a microscopia óptica e o método Flash Laser de difusividade térmica. Objetiva-se, portanto, não só contribuir, ainda que em pequena parte, com o desenvolvimento de mecanismos que possibilitem a autossuficiência brasileira em radiofármacos, como também avançar mais um passo rumo ao conhecimento pleno dos aços inoxidáveis duplex e sua utilização.

## 2. OBJETIVOS

### 2.1. OBJETIVO GERAL

O estudo subsequente visa agregar conhecimento ao desenvolvimento do projeto de receptáculos de contenção para transporte de substâncias radioativas a partir da análise de alguns parâmetros e comportamentos do aço inoxidável duplex. Avalia-se a tensão residual, dureza, bem como a difusividade térmica de amostras de aço inoxidável duplex UNS S32304 e comparar-se os resultados não só de diferentes condições de soldagem, como também os efeitos de tratamento térmico a 600 °C. Visa-se correlacionar as modificações na microestrutura, na dureza, na tensão e na difusividade térmica às regiões metal base, zona termicamente afetada e zona fundida.

### 2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

No escopo do projeto, compreende-se:

- Aplicação da técnica de análise de difusividade térmica Flash Laser para a obtenção de tal propriedade nas diversas regiões da junta soldada;
- Emprego da técnica de difração de raios X para levantar o perfil de tensões residuais das amostras;
- Utilização da microscopia óptica para a detecção de alterações microestruturais provenientes dos procedimentos aos quais o material foi submetido;
- Analisar o efeito da exposição do material à temperatura de 600 °C;
- Avaliar a eficácia da adição de nitrogênio no gás de proteção de soldagem;
- Investigar o efeito dos dois últimos tópicos quando aplicados subsequentemente (amostras soldadas e tratadas termicamente a *posteriori*);
- Investigar a microestrutura resultante de cada processo;

- Relacionar os perfis de difusividade térmica encontrados aos procedimentos realizados;
- Correlacionar entre a difusividade térmica e os demais parâmetros avaliados (tensão residual e microdureza);
- Verificar, dentro condições mencionadas, possíveis pontos de defeitos estruturais e falhas em serviço do aço inox UNS S32304.

### 3. REVISÃO DE LITERATURA

#### 3.1. AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX (AID)

De maneira geral, os aços inoxidáveis duplex têm estrutura bifásica, e as porcentagens de ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ) oscilam entre 40 e 60%, em porcentagem volumétrica. O processo de fabricação do material se inicia com o ferro delta ( $\delta$ ), a partir da reação eutetóide:



O material solidificado é então laminado a quente no campo bifásico, entre 1020 e 1100 °C, submetido ao tratamento térmico de solubilização, seguido de têmpera em água, onde o produto é uma estrutura comprimida bifásica com proporções aproximadamente equivalentes de ferrita e austenita. Porém, é importante ressaltar que, durante o processo de solidificação do material, o ferro delta tende a favorecer a formação de fase alfa, embora seja praticamente impossível prever com exatidão a proporção de sua formação. Em decorrência disso, parâmetros tais como composição química e temperatura de resfriamento devem ser rigorosamente controlados de modo a obter proporções de ambas as fases próximas de 50%, maximizando assim a contribuição de cada uma das fases no resultado final.

Os aços inoxidáveis duplex são usualmente divididos em três grupos, com relação à composição química:

- a) Aços inoxidáveis duplex baixa liga (lean duplex): são mais competitivos economicamente, uma vez que possuem menor teor de elementos de liga. Não possuem molibdênio em sua composição química e podem substituir os aços inoxidáveis austeníticos.
- b) Aços inoxidáveis duplex média liga: é o tipo mais utilizado, tendo como classe principal a UNS S31803. A resistência a corrosão é intermediária entre os austeníticos comuns e os aços inoxidáveis superausteníticos (de 5 a 6% de molibdênio).

- c) Aços inoxidáveis duplex alta liga: também designados superduplex, têm resistência à corrosão superior aos superausteníticos, que possuem entre 5 e 6% de molibdênio.

No âmbito da composição química, vale ressaltar a diferença entre os AID com relação aos aços austeníticos inoxidáveis comuns. Trata-se de um dos principais responsáveis por garantir o caráter bifásico do material, bem como à atribuição de características peculiares ao material. Aços inoxidáveis duplex são caracterizados por elevados níveis de cromo (20-25 wt%) e nitrogênio (0,1-0,2 wt%), associados a baixos níveis de níquel (4-8 wt%) e 2-4 WT% de molibidênio.

Para tratar do primeiro tópico, i.e., para ilustrar como a composição química interfere na microestrutura do material, pode ser observado, na Figura 1, o diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni (Gunn, 1997).

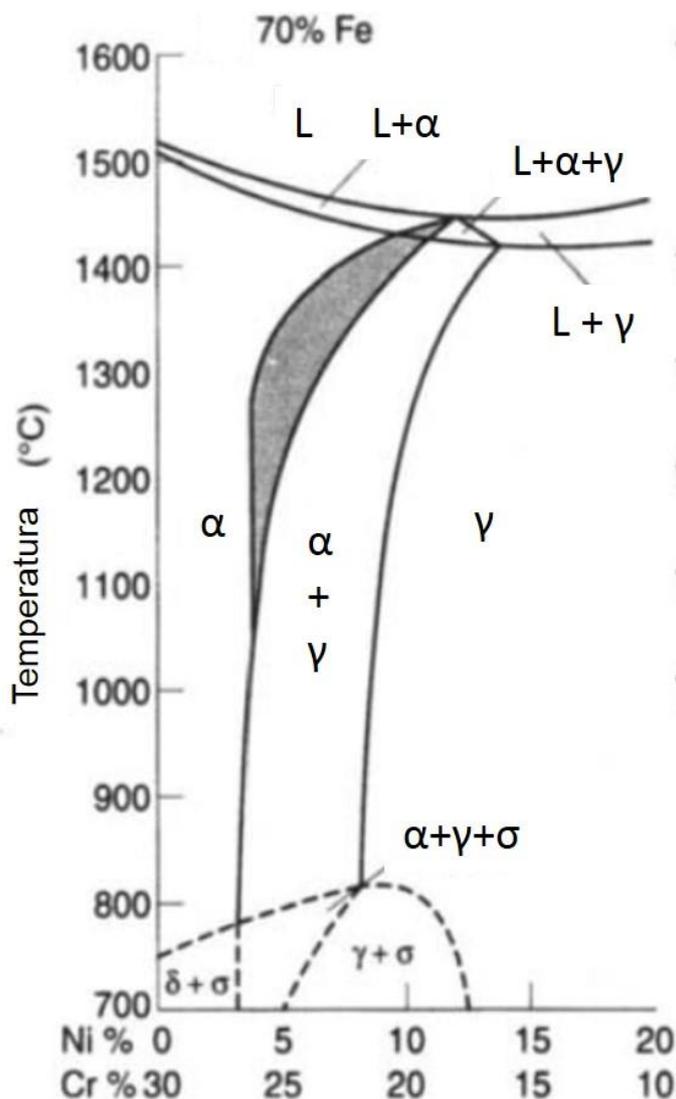


Figura 1 - Secção vertical com Fe constante 70% do diagrama ternário Fe-Cr-Ni. Fonte: Adaptado de (Gunn, 1997).

Em segundo lugar, deve-se valer das características que cada um dos componentes citados acima atribui ao material final, a saber:

- O nitrogênio, juntamente com o cromo e o molibdênio atribuem ao material maior resistência à corrosão. A adição de nitrogênio, em especial, comprovadamente melhora significativamente a resistência à corrosão por pites, uma vez que aumenta a resistência à corrosão da fase austenita e reduz a partição do cromo, mantendo altos teores de cromo na austenita. Já o cromo melhora a resistência à corrosão localizada através da formação de um filme passivo de óxido rico em cromo (Gunn, 1997).

- O níquel confere aumento significativo na tenacidade, conforme maior quantidade de austenita precipitada.

Apesar de várias propriedades do AID serem superiores aos aços inox convencionais, deve-se atentar para possíveis problemas que podem ocorrer durante seu processamento. A precipitação de fases intermetálicas e de carbeto são comuns na fase alfa, onde aparecem em maior proporção, chegando a valores próximos a 20%. Contudo, esse problema pode ser evitado pelo tratamento de solubilização seguido de têmpera em água, capaz de dissolver os precipitados e mantê-los em solução sólida. A Figura 2 apresenta as fases possíveis de precipitação em função da temperatura.

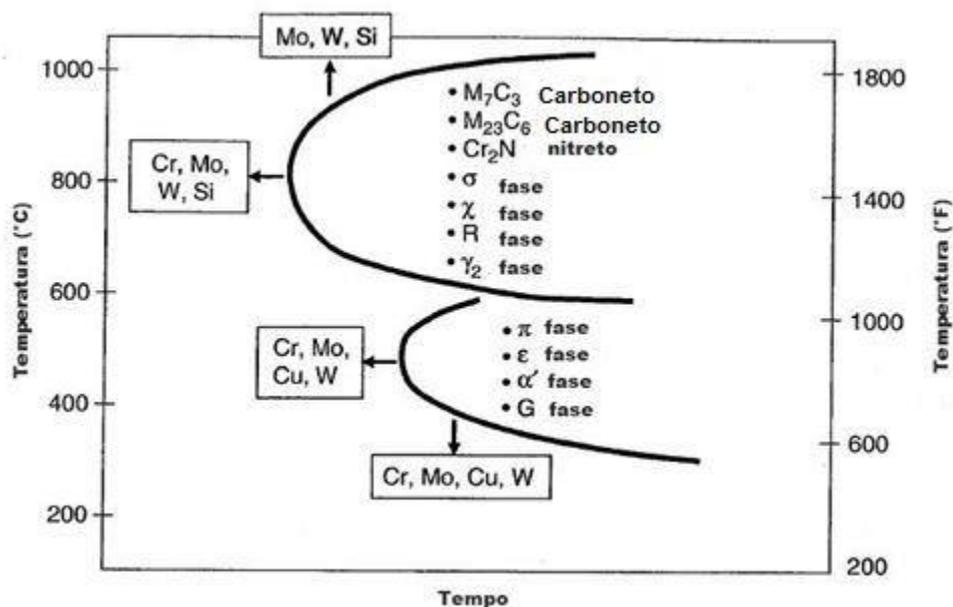


Figura 2 - Efeito dos elementos de liga na formação de vários precipitados. Fonte: Adaptado de Kotecki and Lippold, (2005).

Além de comprometer a estrutura como um todo, a precipitação de carbeto pode gerar grande dificuldade em manter as tolerâncias dimensionais durante o processamento dos AIDs. Por isso, são realizados tratamentos para alívio de tensão, em temperaturas próximas aos 520 °C, de modo a evitar a precipitação de segunda fase ou destruindo o equilíbrio metaestável das ligas de AID.

Por serem termodinamicamente metaestáveis na condição solubilizada, AIDs estão sujeitos a alterações microestruturais quando expostos ao calor, seja durante tratamentos térmicos para alívio de tensões ou durante o processo de soldagem. A tendência dos AIDs de atingirem um estado termodinamicamente estável leva à precipitação de precipitados intermetálicos e/ou de carbeto ricos basicamente em cromo e molibidênio. O efeito dessa precipitação é formar regiões adjacentes às partículas que são pobres nesses elementos. Para assegurar a passivação, os níveis de cromo devem estar muito próximos do mínimo, ou seja, entre 12% e 13% em peso (Martins and Casteletti, 2009).

Regiões com quantidades abaixo da faixa mínima de Cr estão sujeitas a dissolução e usualmente corroem a taxas próximas àquelas do aço carbono convencional e do ferro puro. Aços inoxidáveis com elevado nível de cromo, como nos casos dos aços inoxidáveis duplex e super duplex, são relativamente passivos e corroem a uma taxa muito abaixo que ligas com baixo cromo.

Em ligas contendo cromo, a região passiva é iniciada em potenciais mais baixos que aquelas que não contêm esse elemento, como aços carbono convencionais e ferro puro. As regiões “transpassivas” de ligas contendo cromo são originadas da rápida oxidação do íon de cromo de  $\text{Cr}^{+3}$  para  $\text{Cr}^{+6}$  que formam o filme passivo (Martins and Casteletti, 2009).

Íons de cloro causam corrosão aquosa do aço inoxidável uma vez que aumentam a condutividade elétrica da solução e penetram no filme de óxido protetor e, desse modo, quebram sua passivação. À medida que a concentração desses íons aumenta, a densidade de corrente também aumenta, uma vez que os íons clorídricos apresentam alta densidade de cargas (Martins and Casteletti, 2009).

Pode-se assegurar, portanto, que as melhores características dos AIDs são obtidas após solubilização, na qual as fases secundárias – carbeto e compostos intermetálicos – se dissolvem à medida em que a microestrutura fundida se funde a altas temperaturas. A têmpera em água evita que eles se precipitem novamente, deixando grandes quantidades de átomos de soluto em solução sólida ((Martins and Casteletti, 2009).

O próprio tratamento térmico de solubilização, indispensável no processo de fabricação dos AIDs, introduz no material um certo nível de tensão interna nos componentes fundidos, porque os átomos de soluto tais como o cromo, o níquel e o molibidênio são maiores que os átomos de ferro. Então, a estrutura cristalina cúbica de corpo centrado da ferrita e cúbica de face centrada da austenita são ligeiramente deformadas e sua deformação distende toda a estrutura.

Outro fator que contribui para o aumento do nível de tensões internas é o nitrogênio, que se aloja nos interstícios octaédricos e tetraédricos da austenita, causando microdeformações na estrutura cristalina. O uso desse elemento no superduplex, como já descrito, se justifica por proporcionar grande resistência à corrosão por pites, uma vez que é um forte estabilizador da austenita, contribuindo para o equilíbrio final da fração volumétrica da austenita na microestrutura.

Assim, os elementos de liga, apesar de terem funções específicas nos AIDs, possuem raios atômicos em geral maiores que os átomos de ferro, causando tensões internas. Esse fenômeno promove certa instabilidade dimensional durante e após os processos de conformação, especialmente quando grandes quantidades de material são removidas.

Uma maneira de minimizar esses efeitos é através de tratamentos térmicos para alívio de tensões a temperaturas suficientemente baixas para evitar a precipitação de segundas fases. Executar esse processo requer bom conhecimento dos aspectos metalúrgicos no material. Na condição de recozido por solução, esses aços constituem sistemas termodinamicamente metaestáveis. Se a troca de calor não for controlada, fases indesejadas vão aparecer na microestrutura.

Em alguns tipos de aços inoxidáveis duplex e super duplex, outros elementos químicos, além dos citados, são usados para promover propriedades específicas. Entre eles, tungstênio e cobre são os mais comuns. A presença de tungstênio nesses materiais retarda a precipitação da fase sigma durante o resfriamento no processo de solidificação, deste modo reduz a tendência à fragilização.

Por outro lado, o cobre em solução sólida aumenta a resistência à corrosão-erosão, especialmente em componentes de bombas centrífugas onde há fluxos contínuos de fluidos agressivos (Martins and Casteletti, 2007).

Assim, numerosas mudanças estruturais podem ocorrer nos aços inoxidáveis duplex devido a tratamentos térmicos isotérmicos e anisotérmicos (Gunn, 1997). Estão listadas abaixo as fases deletérias de precipitados observadas nos AIDs.

- i. Fase alfa primária ( $\alpha'$ ) e fase G: A temperatura de alfa primária é a menor na qual ocorre a decomposição dentro de um aço duplex. Isto ocorre entre 300 e 525 °C e é a principal causa de endurecimento e fragilização nos aços inoxidáveis ferríticos. Acredita-se que a formação de  $\alpha'$  é uma consequência da lacuna de miscibilidade no sistema Fe-Cr, pelo qual a ferrita sofre decomposição espinoidal em ferrita  $\delta$  e  $\alpha'$ , rica em ferro e rica em cromo respectivamente. Pode ocorrer também, fora do espinoidal mas ainda dentro da lacuna, nucleação clássica e crescimento da fase  $\alpha'$ . A fase alfa primária está frequentemente associada à co-precipitação do  $\text{Cr}_2\text{N}$  na forma de redes de subgrão formadas por agulhas de  $\text{Cr}_2\text{N}$  intercaladas por um filme de  $\alpha'$ . Como resultado, houveram evidências conflitantes no passado, no que diz respeito à natureza da fragilização por  $\alpha'$  (Gunn, 1997).

Já a fase G se desenvolve na interface  $\alpha/\alpha'$  entre 300 e 400 °C após várias horas de exposição, devido ao enriquecimento de níquel e silício nessas regiões.

- ii. Austenita Secundária ( $\gamma_2$ ): A austenita secundária pode se formar por diferentes mecanismos dependendo da temperatura. Na Figura 3 pode ser verificada a diferença entre as austenitas primária e secundária quando vistas ao microscópio.

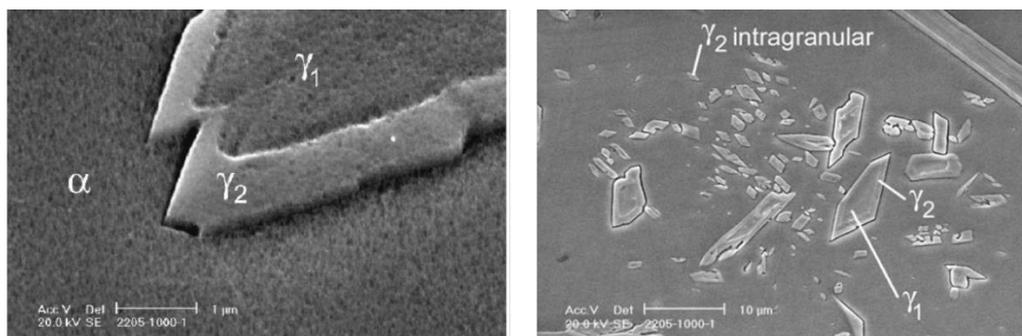


Figura 3 - Diferença entre austenita primária ( $\gamma_1$ ) e austenita secundária ( $\gamma_2$ ) no UNS S 32205.

Fonte: (Ramirez et al., 2003).

Abaixo de cerca de 650°C,  $\gamma_2$  tem composição similar à ferrita circundante, sugerindo uma transformação adifusional com características similares à formação da martensita.

Em temperaturas entre 650 e 800 °C, onde a difusão ocorre mais rapidamente, pode ocorrer a precipitação da austenita com morfologia de Widmanstätten. Sua formação envolve difusão à medida em que é enriquecida em Níquel, em comparação à matriz ferrítica. Embora haja esse enriquecimento por nitrogênio, os níveis de Cr e N de  $\gamma_2$  estão substancialmente abaixo da austenita primária.

Na faixa de 700 a 900 °C, a fase  $\gamma_2$  gerada absorve o Ni e, em certa medida, rejeita o Cr e o Mo. Isso leva à formação de precipitados ricos em Cr e Mo, tal como na fase sigma. Do mesmo modo, a  $\gamma_2$  que se forma nos contornos  $\alpha/\gamma$  é empobrecida em Cr, especialmente se for co-precipitada com  $\text{Cr}_2\text{N}$ . Qualquer uma dessas reações controladas por difusão pode tornar a área susceptível à corrosão por pites (Ramirez et al., 2003).

- iii. Fase Sigma ( $\sigma$ ): A fase  $\sigma$ , rica em Cr e Mo, é um precipitado altamente fragilizante, que se forma entre 650 e 1000 °C, como pode ser verificado no diagrama da Figura 4, e geralmente está associada à redução da resistência ao impacto e à corrosão. Sua formação é estimulada pela presença de Cr, Mo, Si, Mn e Ni, onde este último também atua reduzindo o equilíbrio da fração volumétrica. Isso porque o Níquel também induz a

formação da fase  $\gamma$ , que leva à concentração dos elementos formadores da fase sigma na ferrita restante (Gunn, 1997).

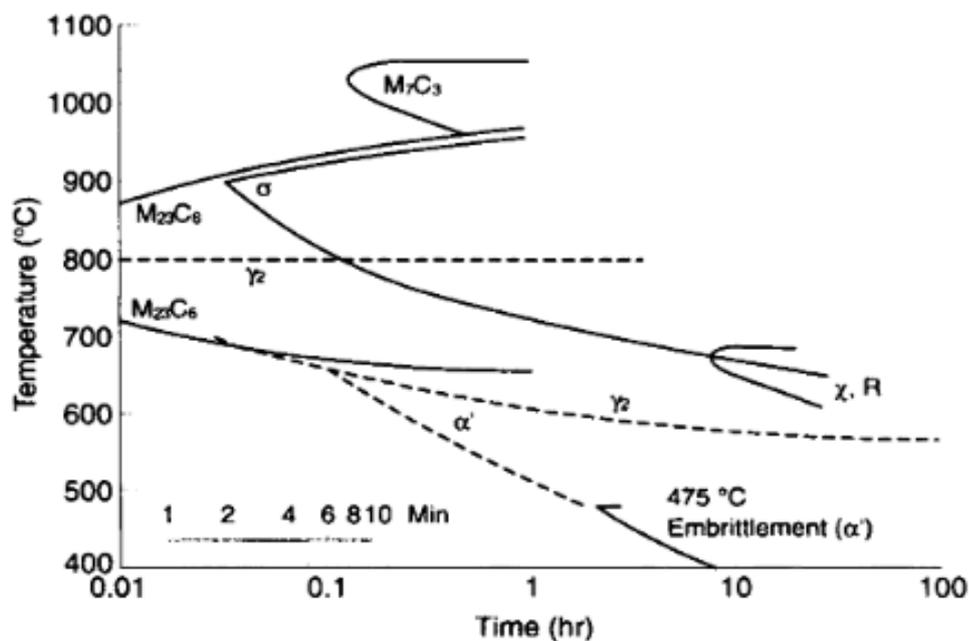


Figura 4 - Diagrama de transformação tempo-temperatura para as ligas S32404. Fonte:(Gunn, 1997).

- iv. Fase Chi ( $\chi$ ): Tal como a fase sigma, a fase chi se forma entre 700 e 900 °C, embora em quantidades bem menores. Entretanto, o enriquecimento da ferrita com os compostos intermetálicos formados durante uma longa exposição a temperaturas relativamente baixas, i.e., 700 °C favorece a precipitação da fase  $\chi$ . Tal como na fase sigma, a fase  $\chi$  também surge na interface  $\alpha/\gamma$  e cresce permeando a ferrita. É indesejável pois causa os mesmos efeitos fragilizantes que a fase  $\sigma$ , porém na coexistência de ambas as fases torna-se difícil o estudo dos efeitos de cada uma delas separadamente.
- v. Fases R,  $\pi$  e  $\tau$ : Fase de Laves ou fase R é composta por  $Fe_2Mo$  precipitado em pequenas quantidades entre 550 e 650 °C após várias horas de exposição. É formado tanto em zonas inter como intragranulares, são ricas em molibdênio e reduzem a resistência à corrosão por pites.

Já a fase  $\pi$ , rica em nitrito, foi identificada em sítios intergranulares em duplex soldados após tratamento térmico isotérmico a 600 °C por várias horas. É rica também em Cr e Mo, e por isso havia sido confundida com a fase  $\sigma$ .

A fase  $\tau$ , por sua vez, se forma na interface  $\alpha/\alpha$  após longo tratamento térmico na faixa de 550 a 650 °C.

- vi. Nitretos  $\text{Cr}_2\text{N}$  e  $\text{CrN}$ : Nitrogênio é adicionado a ligas duplex com o objetivo de estabilizar a austenita, melhorar a resistência mecânica e à corrosão por pites. A solubilidade do nitrogênio é consideravelmente maior na austenita que na ferrita, sendo considerada um fator determinante na formação das fases. Acima da temperatura de recozimento (cerca de 1040 °C), a fração volumétrica de ferrita aumenta e próximo à temperatura de fusão a estrutura é completamente ferrítica. Nestas temperaturas, a solubilidade do nitrogênio na ferrita é alta, mas no resfriamento ela diminui, resultando em uma ferrita supersaturada em nitrogênio, levando a uma precipitação intragranular de nitretos de cromo ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ) na forma de agulhas. Já as soldas são favorecidas pela precipitação de outro nitreto,  $\text{CrN}$ , na zona termicamente afetada da junta soldada. Tratamentos isotérmicos no intervalo de temperatura de 700 e 950 °C produzem  $\text{Cr}_2\text{N}$  nos contornos de grãos ferríticos, depositando-se como finas placas sobre contornos nos subgrãos, nos pontos triplos e ao longo das discordâncias, afetando a resistência à corrosão por pites (GUNN, 1997).
- vii. Carbetos  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  e  $\text{M}_7\text{C}_3$ :  $\text{M}_7\text{C}_3$  se forma entre 950 e 1050 °C nos contornos de grão  $\alpha/\gamma$ . Entretanto, como sua formação é lenta (cerca de 10 minutos), pode ser evitada por técnicas convencionais de tratamento térmico. Além disso, são raramente encontradas nas classes duplex atuais, já que essas, em geral, contêm menos de 0,02% de carbono.

Já os carbeto  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  surgem em aços duplex com teores de carbono ligeiramente elevados (cerca de 0,03%). Se precipita rapidamente entre 650 e 950 °C, chegando a menos de 1 minuto de formação a 800 °C. A precipitação geralmente ocorre nos contornos  $\alpha/\gamma$ , onde regiões ferríticas ricas em cromo interceptam regiões austeníticas ricas em carbono. As

zonas onde há formação desse precipitado tendem a sofrer ataque interfásico, que subseqüentemente se propagam nas regiões austeníticas pobres em Cr e Mo.

- viii. Fase épsilon ( $\epsilon$ ): Rica em cobre. Em ligas contendo Cu e/ou W podem ocorrer diferentes mecanismos de endurecimento. No caso do cobre, a supersaturação da ferrita devido ao decréscimo da solubilidade a baixas temperaturas leva à precipitação de partículas  $\epsilon$  ricas em cobre após 100 horas a 500 °C, o que estende significativamente o intervalo de endurecimento a baixa temperatura.

### 3.2. SOLDAGEM GTAW

O processo de Soldagem a Arco-Gás com Eletrodo de Tungstênio (*Gas Tungsten Arc Welding – GTAW*), também conhecido como TIG (*Tungsten Inert Gas*), é um processo de soldagem o qual a união das peças ocorre por fusão, podendo haver ou não a utilização de metal de adição. Na soldagem GTAW o arco elétrico é produzido entre o eletrodo de tungstênio não consumível e a peça de trabalho. O eletrodo e a zona da solda são protegidos contra a contaminação atmosférica pela adição de um gás inerte, que é soprado pelo bocal da tocha, normalmente argônio ou uma mistura de gases inertes (Hurtado Velasco, 2011). O processo está ilustrado na Figura 5.

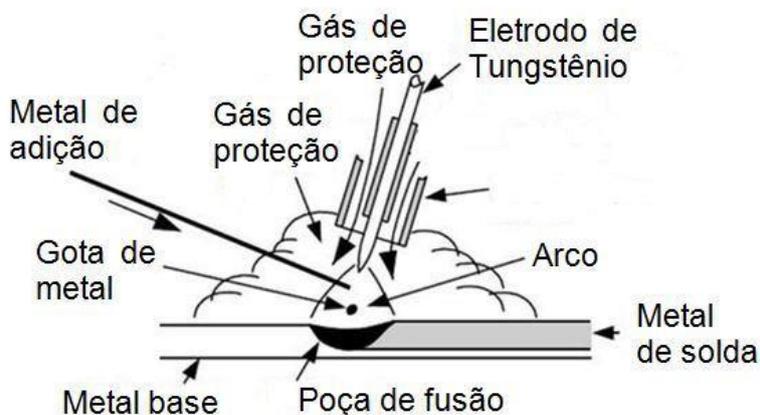


Figura 5 - Diagrama esquemático processo de soldagem TIG. Fonte: Adaptado de (Kou, 2003).

