

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Aporte Térmico

O aporte térmico é um importante parâmetro de soldagem, pois a energia fornecida ao sistema, influencia em diversas características da junta soldada, tais como, penetração, tamanho médio do grão e fração volumétrica das fases [ASM, 1983]. Maiores aportes térmicos tendem a resultar em juntas soldadas com maior penetração, maior tamanho médio de grão e maior fração volumétrica de austenita [Goransson, et al., 2007; Jang, et al., 2011]

A escolha dos parâmetros de soldagem foi baseada em procedimento já qualificado da empresa Transcontrol [Transcontrol, 2008], utilizado para soldagem em aços superduplex local de execução desta etapa do projeto. Importante destacar que o aporte térmico utilizado, 0,19 kJ/mm, encontra-se no limite inferior ao indicado por Goransson e colaboradores (2007) e Kotech (2010), que recomendam a utilização de valores entre 0,2 e 1,5 kJ/mm. No entanto, estudos recentes vêm apresentando aportes térmicos inferiores aos mencionados, em torno de 0,08kJ/mm [Kim, et al., 2012b; Kim, et al., 2015; Kim, et al., 2011; Jang, et al., 2011]. Registra-se ainda um estudo realizado no final da década de 90, que utilizou aportes térmicos variando de 0,24 a 0,5 kJ/mm [Bhatt, et al., 1999]. Em 1993 a Sandvik (fabricante do aço hiperduplex) publicou no *International Offshore and Polar Engineering Conference*, um resumo no qual recomendava a utilização de aporte térmico entre 0,2 e 1,5 kJ/mm, estudo que provavelmente serviu como referência para publicações posteriores [Fager e Odegard, 1993]. Pode-se presumir que a recomendação de 0,2 a 1,5 kJ/mm vem sendo adotada desde o início da década de 90, e atualmente, pesquisas mais recentes, obtiveram bons resultados para aportes térmicos inferiores aos até então utilizados.

A penetração e a largura dos cordões de solda para as cinco condições testadas são apresentadas na Tabela 08. Como todas as condições ensaiadas utilizaram o mesmo aporte térmico, não era esperado variação nos parâmetros mensurados. Para todas as condições a largura variou entre 3,4 e 3,9mm e a penetração entre 1,2 e 1,6 mm.

Tabela 08 – Largura e penetração dos cordões de solda para as cinco condições testadas.

Amostra	Largura	Penetração
1,5% N ₂	3,5 mm	1,2 mm
2,5% N ₂	3,4 mm	1,6 mm
3,5% N ₂	3,9 mm	1,3 mm
4,5% N ₂	3,4 mm	1,4 mm
5,5% N ₂	3,8 mm	1,4 mm

3.2 Análise Química

A Tabela 09 apresenta o resultado da análise química quantitativa por emissão óptica, comparando os valores com os esperados para o material. Nenhum elemento não especificado foi encontrado. Com exceção do carbono, todos os demais estão dentro do esperado para o aço UNS S32707. O carbono encontra-se acima do limite estabelecido pelo fabricante em 0,005%. A técnica utilizada, emissão óptica, não fornece resultados para o nitrogênio.

Tabela 09 – Composição química por emissão óptica

Elemento	Composição Química (% em peso)		
	Padrão	Certificado de Rastreabilidade	Resultado Emissão Óptica
C	máx. 0,030	0,019	0,035
Si	máx. 0,5	0,22	0,258
Mn	máx. 1,5	0,92	0,84
P	máx. 0,035	0,013	0,010
S	máx. 0,010	0,001	0,0059
Cr	27	26,68	25,81
Ni	6,5	6,37	6,40
Mo	4,8	4,77	4,77
N	0,4	0,38	-----
Co	1,0	0,96	1,07

3.3 Macrografia

As Figuras 43 a 47 apresentam os aspectos macrográficos das juntas soldadas nas cinco condições estudadas (aumento de 25x). Já a Figura 48 apresenta com aumento de 50x, para as mesmas condições. As imagens foram obtidas através de microscopia ótica (MO), com as amostras após ataque eletroquímico com solução de NaOH. A fase ferrita apresentou tonalidades que variaram entre amarelo, azul, e vermelho, enquanto a austenita apresentou tons mais claros que variam entre marrom claro e levemente azulado. Estas tonalidades são típicas dos ataques químicos coloridos (técnica de *color etching*). Sabe-se que a fase sigma, quando presente, apresenta tonalidades bem mais escuras em relação às encontradas [ASM, 1989].

Conforme já apresentado na revisão da literatura, o ataque eletroquímico com solução de KOH é normalmente utilizado para caracterização de aços com estrutura duplex [Giraldo, 2001; Magnabosco, 2001; Elmer, et. al., 2007; Rossitti, 2000], no entanto, existem pesquisas como a de Rossitti (2000) que mencionam a utilização de ataque a base de NaOH com resultados similares. Alguns trabalhos corroboram a eficácia do ataque eletroquímico com NaOH na identificação das fases austenita, ferrita e sigma [Belmonte, et al., 2014; Santos, et al., 2014; Figueiredo, et al., 2014].

As tonalidades obtidas para as fases presentes, nos aspectos macrográficos e micrográficos (que serão apresentados mais adiante) e que utilizaram o ataque eletroquímico com solução de NaOH, são uma característica típica de ataques realizados com reagentes que depositam filmes na superfície da amostra [ASM 1989].

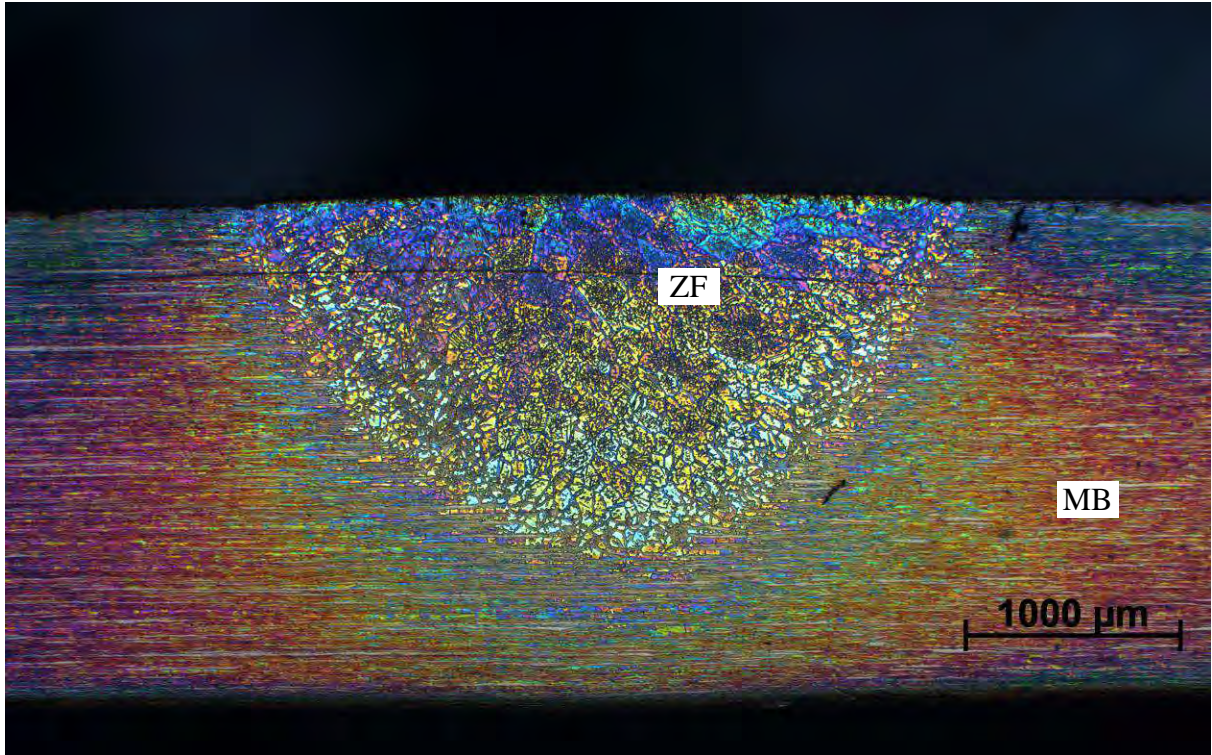


Figura 43 – Macrografia da junta soldada utilizando gás de proteção 1,5% N₂. Imagem ao MO, ataque eletroquímico NaOH, 25x. MB formado por grãos alongados no sentido de laminação, ZF formada por grãos equiaxiais.

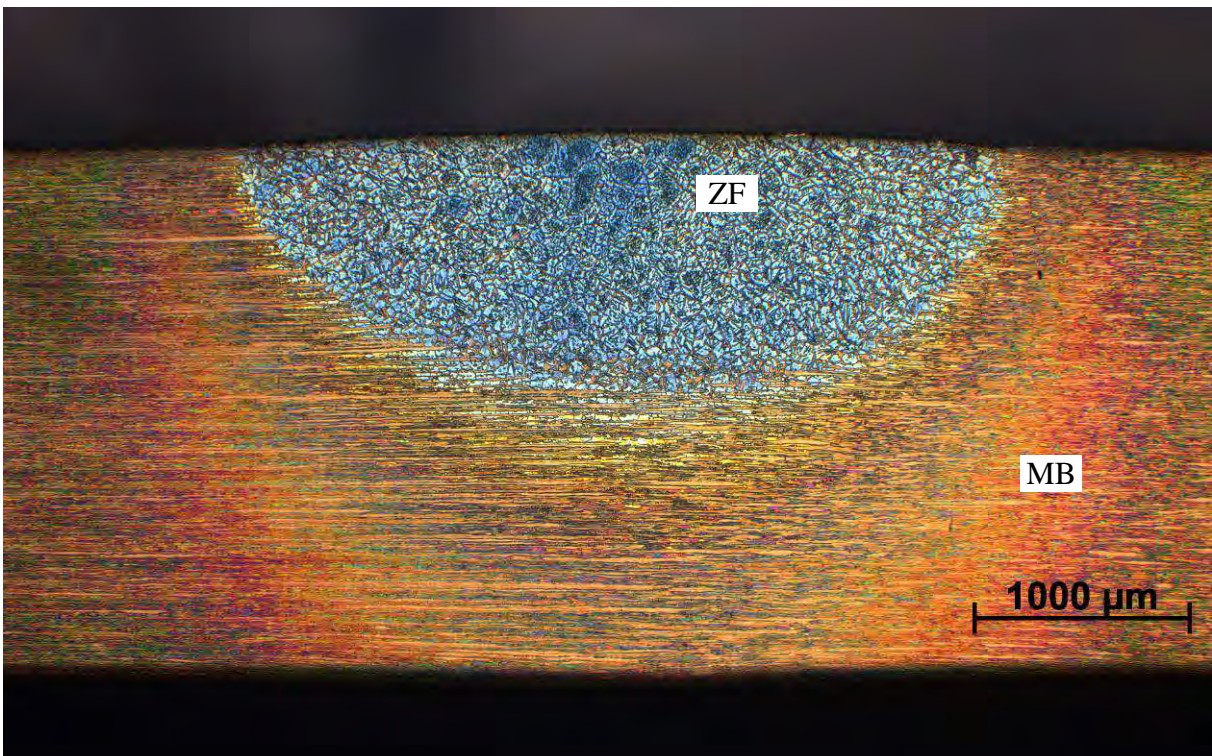


Figura 44 – Macrografia da junta soldada utilizando gás de proteção 2,5% N₂. Imagem ao MO, ataque eletroquímico NaOH, 25x. MB formado por grãos alongados no sentido de laminação, ZF formada por grãos equiaxiais.

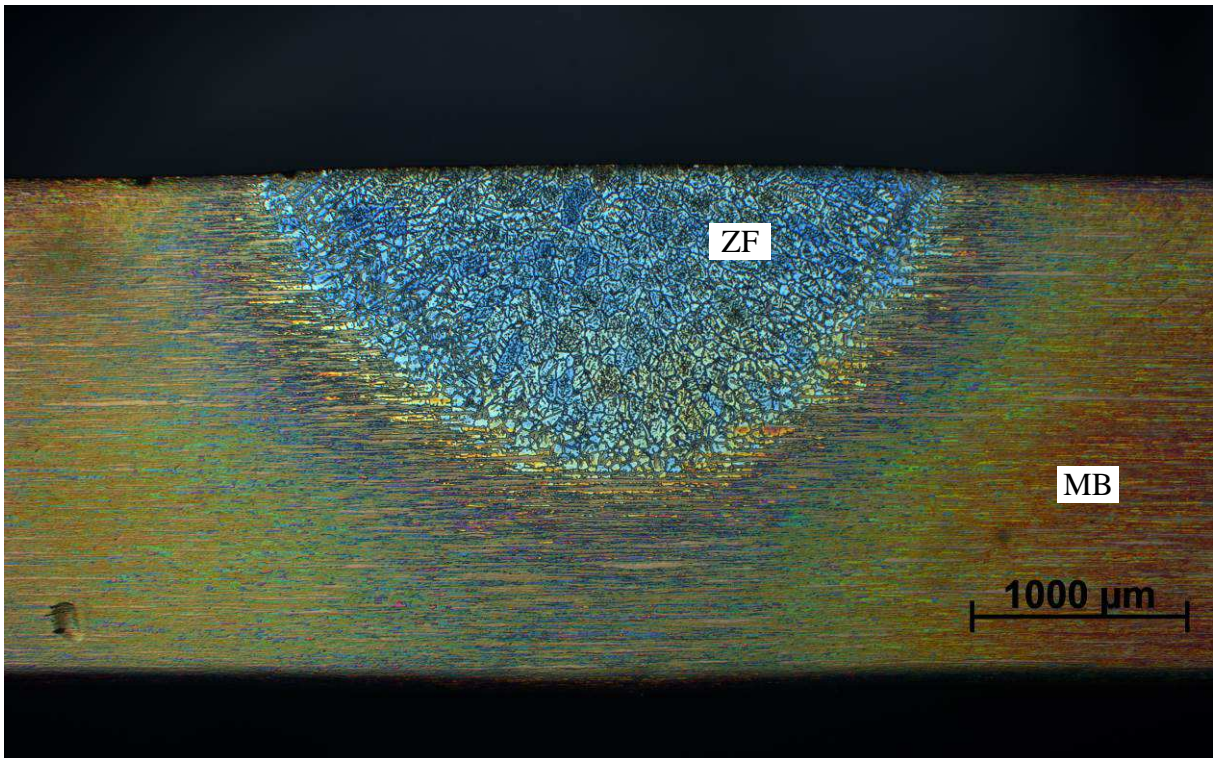


Figura 45 – Macrografia da junta soldada utilizando gás de proteção 3,5% N_2 . Imagem ao MO, ataque eletroquímico NaOH, 25x. MB formado por grãos alongados no sentido de laminação, ZF formada por grãos equiaxiais.

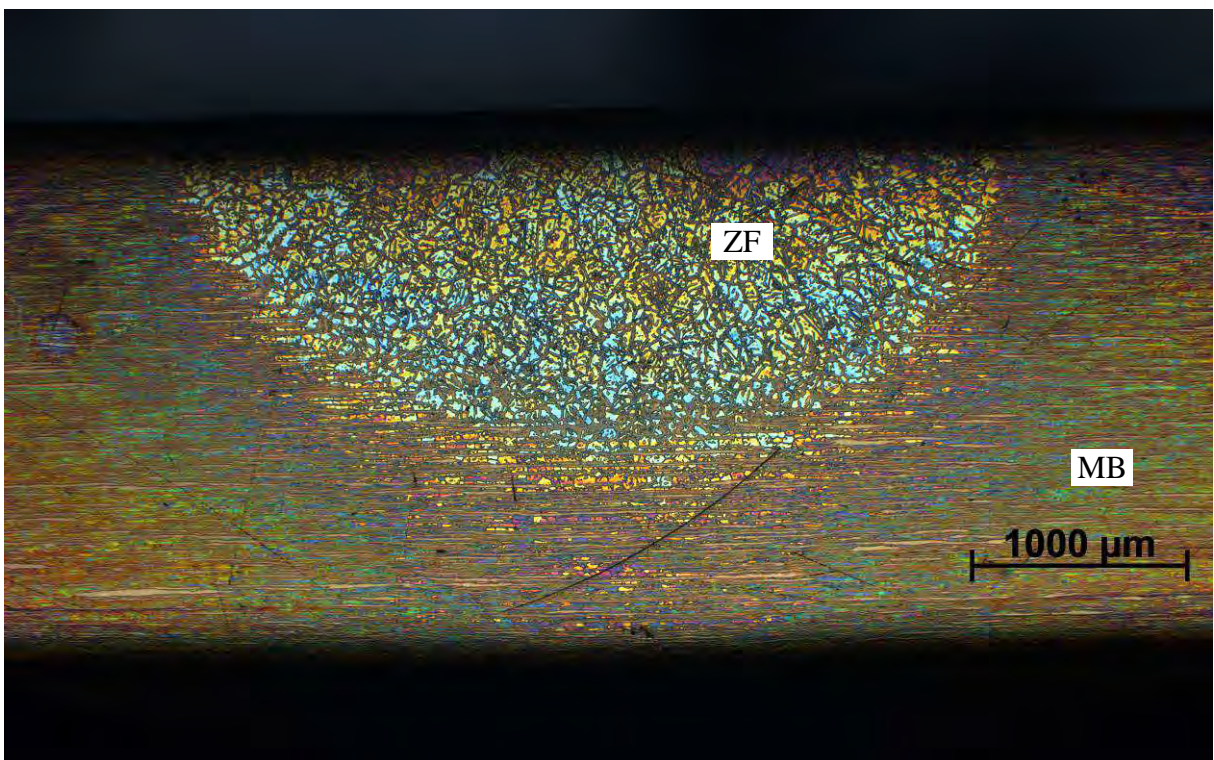


Figura 46 – Macrografia da junta soldada utilizando gás de proteção 4,5% N_2 . Imagem ao MO, ataque eletroquímico NaOH, 25x. MB formado por grãos alongados no sentido de laminação, ZF formada por grãos equiaxiais.

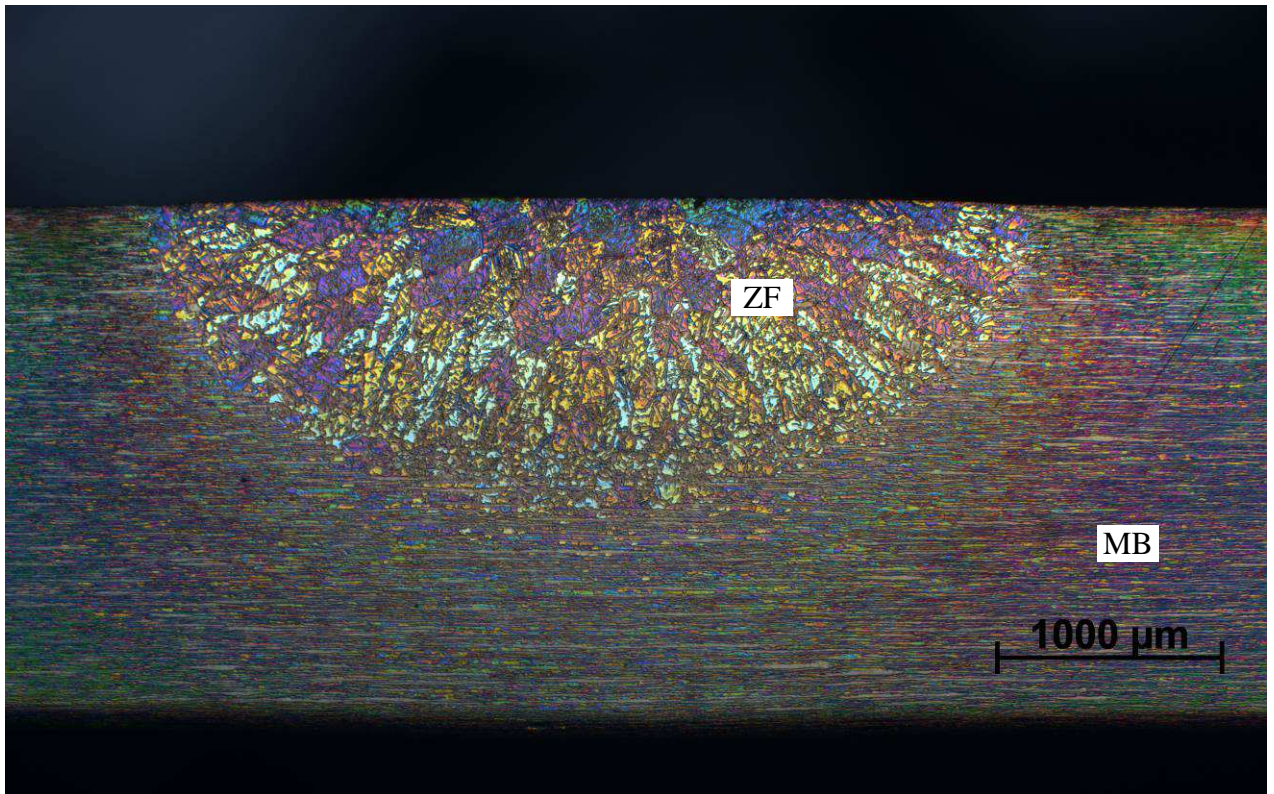


Figura 47 – Macrografia da junta soldada utilizando gás de proteção 5,5% N_2 . Imagem ao MO, ataque eletroquímico NaOH, 25x. MB formado por grãos alongados no sentido de laminação, ZF formada por grãos equiaxiais.

Conforme Wang e colaboradores (2006), a soldagem TIG no modo pulsado gera uma geometria preferencialmente formada por grãos equiaxiais na zona de fusão, ao contrário do arco não pulsado, que acarretaria em uma geometria alongada e colunar. As Figuras 43 a 47 mostram que todas as condições de soldagem resultaram em uma zona de fusão formada preferencialmente por grãos equiaxiais. Essa geometria era esperada para o processo de soldagem utilizado, pois o arco pulsado acarreta uma agitação na poça de fusão, gerando uma melhor distribuição da energia térmica, resultando em um fluxo de calor mais bem distribuído durante o processo de solidificação. Ao contrário, caso fosse utilizado arco não pulsado, não haveria agitação da poça de fusão e o fluxo de calor ocorreria preferencialmente na direção de arrefecimento, gerando grãos colunares e alongados. Uma alta taxa de resfriamento também resulta uma zona de fusão com grãos equiaxiais, pois não é fornecido tempo suficiente ao material para o crescimento colunar [Folkhard, 1988; Wang, et al., 2006].

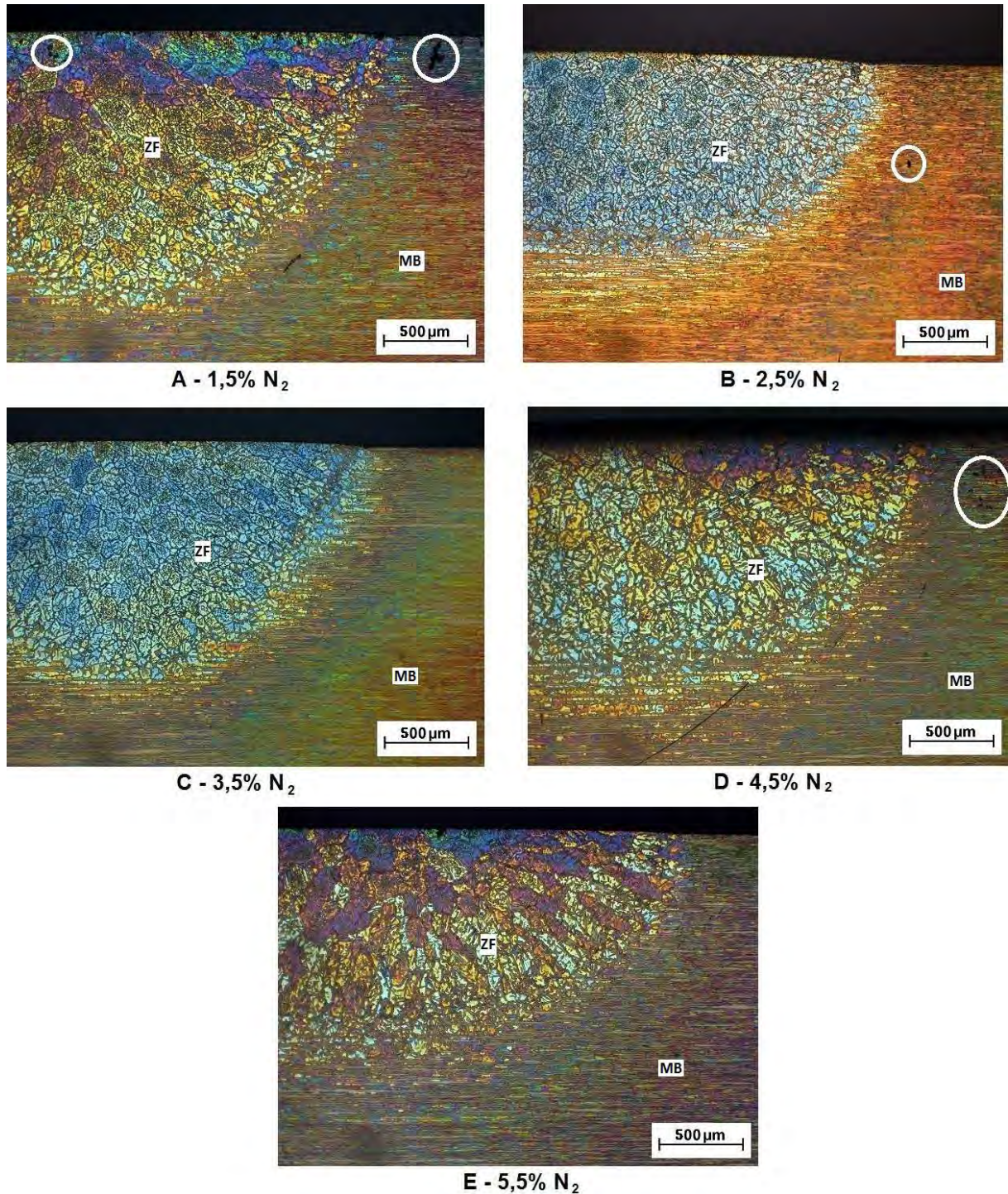


Figura 48 – . Macrografia das juntas soldadas utilizando gás de proteção variando de 1,5% N_2 à 5,5% N_2 . Aspectos ao MO, ataque eletroquímico NaOH, 25x. MB formado por grãos alongados e ZF por grãos equiaxiais. Regiões escuras indicadas pelas setas identificadas como porosidades.

Não foram observadas descontinuidades comuns de ocorrerem em soldagens, tais como, excesso de penetração e mordedura [Folkhard, 1988]. Algumas porosidades foram identificadas, tanto nas juntas soldadas, como no metal de base, conforme indicado na Figura 48. Tais descontinuidades são aceitas por

normas, desde que as quantidades e tamanhos dos poros estejam dentro dos limites pré-estabelecidos para cada aplicação. Acima desses limites, afetam principalmente as propriedades mecânicas do material podendo comprometer a utilização do componente. As principais causas de porosidade são parâmetros incorretos de soldagem e presença de gases na poça de fusão [ASM, 1983]. Assim como observado na Figura 48 e nas micrografias que serão apresentadas mais adiante, todas as juntas soldadas, independentemente da quantidade de nitrogênio presente no gás de proteção, apresentaram algumas poucas porosidades, assim sendo, não foi atribuído ao acréscimo de nitrogênio no gás de proteção a presença dessa descontinuidade. Para a aplicação industrial, seria necessário avaliar se as porosidades estão dentro dos limites permitidos por normas, caso contrário, adequar os parâmetros de soldagem.

3.4 Aspectos Micrográficos

3.4.1 Metal de Base

As Figuras 49 e 50 apresentam a microestrutura observada no metal de base (MB) do material utilizado. As imagens foram obtidas por microscopia ótica, após ataque eletroquímico com solução de NaOH, e microscopia eletrônica de varredura (MEV), operando em modo BSE.

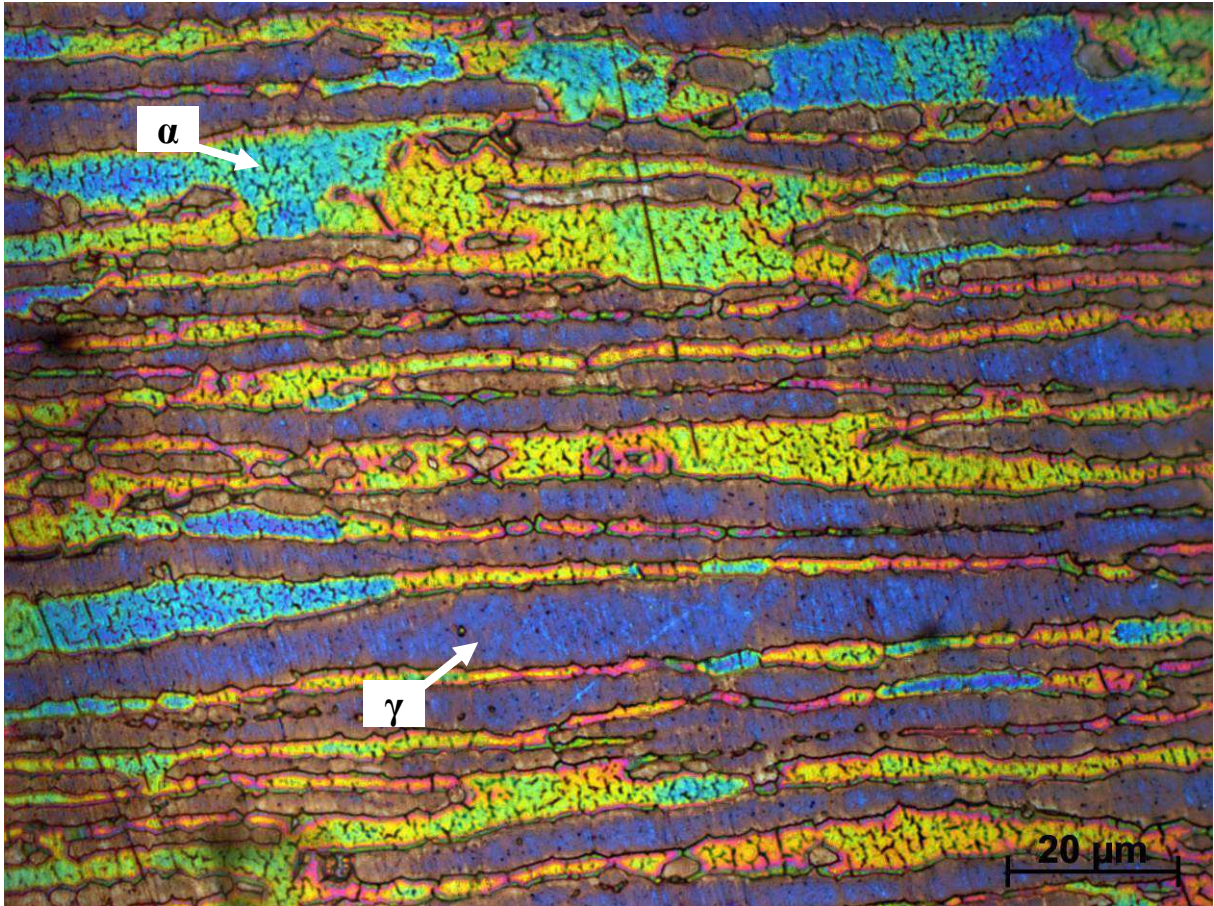


Figura 49 – Micrografia do metal de base. Aspecto ao MO, ataque eletroquímico NaOH, 1000x. Estrutura formada por lamelas alternadas das fases ferrita (α) e austenita (γ) típicas de processos de laminação. Austenita apresentando coloração entre marrom e azul e a ferrita coloração variando entre amarelo, verde a azul.

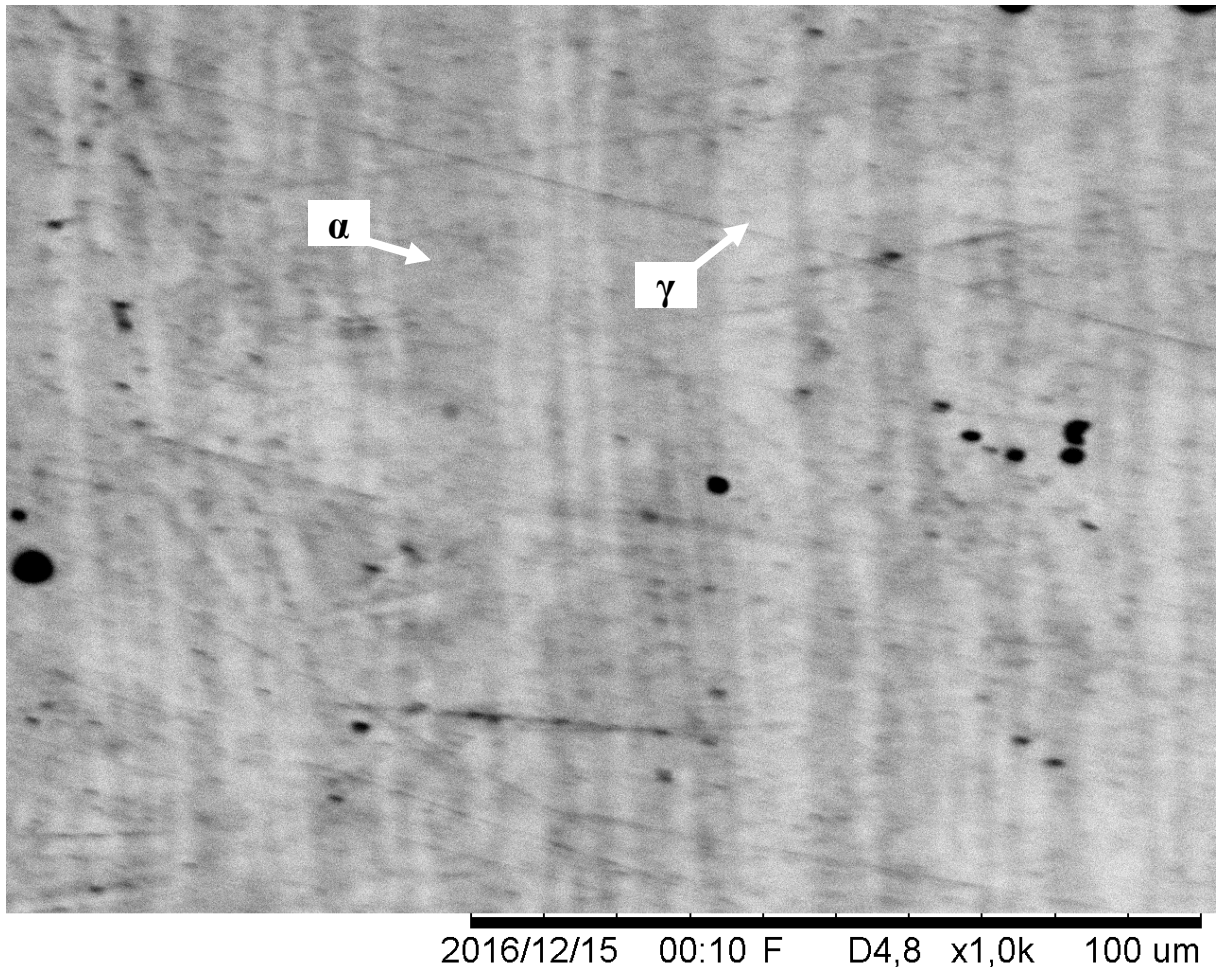


Figura 50 – Micrografia do metal de base. MEV operando em modo BSE, sem ataque químico, 1000x. Estrutura formada por lamelas alternadas das fases ferrita (α) e austenita (γ) típicas de processos de laminação. Ferrita apresentando coloração mais escura e austenita coloração clara. Regiões pretas identificadas como porosidade.

A estrutura lamelar do MB é típica de tubos fabricados por processo de laminação, onde estão alternadas as fases ferrita e austenita. Segundo Martins (2006) e Aguiar (2008), essa alternância ocorre devido à energia de interface ferrita/austenita ser menor que para os contornos ferrita/ferrita e austenita/austenita. Diversos outros estudos já realizados em aços hiperduplex mostraram este aspecto microestrutural [Chai, et al., 2009; Tavares, et al., 2010; Ha, et al., 2015]. Com relação ao tamanho médio de grão, Chai e colaboradores (2009) apontam a formação de grãos muito pequenos na constituição das lamelas. A presente pesquisa identificou lamelas finas possuindo largura menor que $10\mu\text{m}$. Pode-se atribuir a isso também, a elevada resistência mecânica para os aços hiperduplex quando comparados aos demais aços da família duplex. As regiões de geometria

circular e coloração preta foram identificadas como porosidade pela técnica de EDS acoplada ao MEV, cujos resultados serão discutidos posteriormente.

3.4.2 Zona termicamente afetada

Para todas as condições testadas, a zona termicamente afetada (ZTA) possuiu similaridade microestrutural, ou seja, a variação no percentual de nitrogênio adicionado ao gás de proteção, não afetou a microestrutura da ZTA. Esta situação é melhor observada nas Figuras 51 e 52, imagens que exemplificam a morfologia típica obtida.

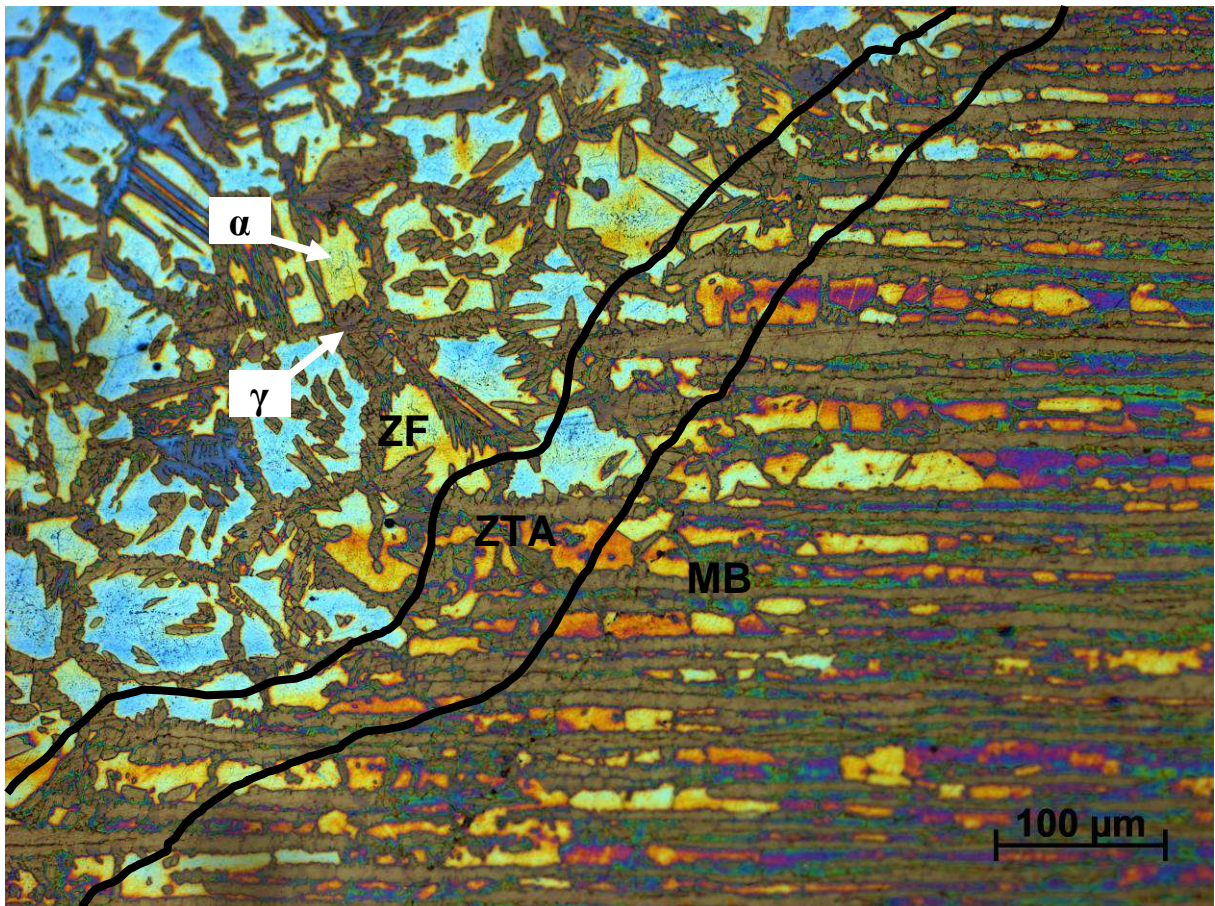


Figura 51 – Micrografia da região da ZTA, gás de proteção 4,5% N₂. Aspecto ao MO, ataque eletroquímico NaOH, 200x. Estrutura do metal de base formada por lamelas alternadas das fases ferrita (α) e austenita (γ). Zona de fusão formada por grãos equiaxiais de ferrita com austenita preferencialmente no contorno de grão.

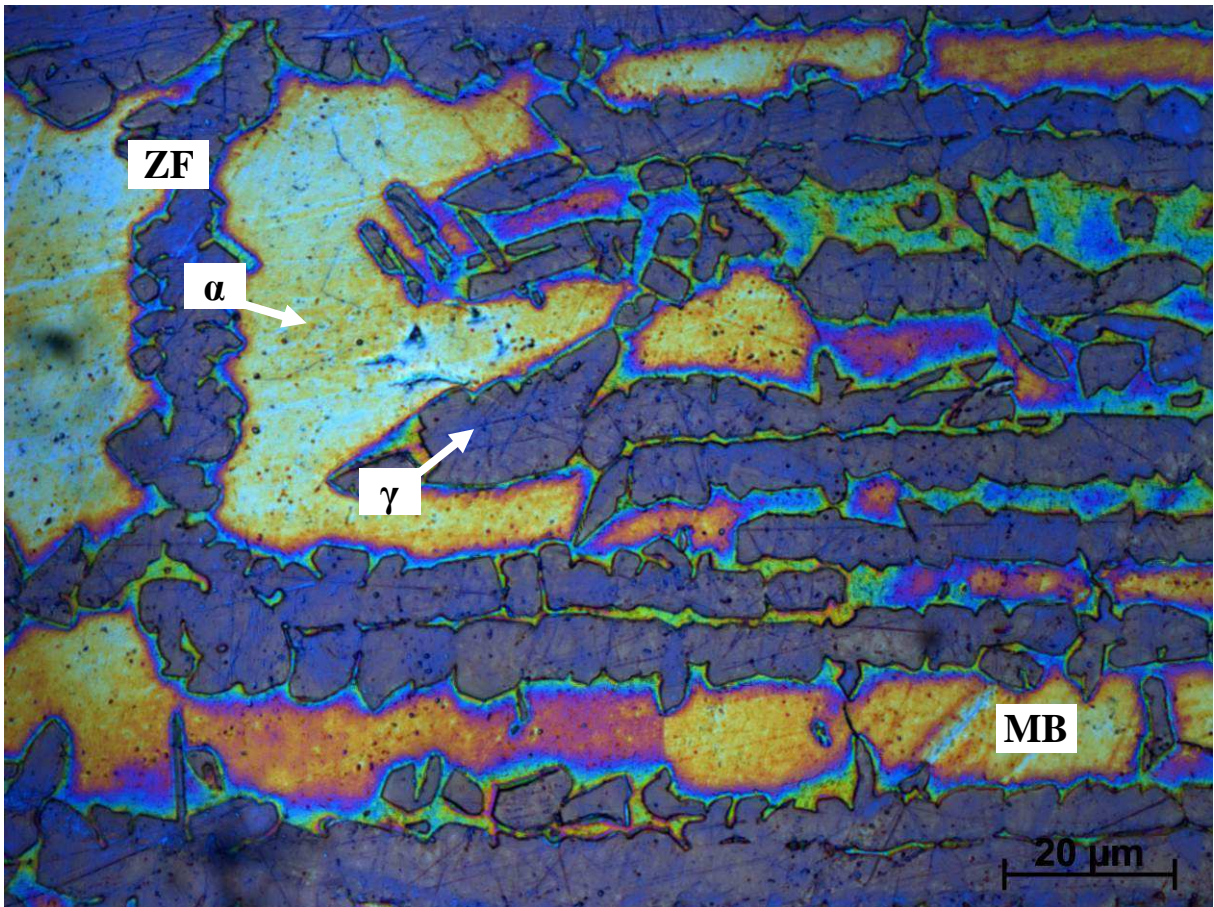


Figura 52 – Micrografia da região da ZTA, gás de proteção 4,5% N₂. Aspecto ao MO, ataque eletroquímico NaOH, 1000x. Estrutura do metal de base formada por lamelas alternadas das fases ferrita (α) e austenita (γ). Zona de fusão formada por grãos equiaxiais de ferrita com austenita preferencialmente no contorno de grão.

Nos aspectos microestruturais apresentados nas Figuras 51 e 52, é possível observar a formação de uma pequena ZTA, inferior a 0,1mm, notada pela existência de ramificações nas lamelas de austenita, as quais iniciam o crescimento para dentro da fase ferrita. Microscopias de ZTA similares foram obtidas (Figuras 28 e 29) por Stenvall e Holmquist (2008), que realizaram o processo de soldagem TIG utilizando metal de adição, diferentemente desta investigação, cuja soldagem foi autógena.

Na solidificação do aço inoxidável hiperduplex, normalmente forma-se primeiramente a fase ferrita, e a austenita se precipita a partir dela, quando o material já está no estado sólido [Alves, 2012; Padilha e Plaut, 2009]. O processo de soldagem fornece para a ZTA um grande aporte de energia térmica, semelhante ao existente no material logo após a sua solidificação, quando ocorre a precipitação da

austenita. Este fato pode explicar as ramificações das lamelas de austenita se darem para o interior da ferrita.

O processo de soldagem TIG fornece um aporte térmico de forma muito localizada na junta soldada, que justifica a ZTA possuir pequenas dimensões quando comparadas a outros processos de soldagem [ASM, 1983].

A Figura 53 apresenta as ZTAs para as cinco condições. Pode-se notar um aspecto microestrutural muito semelhante em todas as situações, onde ZTAs com pequenas dimensões e lamelas da fase austenita estão ramificadas para o interior da ferrita. Com base nesse resultado, pode-se considerar que a variação de composição do gás de proteção não apresentou influência significativa na microestrutura da zona termicamente afetada.

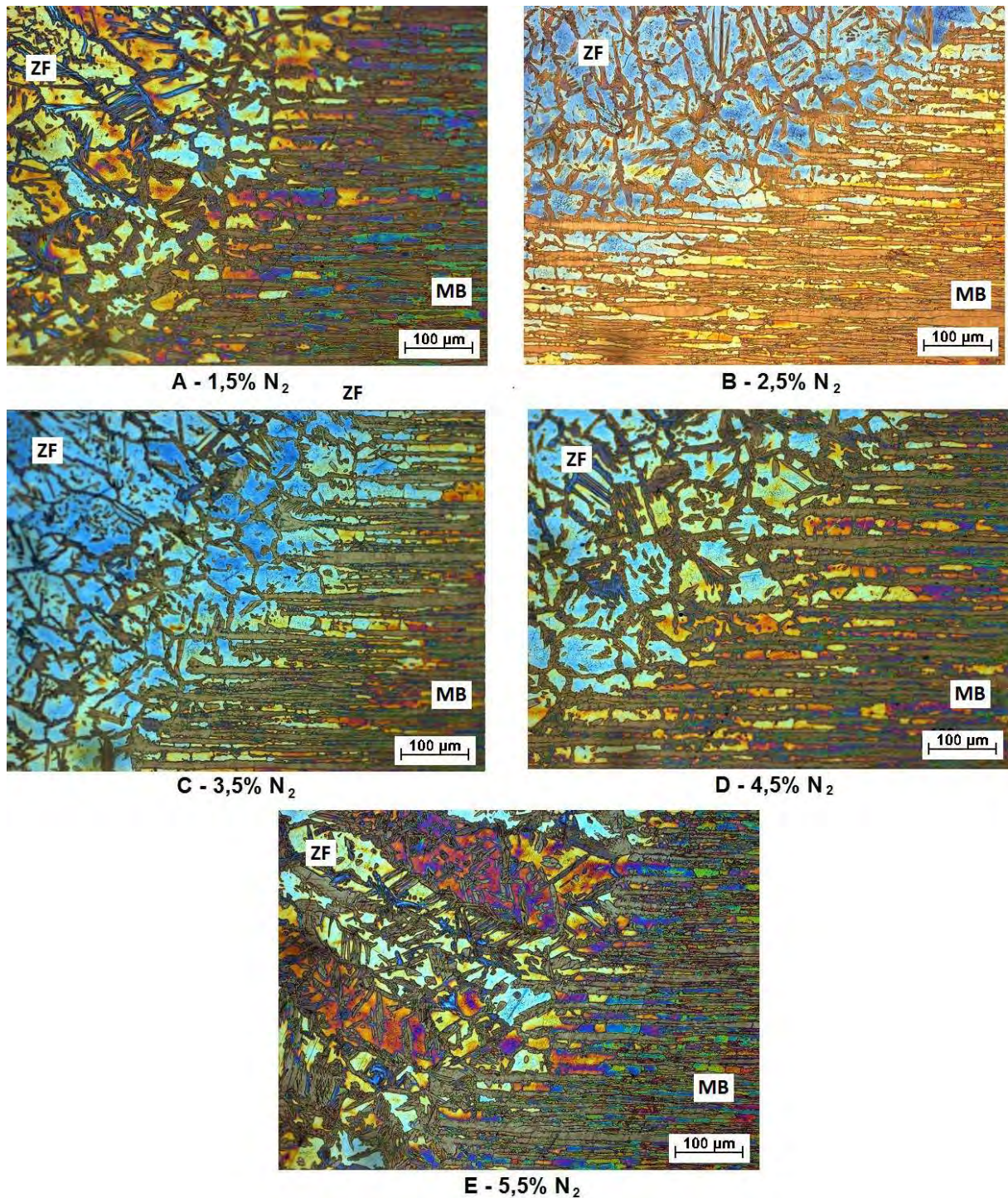


Figura 53 – Micrografias da ZTA utilizando gás de proteção variando de 1,5% N₂ a 5,5% N₂. Aspectos a MO, ataque eletroquímico NaOH, 200x. Estrutura do metal de base formada por lamelas alternadas das fases ferrita (α) e austenita (γ). Zona de fusão formada por grãos equiaxiais de ferrita com austenita preferencialmente no contorno de grão.