A soldagem GTAW possui como principais vantagens:

- Arco elétrico bastante estável;
- Excelente controle da poça de fusão;
- Soldas com bom acabamento;
- Exige pouca ou nenhuma limpeza após a soldagem;
- Gera pouco ou nenhum respingo;
- Permite a soldagem em qualquer posição;
- Pode ser usada em uma maior gama de metais, tais como aço, níquel, titânio, alumínio, magnésio, cobre, bronze e ouro;
- A soldagem pode usar ou não metal de adição;
- Permite mecanização e automação do processo.

Já como desvantagens intrínsecas ao processo, podem ser citados:

- Baixa produtividade;
- Elevado custo de equipamento e consumíveis (Hurtado Velasco, 2011).

### 3.2.1. Soldagem de aços inoxidáveis duplex

Os aços inoxidáveis duplex são totalmente ferríticos ao final da solidificação. A transformação da ferrita em austenita ocorre apenas no estado sólido, e depende da composição química do aço e da velocidade de resfriamento. São tais fatores que determinam a fração volumétrica de austenita e ferrita e, conseqüentemente, sua distribuição no metal de solda (Vargas Garcia, 2011).

A seqüência de transformações ocorridas nos aços inoxidáveis duplex é:



A solidificação nos AIDs é totalmente ferrítica, e, dependendo da composição química, a ferrita é estável em certas faixas de elevadas temperaturas (entre a linha solvus da ferrita e o início da formação da austenita). A precipitação da austenita no estado sólido ocorre entre 1200 e 800 °C. É controlada pela difusão, ocorrendo abaixo da temperatura solvus durante os subsequentes resfriamentos (Kotecki and Lippold, 2005)(Vargas Garcia, 2011). Na Figura 6, o diagrama ilustra as principais mudanças ocorridas durante o processo de soldagem dos aços inoxidáveis duplex.

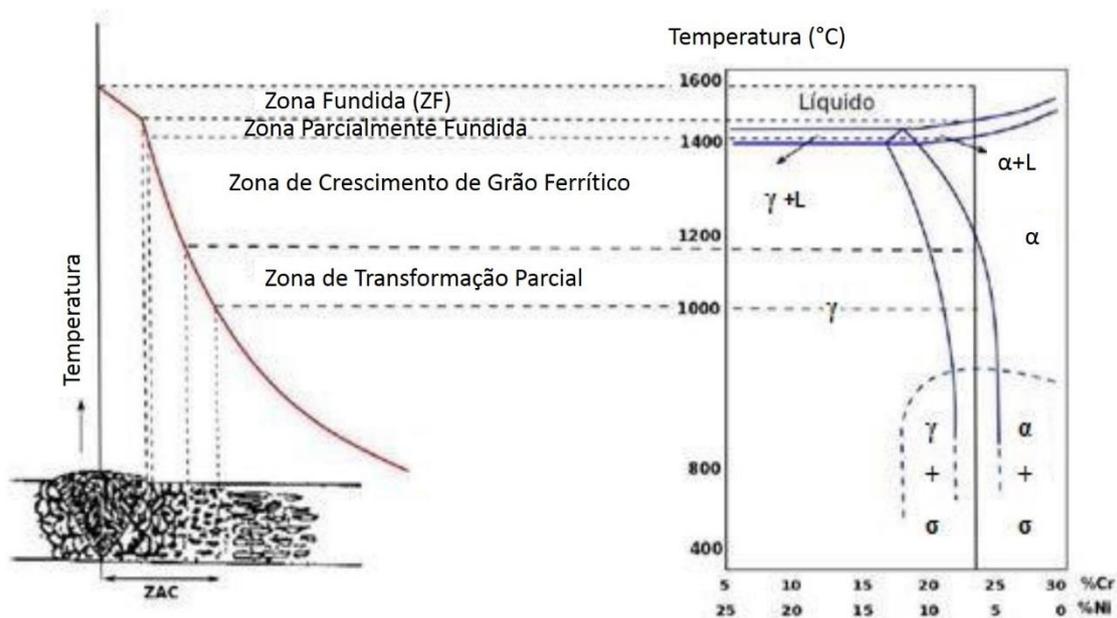


Figura 6 - Diagrama das mudanças ocorridas na junta soldada dos AID's. Fonte: (Atamert and King, 1992) e (Turibus, 2014).

Para manutenção das propriedades desejáveis nos aços inoxidáveis duplex após a solda, faz-se necessária precisão no tempo de resfriamento do material, pois se ele ocorrer muito rápido ou muito lentamente, propriedades mecânicas e químicas serão perdidas. Um resfriamento muito rápido pode prejudicar as propriedades do AID, já que potencializa um teor muito elevado de ferrita e a precipitação de nitretos de cromo na Zona Termicamente Afetada e Zona

Fundida. Como principais consequências, há perda da tenacidade e resistência à corrosão na solda. Em contramão, um resfriamento muito lento, submetido por longo tempo a temperaturas entre 1000 e 600 °C pode levar à precipitação de compostos intermetálicos, acarretando nas mesmas consequências (SILVA, 2010), (Kotecki and Lippold, 2005).

#### 3.2.1.1. Efeito de Nitrogênio em AID

Conforme explicitado nos tópicos anteriores, os aços inoxidáveis duplex são caracterizados por se solidificarem como 100% ferrita, e a nucleação e o crescimento da austenita ocorrem na fase sólida. Apesar de serem conhecidos há mais de 80 anos, a priori não era considerada a importância do nitrogênio na formação estrutural dos AID. Isso porque os primeiros aços dessa categoria possuíam baixo teor de nitrogênio, então o crescimento e a nucleação da austenita eram lentos o suficiente para obter uma estrutura próxima do equilíbrio na zona termicamente afetada (ZTA), ainda que não fosse realizado tratamento térmico a posteriori.

A importância da adição de nitrogênio dos AID foi reconhecida somente após a década de 80, e um teor mínimo de nitrogênio passou a ser exigido na fabricação do material. Com o teor apropriado de nitrogênio, passou a ser possível obter soldas com teores aproximadamente iguais de austenita e ferrita, o que resultou em boas propriedades de resistência mecânicas e à corrosão (Kotecki and Lippold, 2005).

O nitrogênio se dissolve preferencialmente na austenita, porém um incremento na temperatura torna a ferrita capaz de dissolver uma considerável fração de nitrogênio (Kotecki and Lippold, 2005). A solubilidade do nitrogênio na austenita e na ferrita pode ser melhor entendida visualizando a Figura 7 abaixo.

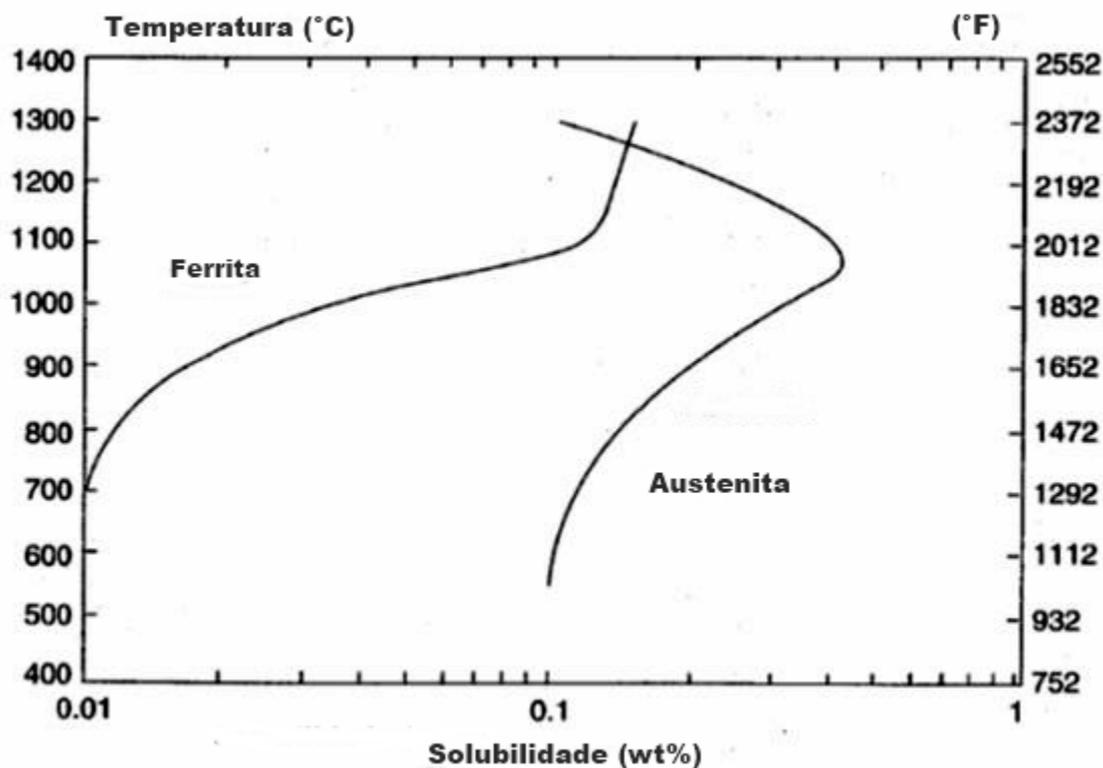


Figura 7 - Solubilidade do nitrogênio na fase ferrita e na austenita. Fonte: (Kotecki and Lippold, 2005).

Abaixo da temperatura solvus da ferrita, o nitrogênio presente na liga se difunde da austenita para a ferrita (Kotecki and Lippold, 2005).

Durante o processo de soldagem, é necessário um controle rigoroso da adição de calor para evitar prejuízos à estrutura ferrítica-austenítica do AID. Esse valor não pode estar abaixo do mínimo estipulado já que, ainda em ligas com alta adição de nitrogênio, a formação da austenita ocorre de maneira inadequada quando submetida a rápidas taxas de resfriamento (Kotecki, 2010). Nesses casos, o nitrogênio não chega até a austenita, uma parcela permanece na ferrita, ao passo que o restante se precipita na ferrita como nitreto de cromo (Kotecki and Lippold, 2005). Entretanto, se essa adição de calor ultrapassar o limite máximo estipulado, há tendência de precipitação de compostos intermetálicos na ferrita, quando submetida a resfriamentos lentos. Ciclos de reaquecimento na soldagem também são responsáveis por causar precipitação de nitretos de cromo, austenita secundária e vários compostos intermetálicos, incluindo fase sigma em aços de ligas mais elevadas (Kotecki, 2010).

Uma maneira eficaz de evitar a precipitação de nitretos é através do balanço entre as fases austenítica e ferrítica. Para evitar os danos causados pelas altas taxas de resfriamento, que impedem a correta formação da austenita, pode ser adicionado metal com alto teor de nitrogênio (0,3-0,35% em peso). Podem ser empregadas também técnicas de pré-aquecimento e tratamento térmico pós soldagem. Porém, ambos devem ter parâmetros rigorosamente controlados, uma vez que, se efetuados de maneira errônea, podem diminuir a taxa de resfriamento e causar fragilização, respectivamente (Kotecki and Lippold, 2005).

### 3.3. TENSÕES RESIDUAIS

Tensões residuais são aquelas existentes em um corpo sólido quando este não está sob a ação de forças externas ou gradientes de temperatura. As origens das tensões residuais são relacionadas a processos químicos, térmicos ou mecânicos, e afetam diretamente as propriedades do material em relação à resistência a fadiga, à corrosão e à ruptura.

Essas tensões surgem, em geral, quando o corpo é submetido a um desajuste entre diferentes regiões, como no caso de uma deformação plástica não uniforme ou quando sujeito a elevados gradientes térmicos que causam a expansão não uniforme do material e a sua deformação plástica não uniforme (Silva, 2007).

Inclusive, pode-se afirmar que todo material possui tensões residuais intrínsecas, sejam elas elevadas ou não. Isso porque todo processo mecânico de fabricação que envolve deformação plástica uniforme, gradiente térmico ou transformação de fase produzirá, inevitavelmente, componentes de tensões sobre o material.

Há diversas maneiras de se classificar as tensões residuais. O método mais simples leva em conta as origens das tensões, tais como desequilíbrio elástico, térmico, etc, que são parametrizadas em uma escala de equivalência, de acordo com o método que foi utilizado para a aferição do valor absoluto da tensão (Withers and Withers, 2001). Assim, torna-se possível estabelecer um parâmetro

de comparação entre tensões originadas por diferentes fatores e medidas com métodos distintos.

É sabido que a tensão residual é originada de um desajuste entre as estruturas de diferentes regiões, o que pode ser evidenciado na Figura 8. Em alguns casos, esse desajuste pode se expandir por grandes distâncias. É o caso da deformação plástica não uniforme em uma barra curvada. Ela também pode se originar de acentuados gradientes térmicos, como aqueles causados por solda ou tratamento térmico. Esses últimos são o foco do estudo subsequente, mas vale ressaltar que, sejam mecânica ou termicamente induzidos, essas tensões residuais podem oferecer alguma vantagem, como no caso do jateamento ou da têmpera do vidro (Withers and Withers, 2001).

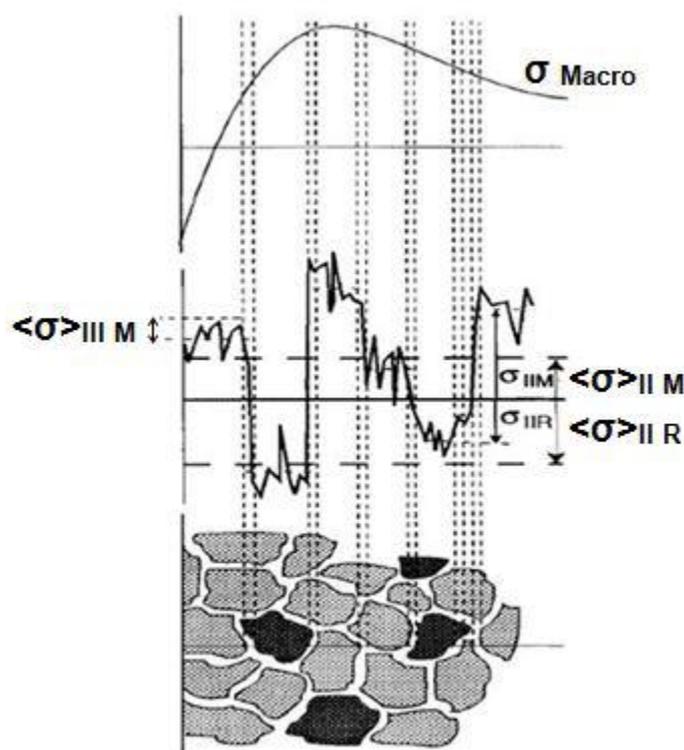


Figura 8 - Tensões residuais de acordo com a escala de comprimento. Fonte: (Withers and Withers, 2001).

As macrotensões então definidas são do tipo I, porque variam continuamente em grandes distâncias. Isso ocorre em contraste com as tensões residuais que

variam em torno da escala granular (tipo II ou tensões intergranulares) ou na escala atômica (tipo III). Nesses casos, as regiões desajustadas se expandem por regiões microscópicas ou submicroscópicas. Baixos níveis de tensão do tipo II estão frequentemente presentes em materiais policristalinos oriundos do simples fato de que propriedades elásticas e térmicas em vizinhanças de grãos diferentemente orientados são diferentes. Escalas de tensão mais significante ocorrem quando a microestrutura contém várias fases ou quando o material é submetido a transformações de fases. A categoria tipo III tipicamente inclui tensões devido à coerência de interfaces e deslocamento dos campos de tensão.

É de suma importância conhecer as tensões residuais atuantes num material antes mesmo de atribuí-lo função, pois dependendo da magnitude e da distribuição dessas tensões, a utilização deste pode ser comprometida. Tensões residuais trativas na superfície, por exemplo, contribuem na falha por fadiga, trincas de têmpera e trincas causadas por corrosão sob tensão, sendo por isso indesejáveis. Por outro lado, as tensões compressivas nas camadas superficiais podem ser benéficas, uma vez que aumentam a resistência à fadiga e à corrosão sob tensão.

Um exemplo recorrente da utilização de tensões residuais em favor das propriedades do material é o vidro temperado. Durante seu processo de fabricação, o vidro aquecido é submetido a um tratamento térmico de têmpera à temperatura de 650/700 °C. A finalidade da têmpera é estabelecer tensões elevadas de compressão nas zonas superficiais do vidro, e correspondentes altas tensões de tração no centro do mesmo. Isso faz com que o vidro adquira resistência muito maior e que se estilhaça ao ser quebrado, tornando o material mais seguro para o manuseio.

### 3.3.1. Tensões residuais em soldas

Na definição de Marques (2009), por soldagem entende-se um processo de união de materiais baseado no estabelecimento de forças de ligação química de natureza similar às atuantes no interior dos próprios materiais, na região de ligação entre os materiais que estão sendo unidos. A soldagem hoje é o principal processo usado na união permanente de peças metálicas, permitindo a

montagem de conjuntos com rapidez, segurança e economia de material. Contudo, particularmente os processos por fusão, como o que será abordado adiante, envolvem o aquecimento intenso e localizado da região a unir. Essas regiões tendem a sofrer dilatação, porém esse processo é dificultado pelas partes adjacentes submetidas a temperaturas menores, o que causa o aparecimento de deformações elásticas e até mesmo plásticas. Como resultado, tensões internas residuais e distorções de forma se desenvolvem na junta, podendo afetar o desempenho da estrutura, o que faz necessário seu estudo para prevenção e controle.

Kou (2003) ilustra o desenvolvimento das tensões residuais de origem térmica considerando o aquecimento e o resfriamento sob estricção. A Figura 9 mostra três barras metálicas idênticas conectadas a dois blocos rígidos. Todas as três barras estão inicialmente à temperatura ambiente. Somente a barra do meio é aquecida, mas sua expansão térmica é restrita pelas barras laterais.

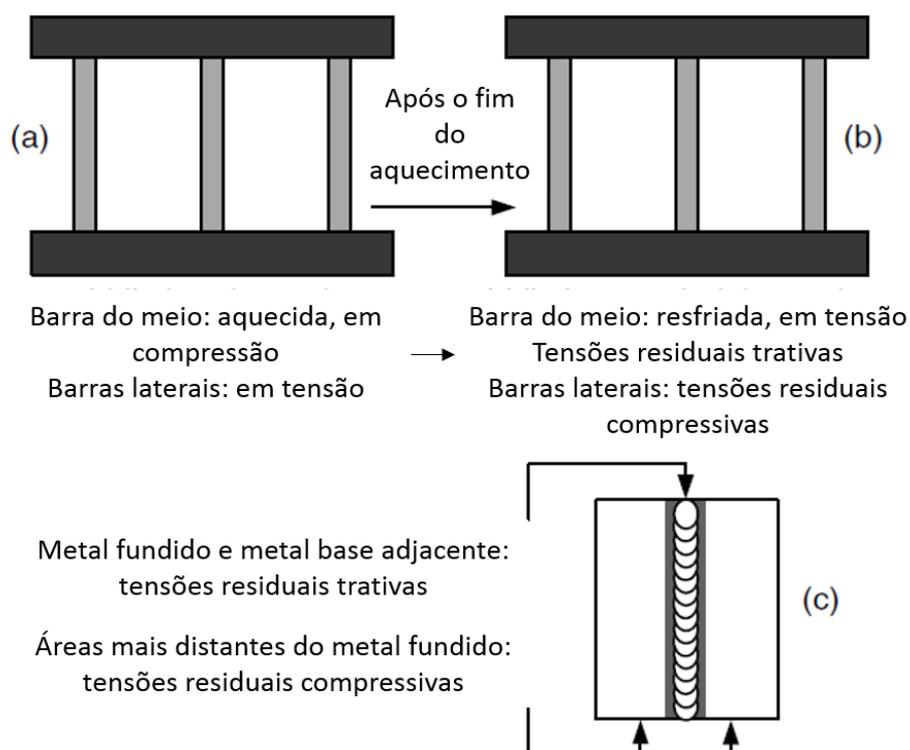


Figura 9 - Tensões termicamente induzidas: (a) durante o aquecimento; (b) durante o resfriamento; (c) tensões residuais na solda. Fonte: Adaptado de Gunn, (1997).

Conseqüentemente, tensões compressivas são produzidas na barra do meio, e elas aumentam com o aumento da temperatura até o ponto em que a tensão de escoamento de compressão é atingida. A tensão de escoamento representa o limite superior de tensões em um material, no qual ocorre deformação plástica. Quando o aquecimento acaba e a barra do meio inicia seu resfriamento de modo à retornar à temperatura ambiente, sua contração térmica é impedida pelas barras laterais (Figura 9b). Conseqüentemente, as tensões compressivas na barra do meio cessam rapidamente, se tornando tensões trativas e aumentando com o decréscimo da temperatura até que a tensão de escoamento trativa é atingida. Então, uma tensão residual trativa igual à tensão de escoamento à temperatura ambiente se inicia na barra do meio quando ela resfria até a temperatura ambiente. A tensão residual nas barras laterais é compressiva e sua magnitude é igual a metade da tensão trativa na barra do meio.

A grosso modo, o metal soldado e o metal base adjacente são análogos à barra do meio, enquanto as áreas mais distantes da solda são análogas às barras laterais. Essa comparação é possível uma vez que a expansão e a contração do metal soldado e o metal base adjacente são impedidas pelo material mais afastado da zona soldada. Conseqüentemente, até o resfriamento à temperatura ambiente, tensões residuais existem na região soldada e no metal base adjacente, enquanto tensões residuais compressivas existem em áreas mais distantes da solda (Kou, 2003).

Uma representação esquemática da mudança de temperatura ( $\Delta T$ ) e das tensões residuais ( $\sigma_x$ ) durante a soldagem pode ser observada na Figura 10. A área hachurada M-M' é a região submetida a deformação plástica. A seção A-A está distante da poça de fusão e, por isso, não é afetada significativamente pela injeção de calor, logo a mudança de temperatura durante a soldagem,  $\Delta T$ , é igual a zero. Já na seção B-B há um elevado gradiente térmico, uma vez que intercepta a poça de fusão. Esse gradiente diminui à medida em que se afasta da poça de fusão e, ao longo da seção C-C, a uma distância razoável da solda, a distribuição de temperaturas tem variações mais amenas, até se tornar uniforme em D-D, ainda mais distante da solda.

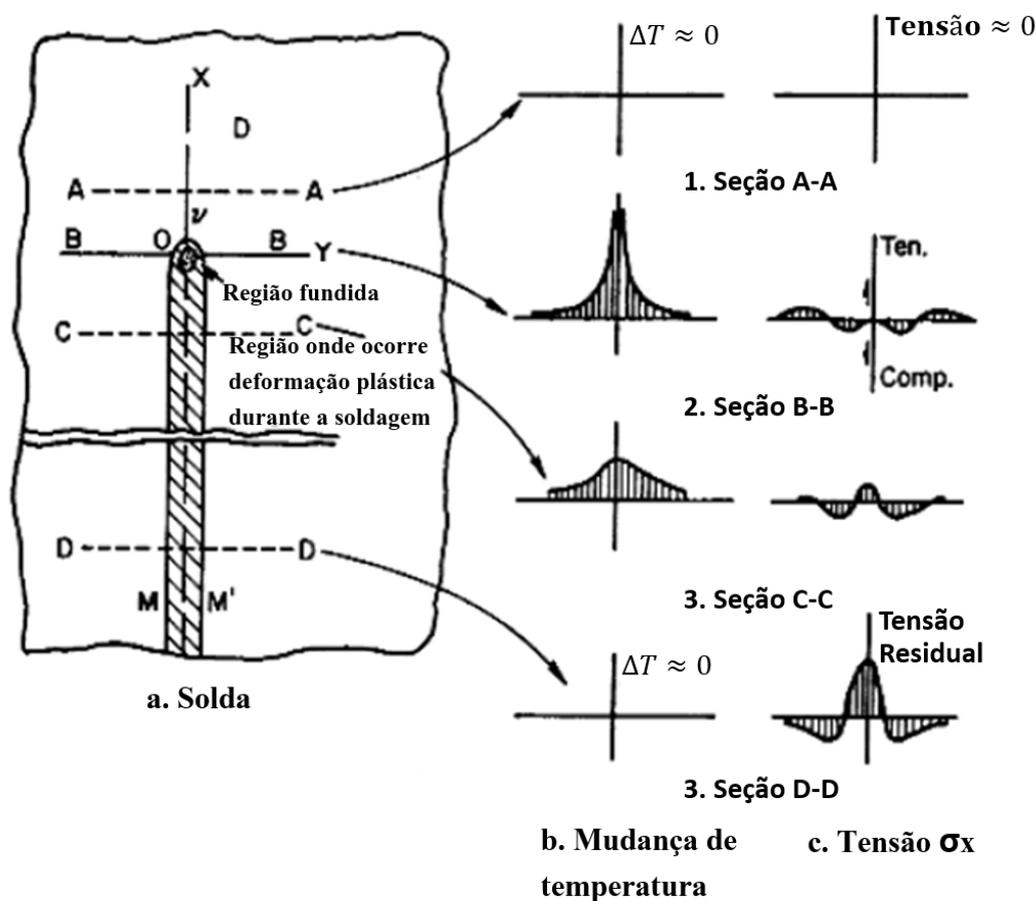


Figura 10 - Mudanças na temperatura e no estado de tensões durante a soldagem. Fonte: Adaptado de (Gunn, 1997).

Porém, a tensão induzida termicamente ao longo da direção longitudinal,  $\sigma_x$ , tem uma variação bem diferente da temperatura. Na seção A-A, não afetada pelo calor, as tensões residuais são nulas. Em B-B,  $\sigma_x$  é próxima a zero na região coincidente com a poça de fusão, uma vez que seu estado físico não proporciona resistência alguma para o suporte de carregamentos. Nas regiões mais distantes da poça de fusão, as tensões se tornam compressivas ( $\sigma_x$  negativo) uma vez que a expansão dessas áreas é impedida pelo metal adjacente, que se encontra em temperaturas mais baixas. Devido à baixa tensão de escoamento do metal aquecido nessas áreas,  $\sigma_x$  atinge a tensão de escoamento do metal base à temperatura correspondente. Nas áreas mais distantes da solda,  $\sigma_x$  é trativa e balanceado pelas tensões compressivas próximas à solda.

Ao longo da seção C-C o metal soldado e o metal base adjacente já sofreram resfriamento, e têm uma tendência a se contrair, produzindo então tensões trativas ( $\sigma_x$  é positiva). Nas áreas adjacentes,  $\sigma_x$  é compressiva. Finalmente, como a seção D-D está bem distante da fonte de calor, a distribuição de tensões não é significativa, sendo constituída apenas das tensões residuais atuantes.

### 3.3.2. Tensões residuais em Tensões residuais em aço duplex

Materiais bifásicos, tal como o aço inoxidável duplex, não são homogêneos, e cada fase do material terá uma resposta diferente à aplicação de tensão. Uma vez que ambas as fases têm diferentes coeficientes de expansão térmica, tensões térmicas surgem durante o resfriamento de elevadas temperaturas (Johansson et al., 1999), além de apresentarem diferentes respostas quando o material é submetido à deformação. A essas tensões residuais, dá-se o nome de microtensões homogêneas, tipo II ( $\sigma^{II}$ ).