As Figuras 54 e 55 apresentam micrografias da ZTA para as cinco condições por MO (aumento 1000x) e MEV (aumento 600x), respectivamente, nas quais não foram identificadas a presença de fases deletérias. Caso houvessem, conforme já mencionado, o ataque eletroquímico com solução de NaOH identificaria a fase sigma com coloração bastante escura [Belmonte, et al., 2014; Santos, et al., 2014; Figueiredo, et al., 2014], similarmente aos aspectos apresentados nas Figuras 15, 16, 17 e 18 para MO. Ao MEV, as fases sigma e chi apareceriam com tonalidade bem mais clara comparativamente às fases ferrita e austenita, análogas às apresentadas nas Figuras 09 e 13 [Kim, et al., 2013; Jeon, et al., 2012a]. É importante a verificação da existência de fases deletérias na zona termicamente afetada, pois as condições desta região oferecem meios propícios à formação dessas fases, em especial a sigma e a chi, que se formam a partir da ferrita, quando o material é exposto a altas temperaturas [Vurobi e Mitsuyuki, 2008].

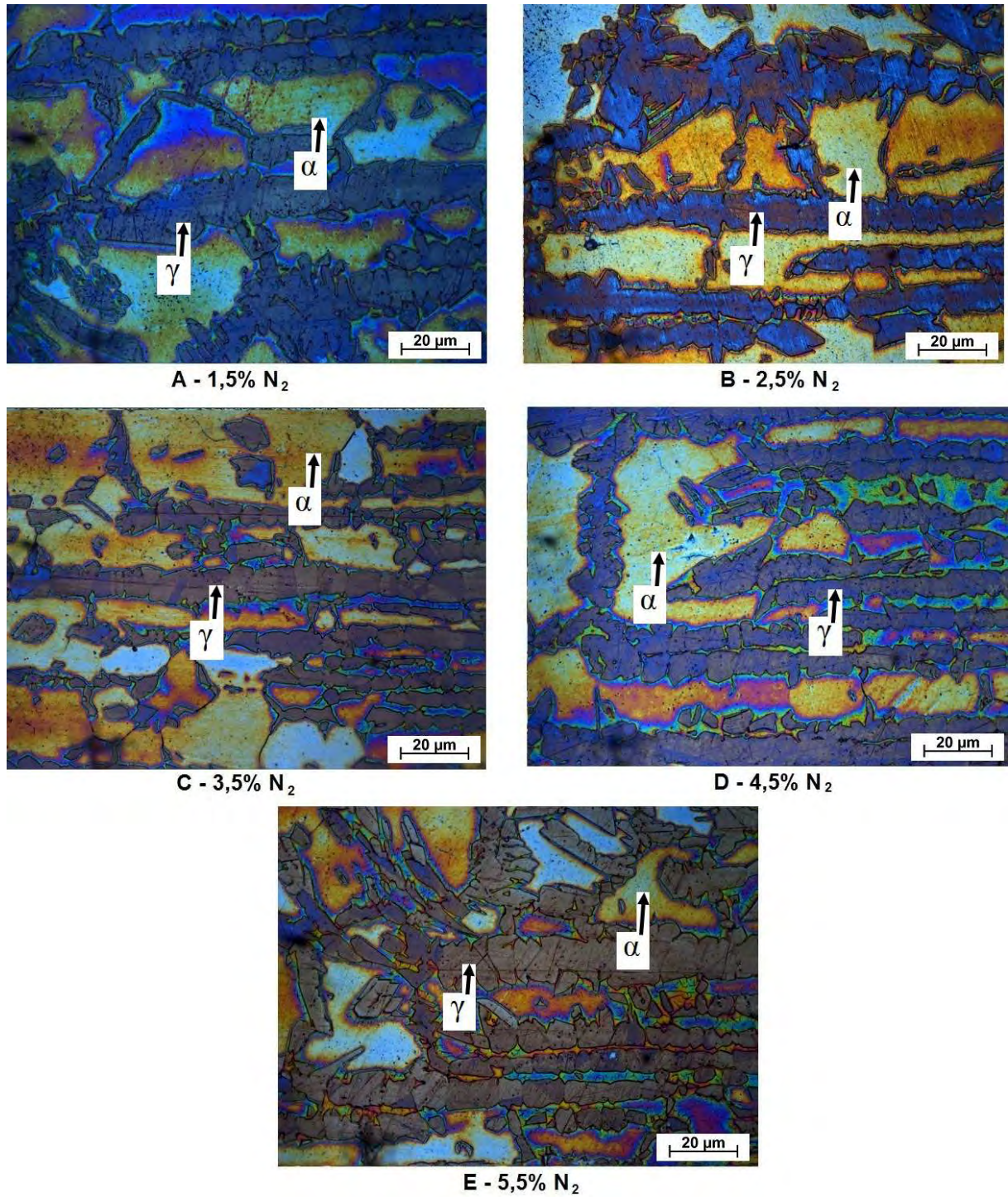


Figura 54 – Micrografias das ZTAs utilizando gás de proteção variando de 1,5% N_2 à 5,5% N_2 . Aspectos a MO, ataque eletroquímico NaOH, 1000x. Austenita apresentando coloração entre marrom e azul e a ferrita coloração variando entre amarelo, verde a azul.

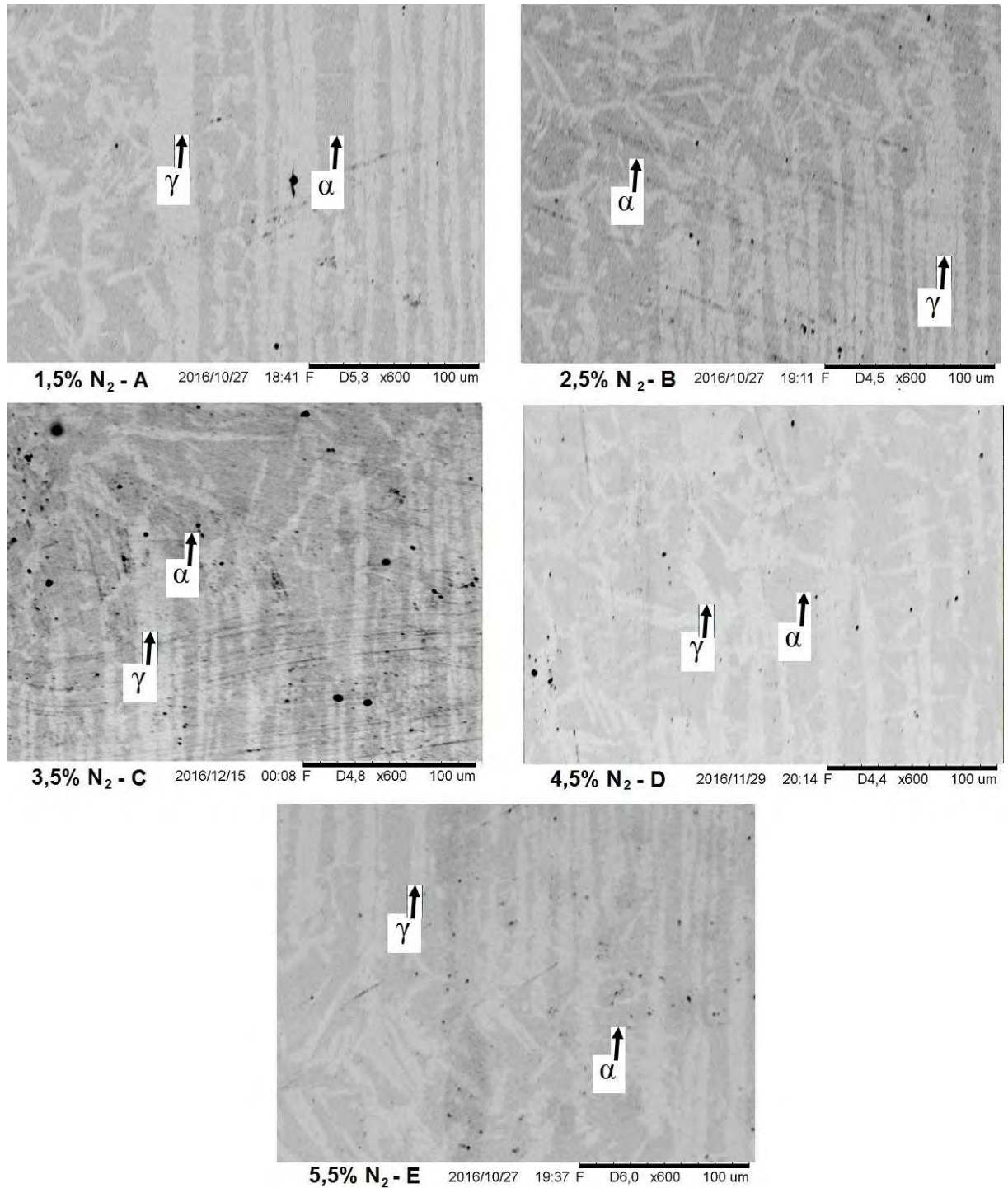


Figura 55 – Micrografias das ZTAs utilizando gás de proteção variando de 1,5% N₂ à 5,5% N₂. MEV operando em modo BSE, sem ataque, 600x. Austenita apresentando coloração clara e ferrita tons de cinza. Pontos pretos identificados como porosidade.

3.4.3 Zona de Fusão

As Figuras 56, 57 e 58 exemplificam a zona de fusão para as cinco condições, as duas primeiras utilizando MO e a terceira MEV.

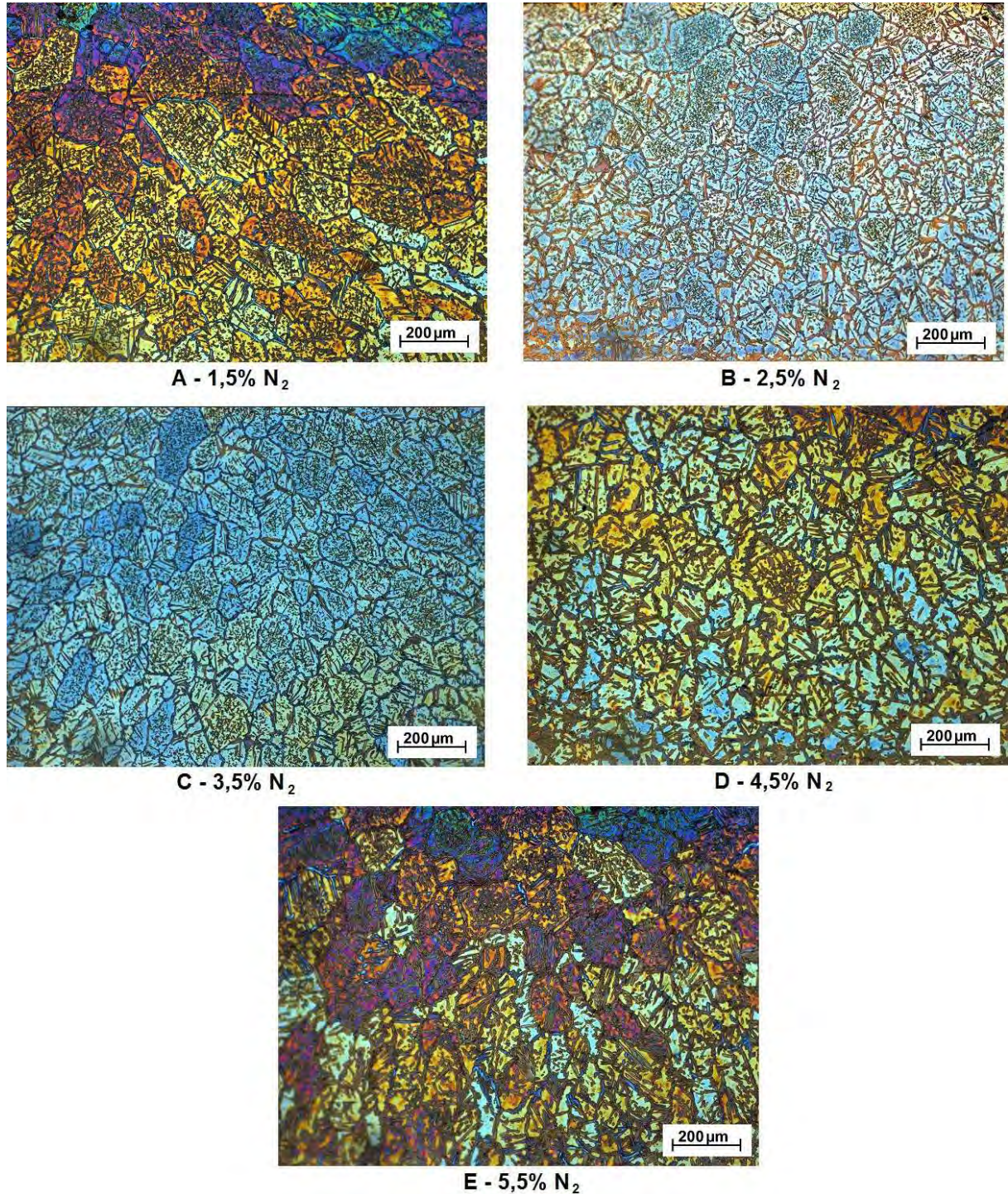


Figura 56 – Micrografias da zona de fusão utilizando gás de proteção variando de 1,5% N₂ a 5,5% N₂. Aspectos a MO, ataque eletroquímico NaOH, 100x. Austenita apresentando coloração marrom e a ferrita coloração variando entre amarelo, verde a azul. Aspecto formado por grãos de ferrita com a austenita se formando preferencialmente no contorno de grão da ferrita.

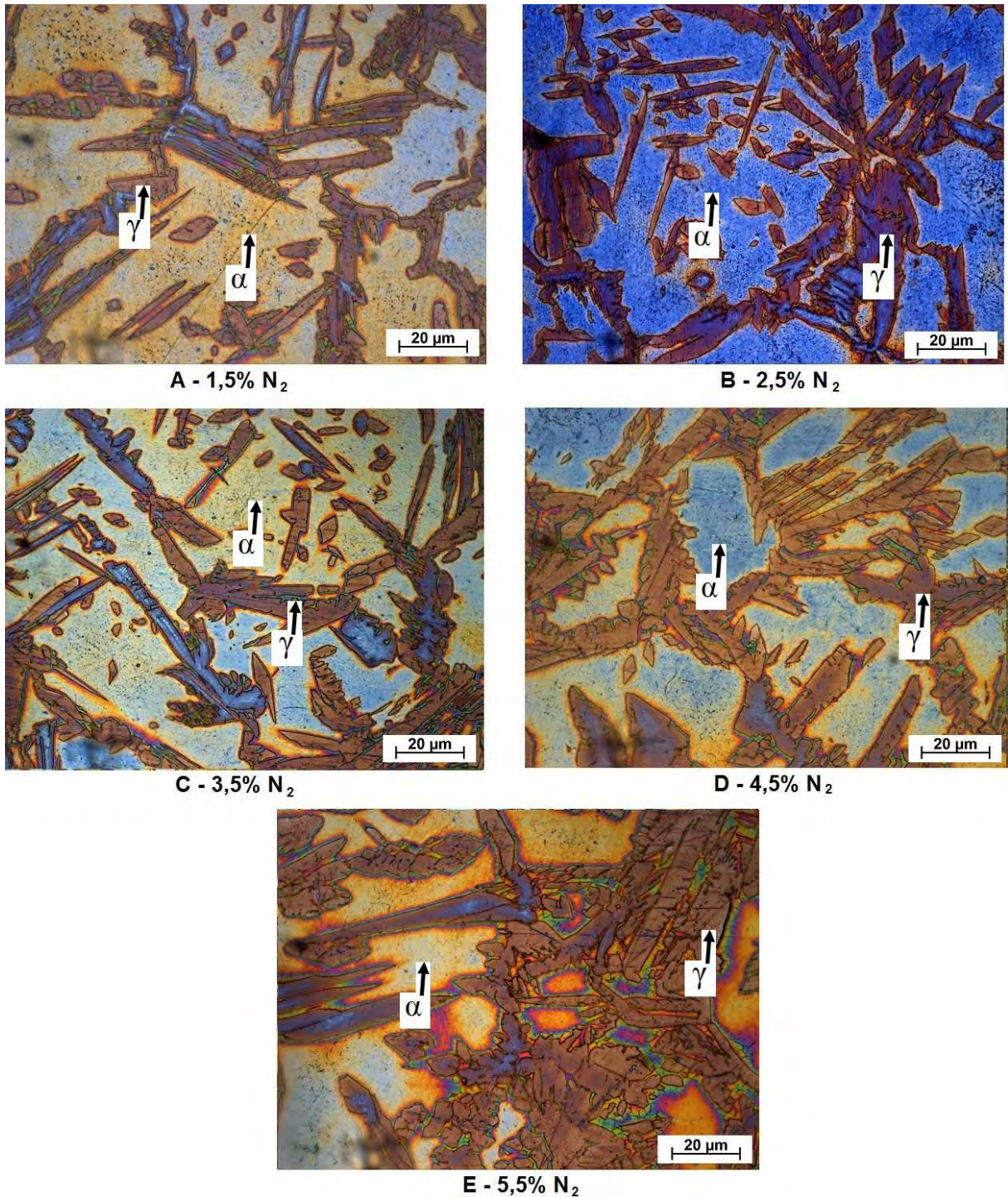


Figura 57 – Micrografias da zona de fusão utilizando gás de proteção variando de 1,5% N₂ a 5,5% N₂. Aspectos a MO, ataque eletroquímico NaOH, 1000x. Austenita apresentando coloração marrom e a ferrita coloração variando entre amarelo, verde a azul. Aspecto formado por grãos de ferrita com a austenita se formando preferencialmente no contorno de grão da ferrita.

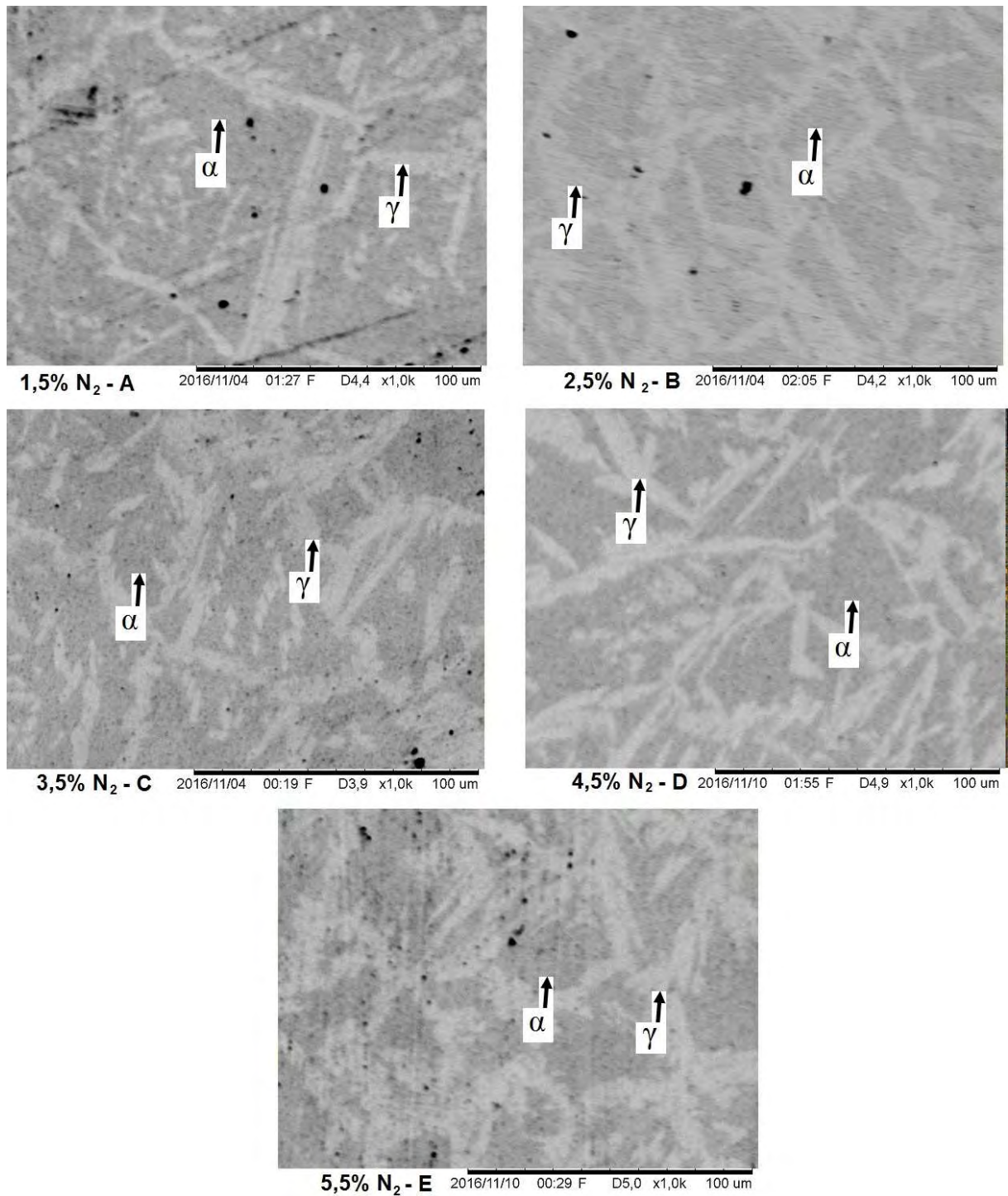


Figura 58 – Micrografias da zona de fusão utilizando gás de proteção variando de 1,5% N₂ a 5,5% N₂. MEV operando em modo BSE, sem ataque, 1000x. Austenita apresentando coloração clara e ferrita tons de cinza. Pontos pretos identificados como porosidade. Aspecto formado por grãos de ferrita com a austenita se formando preferencialmente no contorno de grão da ferrita.

Os aspectos micrográficos da Figura 56, ratificam a presença de grãos equiaxiais observados através das macrografias. A austenita formou-se preferencialmente nos contornos de grão da ferrita, com alguma inserção no interior

do grão da referida fase. Esta situação fica realçada na Figura 57 B, que apresenta um grão de ferrita circundado de austenita e regiões pequenas de austenita no interior do grão ferrítico. Morfologias similares foram obtidas por Kim e colaboradores (2012) (Figura 30). Qualitativamente nota-se uma relação direta entre o aumento da quantidade de nitrogênio no gás de proteção e o aumento da fração volumétrica da austenita na zona de fusão. Tal comportamento era esperado devido ao forte efeito austenitizante do nitrogênio [ASTM, 2001].

As imagens obtidas em MEV (Figura 58) apresentaram, além das fases ferrita e austenita facilmente identificáveis através de seus aspectos morfológicos, algumas regiões bem escuras (pretas) que foram identificadas como porosidades. Esses poros já haviam sido constatados por MO, existindo inclusive no metal de base, e serão discutidos posteriormente juntamente com os resultados de EDS.

As técnicas utilizadas de MO e MEV não identificaram, através de tonalidades ou aspectos morfológicos, a presença fases deletérias ou presença de nitretos. Microscopia eletrônica de varredura e microscopia ótica foram utilizadas na identificação dessas fases em diversos trabalhos [Kim, et al., 2013; Jeon, et al., 2012a; Giraldo, 2001; Magnabosco, 2001; Elmer, et al., 2007; Rossitti, 2000; Jeon, et al., 2012b -115; Jang, et al., 2011]. Outras técnicas também são indicadas para a identificação de fases deletérias e nitretos, tais como como microscopia eletrônica de transmissão e difração de raios-x.

3.4.4 Precipitados

Conforme pode-se observar na Figura 02, os aços inoxidáveis de estrutura duplex estão sujeitos a precipitação de um grande número de fases e/ou precipitados quando o seu equilíbrio termodinâmico é alterado. Em geral, essas ocorrências, têm como efeito a diminuição da resistência a corrosão desses aços. As micrografias apresentadas até então, indicam não ter ocorrido a formação da fase sigma nas juntas soldadas, fase deletéria mais comum de se formar em aços com estrutura duplex. No entanto, análises utilizando MEV em aumentos maiores são necessárias para analisar a ausência de outras possíveis fases.

Outra importante possibilidade a ser investigada é a formação de nitretos. Os resultados apresentados indicam que o nitrogênio adicionado no gás de proteção da soldagem atuou como estabilizador da austenita, aumentando a fração volumétrica

desta fase. No entanto, a solubilidade do nitrogênio, que se encontra na forma de solução intersticial, na austenita é de 2,8%, e na ferrita de apenas 0,1% [Padilha, 2000]. Este experimento utilizou teores de nitrogênio muito acima da solubilidade das fases no gás de proteção, até 5,5% N₂, o que poderia acarretar a formação de nitretos, uma vez que as fases presentes não são capazes de solubilizar todo o nitrogênio utilizado.

Outros estudos apontam que aços de estrutura duplex podem formar nitretos de cromo, os quais possuem uma geometria alongada, com cerca de 5μm de comprimento e maior teor de cromo que a fase onde estão precipitados [Jeon, et al., 2012b; Jeon, et al., 2015].

Com o objetivo de identificar a possível formação de precipitados e/ou nitretos foram feitas análises em MEV convencional com sistema de EDS acoplado, onde o resultado não foi adequadamente satisfatório, e posteriormente em MEG FEG também com sistema de EDS acoplado, com resultados satisfatórios, com aumentos maiores, até 20.000 vezes. As amostras submetidas as análises foram preparadas por polimento eletrolítico com solução de CrO₃ em ácido acético. Essas análises foram realizadas nas amostras contendo 2,5% de N₂ no gás de proteção, percentual comercialmente utilizado, e 5,5% de N₂, maior percentual estudado, e, portanto, a amostra com maior possibilidade de formação de nitretos.

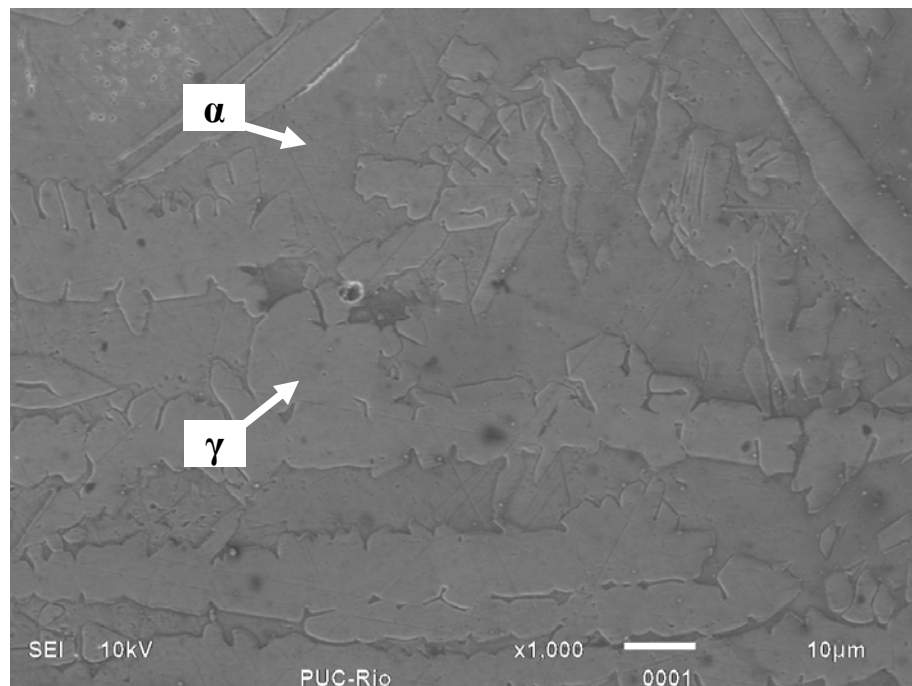


Figura 59 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 5,5%N₂. MEV operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 1.000x. Observa-se a presença das fases ferrita e austenita.
Full scale counts: 662 Base(1)_pt2

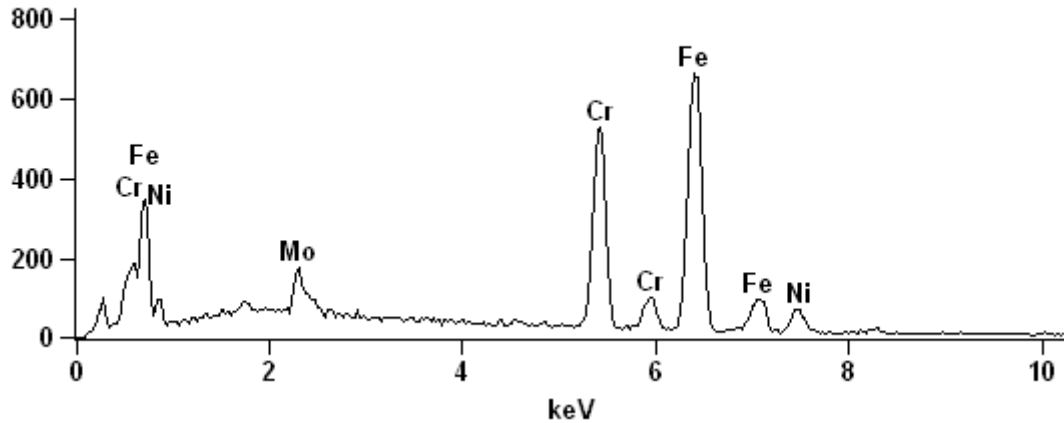


Figura 60 – Resultado de EDS acoplado ao MEV para uma região aleatória da fase austenita da imagem da Figura 59. Como esperado nota-se a presença de picos de Cr, Fe, Ni e Mo, sem a presença de substâncias contaminantes.

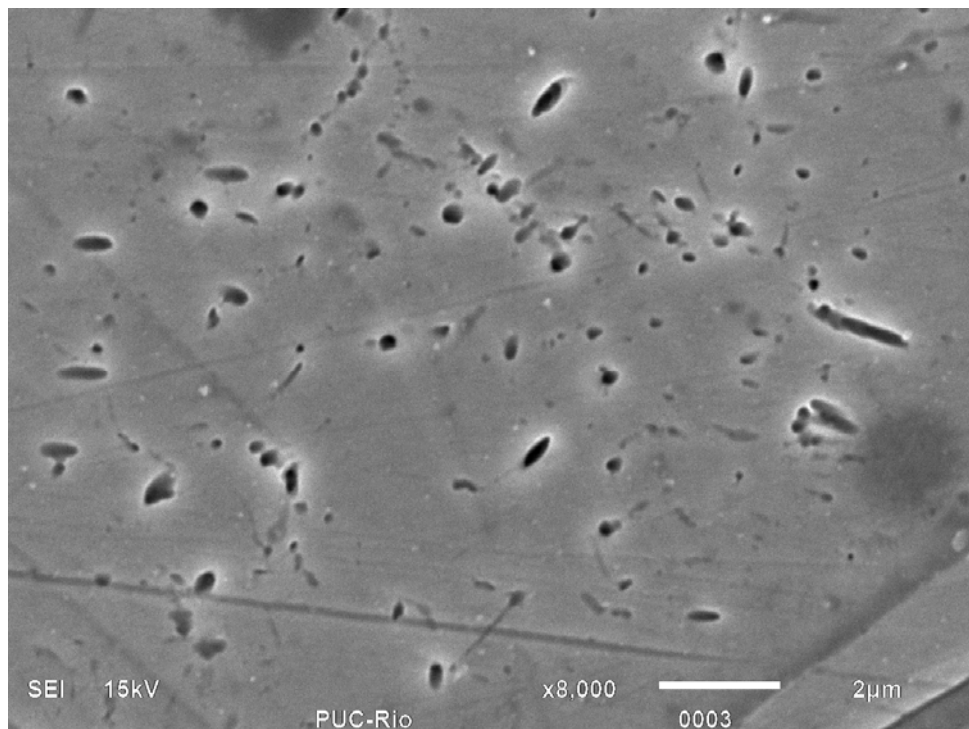


Figura 61 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 5,5%N₂. MEV operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 8.000x. Observa-se a presença de regiões escuras de pequenas dimensões.

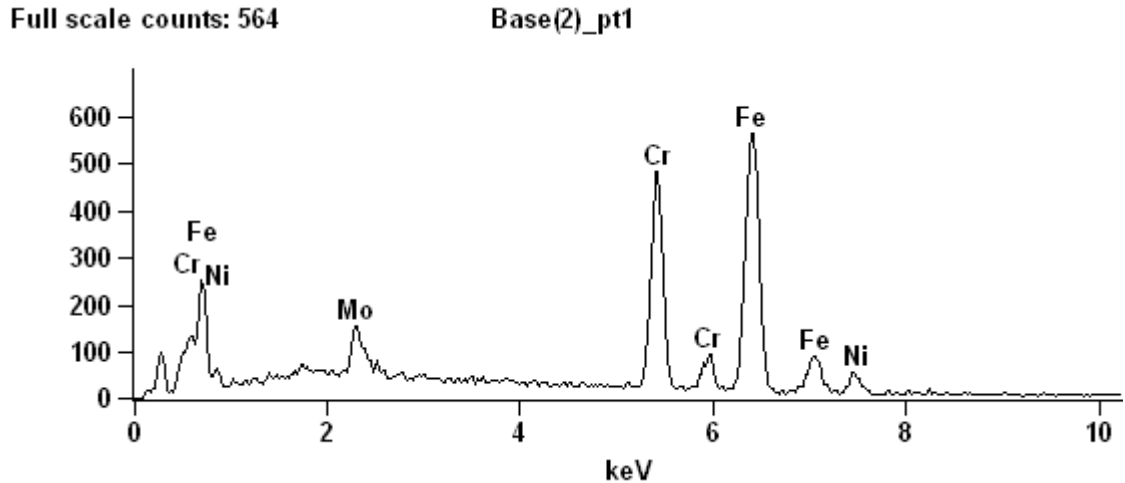


Figura 62 – Resultado de EDS acoplado ao MEV para uma das regiões de coloração preta da imagem da Figura 61. Nota-se similaridade com os picos da Figura 60, indicando que não se tratar de nenhuma inclusão.

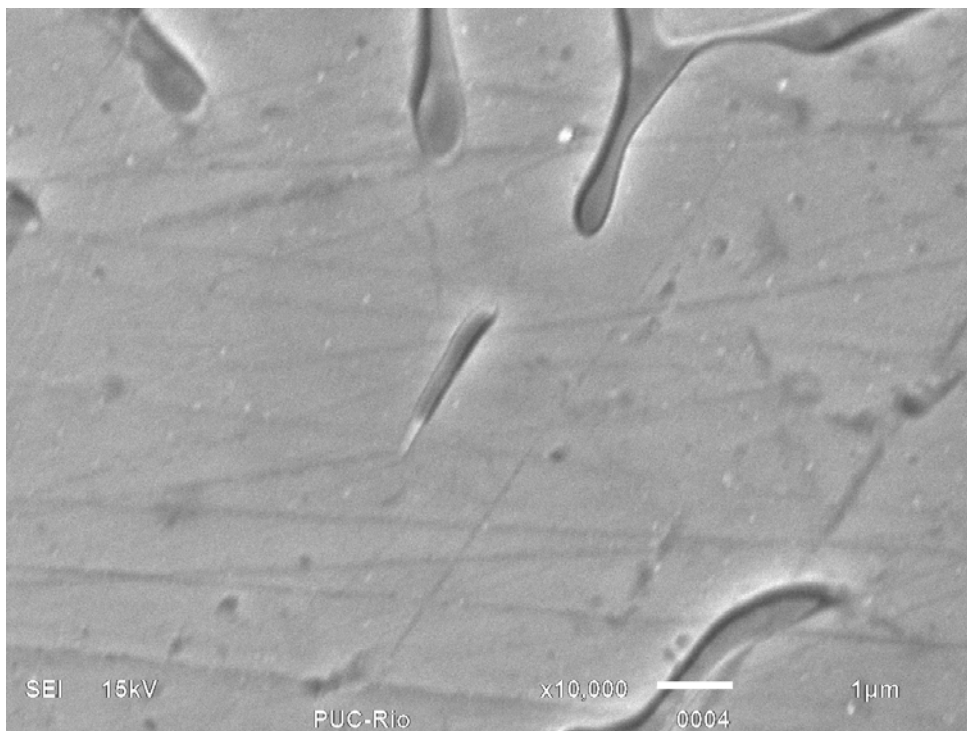


Figura 63 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 5,5%N₂. MEV operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 10.000x. Observa-se a presença de regiões com formato alongado no interior de um grão de austenita.

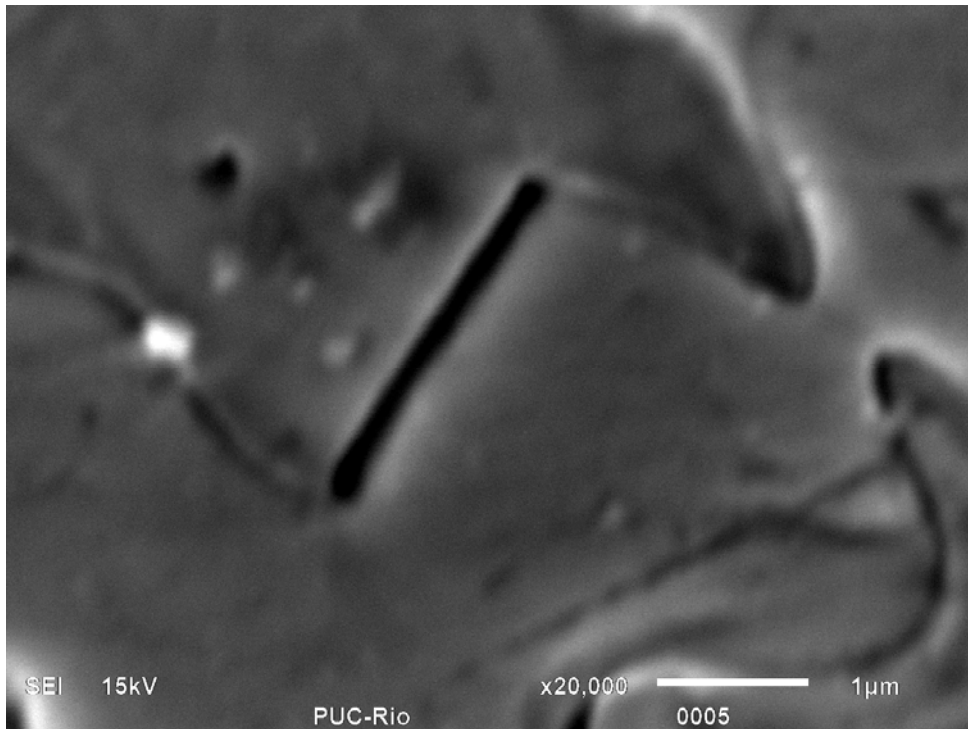


Figura 64 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 5,5%N₂. MEV operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 10.000x. Observa-se a presença de região com formato alongado no interior de um grão de austenita

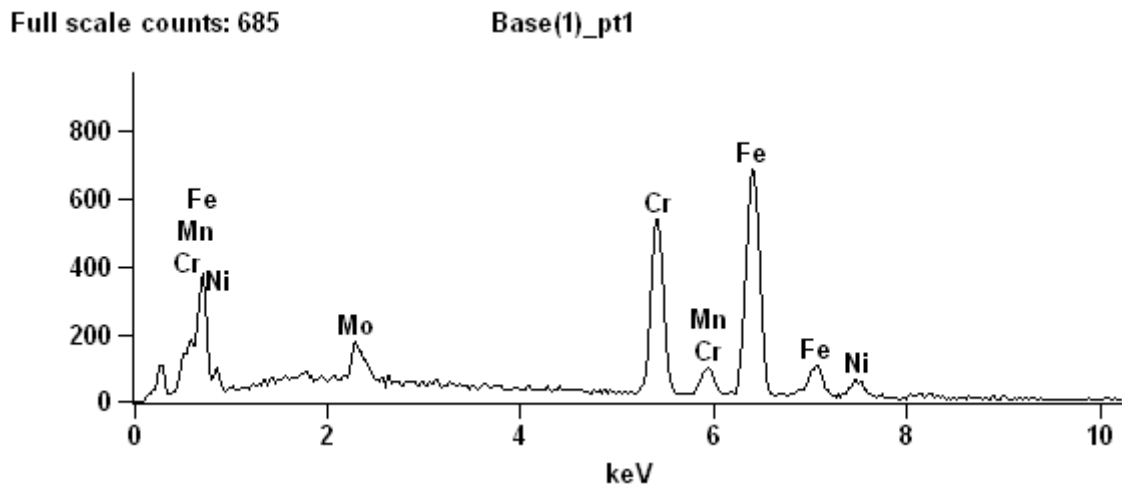


Figura 65 – Resultado de EDS acoplado ao MEV para a região de coloração escura da imagem da Figura 64. Nota-se similaridade com os picos da Figura 60, indicando que não se tratar de nenhuma inclusão.

As imagens das Figuras 59 a 65 apresentam os resultados obtidos pelo MEV convencional. Na Figura 59 é possível observar as fases ferrita e austenita, com a mesma geometria já identificada nas imagens de microscopia ótica e MEV em modo BSE. Com aumentos maiores observou-se que em algumas áreas da amostra

apresentavam diversos pontos escuros, que tendiam a um formato circular, como ilustrado na Figura 61. Em alguns grãos de austenita foram identificadas pequenas regiões alongadas, como observado nas Figuras 63 e 64. No entanto, o resultado de EDS acoplado ao MEV para ambas as regiões, Figuras 62 e 65, foram similares ao obtido para a fase da matriz, Figura 60. Portanto, os resultados obtidos em MEV convencional indicam que as regiões localizadas e ilustradas pelas imagens das Figuras 61, 63 e 64 não seriam precipitados. Visando melhor identificar as regiões, as regiões foram analisadas em MEV FEG.

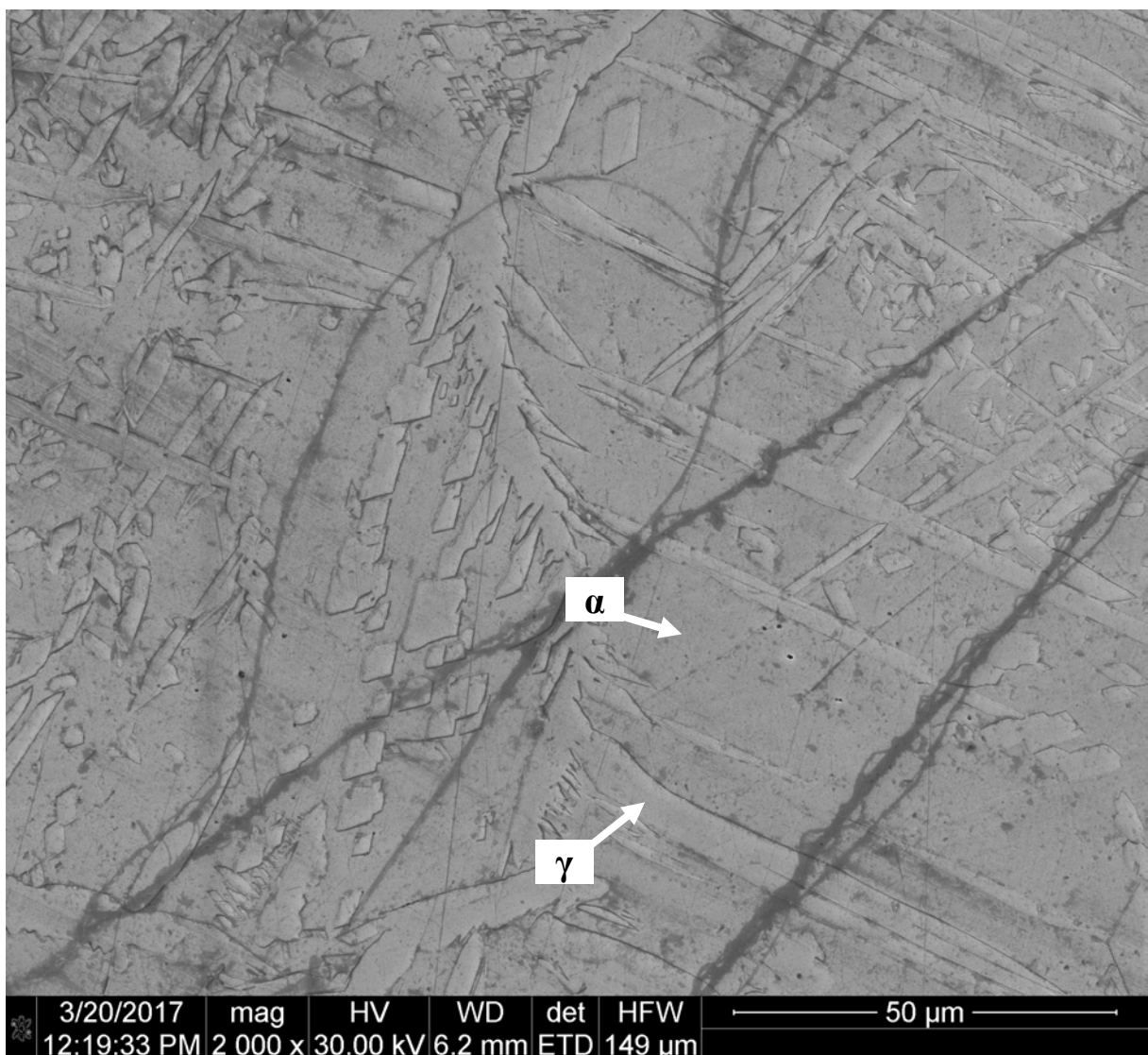


Figura 66 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 5,5%N₂. MEV FEG operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 2.000x. Observa-se a presença das fases ferrita e austenita.

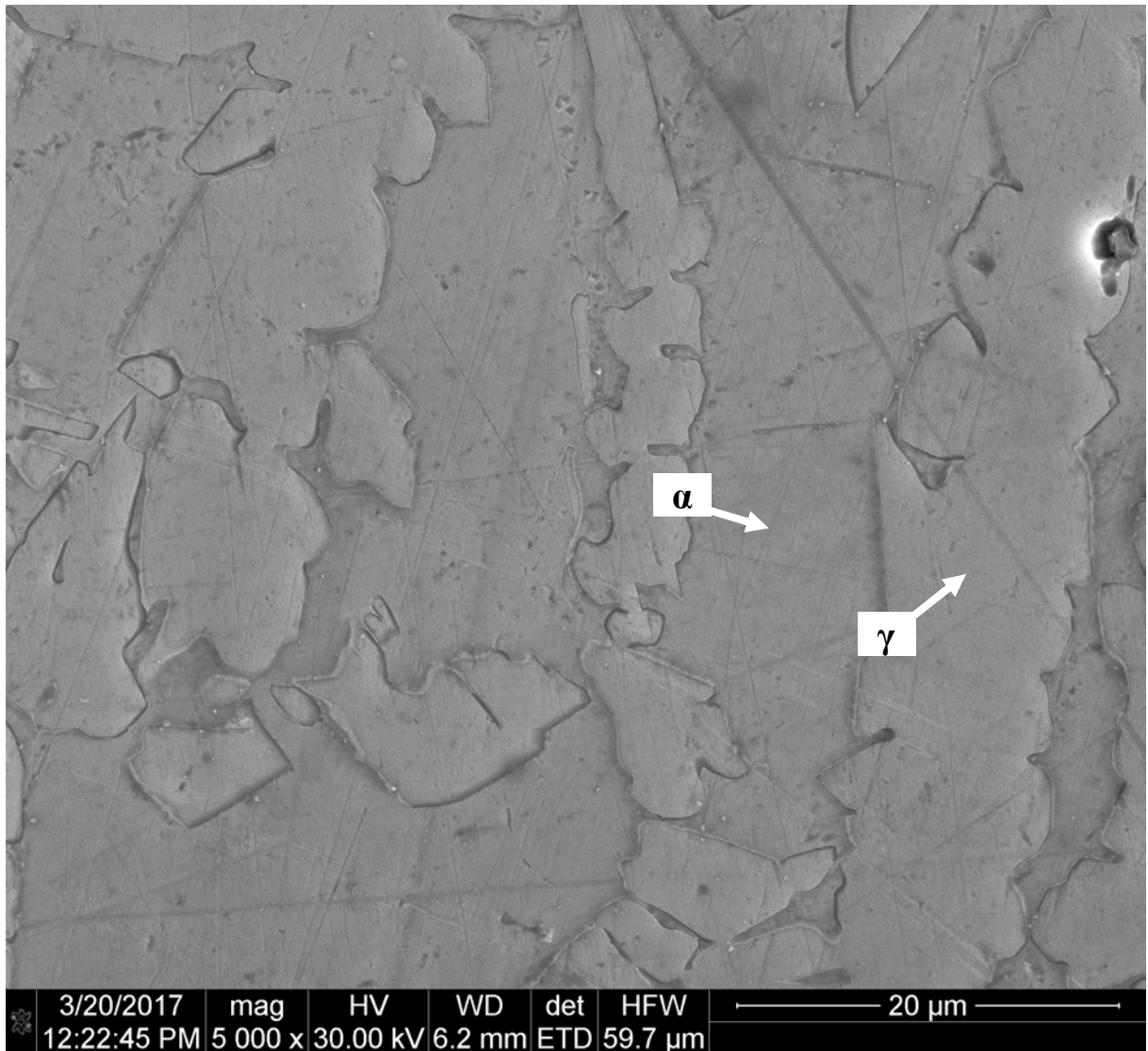


Figura 67 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 5,5%N₂. MEV FEG operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 5.000x. Observa-se a presença das fases ferrita e austenita.