Embora seja possível mensurar a deformação em cada fase, sabe-se que o valor diretamente encontrado pela difratometria de raios X permite obter uma tensão total média da região em que está sendo efetuada a análise e, portanto, leva em consideração a deformação macro, a que todo material está submetido, e micro, que é a resposta de cada fase à tensão (Lindgren and Lepistö, 2003). A relação entre as tensões total, macro e micro é dada pela equação 3:

$$\langle Total \sigma_{ij}^{\alpha} \rangle = Macro\sigma_{ij} + \langle Micro \sigma_{ij}^{\alpha} \rangle. \quad (3)$$

Assim, para utilizar a difração de raios X para determinar os diferentes níveis de tensão residual, utiliza-se a equação 4, a partir da qual é possível obter a macrotensão residual com base na tensão residual de cada fase, bem como o teor de cada fase na amostra.

$$(V_{\alpha})\langle Total \sigma_{ij}^{\alpha} \rangle + (V_{\beta})\langle Total \sigma_{ij}^{\beta} \rangle = Macro\sigma_{ij}. \quad (4)$$

### 3.3.3. Métodos para a determinação de tensões residuais

As técnicas de medição de tensão residual podem ser definidas em três categorias – destrutivas, semidestrutivas e não destrutivas – de acordo com o dano que causam no material. As técnicas destrutivas impossibilitam o uso do corpo-de-prova após o ensaio, enquanto as semidestrutivas não comprometem a integridade do material e, por fim, as não destrutivas não provocam dano algum ao material. Dentre as principais de cada categoria, podem ser citadas a técnica de seccionamento e do furo cego, como destrutiva, e as difrações de raios X, de nêutrons, ultra-som e análise de ruído de Barkhausen, como não-destrutivas (Ceglias, 2012).

As primeiras séries de ensaios desenvolvidos para obtenção da tensão residual baseavam-se na destruição do componente em busca de seu estado de equilíbrio, e sua tensão residual era determinada pela relaxação da amostra. Porém, essa metodologia é bem limitada, uma vez que não se baseia na própria relaxação da amostra – movimento, deformação e fratura - mas nas consequências da relaxação dos esforços (Jairo Aparecido Martins, 2004).

Ensaio destrutivo para determinação da tensão residual em geral são compostos pelos seguintes estágios:

1. Criação de um estado de tensão no componente por usinagem ou remoção de camadas;
2. Medição do movimento do componente ou sua deformação, para verificação da mudança local do nível de tensão;
3. Cálculo da tensão residual como função da deformação medida por meio da teoria da elasticidade, método analítico ou método de elementos finitos (Figura 11).

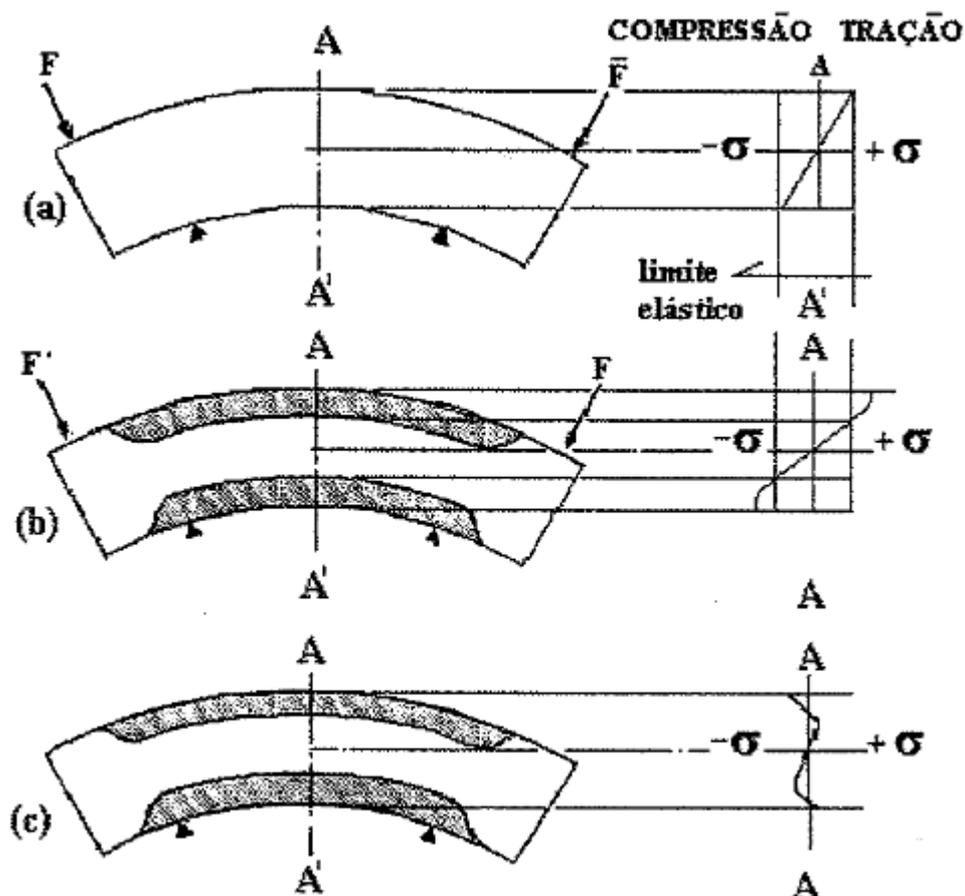


Figura 11 - Tensão residual determinada pela deformação plástica em flexão. Fonte: (Cullity, 1956).

Dentre as técnicas não destrutivas, a difração de raio X é de uso recorrente, já que, para uma maioria de casos, se mostra mais simples e eficaz que as demais. Ela será especificada a seguir.

Técnicas baseadas em propriedades sensíveis a tensão, também não destrutivas, medem alterações de alguma propriedade do material e as associam com as deformações elásticas presentes na região medida. Técnicas com ultrassom fazem uso da velocidade de propagação do som para estimar o estado de tensão no material. Técnicas de dureza são baseadas em pequenas variações na dureza do material com a presença de tensões elásticas. Já as técnicas magnéticas, utilizadas principalmente em aços, correlacionam as variações de propriedades magnéticas de materiais ferromagnéticos com as tensões elásticas. Das técnicas citadas, apenas a última é utilizada fora de

laboratórios, uma vez que pode ser efetuada por meio de dispositivos portáteis (Marcilio Haddad Andrino, 2003).

Técnicas de fissuração são baseadas na avaliação qualitativa do padrão de fissuração desenvolvido em corpos de prova colocados em ambientes capazes de formar trincas induzidas pelo estado de tensões dos corpos de prova. As trincas são, em geral, desenvolvidas por fragilização por hidrogênio ou por corrosão sob tensão.

Dentre os diversos métodos capazes de determinar a tensão residual num material, a correta técnica a ser empregada varia conforme a situação, e depende de parâmetros tais como a geometria do componente, o local onde será realizada a medida, o tempo disponível para a medida e apresentação dos resultados, precisão e repetitividade do método e custo final da medida.

É importante salientar, contudo, que por nenhuma técnica é possível fazer a medição direta da tensão residual. Todos os métodos requerem medidas de algumas propriedades intrínsecas como, por exemplo, a deformação.

#### 3.3.3.1. Difração de raios x

A determinação das tensões residuais por difração de raios X, além de não ter caráter destrutivo, é de elevada confiabilidade. Além disso, ela é *Phase Sensitive*, ou seja, é capaz de diferenciar as fases existentes no material, e pode ser utilizada para medir tanto micro quanto macro tensões. Porém, vale ressaltar que as tensões medidas são essencialmente superficiais, já que a profundidade máxima alcançada é de 10 $\mu$ m. Além disso, somente pode ser utilizada se a quantidade de fases precipitadas e microconstituintes for inferior a 3% em volume da estrutura.

A técnica em questão se utiliza de feixes de raios X para determinar o espaçamento entre planos da rede cristalina dos materiais, conforme a Figura 12:

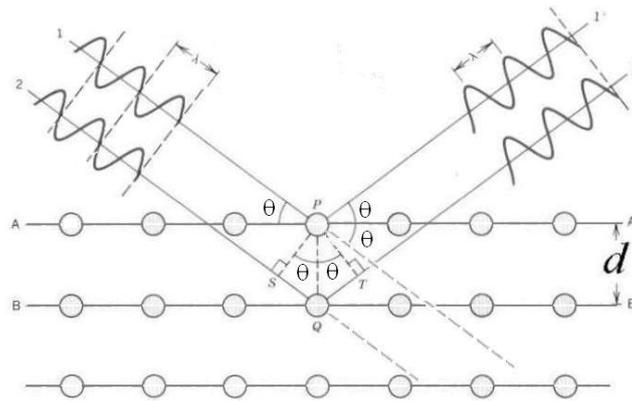


Figura 12 - Esquema da difração na condição de Bragg. Fonte: (Callister and Rethwisch, 2007).

A figura acima mostra a reflexão de um feixe de raios X incidente em planos paralelos da estrutura cristalina de um material. A difração ocorre quando há interferência construtiva entre as ondas, de acordo com a lei de Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin\theta. \quad (5)$$

Onde:

$n$  = ordem de difração

$\lambda$  = comprimento de onda do feixe incidente

$d$  = distância entre os planos

$\theta$  = ângulo de difração do plano

A ocorrência ou não de difração depende da diferença de caminho percorrido pelos raios X e do comprimento de onda da radiação incidente ( $\lambda$ ). Para um mesmo valor de  $\lambda$ , a variação da distância entre planos resultará em uma mudança no ângulo de difração. É, portanto, a medida das distâncias interplanares dá o indicativo da deformação e, conseqüentemente, do campo de tensões residuais atuantes.

Tensões trativas são constatadas pela diminuição de  $\theta$ , causada pelo aumento da distância entre planos. Já as tensões compressivas causam um aumento de  $\theta$ , dada a diminuição da distância entre planos.

### 3.4. DIFUSIVIDADE TÉRMICA

O método de medição de difusividade térmica utilizado neste estudo foi o Método Flash Laser desenvolvido por Parker et al. (1961). Este método é baseado na solução analítica da equação de difusão térmica unidimensional (Knyazeva and Pohl, 2013). O método consiste na utilização de uma amostra cilíndrica, submetida a condições adiabáticas, a qual recebe um pulso de laser inicial em uma das faces. Dessa forma, na face oposta é medida a variação no perfil de temperatura e obtida uma curva de temperatura experimentalmente. A partir daí, é possível determinar a espessura da amostra e o tempo necessário para que o aumento de temperatura na face posterior da amostra atinja a metade do seu valor máximo, cujos valores serão utilizados em uma fórmula sugerida por Parker et al. (1961) para a determinação da difusividade térmica do material estudado.

A seguir é apresentado o Método Flash Laser (Parker et al., 1961) e seus fundamentos. Esse é o procedimento utilizado neste trabalho para a determinação da difusividade térmica.

#### 3.4.1. Fundamentos de difusividade térmica

A difusividade térmica é definida, para um dado material, como a razão entre a sua capacidade de conduzir calor, e sua capacidade de armazenar calor. Ou seja,

$$\text{Difusividade térmica} = \frac{\text{Capacidade de conduzir calor}}{\text{Capacidade de armazenar calor}} \quad (6)$$

São várias as propriedades da matéria que influenciam na transferência de calor, denominadas *propriedades termofísicas*. Elas podem ser subdivididas entre duas categorias: as *propriedades de transporte* e as *propriedades termodinâmicas*. As propriedades de transporte incluem os coeficientes de taxa de difusão, tais como a condutividade térmica (k) para o caso da transferência de calor, e a viscosidade cinemática (ν) para a transferência de momento. Já as

propriedades termodinâmicas dizem respeito ao estado de equilíbrio do sistema, tais como a densidade ( $\rho$ ) e o calor específico ( $c_p$ ). Já o produto de ambas,  $\rho c_p$  ( $J/(m^3/K)$ ), denominado capacidade calorífica volumétrica ( $Q$ ), mede a capacidade de um material de armazenar energia térmica (Bergman et al., 2011).

Então, em análises de transferência de calor, a razão entre a condutividade térmica e a capacidade calorífica pode ser reescrita como:

$$\alpha = \frac{k}{Q} = \frac{k}{\rho \cdot c_p}.$$

Materiais com elevados  $\alpha$  responderão mais rapidamente a mudanças nas condições térmicas a eles impostas, enquanto materiais com reduzidos  $\alpha$  responderão mais lentamente, levando mais tempo pra atingir a condição de equilíbrio (Bergman et al., 2011).

Vale ressaltar que a precisão dos cálculos de engenharia está intimamente ligada à exatidão com que são conhecidas as propriedades termofísicas. Não são raros os casos em que defeitos de equipamentos, de projeto de processos ou mesmo de não atendimento de especificações de performance são atribuídos a informações erradas associadas à seleção de valores de propriedades-chaves utilizados na análise inicial do sistema (Bergman et al., 2011).

A seleção de dados, bem como o conhecimento de tais propriedades para o material de trabalho são partes importantes no projeto de engenharia, o que reforça a necessidade de investigar a difusividade térmica do aço UNS S32304 previamente à sua aplicação em projetos. Isso reforça o caráter inédito do trabalho, uma vez que ainda não há dados publicados acerca da difusividade térmica do material analisado. Não obstante, é visada também a possível correlação entre essa propriedade e alterações no estado de tensões e na microestrutura do material, causadas por tratamento térmico e soldagem, e ainda não encontradas na literatura. O método que segue, utilizado para a aferição da

tensão residual, também é inédito e foi desenvolvido pelo próprio programa de pós-graduação.

### 3.4.2. Método Flash Laser para a determinação da difusividade térmica

Considere um disco como uma placa plana infinita e de espessura muito fina, onde o fluxo de calor é unidimensional e perpendicular às faces paralelas da amostra. A análise de temperatura em suas faces é feita em função do espaço e do tempo,  $T(x,t)$ , que após receber o pulso do laser está sobre uma diferença de temperatura entre suas faces (Grossi, 2003). Para um gradiente de temperatura entre as faces da amostra e considerando um sistema unidimensional, devido às condições de contorno adiabáticas, podemos utilizar a série de Fourier para a resolução do problema:

$$T(x,t) = \frac{a_0}{2} + \sum_{n=1}^{\infty} \left[ a_n \cos \frac{n\pi x}{L} + b_n \sin \frac{n\pi x}{L} \right]. \quad (7)$$

Para o intervalo  $0 < x < L$ , a função  $T(x,t)$  comporta-se como uma função par, portanto podemos representá-la como uma soma de cossenos:

$$T(x,t) = \frac{a_0}{2} + \sum_{n=1}^{\infty} \left[ a_n(t) \cos \frac{n\pi x}{L} \right]. \quad (8)$$

Pelas fórmulas de Euler-Fourier:

$$a_n = \frac{1}{L} \int_{-L}^L T(x,t) \cos \frac{n\pi x}{L} dx. \quad (9)$$

Pelo conceito de integrais simétricas para funções pares:

$$a_n = \frac{2}{L} \int_0^L T(x, t) \cos \frac{n\pi x}{L} dx. \quad (10)$$

Para  $n=0$ :

$$a_0 = \frac{2}{L} \int_0^L T(x, t) dx. \quad (11)$$

Utilizando a equação de transporte de calor:

$$\begin{aligned} \frac{\partial T(x, t)}{\partial t} &= \alpha \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2}. \\ \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\partial a_n(t)}{\partial t} \cos \frac{n\pi x}{L} &= \alpha \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2}. \end{aligned} \quad (12)$$

Calculando o lado direito da expressão:

$$\begin{aligned} \frac{\partial T(x, t)}{\partial x} &= - \sum_{n=1}^{\infty} a_n(t) \frac{n\pi}{L} \sin \frac{n\pi x}{L}. \\ \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} &= - \sum_{n=1}^{\infty} a_n(t) \frac{n^2 \pi^2}{L^2} \cos \frac{n\pi x}{L}. \end{aligned} \quad (13)$$

Logo, substituindo a equação 13 na equação 12 e integrando esta:

$$\int_0^L \sum_{n=1}^{\infty} \cos \frac{n\pi x}{L} \frac{da_n(t)}{dt} dx = -a \int_0^L \sum_{n=1}^{\infty} a_n(t) \frac{n^2 \pi^2}{L^2} \cos \frac{n\pi x}{L} dx. \quad (14)$$

Manipulando a equação 14:

$$\sum \left[ \frac{da_n(t)}{dt} + a_n(t) \frac{n^2 \pi^2 a}{L^2} \right] \underbrace{\int_0^L \cos \frac{n\pi x}{L} \cos \frac{n\pi x}{L} dx}_s = 0. \quad (15)$$

O termo  $s$  é diferente de zero de acordo com a regra da ortogonalidade:

$$\begin{aligned} \frac{da_n(t)}{dt} + a_n(t) \frac{n^2 \pi^2 a}{L^2} = 0 &\rightarrow \frac{da_n(t)}{dt} = -a_n(t) \frac{n^2 \pi^2 a}{L^2} \\ \rightarrow \int_0^t \frac{-n^2 \pi^2 a}{L^2} dt = \int_0^t \frac{da_n(t)}{a_n(t)} &\rightarrow \frac{-n^2 \pi^2 at}{L^2} = \ln[a_n(t)] - \ln[a_n(0)] \\ \rightarrow \ln \left[ \frac{a_n(t)}{a_n(0)} \right] = -\frac{n^2 \pi^2 at}{L^2} &\rightarrow a_n(0) = a_n(t) \exp \left( \frac{n^2 \pi^2 at}{L^2} \right). \end{aligned} \quad (16)$$

Substituindo a equação 16 em 10 e isolando o termo  $a_n(t)$ :

$$a_n(t) = \frac{2}{L} \exp \left( \frac{-n^2 \pi^2 at}{L^2} \right) \int_0^L T(x, 0) \cos \frac{n\pi x}{L} dx. \quad (17)$$

Substituindo 11 e 17 em 8:

$$T(x, t) = \frac{1}{L} \int_0^L T(x, 0) dx + \frac{2}{L} \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \cos \frac{n\pi x}{L} \int_0^L T(x, 0) \cos \frac{n\pi x}{L} dx. \quad (18)$$

Onde:

$\alpha$  é a difusividade térmica.

Se um pulso sob a forma de um feixe de energia radiante  $Q$  [J/m<sup>2</sup>] é instantânea e uniformemente absorvido em uma pequena profundidade  $g$  da superfície frontal  $x = 0$  de um sólido de espessura  $L$  [m] isolado termicamente, a distribuição de temperatura neste instante é dada por  $T(x, 0) = Q/(\rho c_p g)$  para  $0 < x < g$  e  $T(x, 0) = 0$  para  $g < x < L$ .

A partir desta condição inicial, a equação é desenvolvida para:

$$T(x, t) = \frac{Q}{\rho c_p L} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \cos \frac{n\pi x}{L} \frac{\sin \frac{n\pi g}{L}}{\frac{n\pi g}{L}} \right]. \quad (19)$$

Já que  $g$  é muito pequena para materiais opacos, tem-se que:  $\sin \frac{n\pi g}{L} \approx \frac{n\pi g}{L}$ .

Logo, a temperatura para qualquer instante de temperatura na face oposta ( $x=L$ ) é dada por:

$$T(x, t) = \frac{Q}{\rho c_p L} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(\alpha \frac{-n^2 \pi^2}{L^2} t\right) \right]. \quad (20)$$

Assim, é possível definir dois parâmetros adimensionais:

$$V(L, t) = \frac{T(L, t) - T_0}{T_M - T_0} = \frac{\Delta T(L, t)}{\Delta T_m}, \quad (21)$$

$$\omega = \frac{\pi^2 \alpha t}{L^2}. \quad (22)$$

Observe que  $V(L, t)$  é o acréscimo adimensional de temperatura na face posterior da amostra. Dessa forma, podemos reescrever a equação 20 como:

$$V(L, t) = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \omega). \quad (23)$$

De acordo com a equação acima, Parker et al. (1961) plotaram o seguinte gráfico:

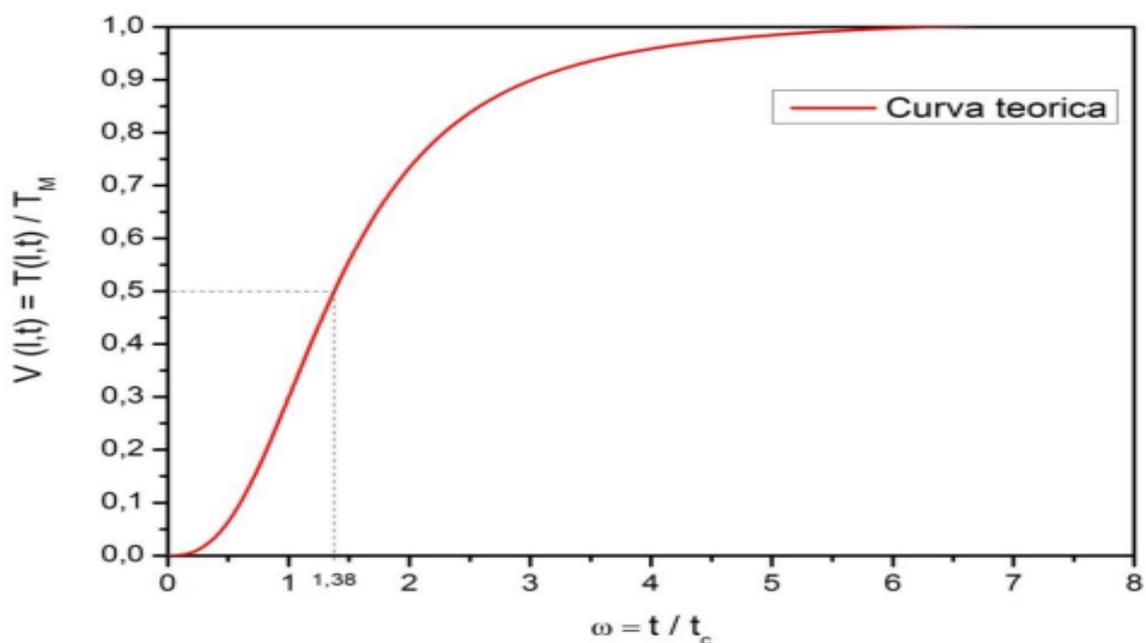


Figura 13 - Medidas de difusividade térmica através do Método Flash Laser.

Parker sugeriu que se utilizando da equação 23, quando  $V$  é igual a 0,5,  $\omega$  é igual a 1,38. Assim, substituindo estes valores na equação 22, tem-se:

$$\alpha_0 = 1,38 \frac{L^2}{\pi^2 t_{1/2}}. \quad (24)$$

onde  $t_{1/2}$  é o tempo necessário para que o aumento de temperatura na face oposta da amostra seja a metade do valor máximo. Dessa forma, é possível encontrar a difusividade térmica de um determinado material conhecendo-se as dimensões da amostra ( $L$ ) e o tempo em que o aumento de temperatura seja metade do valor máximo ( $t_{1/2}$ ).

No entanto, o Método Flash Laser faz diversas considerações de modo a simplificar a solução analítica desenvolvida acima, as quais podem gerar elevados erros nas medidas de difusividade, como os efeitos de tempo finito de pulso e os de trocas térmicas. Quando a duração do pulso de energia  $t$  é comparável ao tempo característico de difusão  $t_c$ , o pulso não pode ser considerado instantâneo. O pulso de calor pode então ser aproximado por:

$$Q(t) = Q_0 \left[ \frac{(t_c - t)}{t^2} \right] \quad (0 < t < t_c) \quad (25)$$

$$Q(t) = 0 \quad (t_c > t).$$

Portanto, é necessária a aplicação de procedimentos que considerem tais efeitos para a realização de correções nos resultados. Assim, utiliza-se um fator de correção ( $\tau$ ) e o valor corrigido da difusividade térmica é dado por:

$$\alpha = \tau \cdot \alpha_0. \quad (26)$$

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. MATERIAL

O material analisado foi o UNS S32304, um aço inoxidável duplex de baixa liga. Ligas duplex de categoria 2304 caracterizam-se por serem aços inoxidáveis bifásicos, ferrítico-austenítico, com 23% de cromo, 4% de níquel e livres de molibdênio. De boa resistência à corrosão e propriedades mecânicas até duas vezes superiores às grades austeníticas, sua utilização permite a economia de peso, particularmente para aplicações em caldeiras de pressão, além de ser utilizado em indústria de polpas e papeis, soluções cáusticas, ácidos orgânicos e indústria alimentícia.

Entretanto, seu uso é restrito à faixa de temperaturas entre -50 °C e 300 °C. O limite inferior se deve à ocorrência e transição dúctil-frágil que ocorre nesses aços quando submetidos a temperaturas abaixo de -50 °C. Já o limite superior é dado à sua sensibilidade à precipitação de fases secundárias indesejáveis no intervalo de temperatura entre 300 °C e 1000 °C, as quais provocam a diminuição da tenacidade juntamente com as propriedades de corrosão.

Nas tabelas a seguir encontram-se, respectivamente, a composição química da categoria (Tabela 1) além das propriedades físicas (Tabela 2) e mecânicas (Tabela 3) do material.

Tabela 1 - Composição química da liga 2304

%C	%Mn	%P	%S	%Si	%Cr	%Ni	%Cu	%Mo	%N	Fe
0,03	2,50	0,040	0,030	1,00	21,50-	2,00-	0,05-	0,05-	0,05-	Balanço
máx.	máx.	máx.	máx.	máx.	24,50	5,50	0,60	0,60	0,20	

Tabela 2 - Propriedades físicas da liga 2304

Densidade	0.284 lbs/in <sup>3</sup> , 7.86 g/cm <sup>3</sup>
Condutividade térmica: Btu/ft.h.°F (W/m.°K) a 68-212°F (20-100°C)	9.0 (17.0)
Coeficiente de expansão térmica: in/in.°F (µm/m.K)	32- 212°F 6.97 x 10 <sup>-6</sup> (13.0)
Módulo de elasticidade: ksi (MPa)	29.0x 10 <sup>3</sup> (200 x 10 <sup>3</sup> ) em tensão
Permeabilidade magnética:	Ferromagnético
Ponto de fusão:	2570/2660°F (1410/1460°C)

Tabela 3 - Propriedades Mecânicas da liga 2304

<b>Recozido</b>	
Limite de resistência à tração:	110 KSI min (758 MPa min)
Limite de escoamento: (0.2% offset)	65 KSI min (448 MPa min)
Alongamento:	30% min
<b>Temperado</b>	
2304 pode ser laminado a frio em diferentes temperaturas. Por isso, faz-se necessário contatar serviços técnicos para informações mais precisas	2570/2660 °F (1410/1460 °C)

Os aços da categoria 2304 podem ser comercializados tanto bobinados, na forma de faixa, lâmina ou fita, quanto em forma de fios, perfilados, roliços, chatos

ou quadrados. Para o estudo em vogue, o material foi recebido na forma de fita, com dimensões de 72,0 mm de largura por 1,8 mm de espessura, conforme a Figura 14. A Tabela 4 apresenta a composição química fornecida pelo fabricante.



Figura 14 - Tira de aço inoxidável UNS S32304 como recebida. A seta indica a direção de laminação. Fonte: (Machado, 2015)

Tabela 4 - Composição química fornecida pelo fabricante

%C	%Mn	%P	%S	%Si	%Cr	%Ni	%Cu	%Mo	N	%Ni	%Ti	%Co
0,16	1,4	0,023	0,001	0,250	22,20	3,52	0,4171	0,255	1030	3,52	0,0041	0,090

#### 4.2. Metodologia

De modo a quantificar os impactos causados pelo tratamento térmico e pela soldagem do material, o aço UNS S32304 foi ensaiado em variadas condições. Parâmetros tais como a dureza, a tensão residual e a difusividade térmica foram aferidos, comparados e correlacionados entre si.

Anteriormente, uma série de análises foi realizada por Machado (2015), com o objetivo de caracterizar e diagnosticar o comportamento do aço UNS S32304. A metodologia utilizada é tal como segue. No recebimento do material, foi realizada sua caracterização química via fluorescência. Em seguida, foi separada uma

amostra para que o material fosse analisado na condição conforme recebido, afim de servir como parâmetro para os demais resultados.

No decorrer do projeto, amostras de material como recebido foram soldadas aos pares de maneira autógena pelo processo TIG. As amostras soldadas foram separadas, afim de que cada uma representasse uma condição diferente. Assim, uma amostra não sofreu tratamento térmico, enquanto a outra foi tratada termicamente a 600 °C. O tratamento foi feito em forno tipo mufla, tendo permanecido no forno por 8 horas a 600 °C. Decorrido esse tempo, a amostra foi resfriada em ar. Após devidamente preparadas, todas as amostras foram submetidas à microscopia óptica e a ensaios de dureza, sendo que, naquelas soldadas, foi realizado o mesmo número de identificações para as regiões de metal base, zona termicamente afetada e zona fundida. A tensão residual foi então aferida, utilizando o difratômetro de raios X.

O fluxograma ilustrado na Figura 15 apresenta resumidamente as etapas da metodologia adotada por Machado, (2015) para realização do projeto, enquanto a Tabela 5 apresenta os diferentes métodos de caracterização nas amostras.

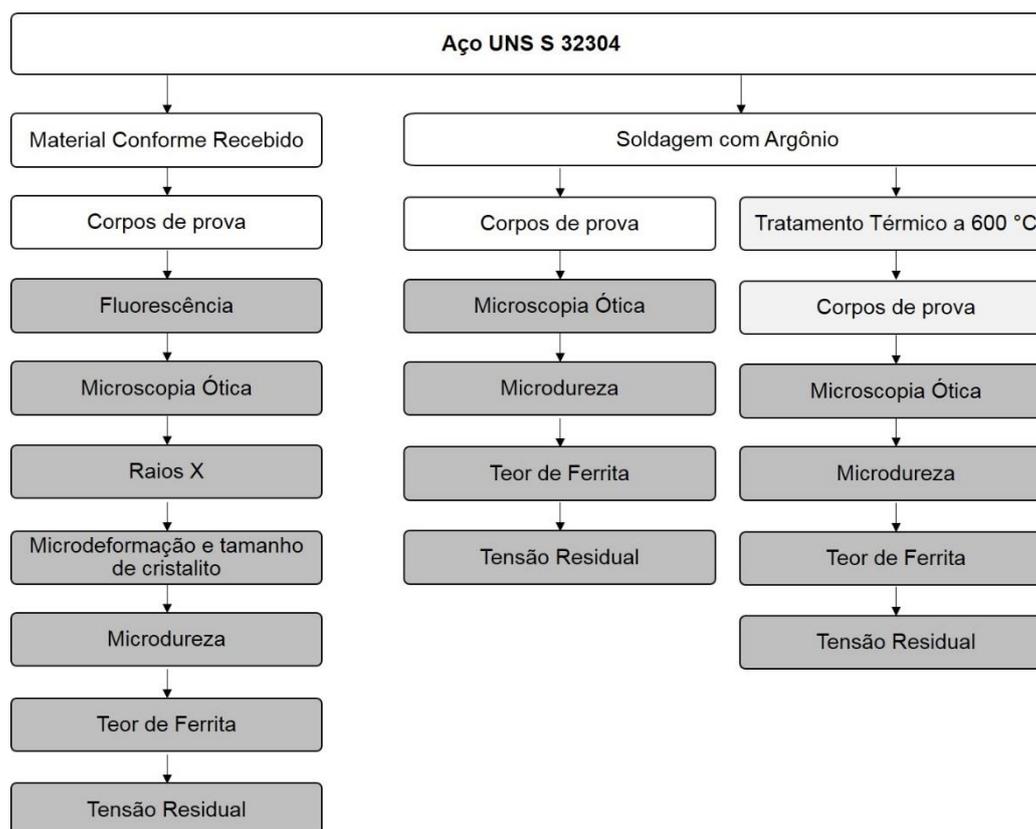


Figura 15 - Fluxograma da metodologia adotada

Tabela 5 - Métodos utilizados para caracterização das amostras

	Como recebida	Apenas soldada	Soldada e tratada termicamente
Fluorescência	X		
Microscopia Ótica	X	X	X
Identificação de fase por Raios X	X		
Microdeformação e tamanho do cristalito	X		
Microdureza	X	X	X
Teor de ferrita	X	X	X
Tensão residual	X	X	X

Vale ressaltar que, no estudo de Machado (2015), amostras soldadas com variação do gás de proteção e tratadas termicamente em diferentes

temperaturas também foram analisadas. Porém, no presente trabalho, apenas as amostras de material conforme recebido e as soldadas com argônio, com e sem tratamento térmico a 600 °C, tiveram suas medidas retomadas para que pudessem ser correlacionadas com as medidas de difusividade térmica.

Já para a análise de difusividade térmica, as três amostras foram preparadas da mesma maneira: uma foi preparada com o material na condição conforme recebido, enquanto duas seguiram para a soldagem TIG com proteção atmosférica de argônio. De ambas, uma foi submetida a tratamento térmico em mufla por 8 horas a 600 °C, com posterior resfriamento em ar. Em seguida, utilizou-se o método flash para medir a difusividade térmica das amostras, nas regiões de metal base, zona termicamente afetada e zona fundida. O valor encontrado para a amostra de material conforme recebido foi comparado àquele fornecido pelo fabricante, de modo a assegurar a eficácia do método. Os valores encontrados nas demais amostras visaram avaliar os efeitos da soldagem e do posterior tratamento térmico sobre a difusividade térmica ao longo da amostra. O fluxograma dessas atividades está descrito na Figura 16.

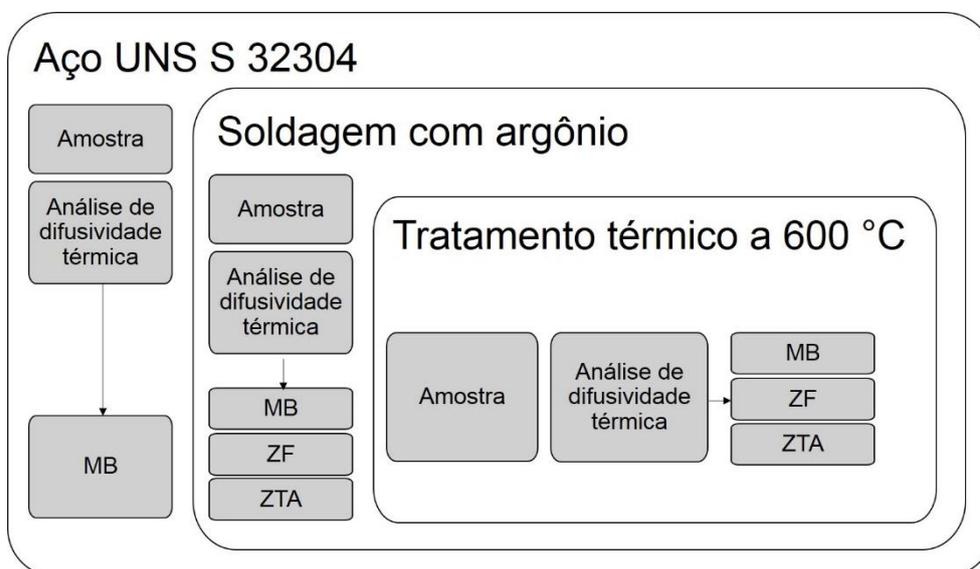


Figura 16 - Fluxograma das atividades realizadas

#### 4.2.1. Caracterização das amostras

##### 4.2.1.1. Fluorescência

O ensaio de fluorescência foi realizado de modo a obter a caracterização química do material. Foram utilizadas duas amostras de mesmo lote, porém de diferentes tiras, cuja preparação envolveu etapas de corte e ajuste da superfície. O corte, ilustrado na Figura 17, foi realizado utilizando serra de relojoeiro nº4, com lubrificação constante e óleo para corte roethenberger (rocut BR) e suspensão de diamante da marca Kemet (1-WM). A usinagem para retirada de rebarbas foi feita com um mini esmerilhador manual da marca Dremel 300-N/10, usando tubo lixa 408, e após foram realizados o lixamento e o polimento conforme os métodos usuais.



Figura 17 - Procedimento de corte para a preparação dos corpos de prova. Fonte: (Machado, 2015)

Após o preparo, os corpos de prova se encontravam conforme a Figura 18 abaixo, com um máximo de 30mm de diâmetro. Elas seguiram então para o laboratório de engenharia ambiental da UFES para a realização dos ensaios no espectroscópio de fluorescência, da marca Shimadzu EDX-720.

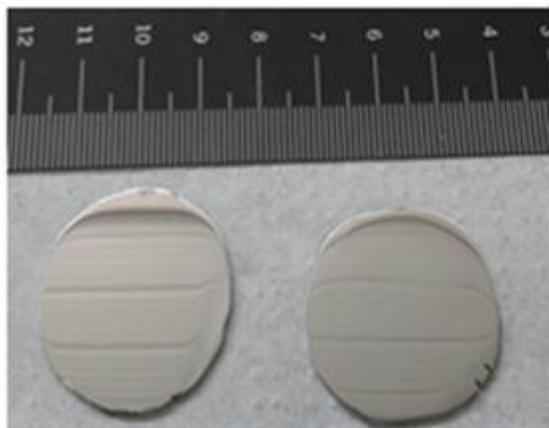


Figura 18 - Corpos de prova produzidos para o ensaio de fluorescência. Escala em centímetros. Fonte: (Machado, 2015).

#### 4.2.1.2. Microscopia ótica

Conforme descrito na metodologia, as amostras foram avaliadas no Laboratório TRICORRMAT (UFES) em todas as condições sob as quais foram submetidas: material conforme recebido, após soldagem e após soldagem procedida tratamento térmico a 600 °C. As amostras foram preparadas com procedimento padrão de embutimento em baquelite, na máquina Arotec PRE 30Mi, precedidas de lixamento (com lixas #220, #320, #400, #500, #600, #800 e #1200) e polimento, conforme pode ser observado na Figura 19.

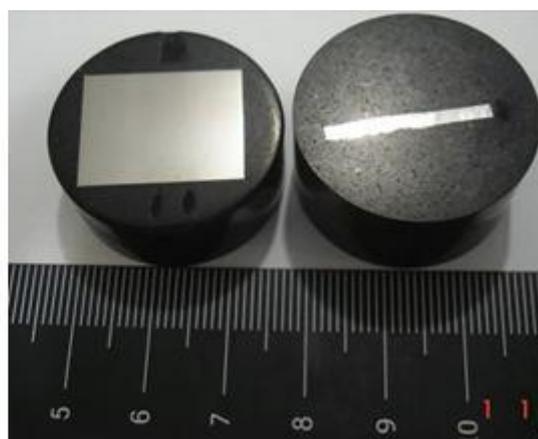


Figura 19 - Corpos de prova produzidos para ensaio de microdureza e microscopia ótica. Escala em centímetros. Fonte: (Machado, 2015).

A amostras de material conforme recebido foi analisada através de ataque eletrolítico 10N de KOH, 2,5V por 5s. Já nas amostras soldadas, houve a necessidade de maior acurácia na aquisição dos resultados, uma vez que desejava-se identificar a constituição microestrutural das mesmas. Por isso, o ataque foi realizado com solução de HNO<sub>3</sub> 40%, 2V por 40s. Todas as amostras também foram analisadas utilizando ataque eletrolítico com solução de óxido oxálico 10%, 6V, por 20s. O processo de secagem da superfície foi realizado por aspersão de álcool com evaporação estimulada por jato de ar quente. Os ensaios de microscopia ótica fizeram uso de lentes de aumento de 50, 200, 500 e 1000x.

A extensão da zona fundida e da zona termicamente afetada, que serviu de referência para a tomada de pontos nos ensaios de tensão residual e difusividade térmica, foi estimada com uso do estereoscópio. Para tal, a amostra soldada com argônio foi atacada com reagente Behara.

#### 4.2.1.3. Identificação das fases por difração de raios X

A difratometria de raios X foi utilizada para a determinação das fases presentes nas amostras. O difratômetro de raios X utilizado é da marca Rigaku com fonte de radiação monocromática CuK<sub>α</sub> de  $\bar{\lambda} = 0,15419$  nm, com tensão de 40 kV e corrente de 20 mA. As medidas varreram a faixa entre 10° e 155° (2θ), modo *step scan* com tempo de 2s, com as fendas descritas na Tabela 6 e passo de 0,02° (2θ).

Tabela 6 - Dados do ensaio de difração de raios X

<b>Fonde de radiação</b>	CuK <sub>α</sub>
<b>Comprimento de onda médio (<math>\bar{\lambda}</math>)</b>	0,15419 nm
<b>Tensão (U)</b>	40kV
<b>Corrente (i)</b>	20mA
<b>Faixa de varredura</b>	10° e 155° (2θ)

<b>Fendas de divergência</b>	$1/2^\circ$
<b>Fendas de divergência horizontal</b>	10mm
<b>Fenda de espalhamento</b>	$1/2^\circ$
<b>Fenda receptora</b>	0,3 mm

A função escolhida para ajuste dos picos foi a Pseudo-Voigt modificada (Thompson-Cox-Hastings).

Os resultados permitiram determinar a quantidade de cada fase presente na amostra de material conforme recebido, dados de tensão residual, tamanho de cristalito e parâmetros do reticulado.

#### 4.2.2. Microdureza

O ensaio de microdureza tipo Vickers foi realizado utilizando-se um microdurômetro da marca Pantec, modelo HDX-1000TM e penetrador com pré-carga de 10 gf e tempo de aplicação de 15 s. Foram realizadas 15 identações em cada amostra, aleatoriamente distribuídas sob a superfície da face superior das mesmas, uma vez que nessa região os grãos são maiores, facilitando a medida nas distintas fases. Para as amostras soldadas, foram realizadas identações em cada uma das regiões de análise – metal base, zona termicamente afetada e zona fundida.

Para possibilitar a distinção das fases austenítica e ferrítica, ataques químicos foram realizados ataques eletrolíticos 10N de KOH, 2,5 V por 5 s nas amostras de material conforme recebido e no metal base das amostras soldadas. Já nas zonas fundida e termicamente afetada das amostras soldadas, o ataque foi feito com solução de ácido oxálico 10%, 6 V durante 20 s.

#### 4.2.3. Soldagem

A junção dos corpos de prova foi feita pela soldagem TIG (Tungsten Inert Gas), de forma autógena utilizando corrente alternada e polaridade direta, conforme a Tabela 7 a seguir.

Tabela 7 - Parâmetros de soldagem

<b>Corrente média (<math>\bar{i}</math>)</b>	143 A
<b>Tensão (U)</b>	13 V
<b>Velocidade de solda (v)</b>	35 cm/min

O gás de proteção utilizado foi apenas argônio, com vazão de gás de 10 l/min. Foram produzidas duas amostras, cada uma com dimensões finais de 72 x 72 mm. O aparato utilizado para o procedimento de soldagem está ilustrado na Figura 20.



Figura 20 - Aparato para realização das soldas. Fonte: (Machado, 2015).

#### 4.2.4. Amostra soldada e tratada termicamente

Após a soldagem, uma das amostras foi submetida a tratamento térmico, de modo a avaliar o efeito do aquecimento sob a microestrutura ferrítica-austenítica do aço inoxidável duplex após a soldagem. O tratamento foi realizado em forno tipo mufla, no Preslab (UFES), onde as amostras permaneceram por 8 horas sob a temperatura a 600 °C, e após resfriadas ao ar.

A Tabela 8 identifica as amostras em pauta, bem como sua representação ao longo dos resultados apresentados no próximo capítulo.

Tabela 8 - Identificação das amostras

	Amostras sem solda	Amostras soldadas
Sem tratamento térmico	<b>CR</b>	<b>TA</b>
Tratadas termicamente	-	<b>TA 600</b>

#### 4.2.5. Tensão residual

##### 4.2.5.1. Medida de tensão residual total

De modo a quantificar as tensões residuais oriundas apenas do processo de soldagem e evitar a inserção de campos de tensões, as amostras foram submetidas a um polimento eletrolítico prévio para limpar a superfície. Assim, uma fina camada superficial foi removida com uma solução de 25% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> durante dez minutos.

Em seguida, foram realizadas as medições de raios X de acordo com a norma SAE HS-784 (2003). Para a amostra sem solda, apenas o ponto central foi analisado. Já para as amostras soldadas, os pontos analisados foram tomados na direção transversal ao cordão de solda, ao longo das três regiões de análise: metal base (MB), zona termicamente afetada (ZTA) e zona fundida (ZF).

Para quantificar o efeito das tensões residuais oriundas do processo de soldagem em ambas as fases do aço duplex separadamente, foram realizadas escalas de medições apenas para ferrita e, após, apenas para a austenita. Foram utilizadas máquinas de mesmo fabricante, porém, com configurações diferentes, conforme ilustrado na Tabela 9.

Tabela 9 - Resultados e condições experimentais dos ensaios de difração de raios X

<b>Fase</b>	<b>Plano</b>	<b>Intervalo angular (<math>2\theta</math>)</b>	<b>Comprimento de onda (nm)</b>	<b><math>\nu</math></b>	<b>E (GPa)</b>	<b>Local de medida</b>
Ferrita	(2 1 1)	152,5° a 159°	0,2291	0,186	201	CCTM-IPEN
Austenita	(4 2 0)	142° a 152°	0,15419	0,305	190	UFES

\*O  $\nu$  e o E utilizados foram obtidos da literatura e referem-se a DL (JOHANSSON et al., 1999)

Além disso, a posição na qual incidiu o feixe de raios X variou em função da fase medida, conforme a Figura 21. Para a ferrita, foi realizada uma medição no meio da amostra soldada, ou seja, na zona fundida. A partir daí, uma medição foi realizada a 3,5 mm de distância e as demais, em um intervalo regular de 2 mm da segunda, até a distância total de 19,5 mm do centro da solda. Já para a austenita, as três primeiras medições foram realizadas nas mesmas posições, e as demais, a 8,5, 10, 14 e 24 mm do centro da amostra.

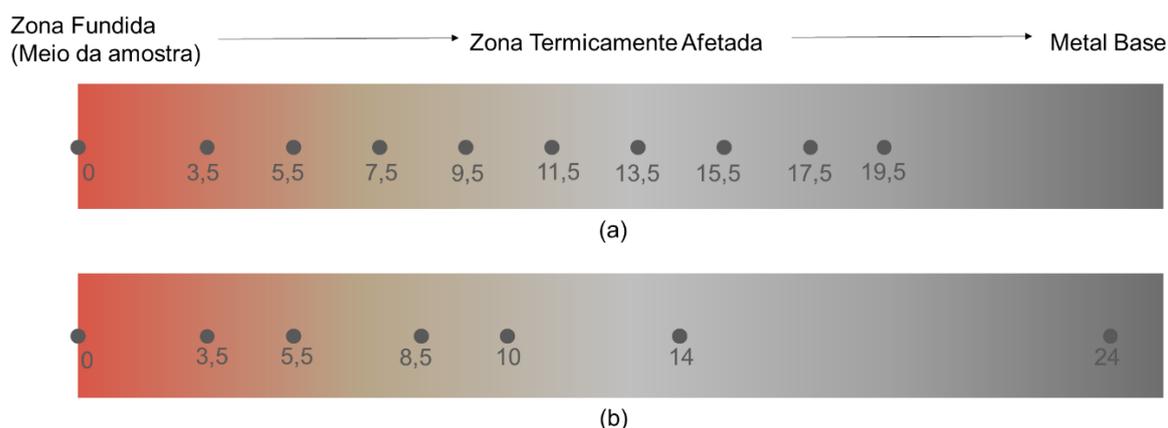


Figura 21 - Localização das medidas, em mm, de tensão residual nas amostras soldadas (a) para a fase ferrítica (b) para a fase austenítica.

O difratômetro utilizado em ambas as fases é da marca Rigaku, com geometria Bragg-Bretano. Seguem, na Tabela 10, as especificações utilizadas em ambas as fases, ferrítica ( $\alpha$ ) e austenítica ( $\gamma$ ). Vale ressaltar que, no caso da ferrita, foram utilizadas fitas de chumbo para delimitar a área na qual se incidiu o feixe.

Tabela 10 - Especificações dos ensaios de difratometria de Raios X

Fase	$\theta$	Tempo (s)	Fenda de divergência (mm)	Fenda de divergência horizontal (mm)	Fenda de espalhamento ( $^{\circ}$ )	Fenda receptora (mm)	Passos Angulares ( $^{\circ}$ )
Ferrita	Fixo	20	0,5	5	Aberta	Aberta	0,1 $^{\circ}$
Austenita	Fixo	20	0,05	10	1/2 $^{\circ}$	0,3	0,04 $^{\circ}$

Fase	Tensão (kV)	Corrente (mA)
Ferrita	40	30
Austenita	40	20

Tanto para a ferrita quanto para a austenita, cinco ângulos  $\psi$  foram utilizados:  $0^\circ$ ,  $15^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $45^\circ$  e  $60^\circ$ . As intensidades difratadas com a varredura  $2\theta$  para cada  $\psi$  foram coletadas.

Uma vez coletados os dados, o *software* FityK foi utilizado para a construção dos difratogramas, ajustes das curvas e localização dos picos. A função de modelagem que mais se adequava à curva, utilizada então para ajuste, foi a Pearson7. O gráfico  $\epsilon \times \sin^2\psi$  foi então plotado para, a partir dele, calcular os valores de tensão residual.

#### 4.2.5.2. Medida das macro e micro tensões residuais

A partir da determinação da tensão total, obtida através do deslocamento dos picos de raios x, torna-se possível quantificar as macro tensões pela equação 27.

$$(V_\alpha)\langle Total \sigma_{ij}^\alpha \rangle + V_\gamma\langle Total \sigma_{ij}^\gamma \rangle = \langle Macro \sigma_{ij}^I \rangle \quad (27)$$

As frações volumétricas das fases foram obtidas através do ferritoscópio. Esse equipamento fornece apenas a fração de ferrita e, supondo existir apenas austenita e ferrita, a fração de austenita é dada pela seguinte equação.

$$V_\gamma = (1 - V_\alpha) \quad (28)$$

Com a tensão residual em mãos, a microtensão residual pode ser obtida.

#### 4.2.6. Difusividade Térmica

Conforme descrito, as três amostras foram encaminhadas para aferição de difusividade térmica: uma de material conforme recebido e duas soldadas, onde

uma delas sofreu tratamento térmico posterior a 600 °C. Na amostra sem solda, foi aferida a difusividade em apenas um ponto central da amostra. Já em ambas as soldadas, foram tomados três pontos em cada amostra, com o objetivo de verificar a difusividade térmica na zona fundida, na zona termicamente afetada e no metal base. A escolha dos pontos foi baseada na medida do estereoscópio, e os pontos aferidos foram a 1, 3 e 20 mm do centro da amostra, para aquela apenas soldada, e no centro da amostra, a 5 e a 25 mm do centro, para a amostra soldada e tratada termicamente. Para facilitar o entendimento, o esquema disposto na Figura 22 ilustra as amostras e a posição dos pontos onde a difusividade térmica foi aferida. Na Tabela 11 essas informações também estão dispostas.



Figura 22 - Amostras submetidas ao ensaio de difusividade térmica e a localização dos pontos de aferição.

Tabela 11 - Amostras e localização das medidas de difusividade térmica

**Amostra**

**Distância do centro da amostra (mm)**

---

		Zona Fundida	Zona Termicamente Afetada		Metal Base
<b>Material conforme recebido</b>		-	-		0
<b>Amostras soldadas</b>	<b>Sem tratamento térmico</b>	1	3	20	-
	<b>Tratadas termicamente</b>	0	5		25

As medidas de difusividade térmica foram realizadas no Laboratório PRESLAB/UFES com temperaturas fixas e conhecidas. A seguir, encontram-se as especificações dos equipamentos utilizados na bancada experimental para a realização da medida de difusão térmica através do Método Flash:

- Laser de dióxido de carbono ( $CO_2$ ) e perfil gaussiano. É responsável pela emissão do pulso de energia sobre a superfície da amostra. Possui comprimento de onda igual a  $10^{-6} m$  de intensidade  $10\sqrt{2} w/m^2$  e diâmetro igual  $2 mm$ .
- Termopar responsável por realizar a análise da variação de temperatura, é do tipo J, para intervalos de  $0\text{ }^{\circ}C$  a  $480\text{ }^{\circ}C$ .
- Placa amplificadora responsável por amplificar o sinal vindo do termopar e enviá-lo ao computador. Modelo BD T422. Possui relação de amplificação 1/1000. O sinal é convertido por um conversor modelo PCI 711 AD 8 bits que trabalha com uma variação de tensão de  $\pm 5 V$ .
- Computador da marca IBM, é utilizado para aquisição dos dados e confecção do gráfico: diferença de potencial x tempo. O programa utilizado é o DIFU 3A, produzido pelo Laboratório de altas pressões – PRESLAB, da Universidade Federal do Espírito Santo – UFES.

O esquema da bancada pode ser visualizado na Figura 23.

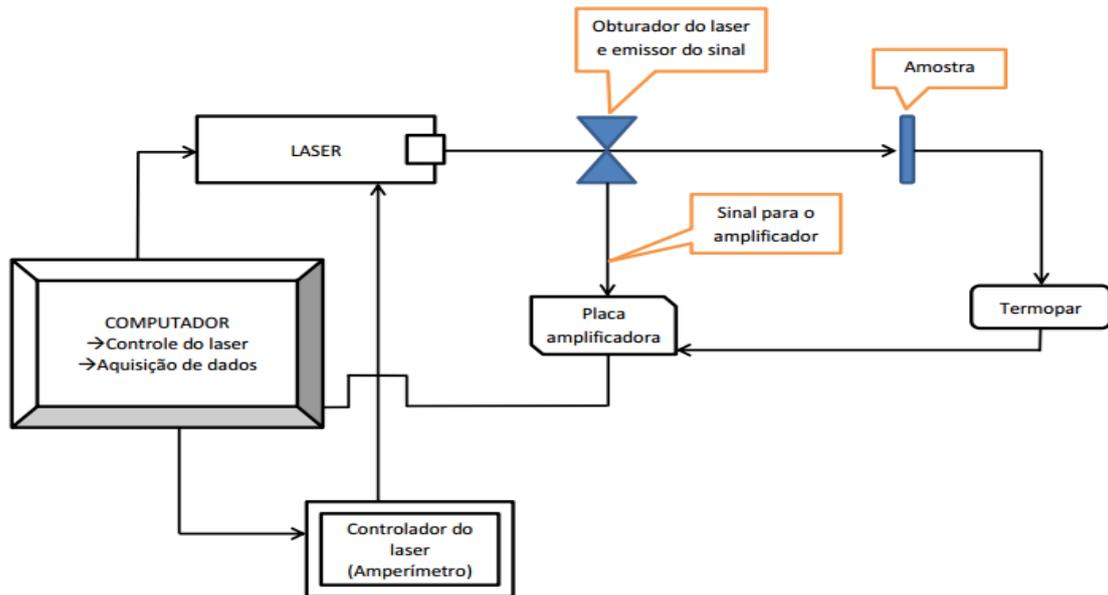


Figura 23 - Esquema da bancada de medição para determinação de propriedades termofísica através do método Flash de laser do PRESLAB – UFES.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

Os resultados que seguem são fruto dos ensaios realizados por Machado (2015) e demais membros do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica (PPGEM) da UFES, também integrantes do projeto de desenvolvimento de receptáculos pra transporte de material radioativo. Foram aferidas propriedades do aço UNS S323403, em diferentes condições de tratamento térmico e soldagem, e tais parâmetros foram utilizados como base comparativa para a análise de difusividade térmica, de caráter inédito e desenvolvida exclusivamente no presente trabalho.

#### 5.1.1. Espectroscopia por fluorescência de raios X

Os ensaios de espectroscopia realizados apontaram que o aço inoxidável duplex UNS S32304 estava tanto de acordo com a composição química fornecida pelo fabricante, quando àquela estabelecida pela norma. Os resultados estão apresentados na Tabela 12.