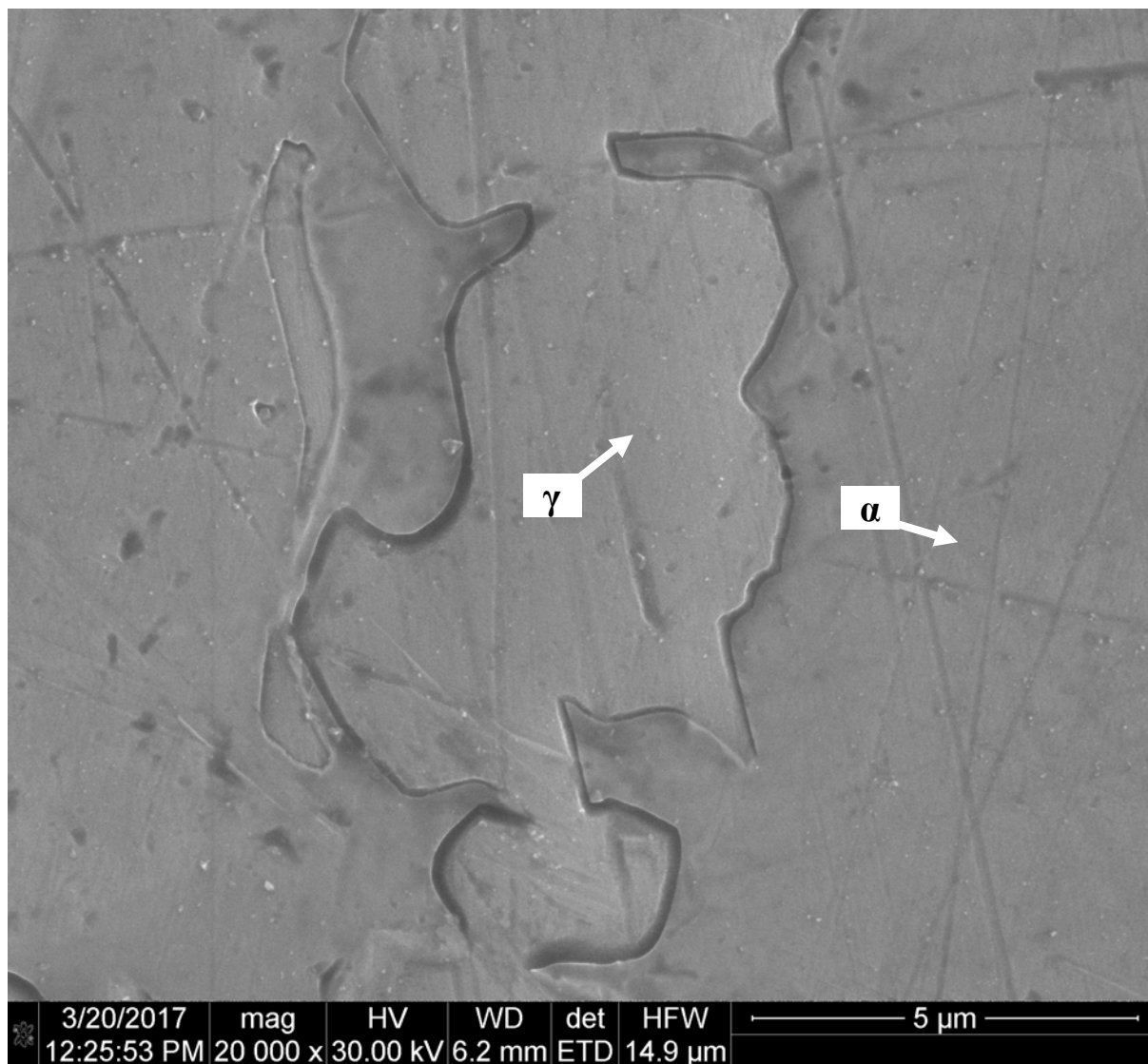


Figura 68 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 5,5%N₂. MEV FEG operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 20.000x. Observa-se a presença das fases ferrita e austenita.

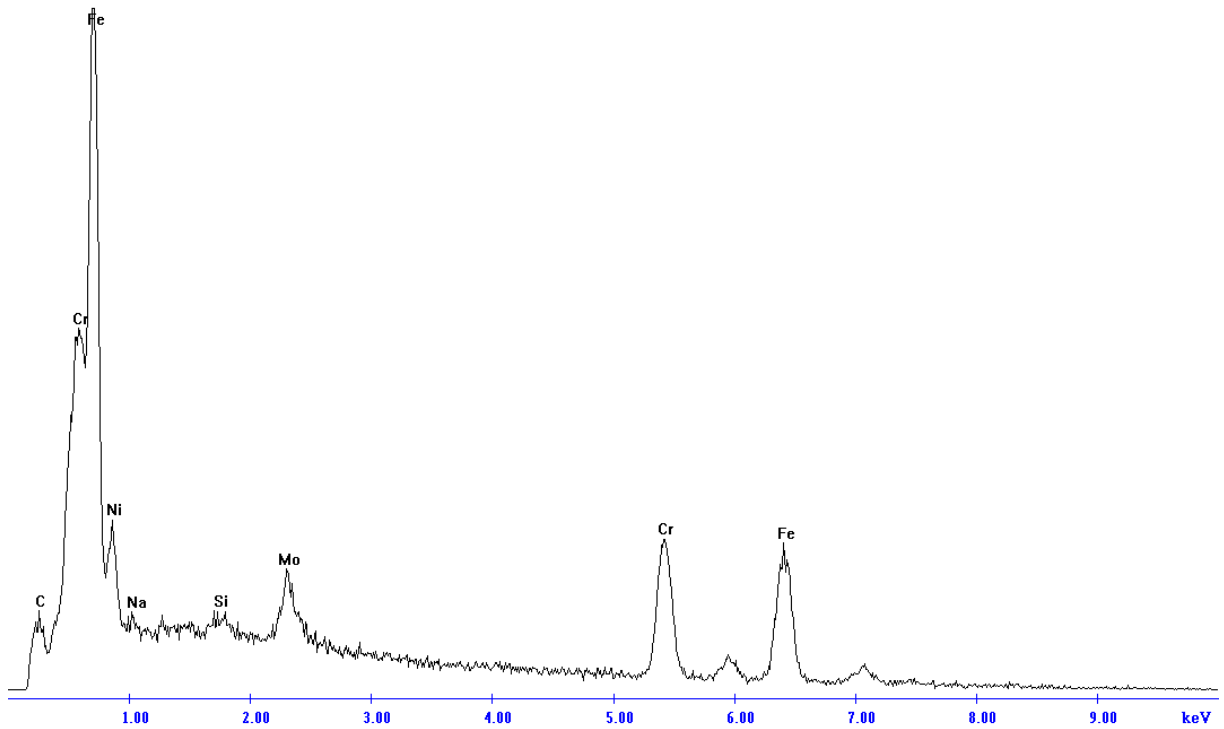


Figura 69 – Resultado de EDS acoplado ao MEV FEG para uma região aleatória da fase austenita da imagem da Figura 68. Como esperado nota-se a presença de picos de Cr, Fe, Ni e Mo, sem a presença de substâncias contaminantes.

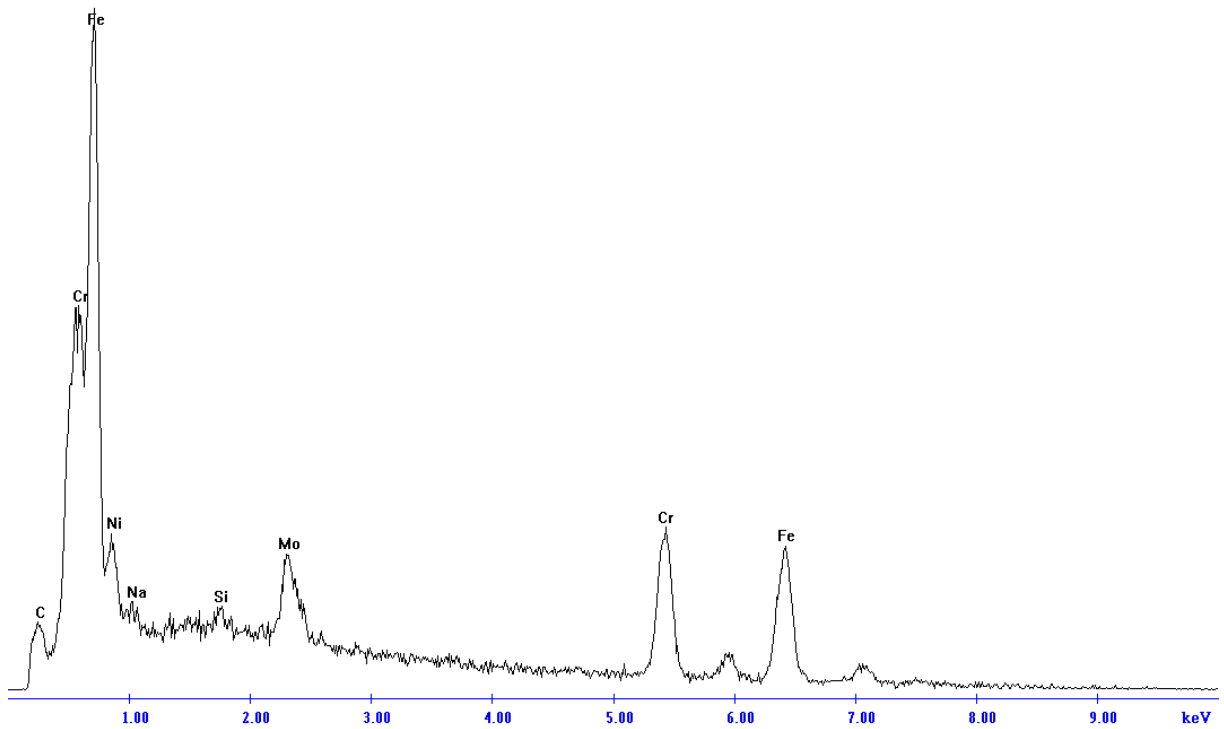


Figura 70 – Resultado de EDS acoplado ao MEV FEG para uma região aleatória da fase ferrita da imagem da Figura 68. Como esperado nota-se a presença de picos de Cr, Fe, Ni e Mo, sem a presença de substâncias contaminantes.

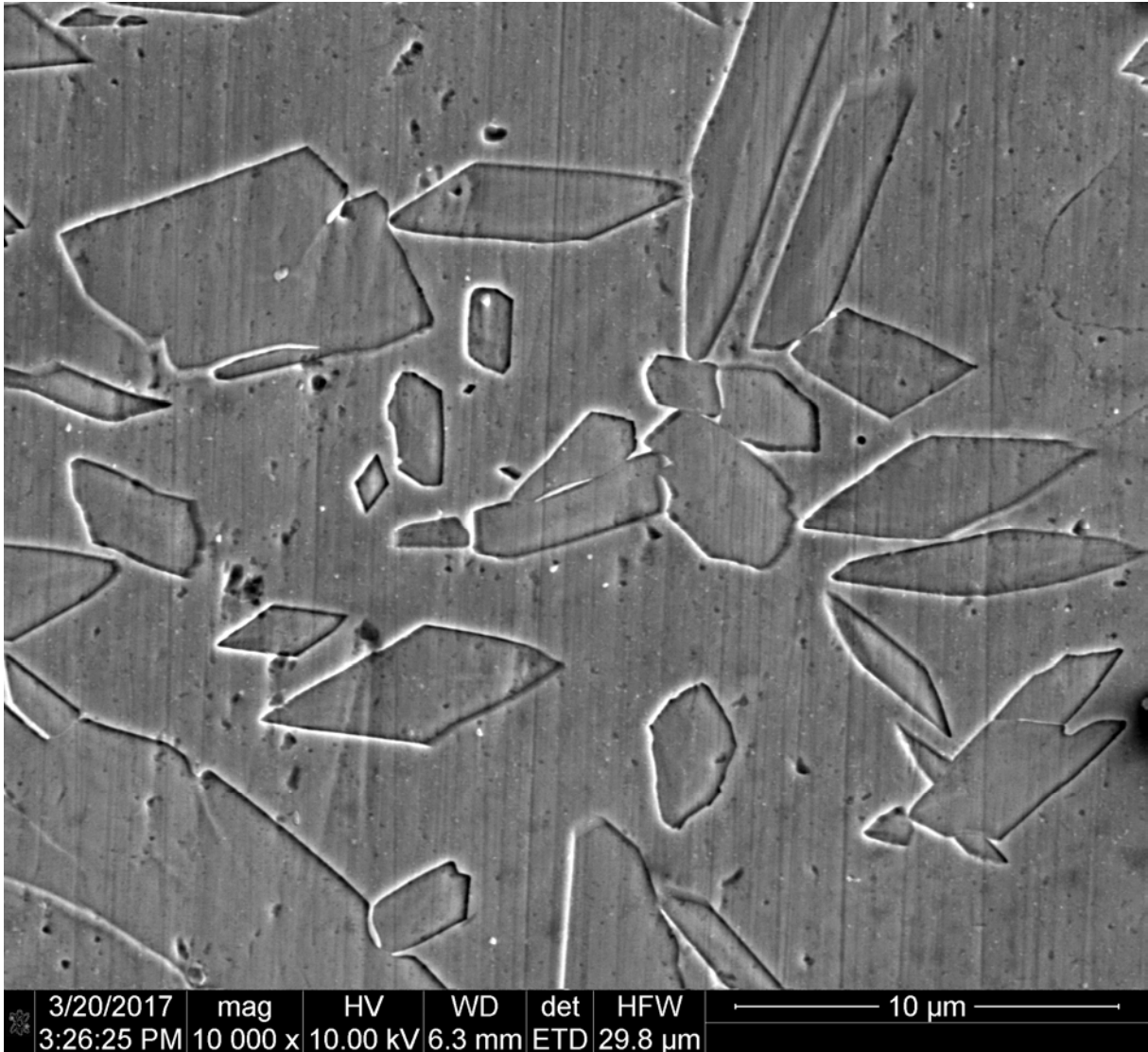


Figura 71 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 2,5%N₂. MEV FEG operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 20.000x. Observa-se a presença das fases ferrita e austenita.

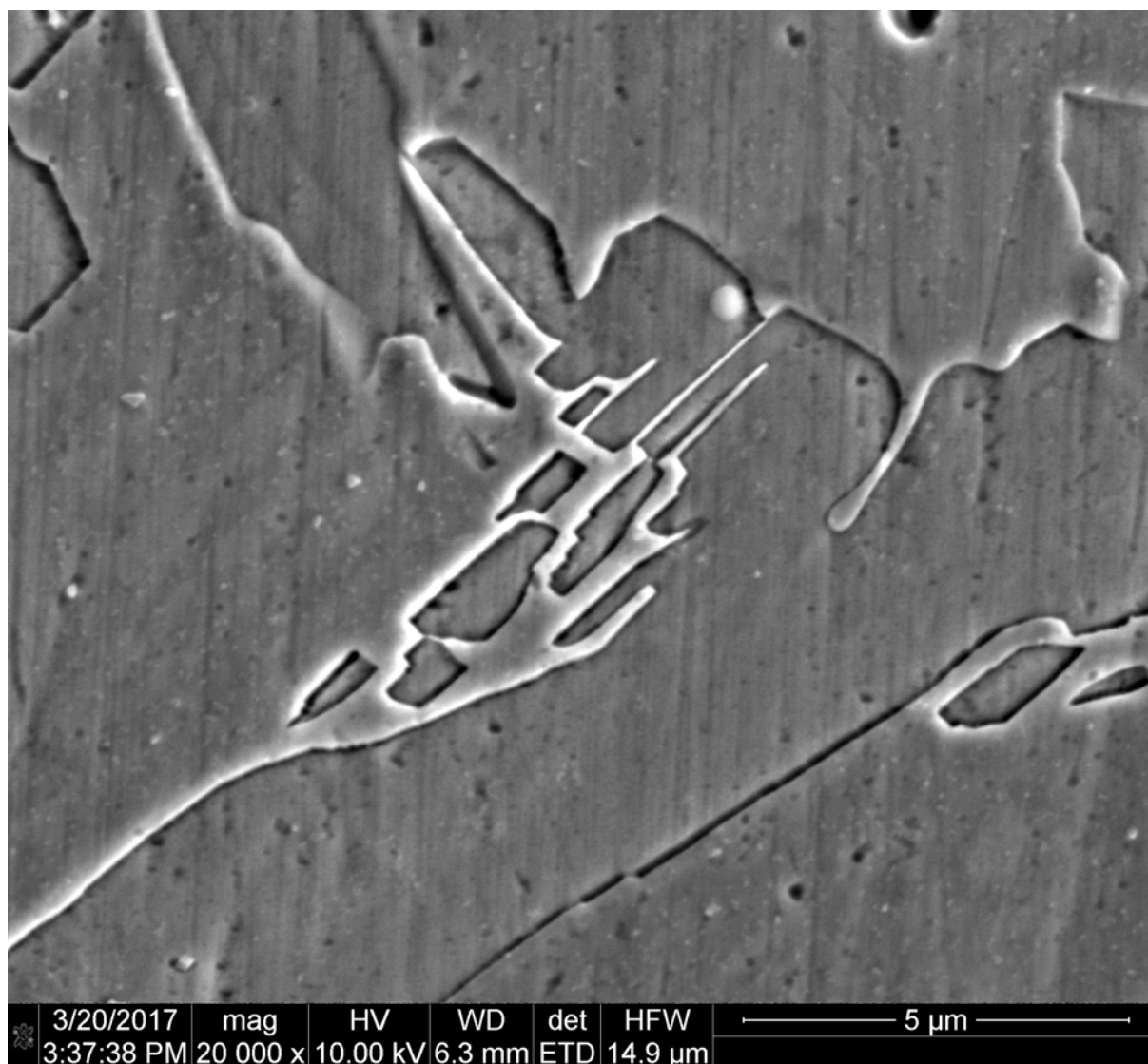


Figura 72 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 2,5%N₂. MEV FEG operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 20.000x. Observa-se a presença das fases ferrita e austenita.

Nas imagens das Figuras 66 a 68, 71 e 72 observa-se as fases ferrita e austenita com aumentos variando de 1.000x a 20.000x. Nas imagens das Figuras 69 e 70, os resultados de EDS para as regiões das fases ferrita e austenita, respectivamente. As imagens ilustradas representam grande parte das regiões observadas, onde não foi possível identificar a presença de nenhum precipitado. De forma esporádica foram identificadas pequenas regiões com tonalidades diferentes da matriz, conforme serão apresentadas nas imagens a seguir.



Figura 73 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 5,5%N₂. MEV FEG operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 30.000x. Observa-se a presença de região com formato alongado no interior de um grão de austenita.

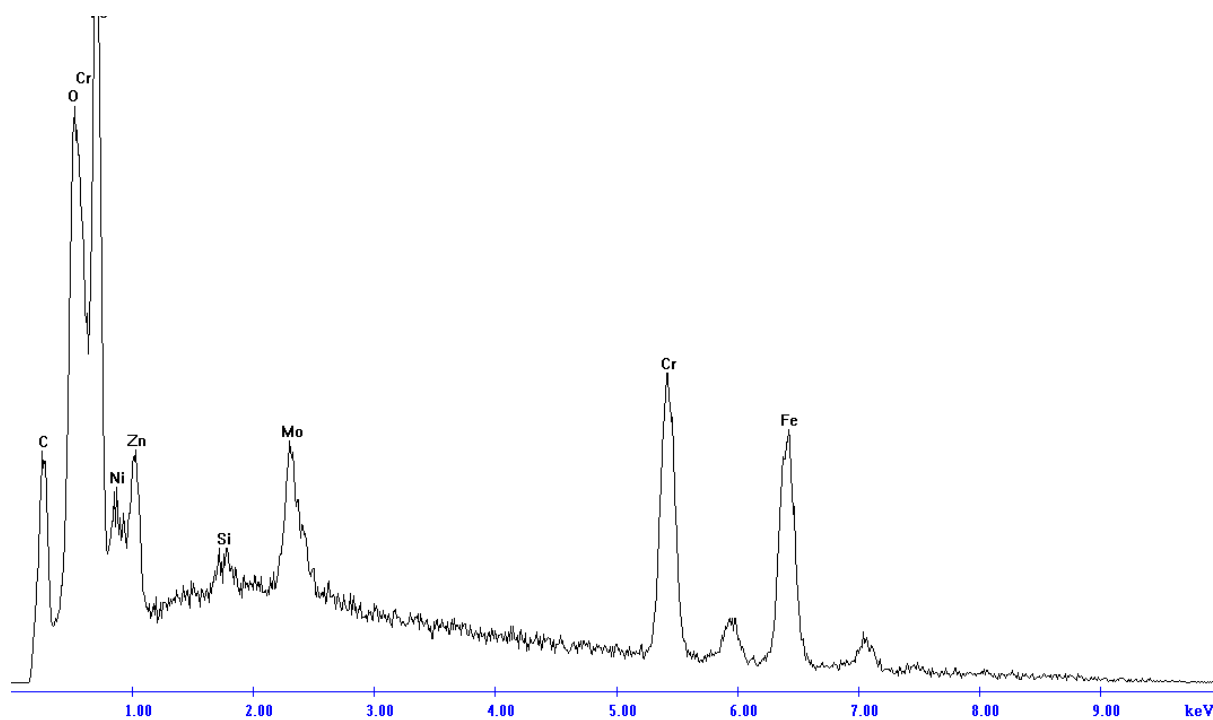


Figura 74 – Resultado de EDS acoplado ao MEV FEG para a região de coloração escura da imagem da Figura 73. Nota-se similaridade com os picos das Figuras 69 e 70, indicando que não se tratar de nenhuma inclusão.



Figura 75 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 5,5%N₂. MEV FEG operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 10.000x. Observa-se a presença de regiões com formato alongado no interior de um grão de austenita.

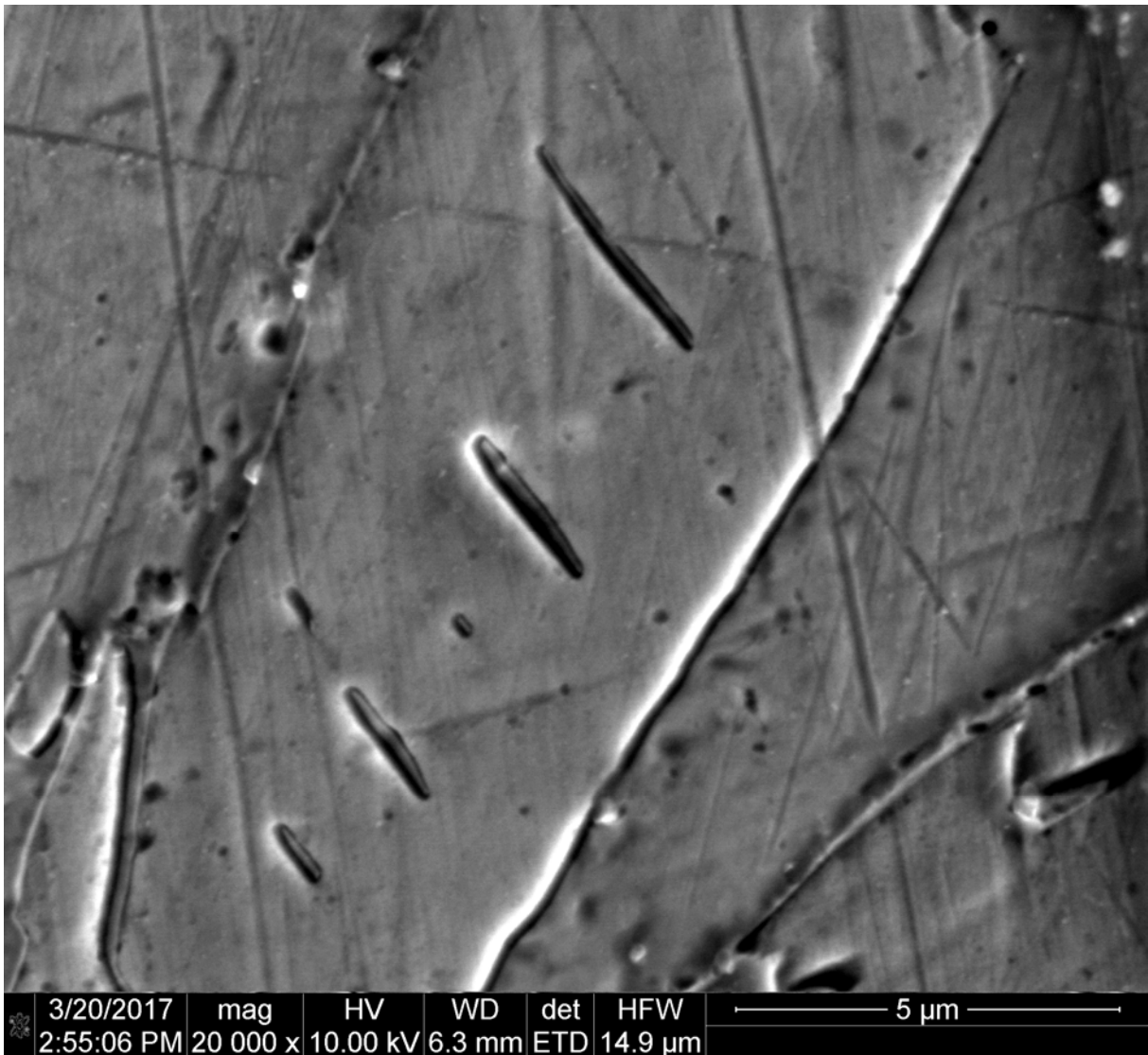


Figura 76 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 5,5%N₂. MEV FEG operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 20.000x. Observa-se a presença de regiões com formato alongado no interior de um grão de austenita.