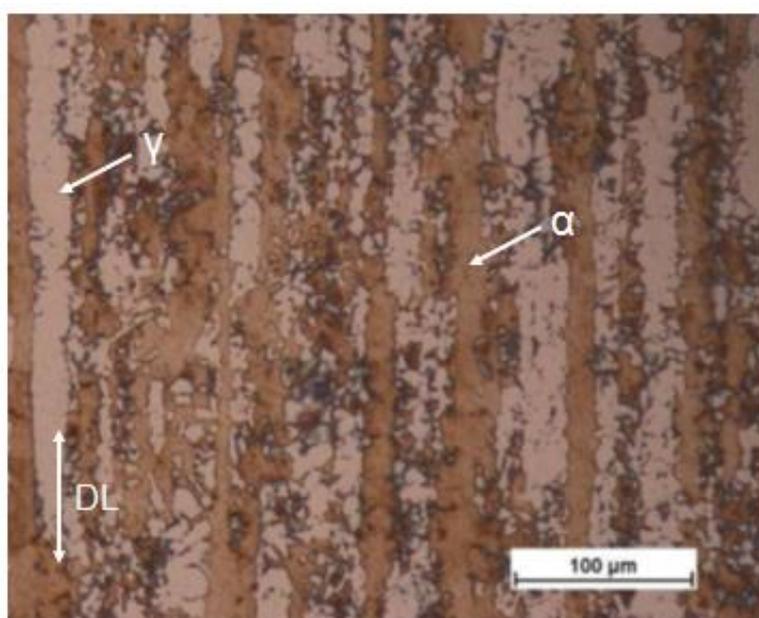
Tabela 12- Composição química do aço obtida via fluorescência

Material	%Mn	%Cr	%Ni	%Cu	%Mo
Amostra 1	1,548	22,657	3,554	0,371	0,240
Amostra 2	1,582	22,447	3,391	0,353	0,247
Média	1,565	22,552	3,473	0,362	0,244
Norma	2,50 máx.	21,50-24,50	2,00-5,50	0,05-0,60	0,05-0,60
Fabricante	1,4	22,20	3,52	0,4171	0,255

## 5.1.2. Microscopia ótica

### 5.1.2.1. Amostra como recebida (CR)

Para a amostra de material nas condições conforme recebido, o ensaio de microscopia ótica mostrou uma estrutura bifásica adequada às especificações do aço duplex. Pode-se observar, na Figura 24, a austenita em tons mais claros e a ferrita em tons mais escuros. Nota-se também o típico alongamento dos grãos na direção de laminação.



CR

Figura 24 - Micrografia da amostra como recebida: região clara (austenita), região escura (ferrita). Ataque eletrolítico com KOH 10N. Fonte: (Machado, 2015).

### 5.1.2.2. Amostras soldada (TA)

Através da imagem obtida no estereoscópio, foi possível mensurar a zona fundida, bem como determinar a pequena extensão da zona termicamente afetada, de modo a auxiliar nossa análise. Os limites de cada uma estão mostrados na Figura 25. É importante lembrar, contudo, que em alguns ensaios, tais como o ferritoscópico e difração de raios X, a área analisada pode ser superior ao estimado para a ZTA, o que acarreta em flutuações nos resultados obtidos.

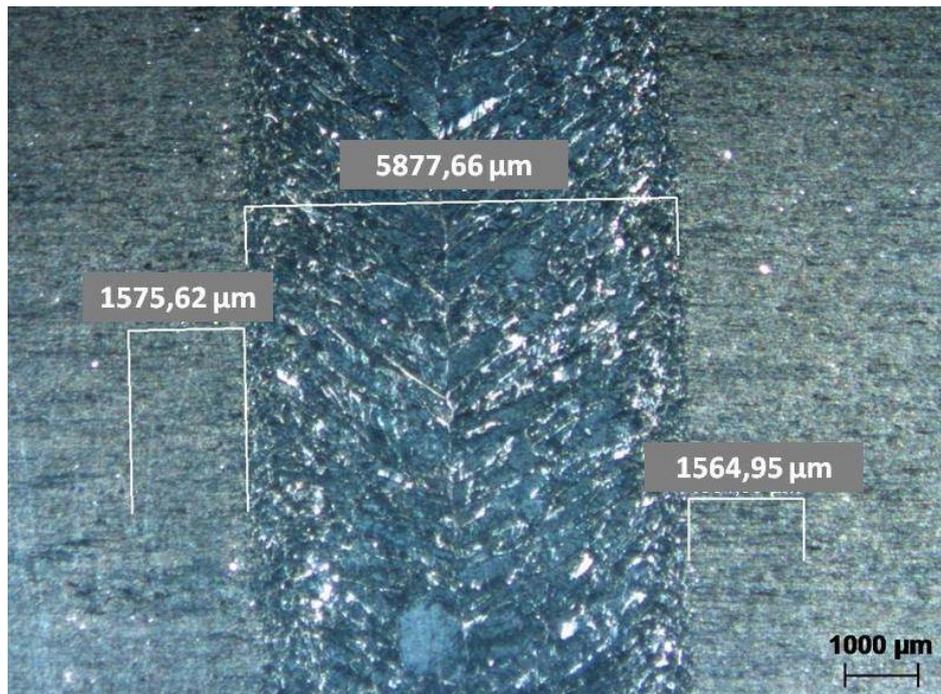


Figura 25 - Extensão da ZF e ZTA obtidas através do estereoscópio Fonte: (Machado, 2015).

Já a Figura 26 apresenta a micrografia da amostra soldada com apenas argônio, que não sofreu tratamento térmico. A primeira constatação, ao observar a figura, são as regiões mais escuras que seriam precipitados de nitrato de cromo. Além disso, é possível observar a presença de austenita alotriomórfica nos contornos de grão de ferrita e pouca precipitação de austenita intergranular, denominada idiomórfica (Machado, 2015).

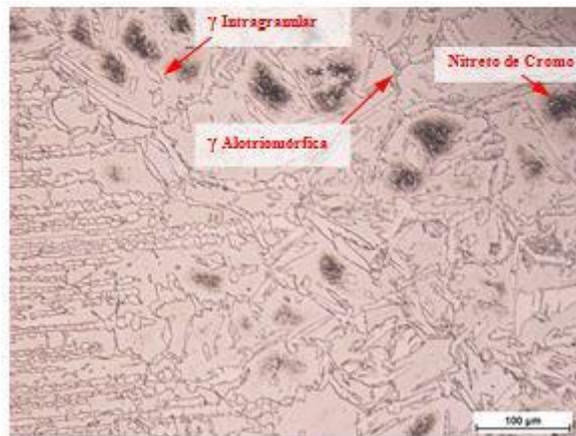


Figura 26 - Ataque com ácido oxálico 10%; amostra TA. Fonte: (Machado, 2015).

Na Figura 27, as micrografias foram feitas especificamente na zona fundida das amostras soldadas. Pode-se observar a presença de austenita intergranular e no contorno dos grãos ferríticos. Lippold e Kotecki (2015) explicam que, durante o resfriamento da zona fundida, que é relativamente rápido, a quantidade de austenita formada se distânciava do valor de equilíbrio e o nitrogênio, que não consegue chegar até a austenita, se precipita na ferrita como nitreto de cromo. As regiões do grão de ferrita mais próximas da austenita são livres de nitretos, pois o nitrogênio original dessas regiões tem tempo suficiente para a austenita (Machado, 2015).

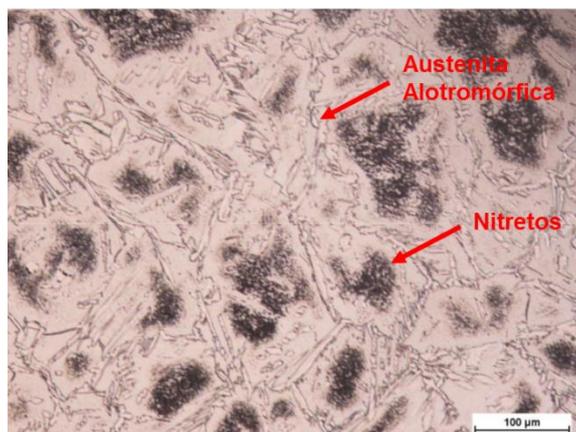


Figura 27 - Ataque com ácido oxálico na ZTA; amostra TA. Fonte: (Machado, 2015).

### 5.1.2.3. Amostra soldada e tratada termicamente (TA 600)

A micrografia da amostra soldada e tratada termicamente a 600 °C está a seguir. Pode-se observar, comparando a Figura 28 com as anteriores, que a microestrutura é bem semelhante. Assim, não foram reveladas outras fases além de nitreto e a morfologia é similar à da amostra apenas soldada, variando apenas a intensidade da precipitação.

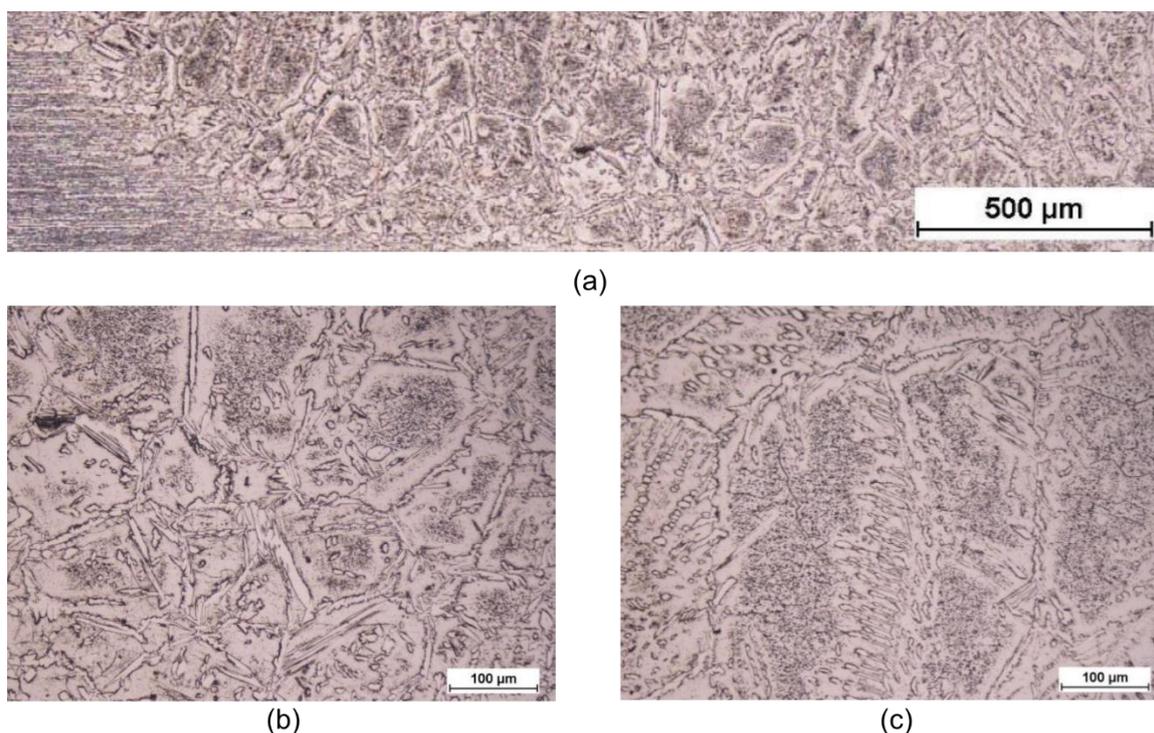


Figura 28 - Amostras TA 600. Ataque com ácido oxálico 10% (a) vista geral, (b) ZTA, (c) ZF.

Fonte: (Machado, 2015).

Para facilitar o entendimento, a Tabela 13 apresenta um resumo das principais fases observadas, nas diferentes condições analisadas. É importante ressaltar também que, quando analisado, o metal base das amostras soldadas apresentou as mesmas características do material como recebido.

Tabela 13 - Tabela resumo das fases e morfologias encontradas nas micrografias para as diferentes condições analisadas.

Amostra	$\Gamma$	A	Cr <sub>2</sub> N	$\gamma_2$	$\alpha'$
CR	Sim	Sim	Pouco	Não	Não
TA	Widmanstatten; Alotriomórfica; Intragranular	Sim	Sim	Provável	Não
TA 600	Widmanstatten; Alotriomórfica; Intragranular	Sim	Aumento	Aumento cresce a partir da $\gamma$	Não

Na sequência, estão apresentados os difratogramas das medidas de raios X para as amostras analisadas.

### 5.1.3. Caracterização por Difração de raios X

Na Figura 29, pode ser observado o difratograma da amostra como recebida, onde estão indicadas as fases austenítica e ferrítica, o que vai de acordo com a micrografia apresentada na Figura 24. Os picos mais intensos referem-se aos planos de maior densidade atômica: austenita (111) e ferrita (110). Dieter (1981) explica que a alta densidade desses planos está relacionada à textura obtida através do processo de laminação, no qual o deslizamento desses planos é favorecido. Uma vez que os planos de maior densidade atômica são os também os mais espaçados entre si, a resistência desses planos será geralmente menor que a dos outros conjuntos de planos cristalográficos, facilitando o deslizamento.

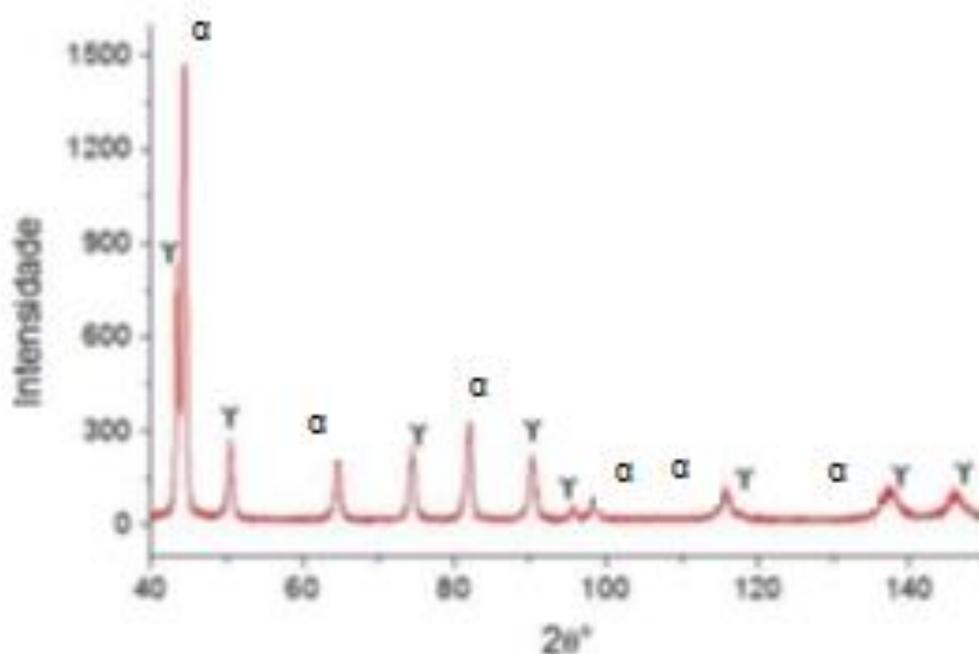


Figura 29 - Difratograma do aço inoxidável duplex UNS S 32304 no estado como recebido. Radiação de Cobre  $\lambda=0,1542$  nm. Fonte: (Machado, 2015).

Os parâmetros foram refinados através do método refinamento de Rietveld e as informações da estrutura cristalina estão apresentadas na Tabela 14.

Tabela 14 - Parâmetros ajustados refinamento de Rietveld das amostras tratadas termicamente a 600 °C e na condição como recebida.

Amostra	CR		CeO2 (padrão)
<b>Qualidade da função de perfil ajustada</b>			
Rp	0.1562		0.185
Rwp	0.2054		0.2604
X <sup>2</sup>	1.895		2.092
<b>Parâmetros da função de refino</b>			
Fase	$\gamma$	a	$\gamma$
GU	471.94	486.212	7.1896
GV	-15.6452	-15.6452	-15.6452
GW	17.1034	103.492	17.1034
LX	29.0856	23.0536	2.42612
LY	8.33822	8.50496	1.24503
GP	-	-	-

**Características das fases**

G. Espac.	F m -3	l m -3	F m -3
P. Rede	3.6044(2)	2.8769(2)	5.41024(2)
Volume (A)	46.828(7)	23.811(4)	158.361(2)
Wt%	43.5(2)	56.5(1)	
Fat. Escala	14.2(1)	35.0(2)	2.80(1)
<b>Parâmetros térmicos</b>			
Uiso (C)	0.025		-
Uiso (Fe)	0.00006	0.008959	-
Uiso (Ce)	-	-	0.000734
Uiso (O)	-	-	0.009605
<b>Aborsção</b>			
AB1	0.156019		-
AB2	0.0205808		-

A partir disso, o difratograma ajustado, bem como a comparação entre o padrão calculado e o observado é tal como mostrado na Figura 30 a seguir.

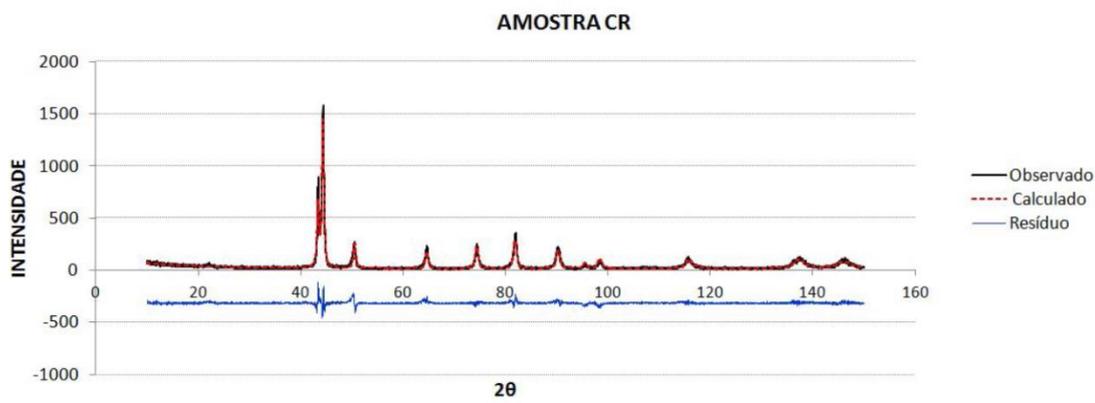


Figura 30 - Ajuste dos difratogramas da amostra não soldada. Comparação entre o padrão calculado (vermelho) e o observado (preto). Radiação de Cobre  $\langle \lambda \rangle = 0,1542$  nm. Fonte: (Machado, 2015).

A Figura 31 apresenta a fração volumétrica das fases, obtida através do refinamento de Rietveld. Para a análise, considerou-se apenas a existência de austenita e ferrita pois, como pode ser verificado na Figura 30, as possíveis fases intermetálicas têm parâmetros muito próximos ao das fases principais, o que

dificulta o ajuste. Pode-se observar que, em ambos os casos, o teor de austenita foi maior do que da ferrita.

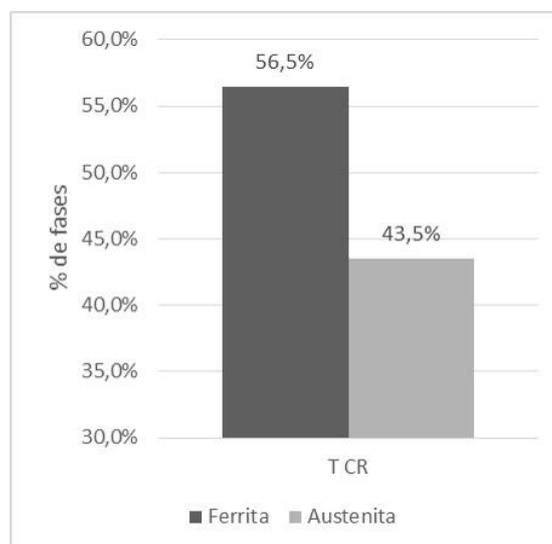


Figura 31 - Fração volumétrica das fases (obtidas por refinamento de Rietveld). Fonte: (Machado, 2015).

A Tabela 15 apresenta os valores de microdeformação e de tamanho de cristalito obtido. Entretanto, são necessários mais estudos para que seja possível correlacioná-la com os demais resultados.

Tabela 15 - Microdeformação e tamanho de cristalito obtidos através do gráfico Williamson Hall.

	Microdeformação ( $\times 10^{-3}$ )		Tamanho de cristalito (nm)	
	Austenita	Ferrita	Austenita	Ferrita
CR	2,22 (1)	1,75 (4)	4,5 (5)	3,3 (8)

#### 5.1.4. Microdureza

##### 5.1.4.1. Amostra de material conforme recebido (CR)

A Figura 32 apresenta os resultados de microdureza das amostras de aço conforme recebido. Pode-se observar que a dureza da fase austenítica é

ligeiramente maior que a ferrítica. Tseng et al. (2003) explicam esse fato pelo efeito de endurecimento por solução sólida superficial ser mais pronunciado na austenita que na ferrita, porque o nitrogênio, estabilizador da austenita, tende a se dissolver mais nessa fase.

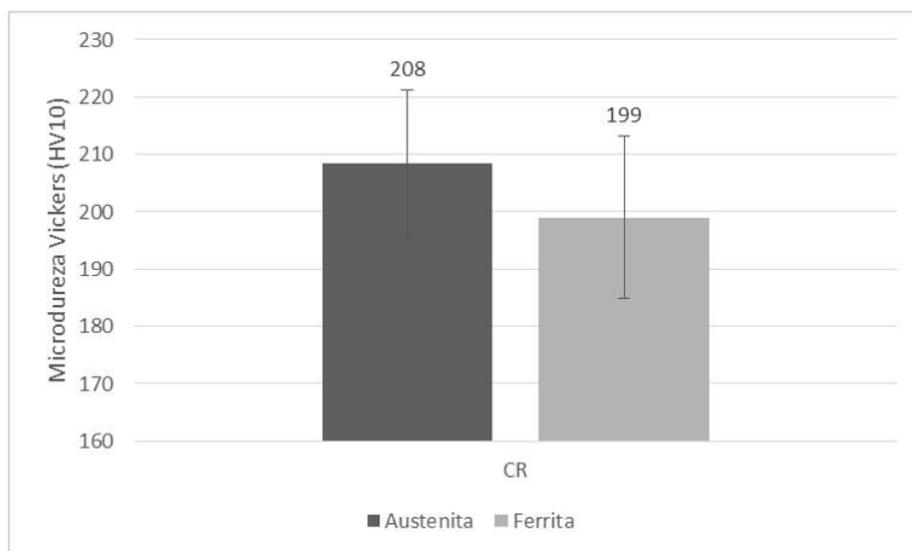


Figura 32 - Microdureza Vickers das amostras de material conforme recebido. Fonte: (Machado, 2015).

É importante ressaltar também as barras de erro relativamente grandes, quando comparadas aos dados apresentados. Isso se deve à execução da medida e às particularidades encontradas.

#### 5.1.4.2. Amostra soldada (TA)

Na Figura 33 está comparado o perfil de microdureza na amostra apenas soldada, sem tratamento térmico, nas fases austenítica e ferrítica separadamente. A precipitação de nitretos também foi contabilizada à parte, uma vez que sua precipitação na zona fundida e adjacências foi intensa.

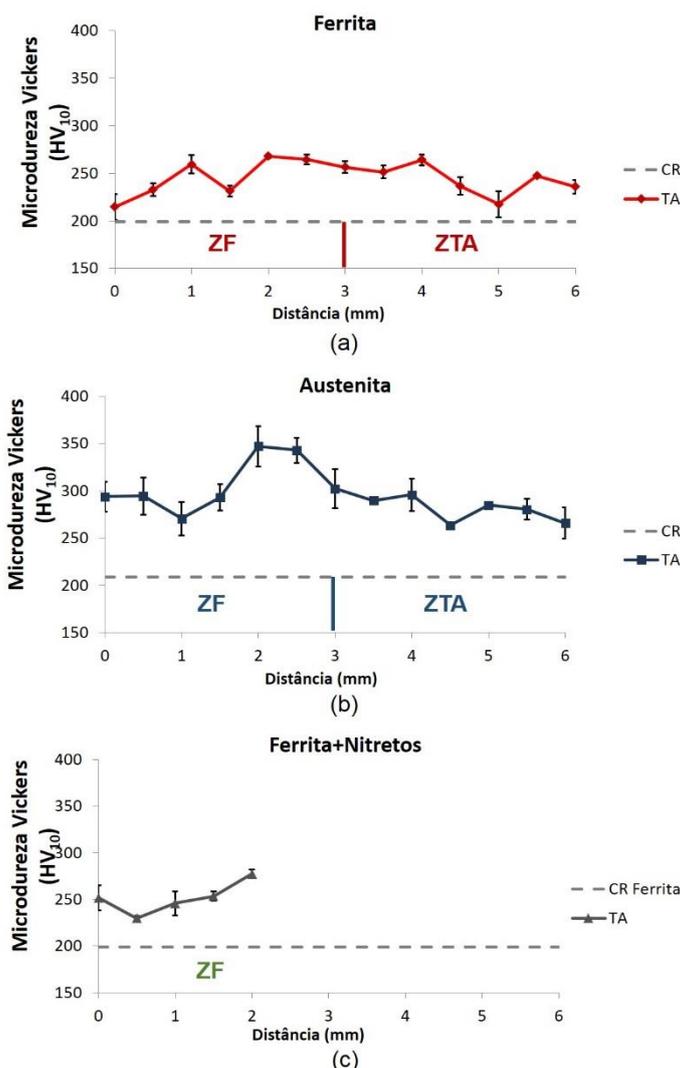


Figura 33 -Perfil de microdureza das amostras sem tratamento térmico posterior (a) Fase austenítica, (b) Fase ferrítica, (c) Ferrita e nitretos. Fonte: (Machado, 2015).

O resultado da dureza pode ter sido influenciado pelo teor de nitreto de cromo nas amostras, conforme pode ser visto nas micrografias da Figura 27. Esse fenômeno é corroborado pelos estudos de Horvath et al. (1998) que afirmam que o nitrogênio, tanto dissolvido quanto precipitado, é a causa mais efetiva do endurecimento na fase austenítica. Assim, a elevada fração de nitretos de cromo na ferrita da amostra soldada resultaria em menor dureza da austenita que, por sua vez, perdeu nitretos para a formação de precipitados. Já o endurecimento ocorrido na ferrita estaria relacionado à precipitação e interação de discordâncias, bem como a interação partícula-discordância. De acordo com esse raciocínio, a dureza da ferrita nas amostras soldada deveria ser maior, dada a maior precipitação de nitretos.

Observando a tendência dos gráficos dispostos na Figura 33, pode-se constatar também que a estimativa das camadas – zona fundida, zona termicamente afetada e metal base – feita pelas imagens do estereoscópio não está coerente com os resultados. Isso porque nenhum dos gráficos atinge a linha de referência, sugerindo que a região de metal base não tenha sido atingida pelas medições. Estima-se que a região mais externa atingida tenha sido a ZTA de baixa temperatura, já que a dureza medida na amostra como recebida não foi alcançada (Machado, 2015).

#### 5.1.4.3. Amostra soldada e tratada termicamente (TA 600)

Na Figura 34, podem ser observados os perfis de microdureza da amostra soldada e após tratada termicamente a 600 °C.

Em ambas as amostras, pôde ser constatado que a dureza da amostra apenas soldada com argônio sem tratamento térmico (Figura 34) foi maior do que a amostra soldada e tratada, mostrando que o endurecimento provocado pelo processo de soldagem foi maior que o alívio de tensões dado o tratamento térmico. Observando a região mais distante, e conseqüentemente menos influenciada pela solda, nota-se que o valor da austenita e da ferrita é o mesmo tanto nas amostras soldadas quanto nas sem tratamento, mostrando uma pequena influência de endurecimento devido a tratamento térmico. Na amostra soldada protegida por argônio e também tratada, foi observada a redução da dureza em todas as fases. Como as amostras soldadas com argônio são mais fortemente endurecidas pelo processo de soldagem, a redução da dureza devido ao tratamento térmico torna-se mais significativa que o efeito de outros mecanismos de endurecimento possíveis de ocorrer, tal como a precipitação de outras fases.

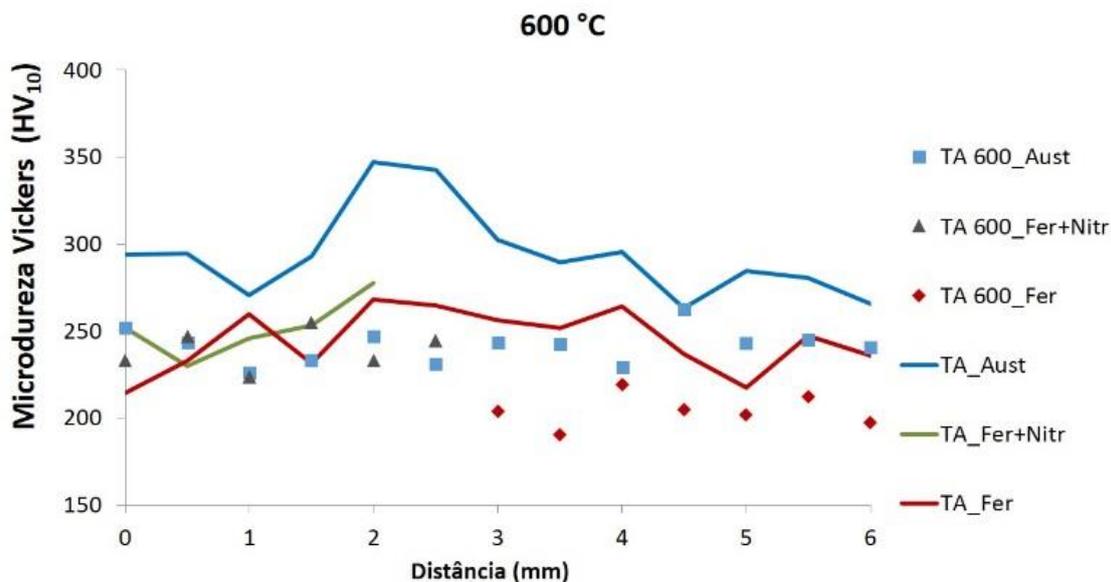


Figura 34 - Perfil de microdureza das amostras soldadas com posterior tratamento térmico a 600°C, soldadas com argônio. Fonte: (Machado, 2015).

#### 5.1.5. Tensões Residuais

##### 5.1.5.1. Amostra de material conforme recebido (CR)

De modo a avaliar uma possível anisotropia no estado de tensões do material, a tensão residual total da fase austenítica foi obtida tanto na direção de laminação, quanto na direção transversal. Observa-se na Figura 35 que, considerando a barra de erros, a diferença entre as duas direções não foi significativa. Além disso, de acordo com Johansson et al. (1999), os 30 MPa resultantes de incerteza nas medidas de raios X deveriam ser contabilizados. Assim, convencionou-se que todas as análises seriam realizadas na direção de laminação.

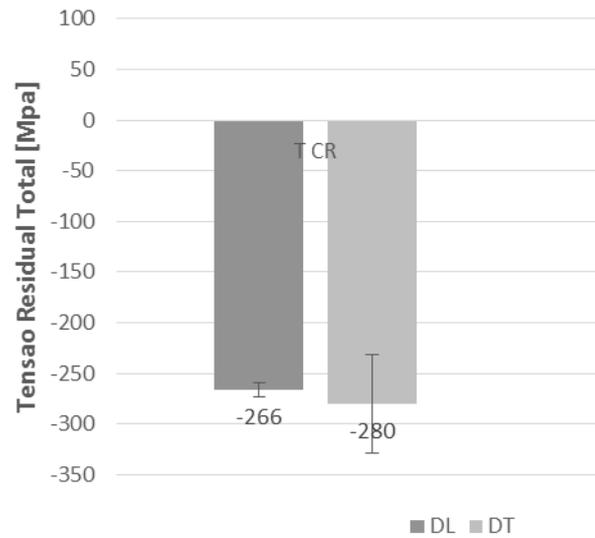


Figura 35 - Comparação da tensão residual total (austenita) da amostra CR em diferentes direções: DL (direção de laminação) e DT (direção transversal). Fonte: adaptado de (Machado, 2015).

Já a Figura 36 apresenta a tensão residual macro da amostra de material conforme recebido.

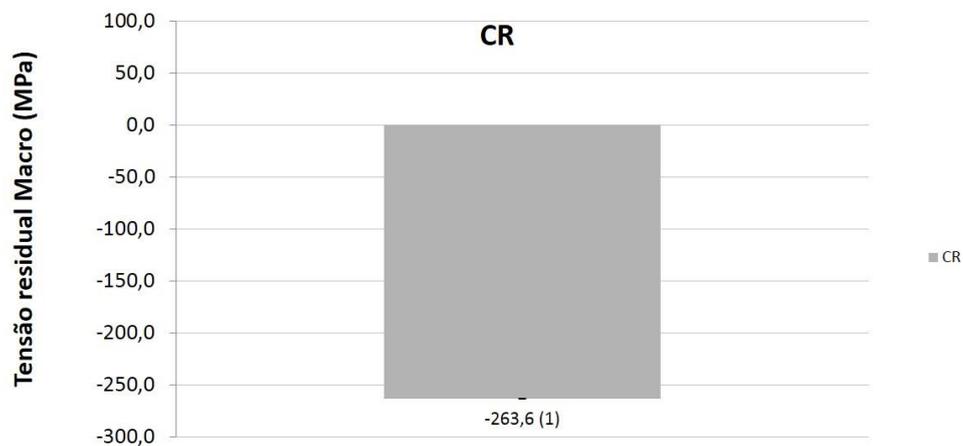


Figura 36 - Tensão residual macro (austenita) na direção de laminação da amostra CR. Fonte: adaptado de (Machado, 2015).

As tensões das amostras, em seus diferentes níveis, estão apresentadas na

Tabela 16. Foram utilizadas radiações de diferentes comprimentos de onda para a medida da tensão residual, afetando a profundidade de penetração. Em decorrência disso, foi necessário fazer uma correção em uma das radiações utilizadas na equação 26. A diferença de profundidade da radiação do cromo com relação ao cobre foi corrigida utilizando-se um gradiente de tensão residual de 17 Mpa/ $\mu\text{m}$ . Com esse gradiente e uma diferença de 1,7  $\mu\text{m}$  entre as profundidades de penetração da radiação do cobre e do cromo, estimou-se uma correção de -30 MPa no valor da tensão residual total da ferrita.

Tabela 16 - Tensão residual (MPa) em diferentes níveis para as fases austenita e ferrita medidas na direção de laminação.

<b>Amostra</b>	$\langle \text{Total } \sigma^{\gamma} \rangle^1$	$\langle \text{Total } \sigma^{\delta} \rangle^1$	$\langle \text{Total } \sigma^{\delta} \rangle^*$	$\langle \text{Macro } \sigma \rangle^2$	$\langle \text{Macro } \sigma^{\gamma} \rangle^3$	$\langle \text{Macro } \sigma^{\delta} \rangle^3$
CR	-262 $\pm$ 7	-235 $\pm$ 13	-265 $\pm$ 13	-263,6 $\pm$ 0,1	1 $\pm$ 7	-2 $\pm$ 13

1 - Obtido pelo deslocamento do pico de difração (raios X).

2 - Obtido através da Equação 21.

3 - Obtido através da Equação 20.

A priori, é importante relembrar a definição empírica associada à nomenclatura das tensões: macrotensões residuais estão relacionadas a processos que atingem o material como um todo, tais como o alívio e a introdução de tensões dados temperatura e deformação. Já as microtensões são uma resposta de cada componente microestrutural às condições às quais o material foi submetido, e são diretamente influenciadas pelas propriedades de cada um desses componentes, tais como a diferença de coeficiente térmico, de módulo de elasticidade ou ainda à composição química e à tendência à precipitação de fases.

Com base nisso, na Tabela 16 observa-se que há diferença no caráter das microtensões em cada uma das fases: enquanto a tensão é trativa na austenita, ela é compressiva na ferrita. Harjo et al. (2002) atribuem essa diferença no caráter das tensões aos diferentes coeficientes de expansão térmica das fases, maior para a fase austenítica, que conseqüentemente se expande e comprime a ferrita.

O estado total de tensões da amostra como recebida foi estimado com base no estudo de Johansson et al. (1999), que avaliaram as microtensões trativas da fase austenítica em equilíbrio com as tensões compressivas da fase ferrítica num estudo sobre a evolução no estado de tensões residuais do aço duplex 2304 durante carregamento, que pode ser observada Tabela 17 abaixo.

Tabela 17 - Valores de tensão residual total para a amostra como recebida.

<b>Fase</b>	<b>Plano</b>	<b>Tensão total</b>
Ferrita	221	-271 MPa
Austenita	220	115 MPa

Comparando a Tabela 16 com a Tabela 17, observa-se que os valores para a ferrita são semelhantes, porém há disparidade na tensão residual na austenita. Isso pode ser explicado pela diferença de espessura ou à forma de processamento das amostras.

#### 5.1.5.2. Amostra soldada (TA)

Os valores de tensão encontrados para as medições realizadas estão explicitados nas tabelas abaixo, para as amostras nas duas situações de análise: soldada com argônio, e na mesma condição de soldagem porém com tratamento térmico posterior a 600 °C. Na Tabela 18 estão as medições realizadas para a fase austenítica, enquanto as da fase ferrítica estão dispostos na Tabela 19.

As medições foram realizadas de acordo com a distância do meio da amostra, onde estima-se que esteja localizado o centro do cordão de solda. Conforme descrito na metodologia, a localização das medições foi escolhida de modo a abranger as três diferentes regiões da amostra: a zona fundida, a zona termicamente afetada e o metal base.

Tabela 18 - Tensão residual total das amostras soldadas e soldadas com posterior tratamento térmico. Fase Austenita.

Região da amostra (mm)	Tensão residual medida na fase austenita (MPa)			
	TA		TA 600	
	$\sigma_{\phi}$	Incerteza	$\sigma_{\phi}$	Incerteza
24	-263	16	131	7
14	-153	12	189	15
10	21	20	161	18
8,5	-3	6	116	12
5,5	250	25	176	11
3,5	447	21	420	38
0	181	47	169	210

Tabela 19 - Tensão residual total das amostras soldadas e soldadas com posterior tratamento térmico. Fase Ferrita.

Região da amostra (mm)	Tensão residual medida na fase ferrita (MPa)			
	TA		TA 600	
	$\sigma_{\phi}$	Incerteza	$\sigma_{\phi}$	Incerteza
19,5	-192	17	-261	9
17,5	-223	17	-278	13
15,5	-208	21	-271	18
13,5	-196	23	-258	13
11,5	-174	24	-262	7
9,5	-156	21	-285	17
7,5	-152	23	-286	14

5,5	-144	4	-272	10
3,5	-326	138	-317	146
0	16	169	115	467

Da Figura 37 à Figura 39 são apresentados os perfis de tensões totais obtidos para as amostras analisadas, obtidas pelo deslocamento do pico de difração.

É importante ressaltar que, para as amostras soldadas, a correção devido à diferença das radiações não foi realizada. Mesmo não considerando a diferença a diferença de 30 MPa na medida da ferrita, a análise do perfil não é prejudicada, uma vez que todos os pontos medidos nessa fase serão deslocados da mesma maneira, resultando em um erro sistemático.

Na Figura 37, pode-se observar uma mudança no caráter das tensões ao longo das medições. À medida em que as medições se afastam do centro da amostra, seu caráter muda de trativo na zona fundida, até se tornar compressivo nas regiões mais distantes. Kou (2003) explica esse comportamento como sendo gerado pelas tensões trativas que se originam na zona fundida durante o resfriamento que, para manter o estado de equilíbrio no material, são compensadas por tensões compressivas em regiões mais distantes.

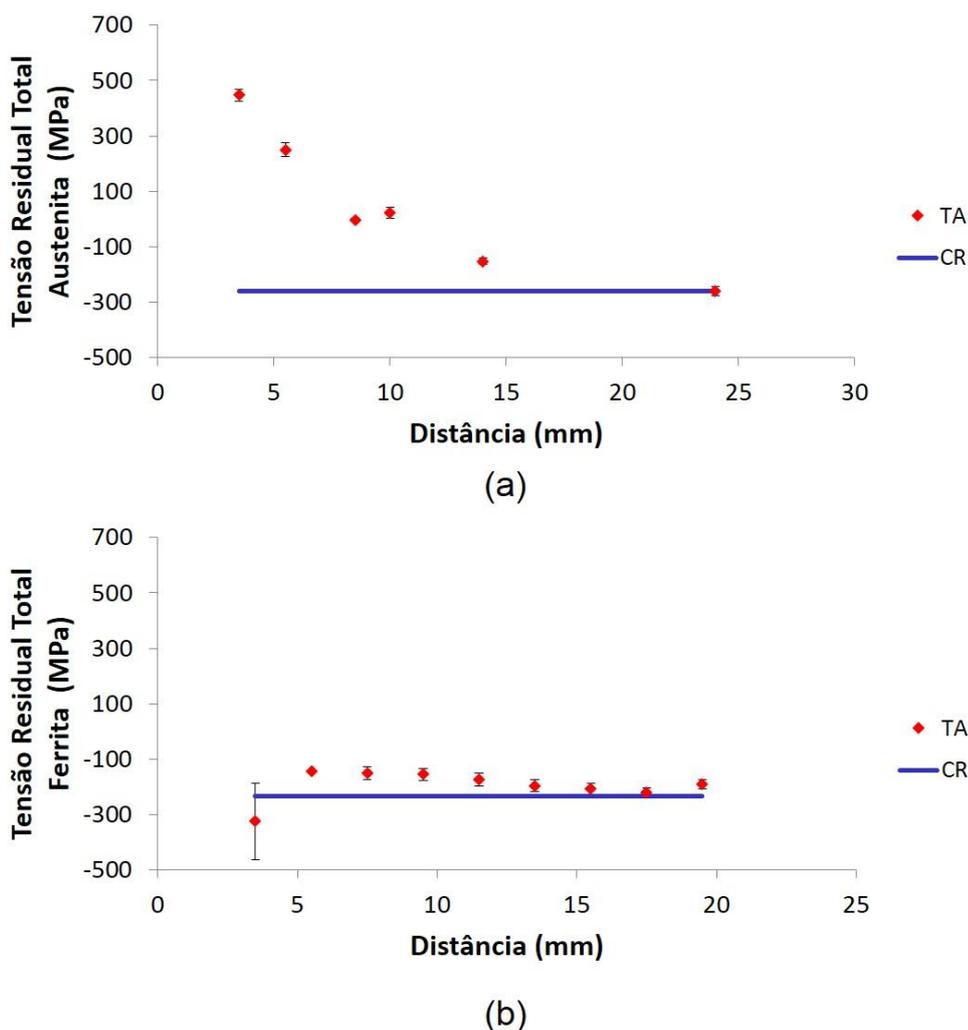


Figura 37 - Perfis de tensão residual das fases austenita (a) e ferrita (b) para a amostra soldada. A linha azul informa o valor na amostra como recebida. Fonte: (Machado, 2015).

A diferença existente entre o comportamento das fases na Figura 37 é atribuída ao superior coeficiente de expansão térmica da austenita, bem como à precipitação de nitretos observada na fase ferrítica, onde ambos os fatores atuam comprimindo a matriz.

Além disso, pode-se observar que as tensões encontradas no metal base tendem a se aproximar dos valores encontrados para as amostras conforme recebidas, o que torna possível verificar a extensão do efeito do gradiente de temperatura sobre as tensões residuais de soldagem.

### 5.1.5.3. Amostra soldada e tratada termicamente (TA 600)

A Figura 38 apresenta os resultados das amostras soldadas com argônio, comparando o efeito do tratamento térmico a 600 °C na fase ferrita. Observa-se que o tratamento térmico deslocou as tensões para valores mais compressivos, já que embora ocorra alívio de tensões macro na amostra apenas tratada, esse efeito se sobrepõe à microtensão da fase ferrita tornar-se significativamente compressiva. Além disso, tanto o processo de soldagem quanto o tratamento térmico modificam a microestrutura, ocorrendo a precipitação de fases deletérias na ferrita que contribuem para sua compressão.

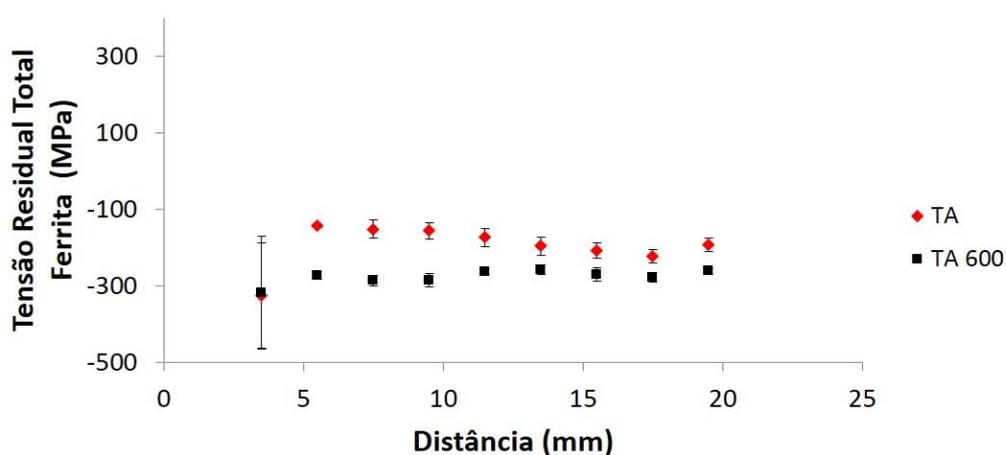


Figura 38 - Efeito do tratamento térmico a 600 °C. TA somente soldada; TA 600 soldagem com argônio e posterior tratamento a 600 °C. Fase Ferrita. Fonte: (Machado, 2015).

O procedimento nas mesmas condições foi feito para a fase austenita e os resultados estão resumidos na Figura 39. Pode ser observada uma alteração no perfil das amostras tratadas a 600 °C, com relação àquelas apenas soldadas. Nota-se que, com exceção de dois pontos, o tratamento térmico promoveu um alívio de tensões na fase austenítica, deixando-a mais trativa. Além disso, conforme foi descrito, o tratamento térmico favorece a formação de austenita secundária, cujos parâmetros são próximos aos da austenita, o que pode ter influenciado os picos de difração da austenita, diminuindo a qualidade do ajuste e comprometendo a análise da tensão residual.

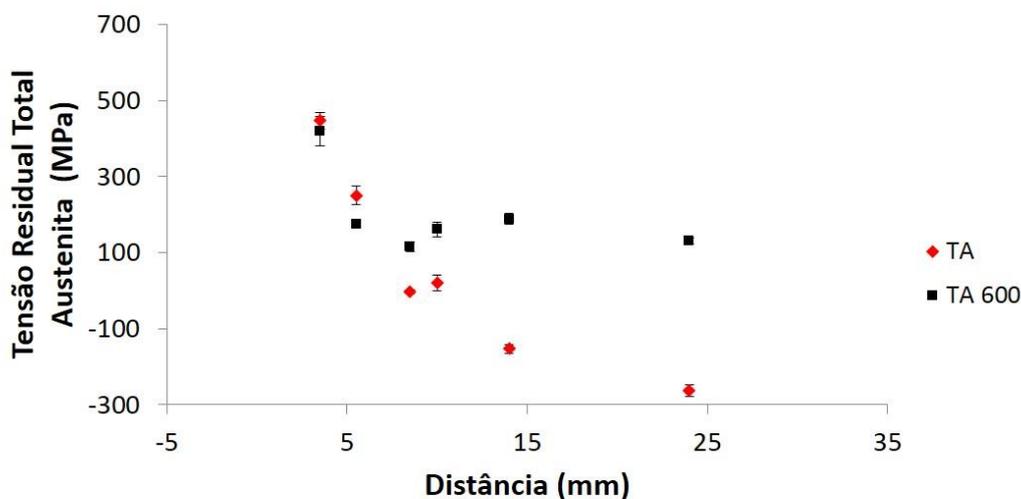


Figura 39 - Efeito do tratamento térmico a 600 °C. TA somente soldada; TA 600 soldagem com argônio e posterior tratamento a 600 °C. Fase Austenita. Fonte: (Machado, 2015).

Constata-se que o tratamento térmico realizado a 600 °C afeta o estado de tensões original do material. Dentre os principais responsáveis por essas mudanças, estão a diferença entre o coeficiente de expansão térmica dos componentes microestruturais do aço duplex, que promove uma maior expansão da austenita, bem como a formação de fases deletérias da ferrita, levando ao surgimento de tensões compressivas nessa fase. Porém, essa alteração deve ser limitada, uma vez que atinge um valor crítico, a presença de tensões pode ser prejudicial ao desempenho do material, levando à propagação de trincas e à consequente falha.

Além disso, conforme pôde ser verificado nos estudos anteriores, expor o aço a temperaturas elevadas por acarretar na precipitação de fases deletérias que influenciam na dureza. Levando em conta o aquecimento a 600 °C, vale ressaltar que o diagrama não indica a formação novas fases, porém embora não tenham sido verificadas alterações na microdureza da ferrita, a austenita sofreu endurecimento, bem como seu teor no aço aumentou. A elevação da temperatura favoreceu a expansão da austenita o que, somado ao aumento de seu teor, favoreceu ainda mais a compressão da ferrita. Esses fatores de aumento no estado compressivo da ferrita se somam ainda à presença de

austenita secundária precipitada na matriz ferrítica e à presença de nitretos em seu entorno, ambos observados nas micrografias.

Em termos práticos, pode-se dizer que o material possui características satisfatórias para o uso em transporte de materiais radioativos. Além da resistência à corrosão e da resistência mecânica já demonstradas por diversos autores, as propriedades em solda se mostraram adequadas, embora haja a necessidade do controle durante a soldagem, para assegurar que a estrutura obtida seja semelhante àquela bifásica ferrítica-austenítica apresentada pelo aço em sua forma original. Ademais, as alterações no material dado tratamento térmico a 600 °C evidenciam a necessidade de evitar a exposição do material a altas temperaturas, uma vez que isso pode resultar no aparecimento de fases deletérias, elevadas tensões residuais, e até mesmo em trincas causadoras de falhas.

## 5.2. DIFUSIVIDADE TÉRMICA

A análise de difusividade térmica a seguir apresenta resultados inéditos, de experimentos realizados com metodologia e equipamentos do PPGEM. A caracterização será utilizada como comparativo para os resultados, seu entendimento e na tentativa de estabelecer correlações com as demais propriedades dos materiais.

### 5.2.1. Amostras de material conforme recebido (CR)

A priori, de modo a obter um parâmetro para os resultados que se seguem, foi feita uma comparação entre o valor de difusividade térmica calculado através de dados fornecidos pelo fabricante do material, àquele obtido a partir do ensaio de difusividade térmica do aço inoxidável UNS S32304 na condição conforme recebido (amostra CR). A Tabela 20 abaixo mostra os dados relativos ao material, fornecidos pelo fabricante.

Tabela 20 - Dados do aço inoxidáveis UNS S32304 fornecidos pelo fabricante.

<b>Densidade</b>	7,8 g/cm <sup>3</sup>
<b>Módulo de elasticidade</b>	200 GPa
<b>Coeficiente de expansão térmica médio</b>	
de 0 °C a 100 °C	13,0 μm/m.°C
de 0 °C a 538 °C	14,0 μm/m.°C
<b>Condutividade térmica a 100 °C</b>	17 W/m.K
<b>Calor específico</b>	450 J/Kg.K
<b>Resistividade elétrica</b>	0,8 μΩm
<b>Ponto de fusão</b>	1465 °C

Considerando que a difusividade térmica de um dado material é a razão entre sua capacidade de conduzir calor e sua capacidade de armazená-lo, temos que:

$$\alpha = \frac{k}{\rho \cdot c_p} \quad (29)$$

Onde:

$\alpha$  é a difusividade térmica;

$k$  é a condutividade térmica;

$\rho$  é a massa específica do material;

$c_p$  é o calor específico.

Substituindo os valores da literatura para o aço em questão, temos que:

$$\alpha = 4,364 \cdot 10^{-6} \frac{m}{s^2}.$$

A seguir, são apresentados os gráficos de temperatura em função da face oposta da amostra em função do tempo de experimento. Por meio de sua análise, é possível obter os tempos inicial e final de aplicação do pulso, bem como a variação da temperatura, sendo possível então determinar o tempo no qual a temperatura na face oposta atinge metade de seu valor máximo, ou seja,  $t_{1/2}$ . Conhecendo-se a espessura da amostra, é possível chegar ao valor de difusividade térmica da amostra nas regiões desejadas, pelos cálculos que seguem.

Vale ressaltar que, para a correção dos efeitos de pulso finito, em todas as equações foi utilizado o valor de  $\tau = 0,5$ . Além disso, foi adotado que  $\pi = 3,14159$ .

A seguir, encontra-se o gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a amostra de material conforme recebido, a ser usado como base para os cálculos de difusividade que seguem.

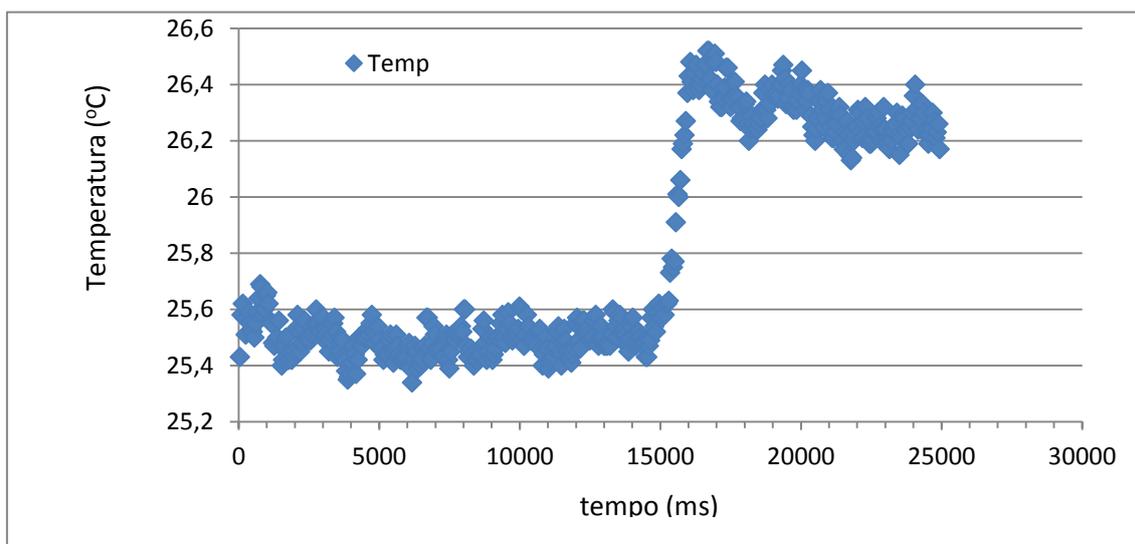


Figura 40 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a amostra de material conforme recebido.