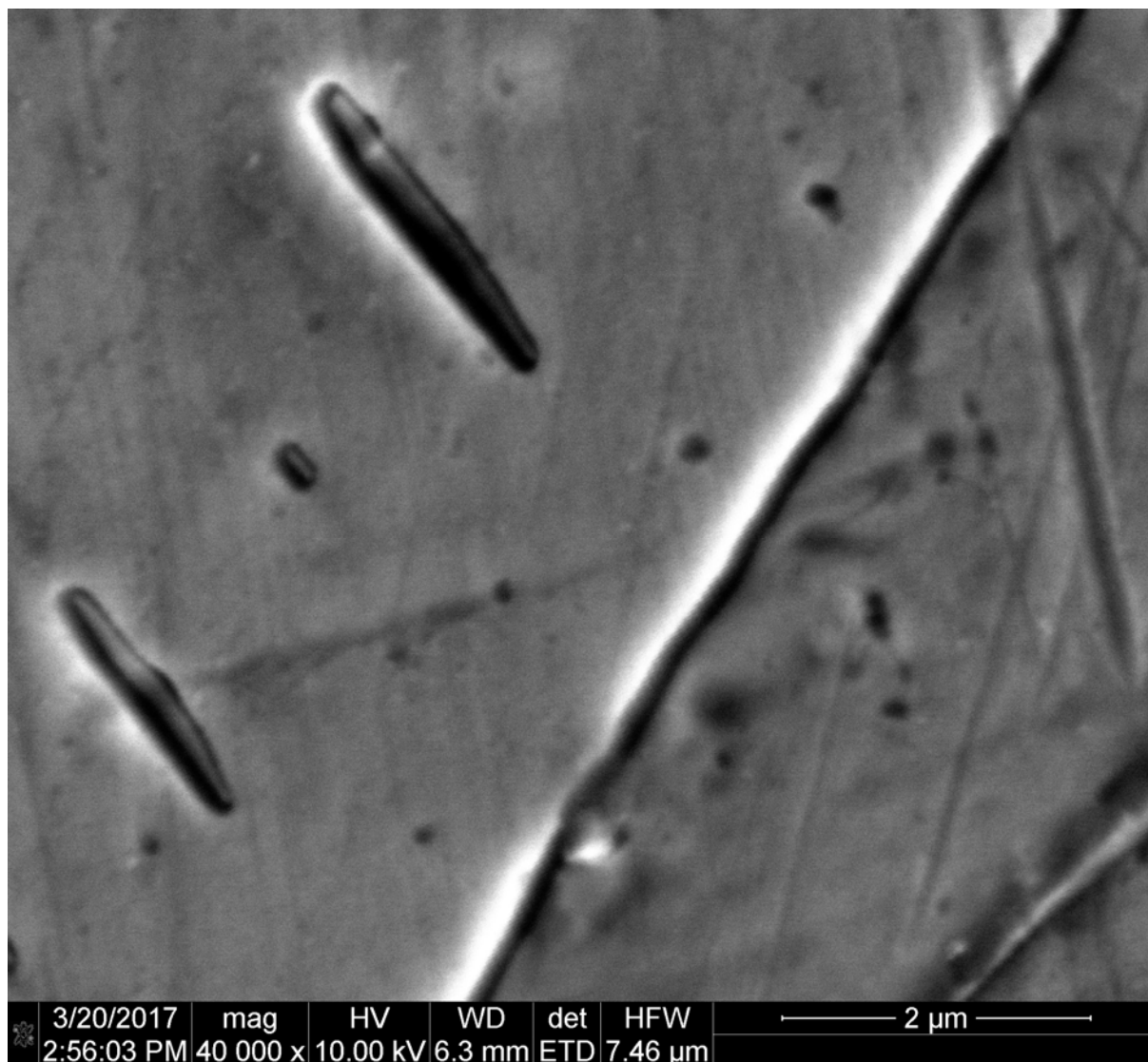


Figura 77 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 5,5%N₂. MEV FEG operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 40.000x. Observa-se a presença de regiões com formato alongado no interior de um grão de austenita.

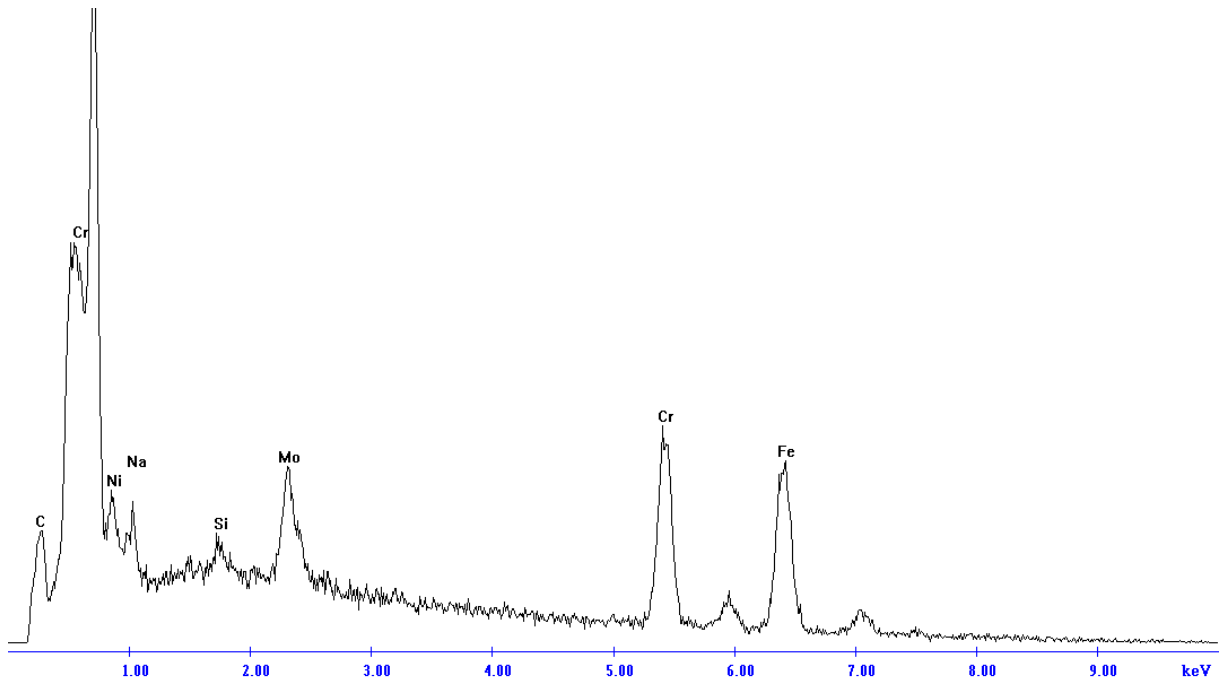


Figura 78 – Resultado de EDS acoplado ao MEV FEG para a região de coloração escura das imagens das Figuras 75, 76 e 77. Nota-se similaridade com os picos das Figuras 69 e 70, indicando que não se tratar de nenhuma inclusão.

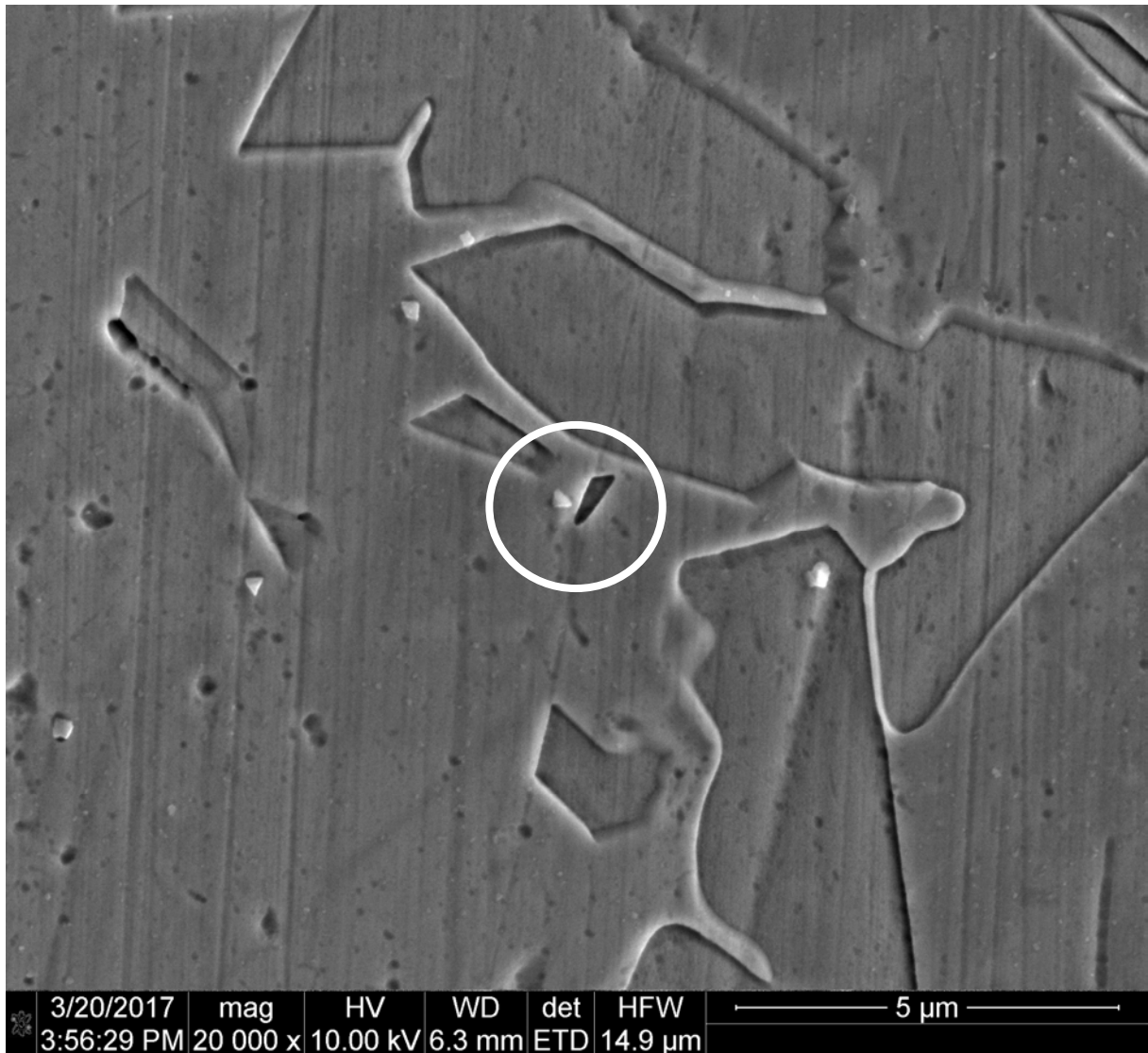


Figura 79 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 2,5%N₂. MEV FEG operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 20.000x. Observa-se a presença de uma região com formato alongado no interior de um grão de austenita.

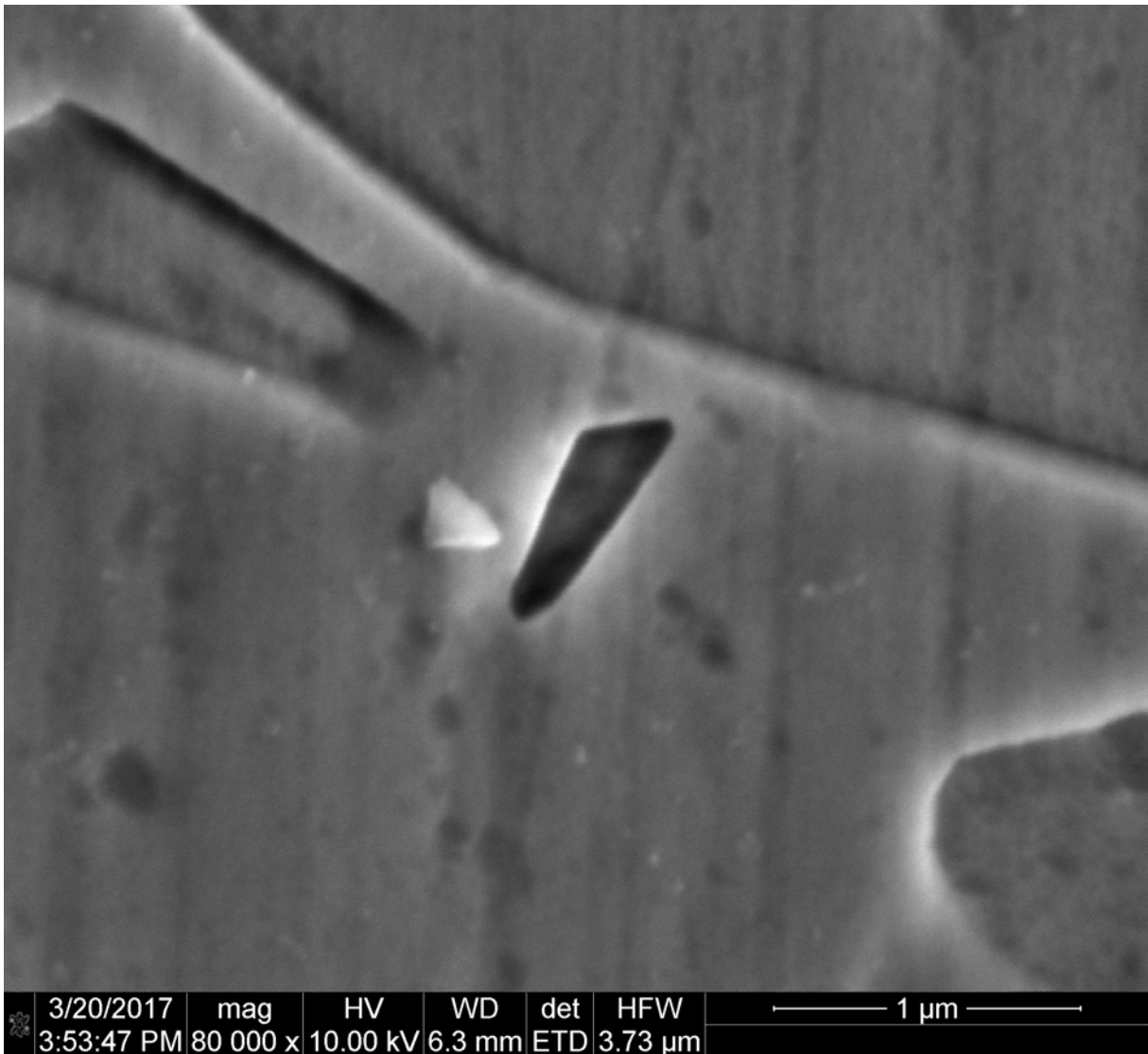


Figura 80 – Micrografias da zona termicamente afetada, amostra com gás de proteção contendo 2,5%N₂. MEV FEG operando em modo SE, polimento eletrolítico com CrO₃ em ácido acético, 80.000x. Observa-se a presença de uma região com formato alongado no interior de um grão de austenita.

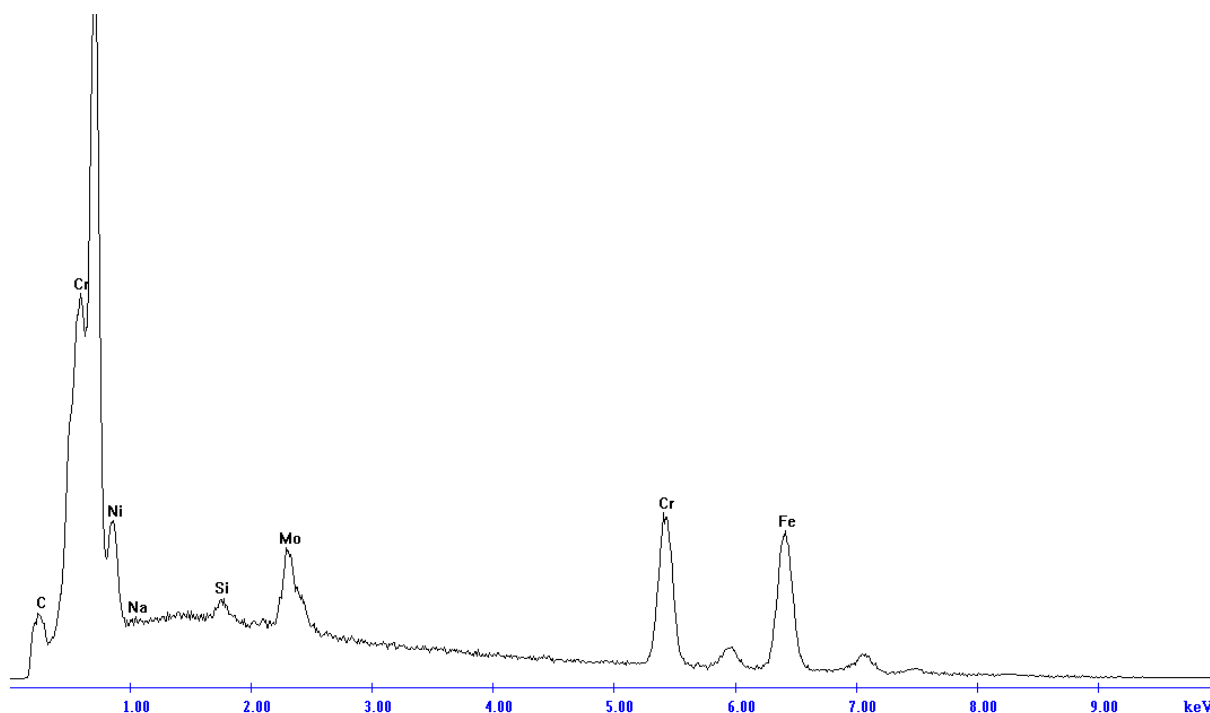


Figura 81 – Resultado de EDS acoplado ao MEV FEG para a região de coloração escura das imagens das Figuras 79 e 80. Nota-se similaridade com os picos das Figuras 69 e 70, indicando que não se tratar de nenhuma inclusão.

Apesar das imagens apresentadas nas Figuras 63 a 80 apresentarem similaridade geométrica com nitretos encontrados em outros estudos da literatura [Jeon, et al., 2012b; Jang, et al., 2011], os resultados do EDS acoplado ao MEV não indicam, para nenhuma das regiões analisadas, percentuais de elementos químicos diferentes das fases ferrita e austenita. Em estudos similares, foi possível identificar que a região dos nitretos eram ricas em cromo [Jang, et al., 2011], fato não confirmado nas análises desse estudo, portanto, não se pode concluir que as regiões alongadas encontradas na fase austenita são precipitados.

A literatura indica que a fase ferrita é a primeira a se solidificar, e que a fase austenita se forma a partir da ferrita, já no estado sólido [Alves, 2012; Padilha e Plaut, 2009]. Observando-se as imagens das Figuras 71, 72 e 75, é possível observar que os grãos de austenita após se nucleiam em diferentes pontos e após o crescimento há o coalescimento desses grãos. Uma possível explicação para as

regiões identificadas com formato alongado é que as mesmas sejam pequenas regiões de ferrita que permaneceram entre os grãos de austenita durante a formação dessa fase. Essa possibilidade também é corroborada pelas análises de microscopia de força atômica, que serão apresentadas a seguir. No entanto, seria necessário o uso de outras técnicas para a completa identificação dessas regiões, tais como microscopia eletrônica de transmissão e EBSD.

Considerando que o processo de soldagem utilizou gás de proteção de até 5,5% N_2 e que a solubilidade máxima das fases ferrita e austenita são de respectivamente 0,1% e 2,8% [Padilha, 2000], a ausência de nitretos indica que o gás de proteção não foi absorvido pela poça de fusão em quantidades acima do limite de solubilidade das fases.

3.4 Estereologia Quantitativa

As imagens obtidas por MEV, a princípio, seriam as mais indicadas ao processamento digital de imagens para a quantificação de fases do que as de MO, pois apresentam apenas tons de cinza. No entanto, o baixo contraste entre as fases ferrita e austenita não permitiu a utilização dessas imagens. A Figura 82 exemplifica uma das imagens obtidas por MEV e o seu respectivo histograma, mono-modal, no qual não foi possível para o computador diferenciar as regiões mais claras (austenita) das mais escuras (ferrita). Algumas vezes foi possível resolver esse problema com a utilização de operações matemáticas com os pixels da imagem (filtros passa baixa), entretanto, após aplicar esses recursos, apenas para algumas imagens o resultado foi satisfatório e obteve-se um desejável histograma bi-modal (Figura 83). A Figura 84 exemplifica uma situação onde, apesar de inúmeras tentativas, o histograma da imagem permaneceu mono-modal, não permitindo a separação e quantificação das fases de forma eficaz.

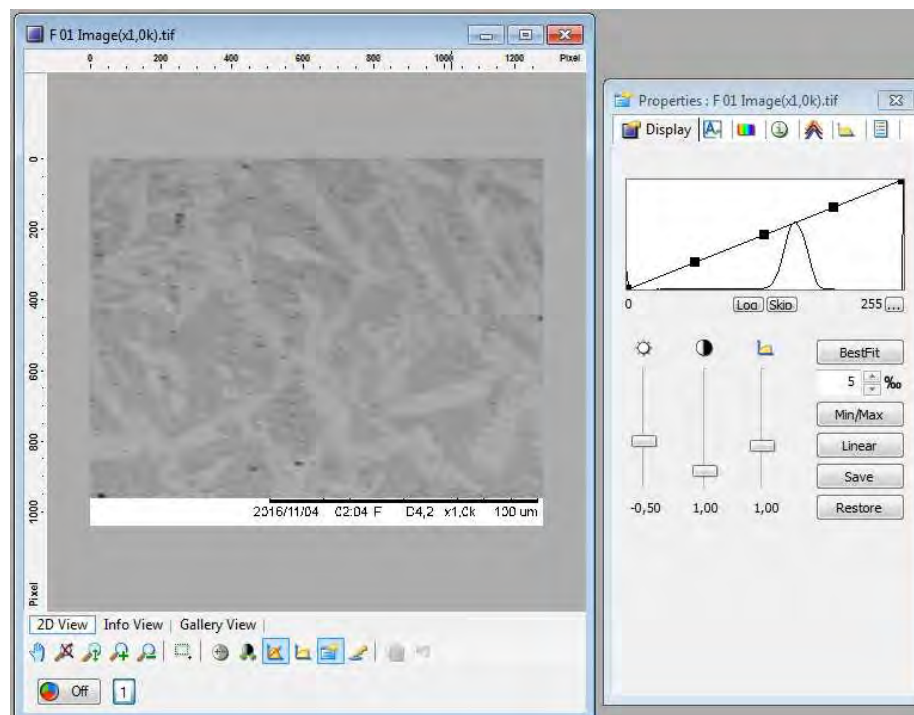


Figura 82 – Exemplo de imagem da micrografia obtida em MEV operando modo BSE, aberta em programa de processamento digital de imagem e histograma mono-modal da imagem.

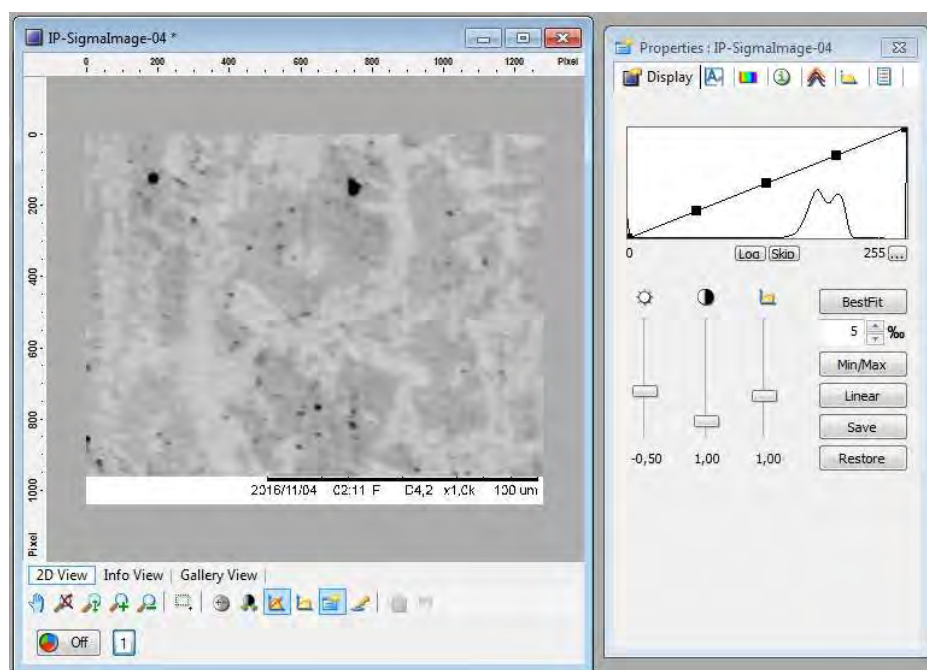


Figura 83 – Exemplo de imagem da micrografia obtida em MEV operando modo BSE, aberta em programa de processamento digital de imagem. Imagem após a utilização de filtro passa baixa onde se obteve um resultado satisfatório, gerando um histograma bi-modal.

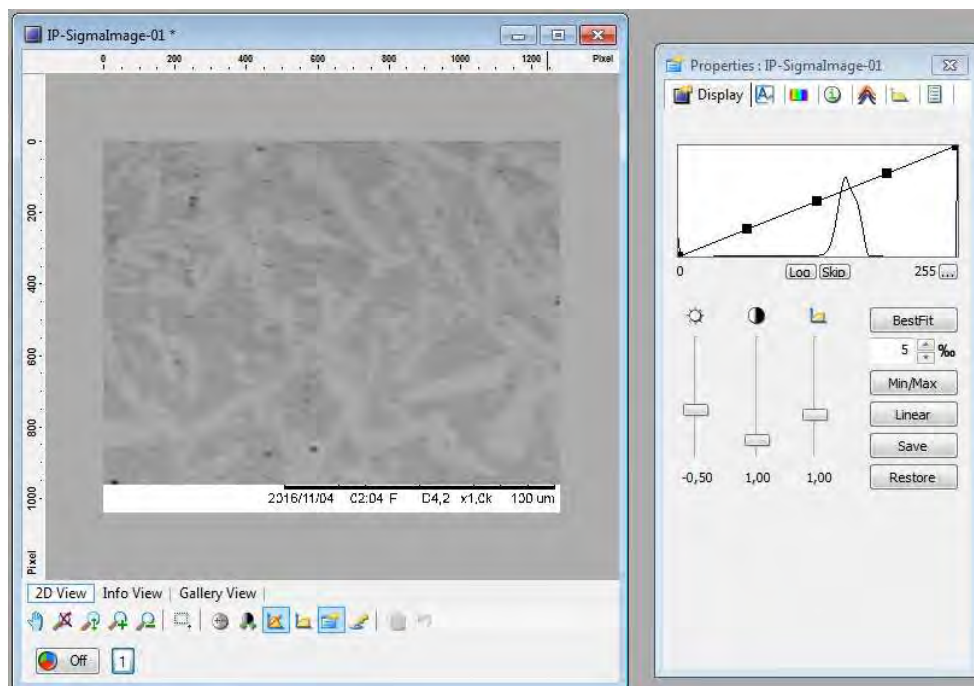


Figura 84 – Exemplo de imagem da micrografia obtida em MEV operando modo BSE, aberta em programa de processamento digital de imagem. Imagem após a utilização de filtro passa baixa onde se obteve um resultado insatisfatório, gerando um histograma mono-modal.

Assim, optou-se por quantificar as fases a partir das imagens obtidas por MO com ataque químico colorido. O referido ataque gerou tonalidades distintas entre as fases e contraste suficiente, entretanto, a grande variação de cores impossibilitou a automatização do processo. As imagens foram processadas uma à uma, através de sequência de comandos individualizados para cada imagem, empregando-se parâmetros diferentes em virtude das variações apresentadas. As etapas principais empregadas para o processamento das imagens serão descritas a seguir, exemplificadas pela imagem da Figura 85.

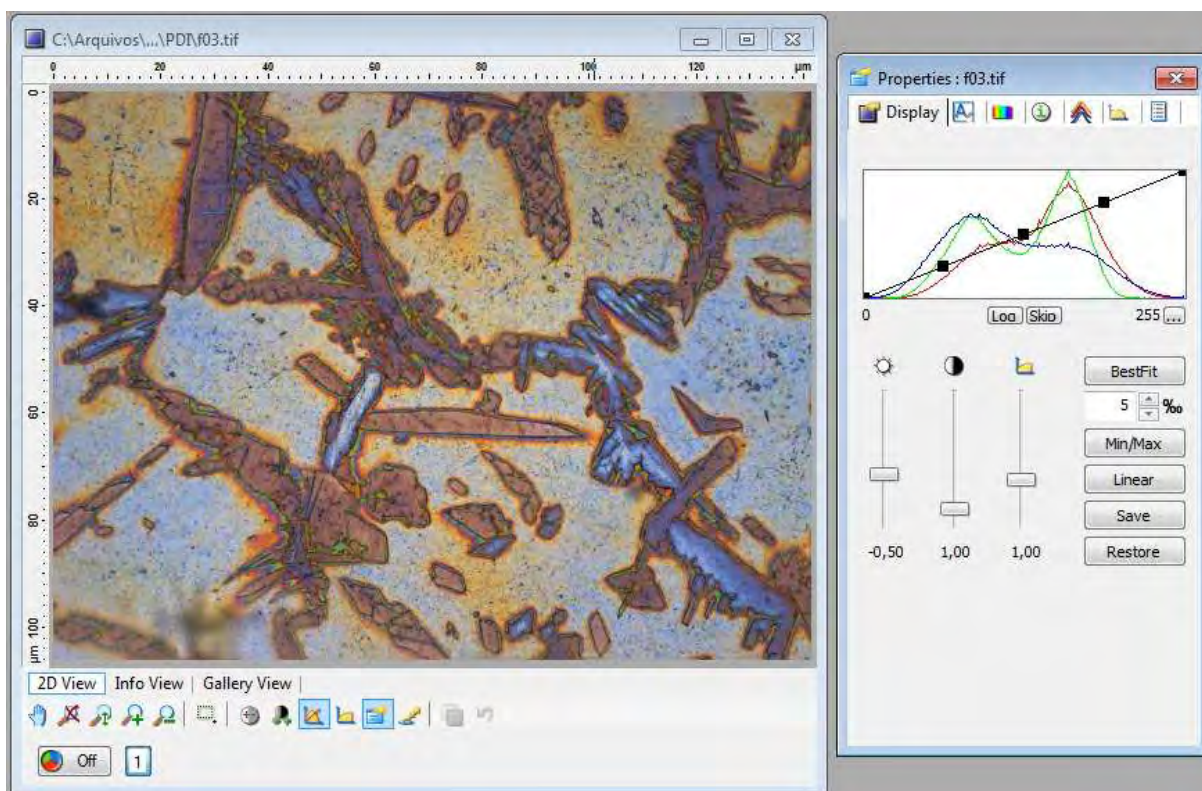


Figura 85 – Exemplo de imagem da micrografia com ataque eletroquímico de NaOH aberta em programa de processamento digital de imagem e histograma da imagem de casa um dos canais de cores.

Para obter-se uma coloração mais uniforme para cada região foi utilizado o filtro “passa – baixa σ ”. Devido as variações nas tonalidades, os parâmetros de tamanho de $kernel$ e intensidade de σ foram determinados de acordo com cada imagem, sempre objetivando como resultado tons homogêneos para cada região. A Figura 86 exemplifica a aplicação desse filtro, a imagem da esquerda, antes da aplicação, possui variações nas tonalidades de pixels dentro da mesma região, enquanto na imagem da direita, após a aplicação do filtro, possui regiões com tons mais homogêneos.

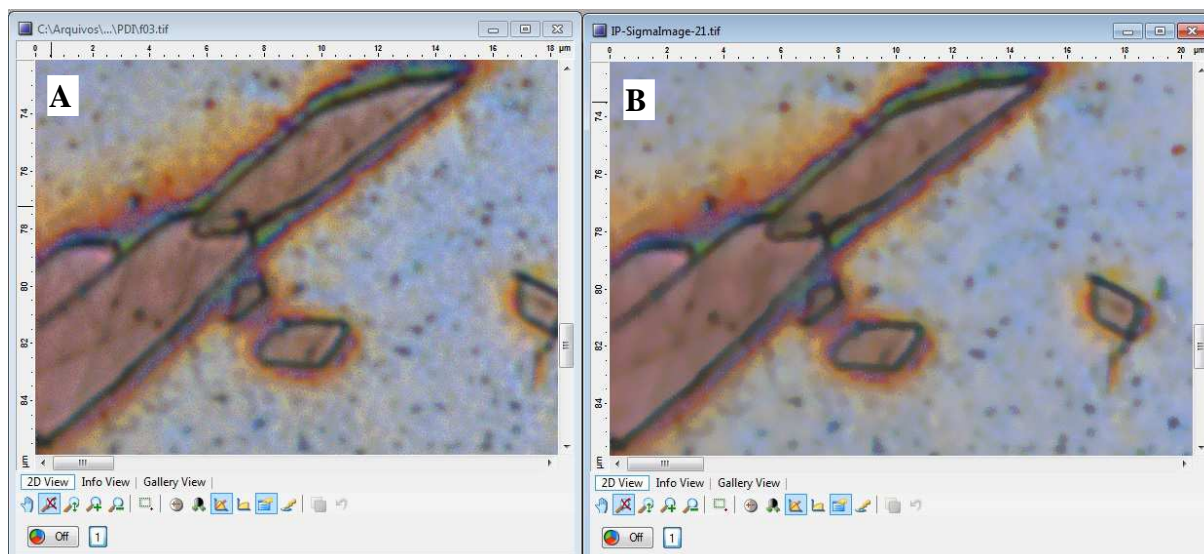


Figura 86 – Exemplo de imagem da micrografia com ataque eletroquímico de NaOH. “A” - imagem antes utilização de filtro “passa – baixa sigma” e “B” após a utilização. Na imagem “B” a presença de ruído aleatório foi reduzida.

A etapa seguinte consistiu na segmentação, ou seja, conversão da imagem corrigida pelo sigma em imagem binária (apenas tons preto e branco), onde as regiões brancas foram os objetos de interesse a serem quantificados. Foi utilizada uma segmentação no sistema RGB (*Red Green Blue*), em que a intensidade limite de cada um dos canais foi determinada de acordo com cada imagem. No exemplo apresentado, o canal de cor verde foi utilizado para segmentação. Nota-se na Figura 85 que este canal possuía um histograma bi-modal, facilitando assim o processo de divisão entre as regiões. Para diversas outras imagens, o melhor canal foi o azul, e em alguns casos foi necessário utilizar dois canais de forma simultânea. A Figura 87 ilustra a imagem exemplo após o processo de segmentação.

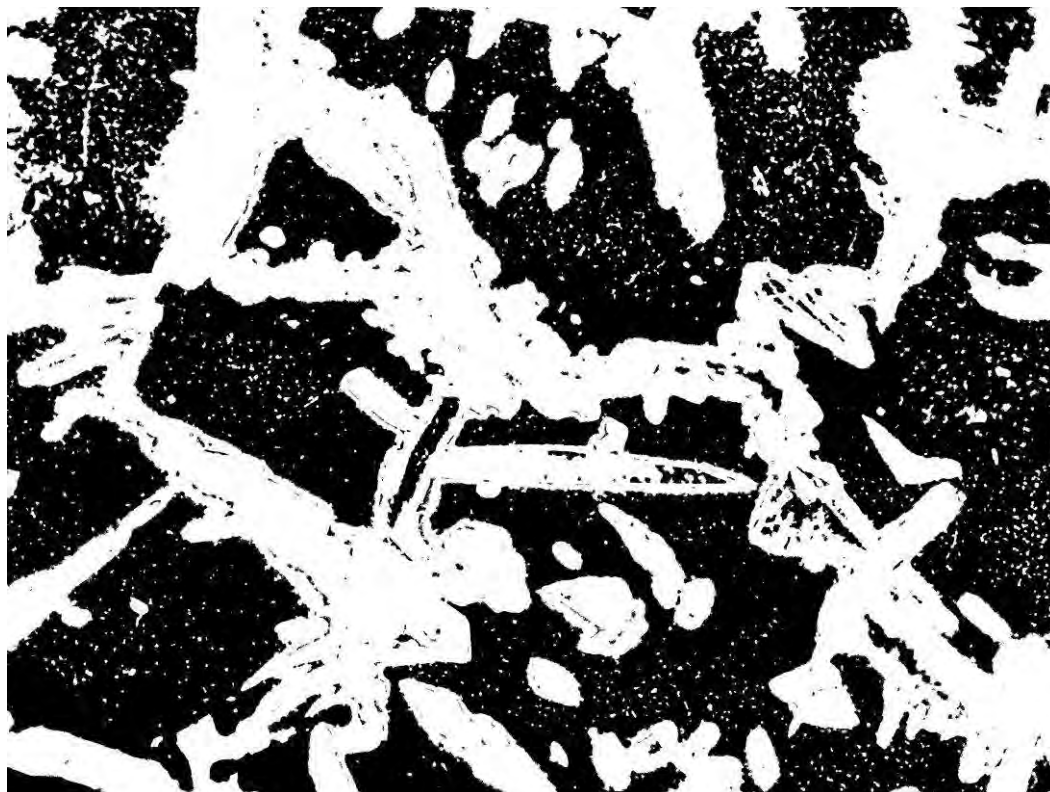


Figura 87 – Imagem apresentada na Figura 85 após a utilização da etapa de segmentação. A fase ferrita foi convertida para preto e a fase austenita para branco. Nota-se a presença de ruídos na imagem, pequenos pontos pretos nas regiões brancas e pequenos pontos brancos nas regiões pretas.

A binarização conseguiu converter as regiões de austenita em objetos de interesse, regiões brancas. No entanto, várias regiões de pequeno tamanho dentro da ferrita também foram convertidas em branco, assim como pequenas regiões dentro da austenita assumiram a coloração preta. Para solucionar essa adversidade foram utilizadas duas etapas de pós-processamento, a eliminação de objetos (regiões brancas dentro da ferrita) e furos (regiões pretas dentro da austenita) de pequenas dimensões. O resultado dessas etapas de pós-processamento na imagem exemplo encontra-se na Figura 88. Neste caso em particular, foram eliminados todos os objetos e furos com até 3.000 pixels de tamanho, no entanto, esse valor foi alterado de uma imagem para outra, de acordo com cada caso.



Figura 88 – Imagem apresentada na Figura 87, após eliminação de objetos e furos de pequenas dimensões, problemas gerados na etapa de segmentação. A fase ferrita possui coloração preta e a austenita branca.

Para a maioria das imagens, o ataque químico resultou em uma região pertencente a ferrita, localizada na fronteira dos grãos de ferrita / austenita, em tonalidade diferente do restante do interior do grão de ferrita. Essa área (fronteiriça) pode ser observada na Figura 86 com uma coloração avermelhada. Em alguns casos, como no exemplo, parte dessa região adquiriu tonalidade branca durante o processo de segmentação. Para minimizar esse problema, foram utilizadas operações matemáticas de erosão com os pixels das imagens, isto é, uma operação que corroi de modo controlado os objetos de interesse na etapa de pós-processamento. A Figura 89 ilustra a imagem binária após todas as etapas de pós-processamento, sobreposta à imagem original, onde pode-se avaliar a qualidade das etapas utilizadas no processamento digital de imagem, em que o contorno de grão da ferrita / austenita está melhor delimitado.

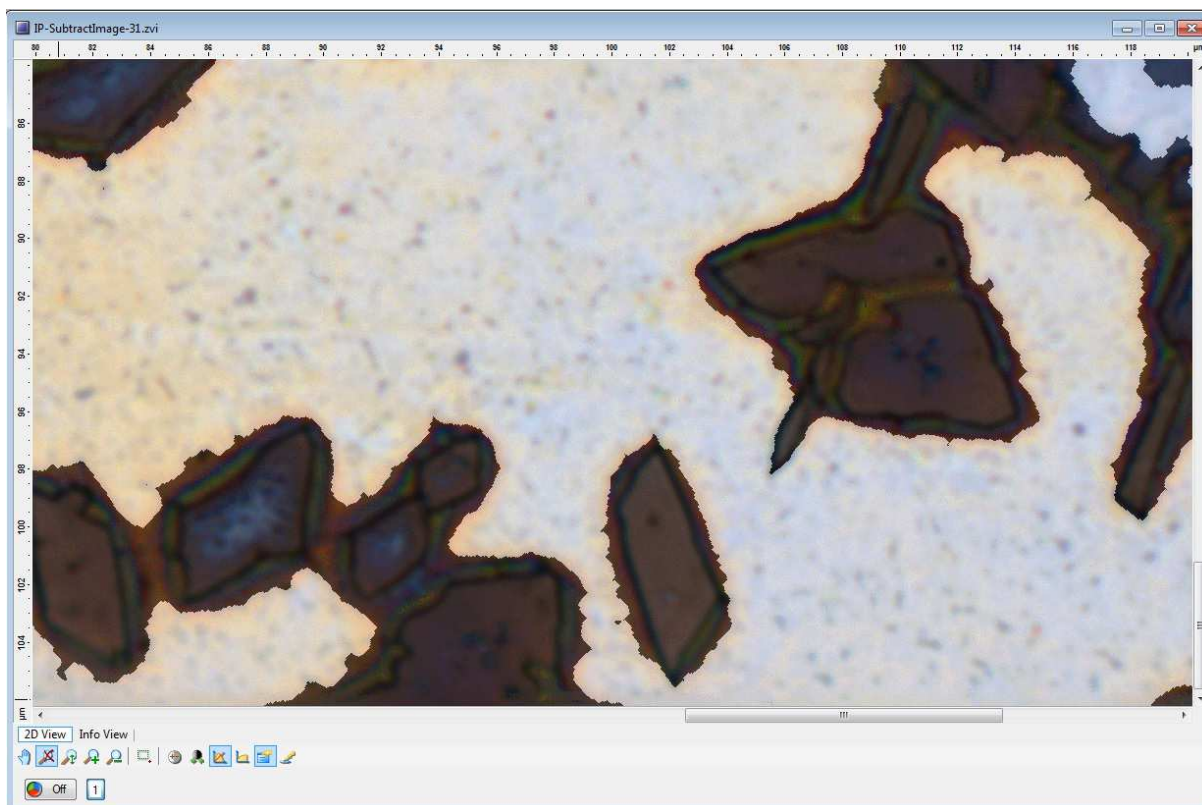


Figura 89 – Sobreposição das imagens das Figuras 87 e 85. É possível observar a qualidade das etapas de processamento digital de imagens, confirmando que a fase austenita foi convertida em branco e a ferrita em preto.

Após todas as etapas de pós-processamento na imagem exemplo, o percentual de área ocupada pelas regiões brancas (austenita) foi quantificado pelo computador.

O gráfico da Figura 90 apresenta o percentual correspondente à fração volumétrica da fase austenítica, na zona de fusão, para cada uma das cinco condições estudadas. O gráfico da Figura 91 apresenta a fração volumétrica de austenita para cada uma das sub-regiões da zona de fusão, isto é, superfície, região intermediárias e raiz. Devido à irregularidade das tonalidades geradas pelo ataque químico, esse último gráfico foi gerado com informações de um número reduzido de imagens para cada sub-região, entre duas e cinco imagens, e, portanto, é apresentado apenas como uma tendência de comportamento.

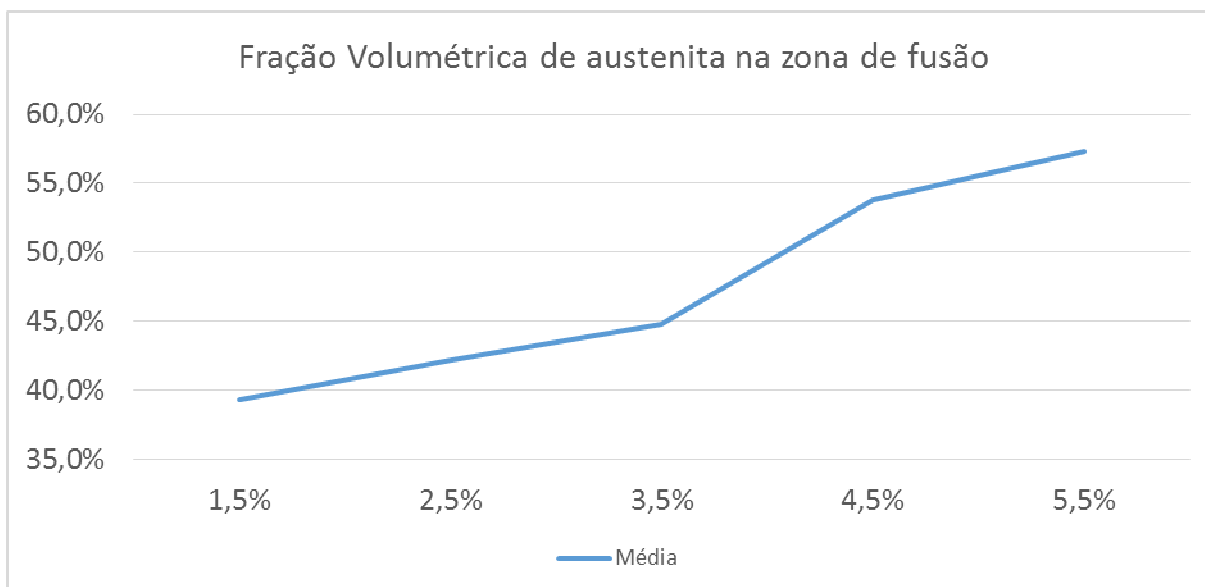


Figura 90 – Fração volumétrica de austenita na zona de fusão para cada uma das condições de estudo, percentual de N₂ no gás de proteção variando de 1,5% a 5,5%. Nota-se uma relação entre o aumento do teor de N₂ no gás de proteção e o aumento da fração volumétrica da austenita.

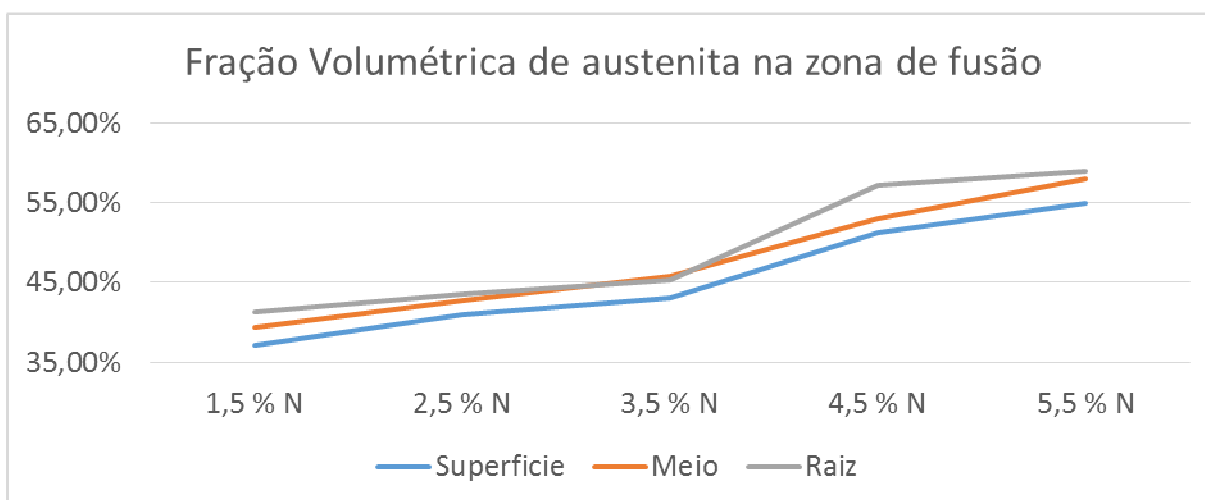


Figura 91 – Fração volumétrica de austenita nas diferentes regiões da zona de fusão, superfície em azul, raiz da solda em cinza e região intermediária em laranja, para cada uma das condições de estudo, percentual de N₂ no gás de proteção variando de 1,5% a 5,5%. Nota-se uma relação entre o aumento do teor de N₂ no gás de proteção e o aumento da fração volumétrica da austenita. Também é possível observar que a superfície é a região com menor fração volumétrica de austenita e a raiz da solda a região com a maior fração volumétrica.