Analisando o gráfico, temos que  $t_{final} = 16,014 \text{ s}$  e  $t_{inicial} = 15,147 \text{ s}$ . Sabe-se que a espessura da amostra  $L$  é de  $0,001807 \text{ m}$ . Então:

$$\Delta t = t_{final} - t_{inicial} = 0,867 \text{ s} \rightarrow t_{1/2} = 0,4795 \text{ s}$$

$$\alpha_0 = \frac{1,38 \cdot L^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}} = \frac{1,38 \cdot 0,001807^2}{\pi^2 \cdot 0,4795} = 9,522 \cdot 10^{-7} \text{ m/s}^2$$

Fazendo a correção do erro de pulso infinito, a difusividade térmica será:

$$\alpha = \alpha_0 \cdot \frac{\tau}{t_{1/2}} = 9,522 \cdot 10^{-7} \cdot \frac{0,5}{0,4795} = 4,2 \cdot 10^{-6} \frac{\text{m}}{\text{s}^2}$$

$$\text{Erro} = 2,1 \cdot 10^{-7}$$

Comparando o resultado do experimento àquele obtido pelo cálculo baseado nos dados do fabricante, e reforçando que ambos os valores foram obtidos para o mesmo material – aço inoxidável UNS S32304 nas condições de fabricação- é possível notar que os valores encontrados são equivalentes. Isso valida não só os resultados subsequentes, como também a eficácia do método Flash Laser,

### 5.2.2. Amostras apenas soldadas (TA)

Para efeitos comparativos, foram analisadas diferentes regiões de uma amostra de mesmo material, aço inoxidável UNS S32304, submetidas apenas ao procedimento de soldagem, sem qualquer tratamento térmico *a posteriori*. Assim como as amostras supracitadas, o material analisado foi soldado pelo processo TIG tendo apenas argônio como gás de proteção.

Vale ressaltar que os valores de  $\tau$  e  $\pi$  utilizados no desenvolvimento seguintes foram os mesmos do anterior.

Assim, a Figura 41 apresenta os dados referentes à zona fundida da amostra apenas soldada, a apenas 1 mm do centro da amostra, onde estima-se estar localizado o centro da solda.

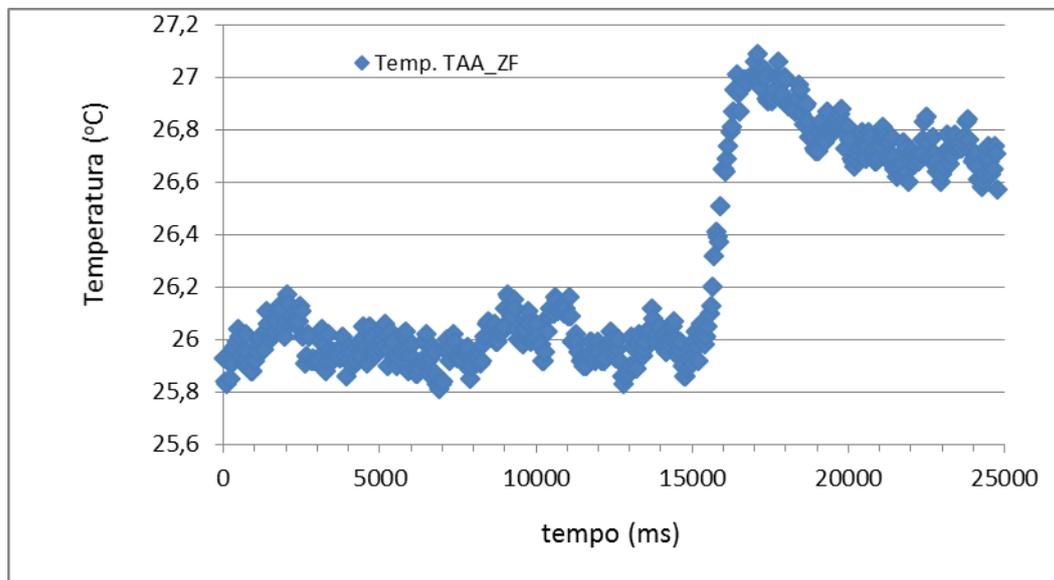


Figura 41 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra apenas soldada em função do tempo de experimento para a Zona Fundida a 1 mm do centro da amostra.

Analisando o gráfico, temos que  $t_{final} = 16,422\text{ s}$  e  $t_{inicial} = 15,402\text{ s}$ . Sabe-se que a espessura da amostra  $L$  é de  $0,00213\text{ m}$ . Então:

$$\Delta t = t_{final} - t_{inicial} = 1,02\text{ s} \rightarrow t_{1/2} = 0,51\text{ s}$$

$$\alpha_0 = \frac{1,38 \cdot L^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}} = \frac{1,38 \cdot 0,00213^2}{\pi^2 \cdot 0,51} = 1,323 \cdot 10^{-6}\text{ m/s}^2$$

Fazendo a correção do erro de pulso infinito, a difusividade térmica será:

$$\alpha = \alpha_0 \cdot \frac{\tau}{t_{1/2}} = 1,323 \cdot 10^{-6} \cdot \frac{0,5}{0,51} = 5,8 \cdot 10^{-6} \frac{m}{s^2}$$

$$Erro = 2,9 \cdot 10^{-7}$$

Observa-se nitidamente uma alteração significativa no valor da difusividade térmica para o ponto em análise. Houve um incremento de mais de 38% no valor encontrado, quando comparado àquele obtido experimentalmente para o metal base. Especula-se que isso possa ser decorrente dos efeitos deletérios da soldagem, processo termomecânico que acarretaria em mudanças na composição química da matriz do aço estudado. Isso estaria consoante com a micrografia apresentada na Figura 27, feita especificamente na zona fundida da amostra soldada. Nela, podem ser notadas alterações microestruturais no aço após a soldagem. O número de precipitados de nitreto de cromo aumentou significativamente, o que, em outros termos, significa que a matriz do aço se tornou mais pobre em cromo e nitrogênio. Conforme explicado no capítulo 3, o nitrogênio se dissolve preferencialmente na austenita, porém um incremento na temperatura torna a ferrita capaz de dissolver uma considerável fração de nitrogênio. Durante o aquecimento, a estrutura do aço é essencialmente ferrítica e, quando o aquecimento ocorre relativamente rápido, como no caso da soldagem, não há tempo o suficiente para a migração do nitrogênio para a austenita, cuja nucleação ocorre apenas entre 1200 °C e 800 °C. Como resultado, além de alterações no percentual de austenita, incapaz de se estabilizar, ainda há notável precipitação no contorno de grão, atribuída a nitretos de cromo. Com base nisso, haveria mudanças microestruturais e de composição química na matriz do aço, capazes de afetar significativamente a difusividade térmica do material. Porém, seria necessária uma investigação mais aprofundada acerca da influência dessas alterações microestruturais na difusividade térmica.

Prosseguindo a análise de difusividade para a amostra em questão, a Figura 42 mostra o comportamento da zona termicamente afetada na amostra apenas soldada, a 3 mm do centro da amostra.

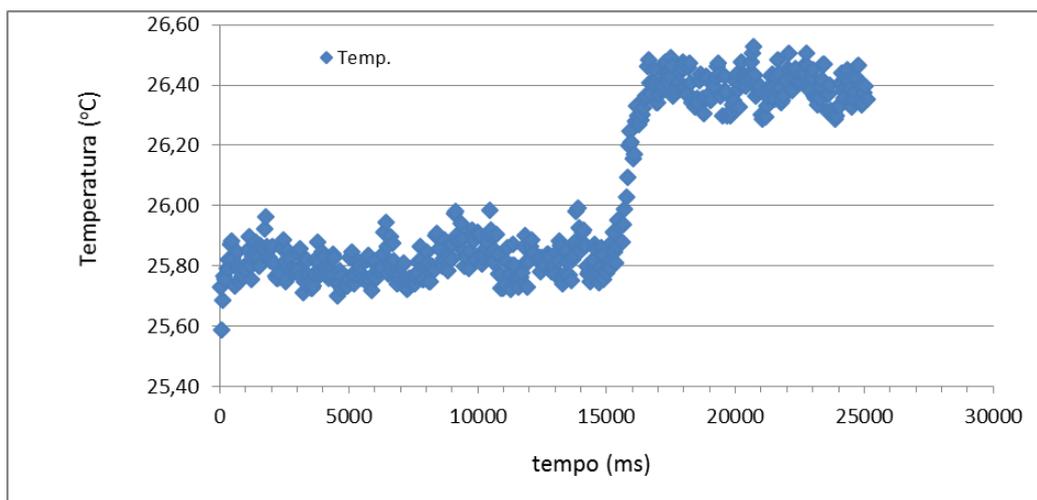


Figura 42 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a Zona Termicamente Afetada a 3 mm do centro da amostra.

Analisando o gráfico, temos que  $t_{final} = 16,677 \text{ s}$  e  $t_{inicial} = 14,994 \text{ s}$ . Sabe-se que a espessura da amostra  $L$  é de  $0,001808 \text{ m}$ . Então:

$$\Delta t = t_{final} - t_{inicial} = 1,683 \text{ s} \rightarrow t_{1/2} = 0,8415 \text{ s}$$

$$\alpha_0 = \frac{1,38 \cdot L^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}} = \frac{1,38 \cdot 0,001808^2}{\pi^2 \cdot 0,8415} = 5,432 \cdot 10^{-7} \text{ m/s}^2$$

Fazendo a correção do erro de pulso infinito, a difusividade térmica será:

$$\alpha = \alpha_0 \cdot \frac{\tau}{t_{1/2}} = 5,432 \cdot 10^{-7} \cdot \frac{0,5}{0,8415} = 1,4 \cdot 10^{-6} \frac{\text{m}}{\text{s}^2}$$

$$Erro = 6,8 \cdot 10^{-8}$$

Observa-se que o valor encontrado é de apenas um terço da difusividade térmica do metal base, e menos de um quarto da difusividade da zona fundida. Especula-se então que essa redução seria resultante das alterações microestruturais causadas pelo processo de soldagem na zona termicamente afetada, tal como o tamanho de grão por efeito térmico.

Já a Figura 43 mostra o comportamento da zona termicamente afetada na amostra apenas soldada, a 20 mm do centro da amostra.

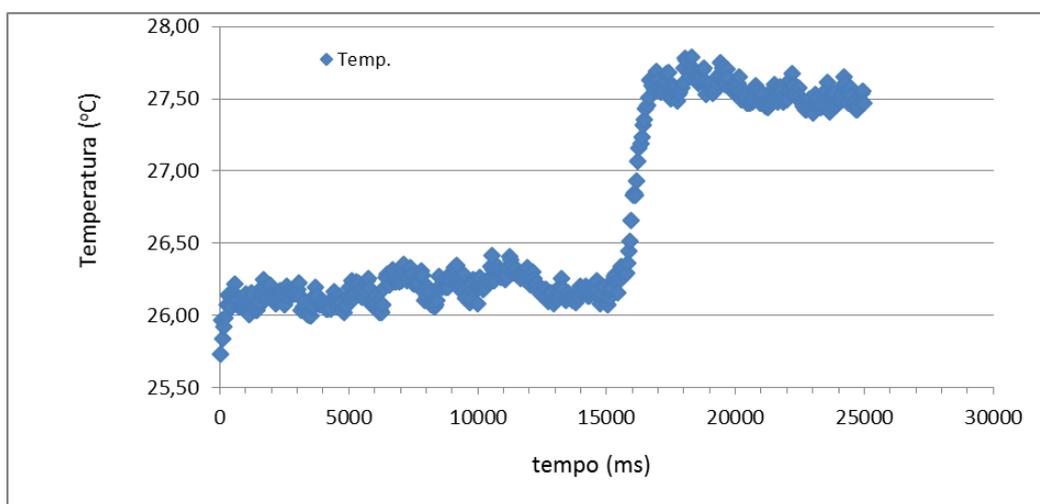


Figura 43 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a Zona Termicamente Afetada a 20 mm do centro da amostra.

Analisando o gráfico, temos que  $t_{final} = 16,677 \text{ s}$  e  $t_{inicial} = 15,606 \text{ s}$ . Sabe-se que a espessura da amostra  $L$  é de  $0,001808 \text{ m}$ . Então:

$$\Delta t = t_{final} - t_{inicial} = 1,071 \text{ s} \rightarrow t_{1/2} = 0,5355 \text{ s}$$

$$\alpha_0 = \frac{1,38 \cdot L^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}} = \frac{1,38 \cdot 0,001808^2}{\pi^2 \cdot 0,5355} = 8,535 \cdot 10^{-7} \text{ m/s}^2$$

Fazendo a correção do erro de pulso infinito, a difusividade térmica será:

$$\alpha = \alpha_0 \cdot \frac{\tau}{t_{1/2}} = 8,535 \cdot 10^{-7} \cdot \frac{0,5}{0,5355} = 3,3 \cdot 10^{-6} \frac{m}{s^2}$$

$$Erro = 1,7 \cdot 10^{-7}$$

Observa-se, novamente, um valor de difusividade abaixo daquele obtido para o metal base, porém ainda superior ao ponto anterior, que dista 3 mm do centro da amostra. Isso leva a crer que, nessa região, ainda são sentidos os efeitos do calor de soldagem, e a consequente alteração provocada pelo aquecimento, ainda que a uma distância maior do cordão de solda.

Os resultados seguem resumidos na Tabela 21, e podem ser melhor visualizados na

Tabela 21 - Valores de difusividade térmica e erro obtidos para as diferentes regiões da amostra apenas soldada.

<b>Região</b>	<b>Distância do centro da amostra (mm)</b>	<b><math>\alpha</math> (m/s<sup>2</sup>)</b>	<b>Erro</b>
Zona Fundida	1	$5,8 \cdot 10^{-6}$	$2,9 \cdot 10^{-7}$
Zona termicamente afetada	3	$1,4 \cdot 10^{-6}$	$6,8 \cdot 10^{-8}$
Zona termicamente afetada	20	$3,3 \cdot 10^{-6}$	$1,7 \cdot 10^{-7}$

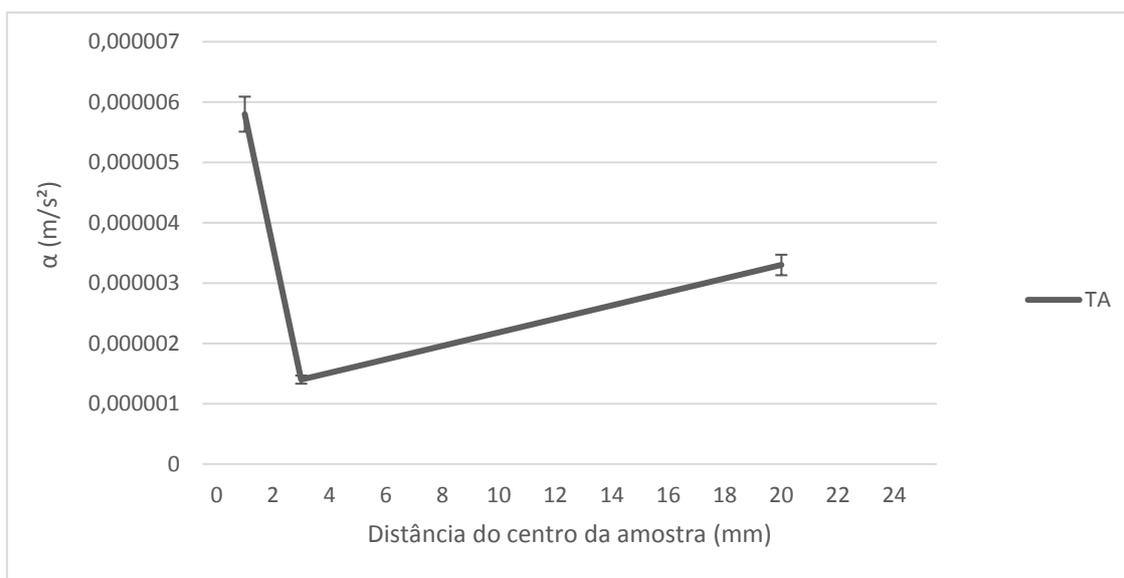


Figura 44 - Difusividade térmica da amostra soldada de acordo com a posição.

### 5.2.3. Amostras sodadas e tratadas termicamente a 600 °C (TA 600)

A Figura 45 apresenta os dados referentes à zona fundida da amostra soldada e tratada termicamente a 600 °C, com posterior resfriamento em ar. A análise foi realizada na região central da amostra, onde estima-se estar localizado o centro da solda.

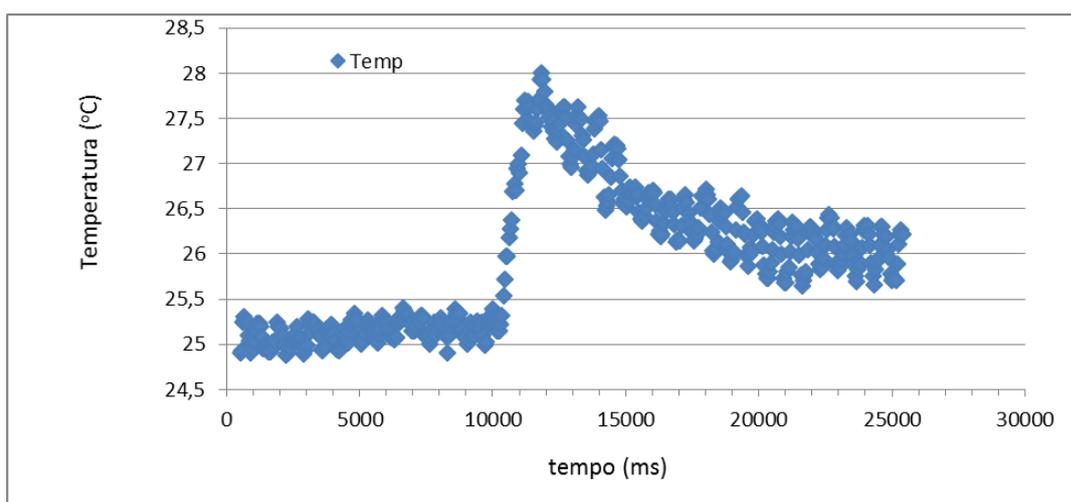


Figura 45 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a Zona Fundida no centro da amostra.

Analisando o gráfico, temos que  $t_{final} = 11,781 \text{ s}$  e  $t_{inicial} = 10,251 \text{ s}$ . Sabe-se que a espessura da amostra  $L$  é de  $0,00228 \text{ m}$ . Então:

$$\Delta t = t_{final} - t_{inicial} = 1,53 \text{ s} \rightarrow t_{1/2} = 0,765 \text{ s}$$

$$\alpha_0 = \frac{1,38 \cdot L^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}} = \frac{1,38 \cdot 0,00228^2}{\pi^2 \cdot 0,765} = 9,501 \cdot 10^{-7} \text{ m/s}^2$$

Fazendo a correção do erro de pulso infinito, a difusividade térmica será:

$$\alpha = \alpha_0 \cdot \frac{\tau}{t_{1/2}} = 9,501 \cdot 10^{-7} \cdot \frac{0,5}{1,53} = 2,6 \cdot 10^{-6} \frac{\text{m}}{\text{s}^2}$$

$$\text{Erro} = 1,3 \cdot 10^{-7}$$

Note-se que o valor de difusividade térmica para a zona fundida cai bruscamente, chegando quase à metade do valor encontrado para o metal base. Isso levanta a hipótese de que a soldagem tenha afetado substancialmente as propriedades do material, o que refletiu no resultado encontrado.

A Figura 46 mostra o comportamento da zona termicamente afetada na amostra soldada e tratada termicamente a  $600 \text{ }^\circ\text{C}$ , a  $5 \text{ mm}$  do centro da amostra.

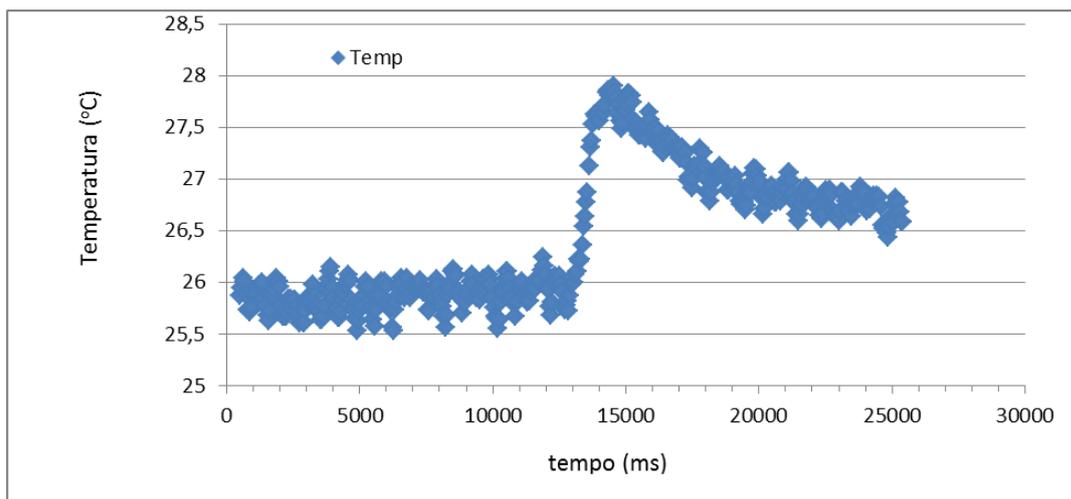


Figura 46 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a Zona Termicamente Afetada a 5 mm do centro da amostra.

Analisando o gráfico, temos que  $t_{final} = 14,076 \text{ s}$  e  $t_{inicial} = 12,903 \text{ s}$ . Sabe-se que a espessura da amostra  $L$  é de  $0,001814 \text{ m}$ . Então:

$$\Delta t = t_{final} - t_{inicial} = 1,173 \text{ s} \rightarrow t_{1/2} = 0,5865 \text{ s}$$

$$\alpha_0 = \frac{1,38 \cdot L^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}} = \frac{1,38 \cdot 0,001814^2}{\pi^2 \cdot 0,5865} = 7,845 \cdot 10^{-7} \text{ m/s}^2$$

Fazendo a correção do erro de pulso infinito, a difusividade térmica será:

$$\alpha = \alpha_0 \cdot \frac{\tau}{t_{1/2}} = 7,845 \cdot 10^{-7} \cdot \frac{0,5}{1,173} = 2,8 \cdot 10^{-6} \frac{\text{m}}{\text{s}^2}$$

$$\text{Erro} = 1,4 \cdot 10^{-7}$$

Levando-se em conta que a análise foi realizada a uma pequena distância do centro da amostra, 5 mm, nota-se que o valor encontrado é ainda bem menor

que aquele encontrado para o metal base, porém um pouco superior. Com base nisso, é possível inferir que, ainda na zona termicamente afetada, as alterações microestruturais causadas pela soldagem são tamanhas que resultam em um valor de difusividade térmica ainda baixo.

Já a Figura 47 mostra o comportamento do metal base na amostra soldada e tratada termicamente a 600 °C, a 25 mm do centro da amostra.

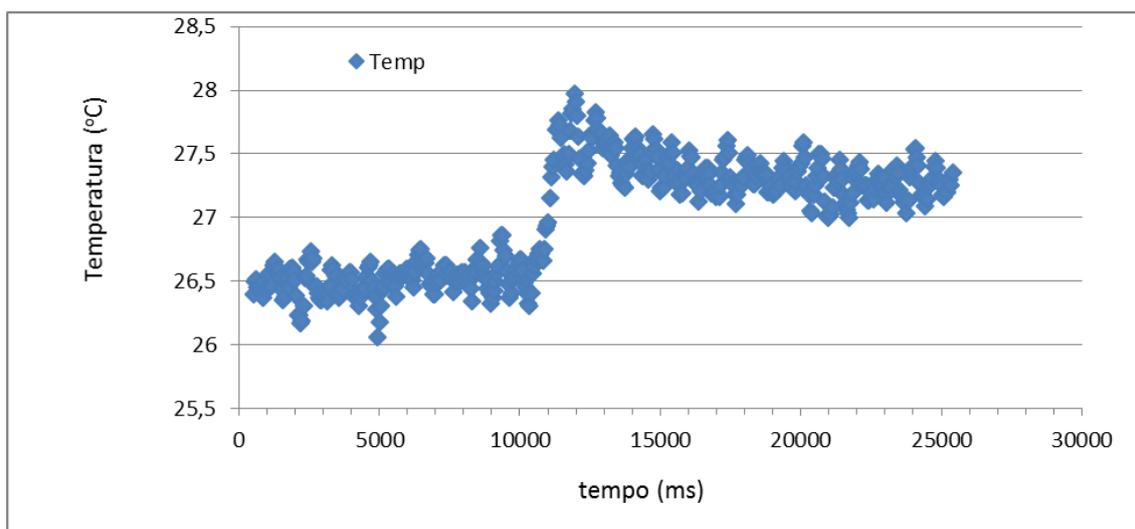


Figura 47 - Gráfico de temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para o metal base, a 25 mm do centro da amostra.

Analisando o gráfico, temos que  $t_{final} = 11,373 \text{ s}$  e  $t_{inicial} = 10,455 \text{ s}$ . Sabe-se que a espessura da amostra  $L$  é de 0,001808 m. Então:

$$\Delta t = t_{final} - t_{inicial} = 0,918 \text{ s} \rightarrow t_{1/2} = 0,459 \text{ s}$$

$$\alpha_0 = \frac{1,38 \cdot L^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}} = \frac{1,38 \cdot 0,001808^2}{\pi^2 \cdot 0,459} = 9,958 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}^2$$

Fazendo a correção do erro de pulso infinito, a difusividade térmica será:

$$\alpha = \alpha_0 \cdot \frac{\tau}{t_{1/2}} = 9,958 \cdot 10^{-7} \cdot \frac{0,5}{0,918} = 4,6 \cdot 10^{-6} \frac{m}{s^2}$$

$$Erro = 2,3 \cdot 10^{-7}$$

O resultado acima pouco dista do valor encontrado para metal base, e ainda, é um pouco superior a ele. Isso leva não só a uma segunda validação do método Flash Laser, como também a inferir que os efeitos causados pela soldagem e pelo tratamento térmico subsequente não são capazes de afetar significativamente a difusividade térmica da amostra como um todo. Assim, a uma distância razoável do cordão de solda, e ultrapassando-se a ZTA, não são sentidos os efeitos dos procedimentos aos quais a amostra foi submetida.

Os resultados dos três pontos analisados seguem descritos na Tabela 22.

Tabela 22 - Valores de difusividade térmica e erro obtidos para as diferentes regiões da amostra soldada e tratada termicamente a 600 °C.

Região	Distância do centro da amostra (mm)	$\alpha$ (m/s <sup>2</sup> )	Erro
Zona Fundida	0	$2,6 \cdot 10^{-6}$	$1,3 \cdot 10^{-7}$
Zona termicamente afetada	5	$2,8 \cdot 10^{-6}$	$1,4 \cdot 10^{-7}$
Metal Base	25	$4,6 \cdot 10^{-6}$	$2,3 \cdot 10^{-7}$

Para comparação, a Figura 48 ilustra os valores de difusividade térmica ao longo da distância, onde o ponto zero inicial se refere ao centro da amostra soldada, na zona fundida, onde acredita-se que está localizado o centro do cordão de solda. Estão representados também os erros intrínsecos a cada ponto.

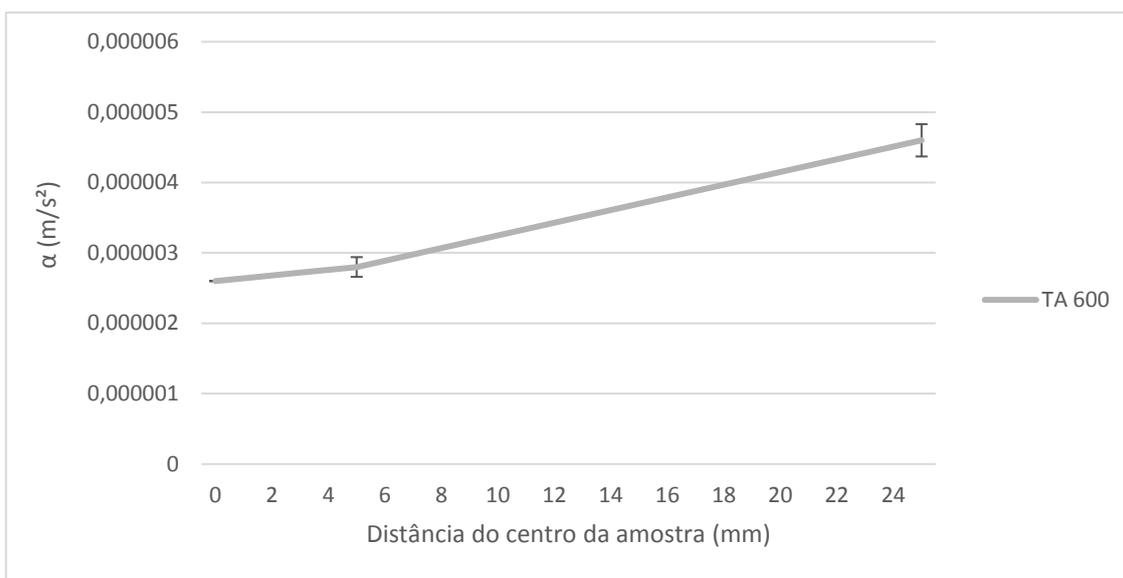


Figura 48 - Difusividade térmica da amostra soldada e tratada termicamente a 600°C de acordo com a posição.

Analisando-se o gráfico, pode ser observado um aumento na difusividade térmica do material, à medida em que a região analisada se afasta daquela afetada pelos efeitos da soldagem. Além disso, quanto mais longe do centro da amostra, maior o erro, mas ainda assim não há sobreposição dos mesmos, não prejudicando então a análise dos resultados.

#### 5.2.4. Análise

Para que possa ser realizada uma comparação qualitativa, a Figura 49 ilustra os valores de difusividade térmica de acordo com a distância tanto para a amostra apenas soldada com argônio, em tons mais escuros, quanto para a amostra soldada com argônio e tratada termicamente a 600 °C, representada pela linha de tons mais escuros. Cada ponto tem seu erro intrínseco de medição também mostrado no gráfico. As linhas pontilhadas se referem ao valor de tensão residual para as amostras de material conforme recebido, de acordo com as medições realizadas e supradescritas.

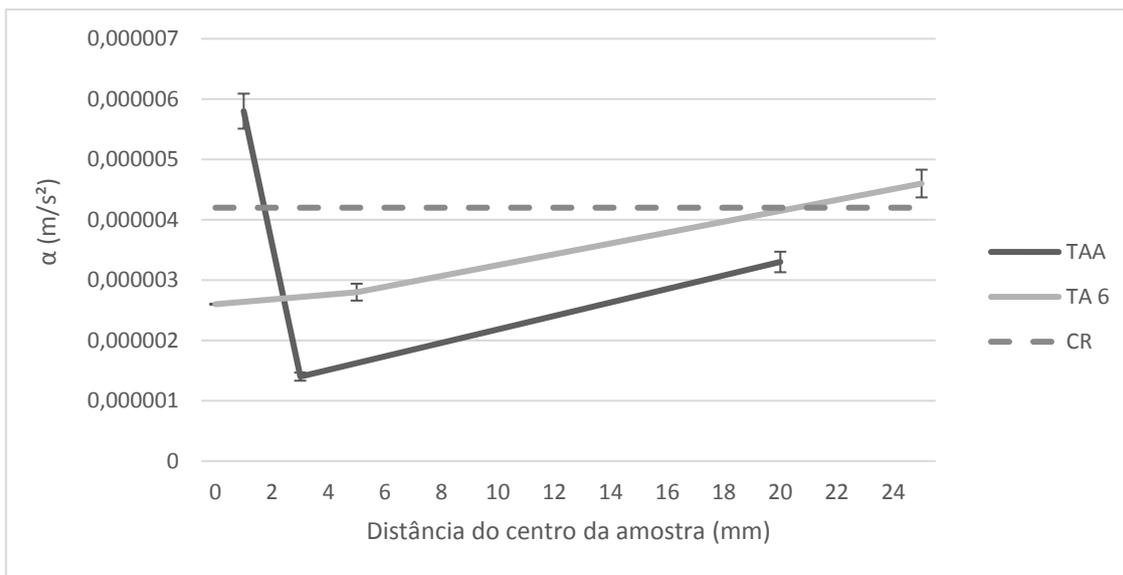


Figura 49 - Difusividade térmica da amostra soldada e tratada termicamente a 600 °C de acordo com a posição.

A partir da análise da Figura 49, podem ser feitas as seguintes observações:

- I. Acerca da influência do tratamento térmico;
- II. Acerca do formato das curvas;
- III. Acerca do ponto fora da curva:

Pode-se observar nitidamente que os valores de difusividade térmica na amostra apenas soldadas foram díspares. Para o ponto na zona fundida, o valor encontrado foi bem acima dos demais, e ainda fora da tendência crescente apresentada pelos dois pontos subsequentes.

Nota-se também que o procedimento de soldagem promoveu a diminuição na difusividade térmica do material - excetuando-se o primeiro ponto, de valor acima do esperado. Assim, há uma tendência da difusividade térmica em atingir o valor da amostra conforme recebida à medida em que os pontos de medição se afastam do centro da amostra. Isso pode ser observado não só na amostra apenas soldada como também em todos os três pontos da amostra tratada termicamente, de fato, as modificações nas propriedades do material são inversamente proporcionais à distância ao cordão de solda.

Visualmente, as retas formadas pelos dois últimos pontos da amostra apenas soldadas e pelos três pontos da amostra tratada têm mesma inclinação. Isso reafirma o comportamento supracitado, onde os valores próximos à zona fundida são inferiores e, à medida em que se afastam do cordão de solda, tendem a se aproximar do valor da amostra conforme recebida. Deve-se ressaltar também que a reta referente à amostra tratada termicamente está mais próxima dos valores da amostra conforme recebida, podendo indicar que o tratamento térmico atua na restauração das propriedades do material após as alterações causadas pelo processo de soldagem.

Com isso em mente, é válida a especulação de que o ponto mais próximo da solda para o material não tratado possui valor tão díspar dos demais dadas as consequências das alterações térmicas e microestruturais que ocorrem durante o procedimento de soldagem, e são mais acentuadas na região fundida. Essas consequências seriam minimizadas à medida em que se afasta da região soldada, e ainda em parte revertidas pelo tratamento térmico.

Em seus estudos sobre difusividade térmica, Campagnoli et al. (2010) analisaram a variação dessa propriedade de acordo com a temperatura em amostras de diversos aços soldados. O método flash laser foi aplicado aos aços DP (*Dual Phase*), com estrutura ferrítica-martensítica, aos aços TRIP (*Transformation Induced Plasticity*), que contém frações de austenita retida, transformada em martensita durante a transformação térmica a temperatura ambiente, e ainda aços experimentais tipo TWIP (*Twinning Induced Plasticity*), que contém de 15 a 25% de manganês, garantindo uma estrutura completamente austenítica após tratamento termomecânico. Os resultados obtidos foram contraditórios, já que os dois primeiros aços apresentaram difusividade térmica crescente com a temperatura, enquanto no último ocorreu o oposto. O aumento da difusividade no aço TWIP foi atribuído à sua estrutura austenítica, que não é ferromagnética.

Comparando os resultados de (Campagnoli et al., 2010) com os obtidos e ilustrados na Figura 49, o aumento abrupto da difusividade térmica no primeiro ponto da amostra apenas soldada pode ser explicado pelo aumento do

percentual de austenita presente nas regiões do cordão de solda, além da precipitação de austenita intergranular no interior dos grãos ferríticos.

Já em termos de tratamento térmico, Campagnoli et al. (2010) afirmam que o procedimento tem como objetivo microestrutural aumentar o tamanho de grão e favorecer o aumento do tamanho de grão das fases secundárias, e a transformação da austenita retida em ferrita e carbeto. Nesse caso, considerando a ferrita como tendo difusividade térmica superior à austenita, isso explicaria o fato da amostra posteriormente tratada de ter todos os pontos superiores àqueles da amostra não tratada, inclusive a ausência de um primeiro ponto com difusividade térmica abruptamente superior, já que o fenômeno de aumento brusco no teor de austenita seria revertido por tratamento térmico.

Além disso, o comportamento linear e crescente dos pontos dispostos no gráfico – à exceção do ponto 1 da amostra TA – é citado nos estudos de Peet et al. (2011), que trabalham com a condutividade térmica de aços com diferentes composições químicas. No range de temperatura entre 0 e 600 °C, os valores de condutividade térmica dos aços se mostraram lineares e aproximadamente paralelos e lineares. Assim, uma vez que a difusividade térmica é diretamente proporcional à condutividade, o comportamento das curvas condiz com a literatura.

Resumindo os efeitos do tratamento térmico na dureza do material analisado, numa comparação entre as amostras soldadas com aquelas soldadas e tratadas termicamente a 600 °C, foi constatado que o tratamento térmico deslocou as tensões na fase ferrítica para valores mais compressivos, enquanto na fase austenítica o tratamento térmico promoveu um alívio de tensões, deixando-a mais trativa. Além disso, conforme foi descrito, o tratamento térmico favoreceu a formação de austenita secundária, cujos parâmetros são próximos aos da austenita.

Tais resultados são consoantes com as constatações de Campagnoli et al., (2010) acerca da influência do tratamento térmico na difusividade térmica, o que leva à especulação de que o alívio de tensões causado pelo tratamento térmico do material soldado poderia ser um dos responsáveis pelo fato da curva formada pela difusividade térmica das amostras TA 600 estar mais próxima dos valores

da amostra conforme recebida. Isso seria reforçado pelo fato das tensões na fase austenítica terem aumentado, associado ao aumento do teor dessa fase ser proporcional ao afeito da temperatura na soldagem, o que justificaria o aumento abrupto da difusividade térmica observada no primeiro ponto analisado na amostra soldada.

Ainda no âmbito do tratamento térmico, é válida a correlação entre a variação da difusividade térmica com a influência desse processo sobre o tamanho de grão. Yang et al. (2001) analisaram os efeitos dos contornos de grão nos fenômenos de transporte em revestimentos de monocristais de ítrio-zircônia estabilizados, e constatou uma forte influência do tamanho de grão na redução da condutividade térmica. Esse comportamento foi associado ao efeito da resistência interfacial no transporte térmico, denominado Kapitza. Em resposta à aplicação de calor no material, a resistência interfacial resulta em uma pequena descontinuidade térmica em cada um dos contornos de grão, efeito que é ainda aumentado nos monocristais dado o grande número de contornos de grão. Nesse sentido, uma redução substancial na condutividade térmica é obtida aumentando a densidade de contornos de grão através do refino de grão a uma escala nanométrica. Ou seja, quanto menores os grãos, mais contornos de grão e menor será a difusividade térmica do material.

Para aplicação ao gráfico mostrado na Figura 49, esse pensamento pode ser associado aos estudos de Vijayalakshmi et al. (2011), que se utilizaram de parâmetros ultrassônicos para caracterizar uma microestrutura de aço inoxidável duplex submetida a várias temperaturas de tratamento térmico. Foi constatado, além da total ferritização do material quando tratado à temperatura de 1350 °C, que o aço inox teve notável aumento no tamanho de grão após tratamento térmico. Esses estudos permitem concluir que os pontos de difusividade térmica da amostra soldada e tratada termicamente a 600 °C apresentaram, de maneira geral, maiores valores de difusividade térmica quando comparados à amostra apenas soldada uma vez que, ao tratamento térmico, atribui-se a capacidade de aumentar o tamanho de grão. Grãos maiores significariam então menos contornos de grão, acarretando em menos resistência interfacial (Kapitza) e, conseqüentemente, uma difusividade térmica mais elevada.

Isso leva a crer que a aplicação do tratamento térmico ao aço inoxidável duplex em questão seria benéfico e aplicável. Afinal, a partir deste, é possível reestruturar em parte a propriedade de difusividade térmica do material soldado, dado o prejuízo causado pelo calor de soldagem.

Tais constatações se tornam mais explícitas quando retomamos a definição de difusividade térmica. É sabido que, para um dado material,

$$\text{Difusividade térmica} = \frac{\text{Capacidade de conduzir calor}}{\text{Capacidade de armazenar calor}}. \quad (30)$$

Em outros termos,

$$\alpha = \frac{k}{Q} = \frac{k}{\rho \cdot c_p}. \quad (30)$$

Dados os resultados obtidos, é sabido que a difusividade térmica diminui à medida em que se aproxima do cordão de solda, e se torna cada vez mais distante do valor obtido para o material sem qualquer solda ou aquecimento. Um decréscimo em  $\alpha$ , na equação acima, pode ser interpretado como decorrente da perda da capacidade de conduzir calor, ou mesmo como um incremento em sua capacidade de armazenar calor. Sabe-se que a capacidade térmica  $Q$  é função tanto da massa específica quanto do calor específico, que são propriedades intrínsecas do material e, de acordo com os ensaios preliminares de microscopia, a estrutura do material permaneceu a mesma, ainda após o aquecimento e a soldagem. Uma vez não havendo alterações microestruturais significativas, uma redução na difusividade térmica somente poderia ser originada pela diminuição da condutividade térmica  $k$ , influenciada, dentre outros fatores, pela temperatura à qual o material foi exposto, bem como pela influência dessa exposição no tamanho do grão em análise.

Em seus estudos acerca de condutividade térmica, Peet et al. (2011) deixam claro que essa propriedade é uma função a temperatura à qual o material foi submetido. Isso porque, para os metais, a condutividade térmica é ainda mais dependente dos elétrons livres provenientes de sua ligação metálica, que propriamente dos fônons, atuantes também nas estruturas não-metálicas. Assim, as interações entre os fônons e os elétrons determinam a condutividade em um material puro, enquanto nas ligas, distorções na rede cristalina provocadas pela adição de elementos de liga também são influentes. Uma vez que qualquer alteração na periodicidade da rede tem grande efeito sobre a condutividade térmica, a temperatura e o histórico térmico do aço têm grande influência sobre a condutividade. Em decorrência disso, ainda que não haja alterações na composição química do material, um grande número de microestruturas pode ser obtido, com diferentes constituintes, composições e distribuições.

Por isso, Peet et al. (2011) afirmam que um modelo de condutividade térmica deve englobar os tratamentos térmicos, processos de solidificação e soldagem, de modo a evitar que eles causem alterações sobre as propriedades termomecânicas do material. O processo de soldagem, por exemplo, é prejudicado pelo aquecimento do metal, que reduziu a condutividade e conseqüentemente a difusividade térmica do aço. Isso porque, qualquer processo térmico ao qual o material seja submetido demandará uma maior injeção de calor para uma mesma variação de temperatura.

Sabido isso, especula-se então que o primeiro ponto da amostra TA, fora da curva de tendências sugerida, poderia ter sofrido alterações também em sua estrutura, levando à variação no calor específico do material. Isso poderia ter sido causado pelo grande aumento de precipitados surgidos durante o processo de soldagem, identificados como nitretos de cromo e visualizados nas micrografias. Entretanto, seriam necessários ensaios mais apurados para mensurar parâmetros tais como o tamanho de grão e alterações microestruturais no material, e então, fazer inferências quantitativas acerca da difusividade térmica do material. Porém, cabe estender à difusividade o conceito da condutividade térmica de Peet et al. (2011): Na realidade, a difusividade térmica dependerá da microestrutura de um aço, o que depende de toda a história

térmica do aço, que pode variar de acordo com a temperatura à qual ele foi submetido.

## 6. CONCLUSÃO

A priori, os ensaios de espectroscopia realizados apontaram que o material em questão, aço inoxidável duplex UNS S32304 estavam tanto de acordo com a composição química fornecida pelo fabricante, quando àquela estabelecida pela norma, validando os resultados que se seguem.

Na análise por micrografia, tanto as amostras de aço conforme recebido quanto aquelas tratadas termicamente a 600 °C apresentaram estrutura bifásica ferrítica-austenítica, com grãos alongados na direção de laminação. Porém, pôde-se notar o aparecimento de austenita secundária no interior da matriz ferrítica e também pequenas alterações no tamanho de grão, contudo nenhum dado quantitativo foi mensurado. Além disso, tanto antes quanto após tratamento térmico, foi possível detectar a presença de precipitados, identificados como nitretos de cromo. Após o aquecimento dado o tratamento térmico a 600 °C, verificou-se a precipitação nos contornos de grão da ferrita e da austenita secundária.

Numa comparação entre as micrografias das amostras soldadas com diferentes proteções gasosas, notou-se um grande aumento no número de precipitados de nitretos na amostra soldada com adição de nitrogênio, se comparado à amostra soldada apenas com argônio. Apesar disso, não foram reveladas outras fases além de nitretos e a morfologia é similar à das amostras apenas soldadas, variando apenas a intensidade da precipitação.

Na análise por difração de raios X, pôde-se constatar uma reorganização na estrutura do material dadas as transformações causadas pelo aumento da temperatura, quando comparada a amostra de material conforme recebido àquela tratada termicamente a 600 °C, em mesma escala. Isso é reforçado pelo fato da amostra CR também ter apresentado melhores indicadores de refinamento. Porém, essas alterações não foram quantificadas, pela baixa fração que apresentavam e pelos parâmetros muito próximos da fase original.

Em termos de dureza, as amostras de aço conforme recebido foram comparadas àquelas apenas tratadas termicamente a 600 °C. Pôde-se observar que a dureza

da fase austenítica é ligeiramente maior que a ferrítica, pelo efeito de endurecimento por solução sólida superficial na austenita.

Já na comparação de microdureza nas amostras apenas soldadas, sem tratamento térmico posterior, pôde-se notar que a dureza da amostra soldada com argônio é superior àquela soldada com mistura de argônio e nitrogênio, tanto para a fase ferrítica quanto para a austenítica. O resultado da dureza também pode ter sido influenciado pelo teor de nitreto de cromo nas amostras, que foi maior nas amostras soldadas protegidas com mistura de gases que naquelas protegidas apenas por argônio.

Nas amostras soldadas com ambos os gases de proteção e tratadas termicamente, pôde ser constatado que a dureza da amostra soldada apenas com argônio sem tratamento térmico foi maior que a da amostra soldada e tratada termicamente. Para as amostras soldadas com mistura de gases, o endurecimento provocado pela soldagem foi pouco influente em relação à amostra soldada e tratada, mostrando que o endurecimento provocado pelo processo de soldagem foi maior que aquele provocado por tratamento térmico.

Na análise de tensão residual por difração de raios X, numa comparação entre as tensões macro das amostras CR e T 600, foi constatado que o aumento da temperatura promoveu alívio das tensões na amostra, já que o aumento na temperatura favorece processos de recuperação e recristalização que promovem mudanças no caráter das tensões. Além disso, constatou-se diferença no caráter das microtensões em cada uma das fases: enquanto a tensão é trativa na austenita, ela é compressiva na ferrita. Esse fato foi atribuído aos diferentes coeficientes de expansão térmica das fases, maior para a fase austenítica, que conseqüentemente se expande e comprime a ferrita.

No âmbito das tensões residuais macro, à medida em que as medições se afastam do centro da amostra, seu caráter muda de trativo na zona fundida, até se tornar compressivo nas regiões mais distantes, comportamento gerado pelas tensões trativas que se originam na zona fundida durante o resfriamento que, para manter o estado de equilíbrio no material, são compensadas por tensões compressivas em regiões mais distantes.

Por fim, os estudos de difusividade térmica pelo método Flash Laser apontaram que os pontos de difusividade térmica da amostra soldada e tratada termicamente a 600 °C apresentaram, de maneira geral, maiores valores de difusividade térmica quando comparados à amostra apenas soldada, e ainda mais próximos dos valores do material conforme recebido. Isso porque, ao tratamento térmico, atribui-se a capacidade de aumentar o tamanho de grão. Grãos maiores significariam então menos contornos de grão, acarretando em menos resistência interfacial (Kapitza) (Vijayalakshmi et al., 2011) e, conseqüentemente, uma difusividade térmica mais elevada. Isso é reforçado pelo fato de que a difusividade é função direta da condutividade que, por sua vez, depende da microestrutura do aço, que é influenciada pelo histórico térmico do material, e pode variar após o aquecimento a uma determinada temperatura.

## REFERÊNCIAS

- Atamert, S., and King, J.E. (1992). Super duplex stainless steels Part 1 Heat affected zone microstructures. *Materials Science and Technology* 8, 896–912.
- Bergman, T.L., Incropera, F.P., DeWitt, D.P., and Lavine, A.S. (2011). *Fundamentals of Heat and Mass Transfer* (John Wiley & Sons).
- Brasil (1988). *Constituição Federal de 1988* (Centro de Documentação e Informação, Coordenação de Publicações).
- Callister, W.D., and Rethwisch, D.G. (2007). *Materials science and engineering: an introduction* (Wiley New York).
- Campagnoli, E., Matteis, P., Mortarino, G.M.M., and Scavino, G. (2010). Thermal Diffusivity of Traditional and Innovative Sheet Steels. *Defect and Diffusion Forum* 297–301, 893–898.
- Casteletti, L.C., and Martins, M. (2005). Effect of heat treatment on the mechanical properties of ASTM A 890 Gr6A super duplex stainless steel. *Journal of ASTM International* 2, 1–14.
- Ceglias, R.B. (2012). *Análise de tensão residual em tubo de aço API 5L X70*. CEGLIAS, R.B. *Análise de tensão residual em tubo de aço API 5L X70*. Dissertação de mestrado. Instituto Militar de Engenharia.
- Cullity, B.D. (1956). *Elements Of X Ray Diffraction* (Addison-Wesley Publishing Company, Inc.).
- Grossi, P.A. (2003). *Modelagem físico-matemática de sistemas de determinação de propriedades termofísicas com aplicação ao método flash laser*. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte.
- Gunn, R.N. (1997). *Duplex Stainless Steels: Microstructure, Properties and Applications* (Woodhead Publishing).
- Harjo, S., Tomota, Y., Torii, S., and Kamiyama, T. (2002). Residual Thermal Phase Stresses in .ALPHA.-.GAMMA. Fe-Cr-Ni Alloys Measured by a Neutron Diffraction Time-of-Flight Method. *MATERIALS TRANSACTIONS* 43, 1696–1702.
- Horvath, W., Prantl, W., Stroißnigg, H., and Werner, E.A. (1998). Microhardness and microstructure of austenite and ferrite in nitrogen alloyed duplex steels between 20 and 500°C. *Materials Science & Engineering A* 256, 227–236.
- Hurtado Velasco, R.H. (2011). *Detecção on-line de discontinuidades no processo gtaw usando sensoriamento infravermelho e FPGAs ; On-line detection of discontinuities in the gtaw welding process using infrared sensing and FPGAs ; Detección on-line de discontinuidades en el proceso de soldadura gtaw usando sensoriamento infrarrojo y FPGAs*.

Jairo Aparecido Martins (2004). Análise de tensões residuais em válvulas estampadas por meio da difração de raios-X e do método de elementos finitos ; Analysis of the residual stresses in stamped valves by X-ray diffraction and finite element method.

Johansson, J., Oden, M., and Zheng, X.H. (1999). Evolution of the residual stress state in a duplex stainless steel during loading. *Acta Materialia* 47.

Knyazeva, M., and Pohl, M. (2013). Duplex Steels. Part II: Carbides and Nitrides. *Metallography, Microstructure, and Analysis* 2, 343–351.

Kotecki, D.J. (2010). Some pitfalls in welding of duplex stainless steels. *Soldagem & Inspeção* 15, 336–343.

Kotecki, D.J., and Lippold, J.C. (2005). *Welding metallurgy and weldability of stainless steels* (John Wiley, Hoboken, New Jersey).

Kou, S. (2003). *Welding metallurgy* (Hoboken, N.J: Wiley-Interscience).

Lindgren, M., and Lepistö, T. (2003). Relation between residual stress and Barkhausen noise in a duplex steel. *NDT and E International* 36, 279–288.

Machado, C. de S.C. (2015). Perfis de tensão residual do aço duplex UNS S32304 submetido a diferentes processos de soldagem TIG e condições de tratamento térmico.

Marcilio Haddad Andrino (2003). Avaliação de tensões residuais em soldas de dutos utilizando o efeito acustoelástico. Universidade Estadual de Campinas; Faculdade de Engenharia Mecânica.

MARQUES, P.V. (2009). SOLDAGEM - FUNDAMENTOS E TECNOLOGIA (UFMG).

Martins, M., and Casteletti, L.C. (2007). Aços inoxidáveis duplex e super duplex—obtenção e caracterização. *Revista Fundição E Serviços*, Ano 17.

Martins, M., and Casteletti, L.C. (2009). Microstructural characteristics and corrosion behavior of a super duplex stainless steel casting. *Materials Characterization* 60, 150–155.

Parker, W.J., Jenkins, R.J., Butler, C.P., and Abbott, G.L. (1961a). Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity. *Journal of Applied Physics* 32, 1679.

Parker, W.J., Jenkins, R.J., Butler, C.P., and Abbott, G.L. (1961b). Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity. *Journal of Applied Physics* 32, 1679.

Peet, M.J., Hasan, H.S., and Bhadeshia, H.K.D.H. (2011). Prediction of thermal conductivity of steel. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 54, 2602–2608.

Ramirez, A.J., Lippold, J.C., and Brandi, S.D. (2003). The relationship between chromium nitride and secondary austenite precipitation in duplex stainless steels. *Metallurgical and Materials Transactions A* 34, 1575–1597.

SAE HS-784 (2003). Residual stress measurement by x-ray diffraction (Pennsylvania: SAE Internacional).

Silva, C.C. (2007). Avaliação das tensões residuais de soldagem em tubulações de pequeno diâmetro usadas em refinaria de petróleo. SILVA.

SILVA, S.D. (2010). Efeito do tratamento térmico pós-soldagem no comportamento em corrosão e nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex UNS S32304. Universidade Federal do Espírito Santo.

Tseng, C.-M., Liou, H.-Y., and Tsai, W.-T. (2003). The influence of nitrogen content on corrosion fatigue crack growth behavior of duplex stainless steel. *Materials Science & Engineering A* 344, 190–200.

Turibus, S.N. (2014). ANÁLISE POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X DO ESTADO DAS TENSÕES RESIDUAIS EM CHAPAS DE AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX APÓS SOLDAGEM. Universidade Federal do Rio de Janeiro.

Vargas Garcia, E.R. (2011). Efeito da corrente de soldagem do processo TIG pulsado autógeno na microestrutura da zona fundida dos aços inoxidáveis duplex UNS S32304 e UNS S32101. Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da USP.

Varol, I., Baeslack, W., and Lippold, J.. (1997). Characterization of Weld Solidification Cracking in a Duplex Stainless Steel. *Materials Characterization* 39, 555–573.

Vijayalakshmi, K., Muthupandi, V., and Jayachitra, R. (2011). Influence of heat treatment on the microstructure, ultrasonic attenuation and hardness of SAF 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A* 529, 447–451.

Withers, P., and Withers, P. (2001). Residual stress. Part 1 - Measurement techniques. *Materials Science and Technology* 17, 355–365.

Yang, H.-S., Eastman, J.A., Thompson, L.J., and Bai, G.-R. (2001). Grain-Size-Dependent Thermal Transport Properties in Nanocrystalline Ytria-Stabilized Zirconia. *MRS Proceedings* 703.