Este resultado ratifica o que foi observado apenas qualitativamente para a ZF, sendo possível constatar que o nitrogênio adicionado ao gás de proteção atuou como estabilizador da fase austenita durante o processo de soldagem, aumentando significativamente a fração volumétrica desta fase na zona de fusão. O efeito do

nitrogênio como estabilizador da fase austenita já é conhecido pela literatura, entretanto, sem um consenso quanto ao valor ideal para ser adicionado ao gás de proteção [ASTM, 2001; Martins e Casteletti, 2005; Bush, et. al., 2004]. Não se tem domínio completo de como esse elemento atua na estabilização da austenita quando adicionado ao gás de proteção da solda [Kim, et al., 2012b; Kim, et al., 2011; Jang, et al., 2011; Kim, et al., 2014; Kim, et al., 2015]. Os resultados aqui obtidos comprovaram a existência de uma relação direta entre o aumento do teor de nitrogênio no gás de proteção com o aumento da fração volumétrica de austenita na zona de fusão.

Os aços de estrutura duplex apresentam uma relação ideal de 50% na composição de cada uma das fases constituintes, ferrita e austenita [Nilsson, 1992]. No entanto, existe uma faixa de tolerância aceitável para composição dessas fases, preservando a estrutura duplex desses aços. Alguns trabalhos indicam faixas de 30 a 70 % [Urena, et al., 2007] e ainda de 35 a 65 % [Menezes, et al., 2005]. Para os limites indicados, todas as condições ensaiadas nesta pesquisa apresentaram resultados satisfatórios, com valores variando de 39 a 57 %. Ressalta-se que utilizando gás de proteção com adição de nitrogênio no intervalo de 3,5 a 4,5 %, o resultado da fração volumétrica de austenita é o que mais se aproxima do ideal, 50% (Figura 68).

A melhor condição obtida na ZF, considerando apenas o valor de austenita em torno de 50%, foi obtida para a composição do gás entre 3,5 a 4,5 % N₂. Entretanto, a ZF sofre influência também de outros parâmetros, como a composição química do metal de base, a utilização ou não de metal de adição, a taxa de arrefecimento, entre outros. Por exemplo, nos estudos de Kim e colaboradores (2014) e Kim e colaboradores (2015) foram obtidos teores de austenita de 42 e 38%, respectivamente, e ambos utilizaram os mesmos procedimentos de soldagem, alterando apenas o metal de base. Outro exemplo é o de Wang e colaboradores (2006), cujo estudo variou a taxa de arrefecimento durante o processo de soldagem TIG, observando-se um aumento de 18% na fração volumétrica de austenita para maiores taxas de arrefecimento. Desta forma, não é possível determinar que apenas a utilização de gás de proteção com teores de nitrogênio variando de 3,5 a 4,5% seja a melhor condição para sempre se obter a relação ideal de austenita e ferrita. Assim, a quantidade de austenita gerada dependerá da combinação de parâmetros empregados, tais como, velocidade de soldagem, metal de base, metal de adição,

quantidade de nitrogênio no gás de proteção. Assim sendo, são necessários estudos específicos abordando os efeitos conjuntos para determinar em cada situação a proporção ideal de nitrogênio no gás de proteção.

Observou-se uma tendência de a raiz da junta soldada ser a região da ZF a formar maior fração volumétrica de austenita, enquanto a superfície de ser a região com menor (Figura 91). Esse efeito também foi observado por Stenvall e Holmquist (2008), e pode ser atribuído ao fato da raiz sofrer resfriamento de forma mais lenta que a superfície, propiciando mais tempo para formação da austenita. Stenvall e Holmquist (2008) compararam duas juntas soldadas, uma com passe simples e outra com multipasse. A soldagem multipasse mostrou-se eficaz em produzir juntas soldadas com maior fração volumétrica de austenita na raiz, 57% contra 47% da soldagem em passe simples. Todavia, o estudo indicou que a superfície da junta soldada não sofria influência da quantidade de passes utilizados, apresentando 40% de austenita para as duas situações. Os resultados aqui obtidos (Figura 91) indicam que a adição de nitrogênio no gás de proteção foi capaz de influenciar toda a zona de fusão.

3.5 Análise Química Semiquantitativa por EDS

As Figuras 92 e 93 apresentam os percentuais dos elementos químicos indicados pela técnica de EDS e para cada uma das amostras testadas foram feitas medidas nas fases ferrita e austenita. Nenhum elemento estranho à composição da liga original foi encontrado, o que indica a inexistência de qualquer contaminação presente no próprio metal de base, ou ainda oriunda do processo de soldagem.

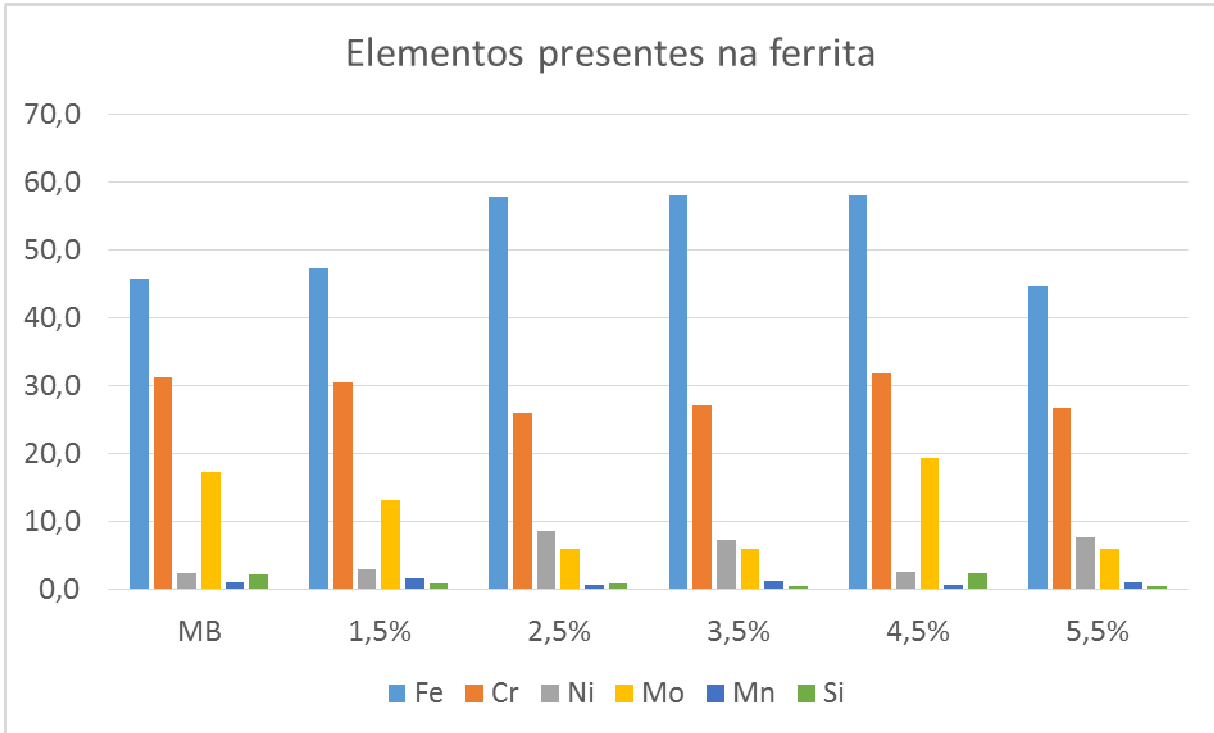


Figura 92 – Elementos químicos presentes na fase ferrita, indicados pela análise de EDS acoplado ao MEV, para cada amostra testada, gás de proteção variando de 1,5% a 5,5% de N₂. Nenhuma impureza foi identificada.

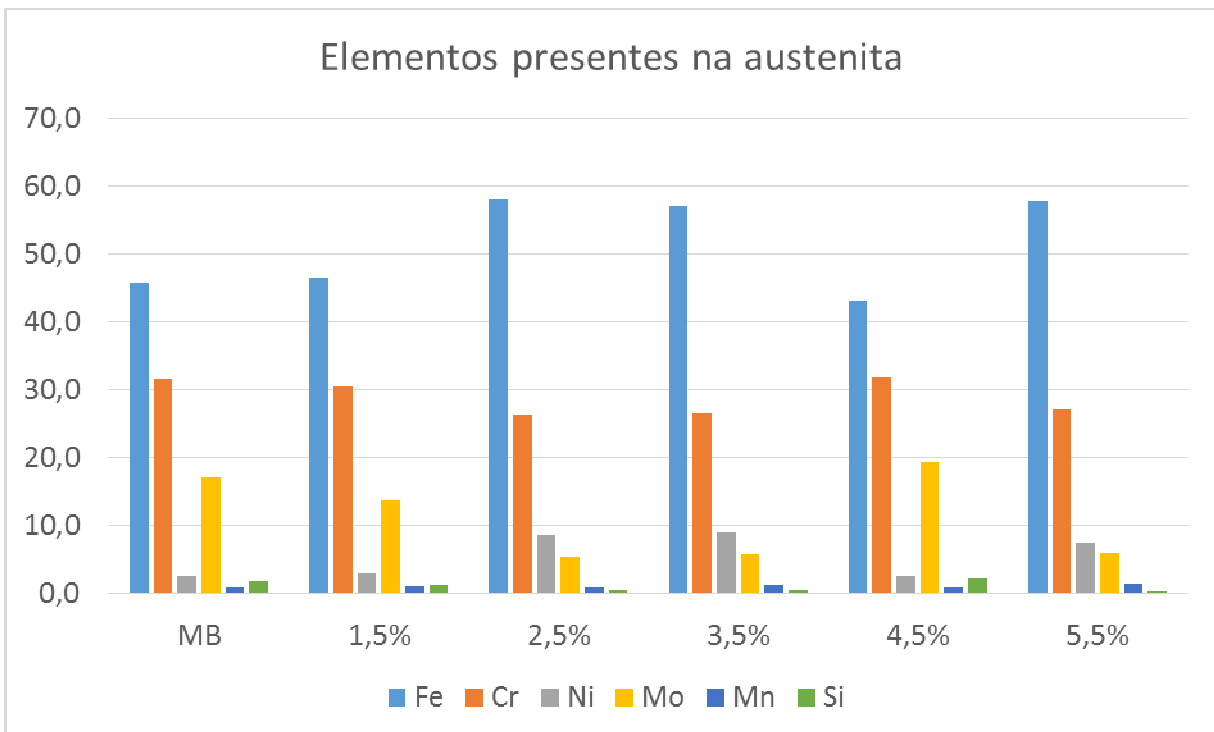


Figura 93 – Elementos químicos presentes na fase austenita, indicados pela análise de EDS acoplado ao MEV, para cada amostra testada, gás de proteção variando de 1,5% a 5,5% de N₂. Nenhuma impureza foi identificada.

A Figura 94 exemplifica um o aspecto microestrutural observado através do MEV e que foi utilizado para a análise de EDS. Observa-se a austenita com coloração ligeiramente mais clara que a ferrita e a análise de EDS foi realizada de forma pontual para cada uma das fases. Foram realizadas análises em três pontos na ferrita e três na austenita, em todas condições de soldagem testadas e também no metal de base. A Figura 94 exemplifica um destes pontos analisados. Os valores médios dos percentuais em peso de níquel, cromo e molibdênio presentes na austenita e na ferrita são apresentados nas Figuras 95, 96 e 97.

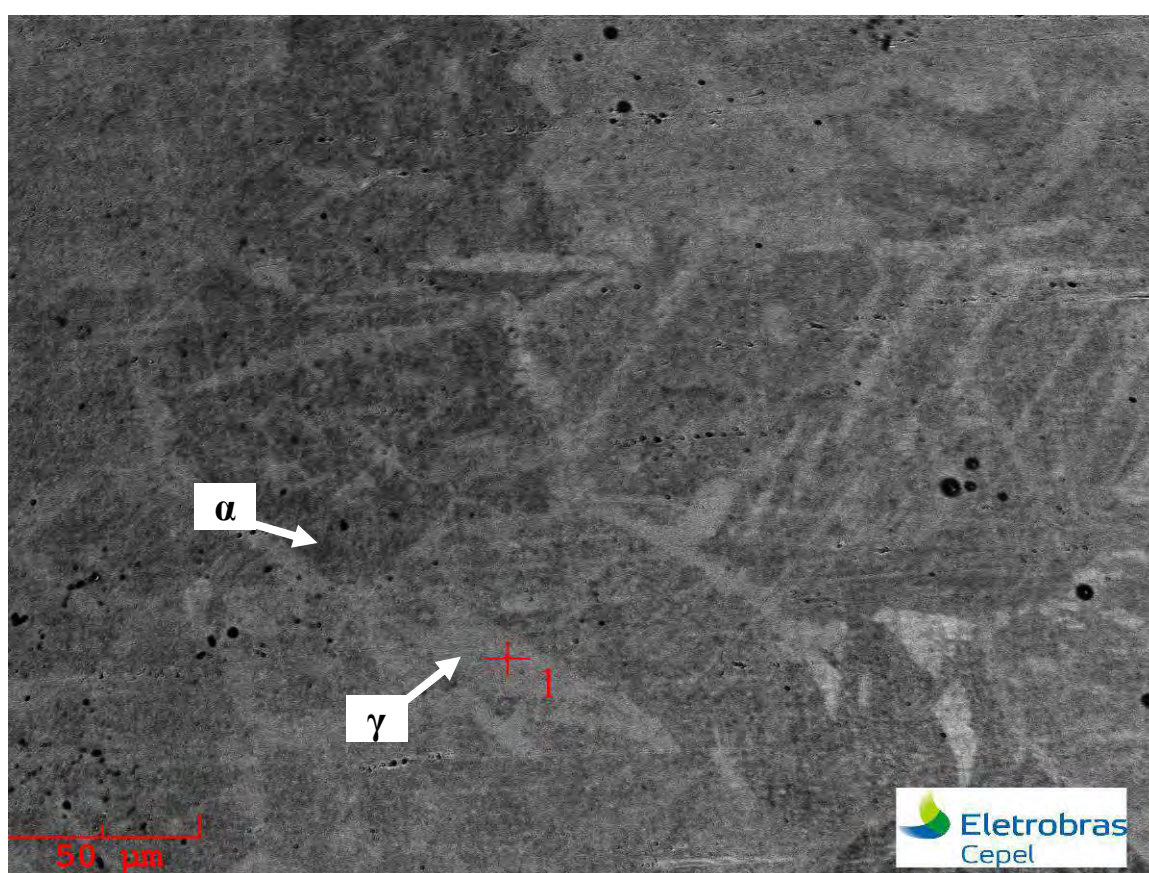


Figura 94 – Imagem observada no MEV modo SE. Fase austenita com coloração clara e ferrita com coloração escura. O ponto “1” indica a região de análise do detector de EDS acoplado ao MEV para a fase austenita, de forma análoga foram feitas as análises da ferrita.

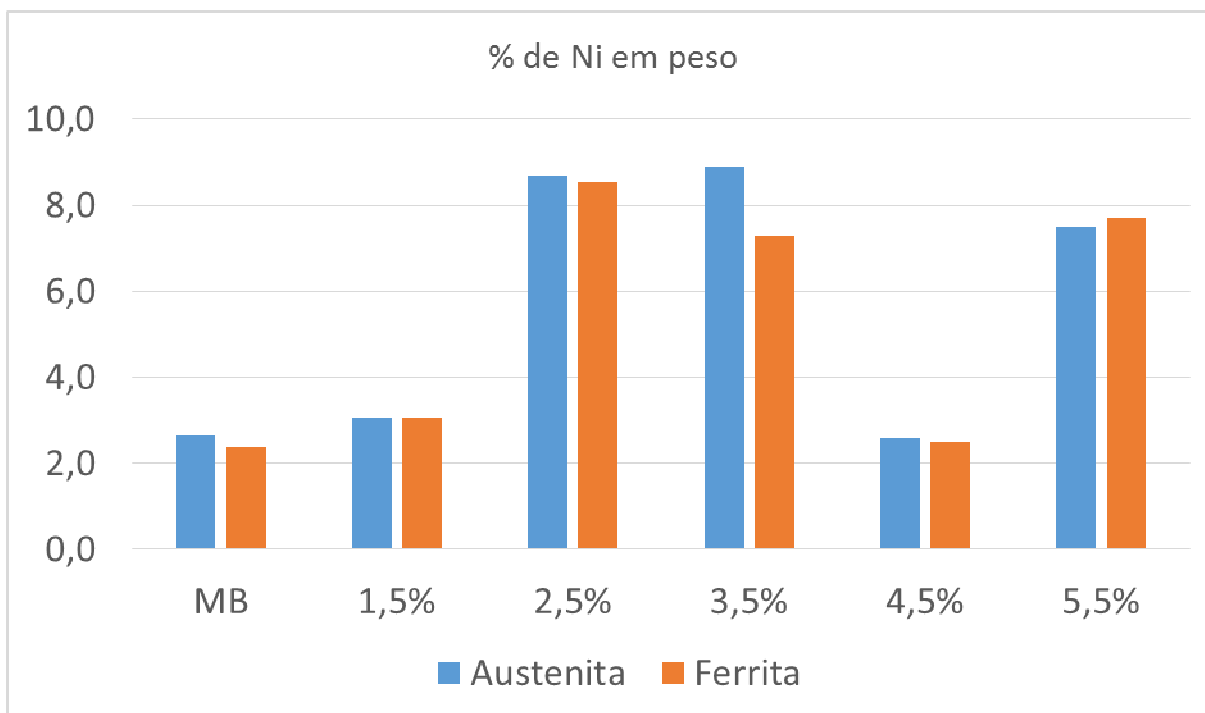


Figura 95 – Percentual de níquel presente na ferrita e austenita para as condições ensaiadas, gás de proteção variando de 1,5% a 5,5% de N₂ e metal de base. Comparando-se as fases ferrita e austenita de uma mesma amostra, nota-se que a variação dos elementos foi pequena.

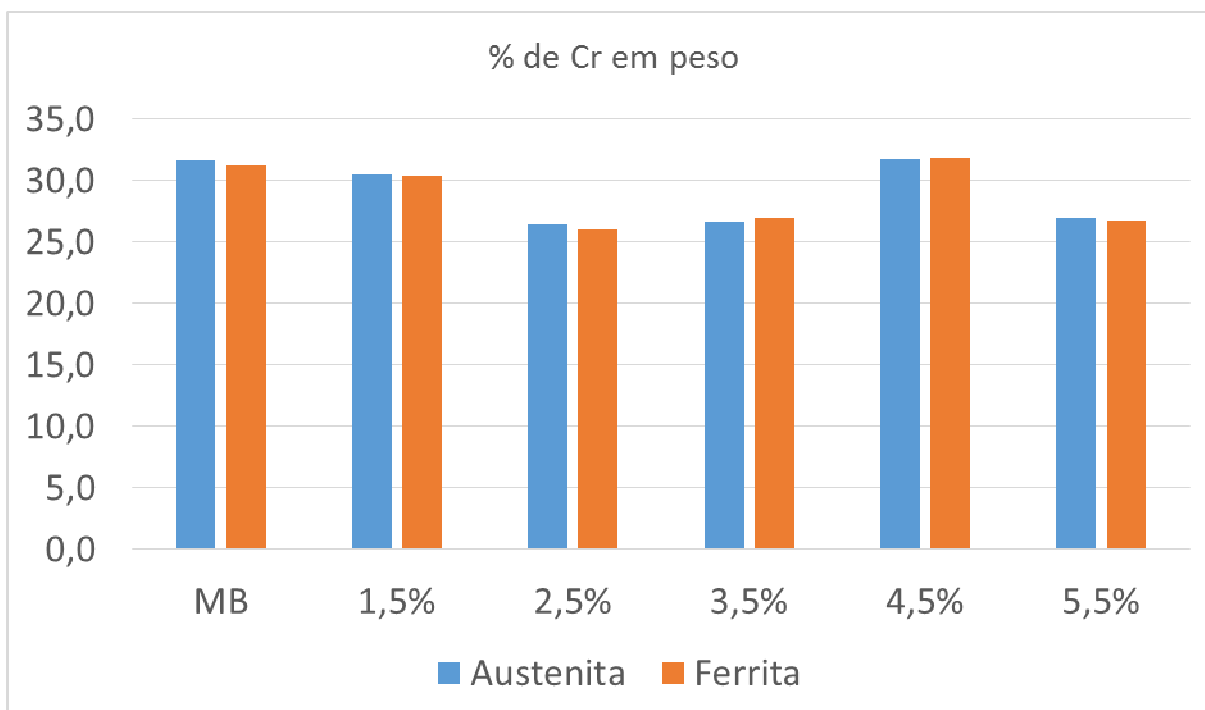


Figura 96 – Percentual de cromo presente na ferrita e austenita para as condições ensaiadas, gás de proteção variando de 1,5% a 5,5% de N₂ e metal de base. Comparando-se as fases ferrita e austenita de uma mesma amostra, nota-se que a variação dos elementos foi pequena

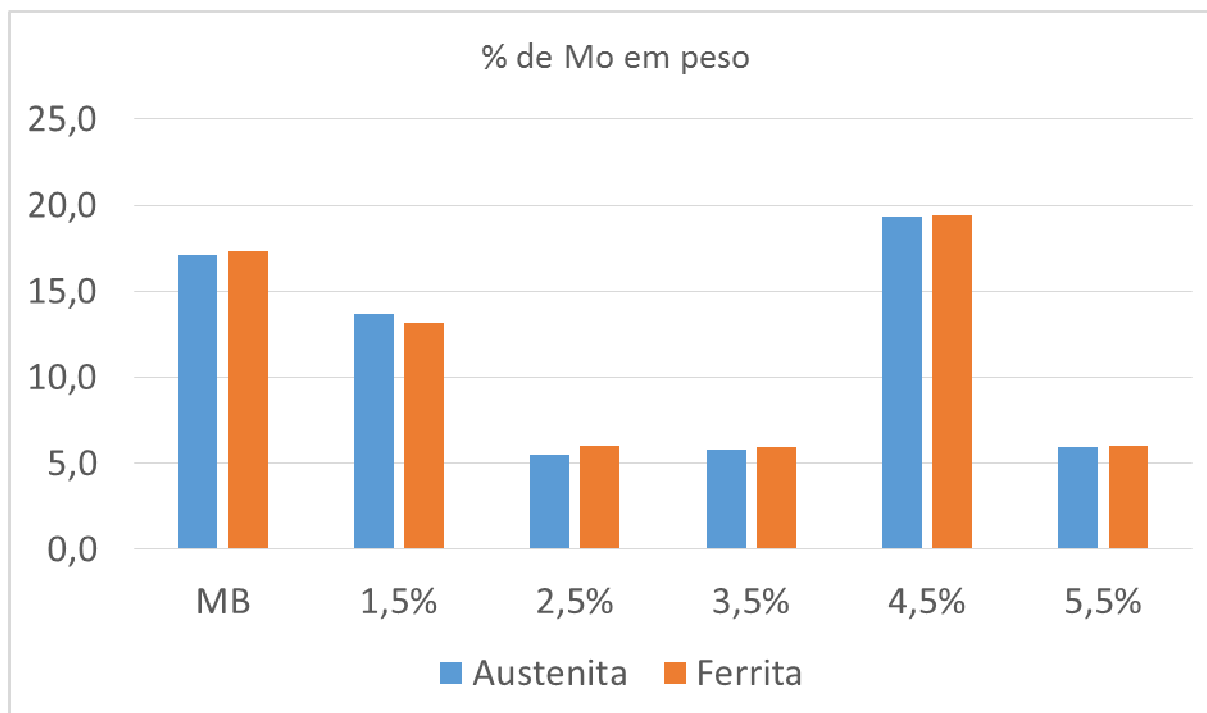


Figura 97 – Percentual de molibdênio presente na ferrita e austenita para as condições ensaiadas, gás de proteção variando de 1,5% a 5,5% de N₂ e metal de base. Comparando-se as fases ferrita e austenita de uma mesma amostra, nota-se que a variação dos elementos foi pequena

Para todos os elementos químicos analisados ocorreu uma significativa variação nos resultados de uma amostra para outra. O níquel por exemplo, apresentou valores próximos a 8% para as amostras com 2,5%, 3,5% e 5,5% de nitrogênio, e valores próximos a 2,5% para as amostras de metal de base, 1,5% e 4,5% de nitrogênio. Considerando que a técnica de EDS no MEV fornece resultados semiquantitativos e que as regiões varridas pelo spot do feixe de elétrons trazem informações químicas do entorno a discussão apresentada sobre os resultados restringe-se à comparação e um ranqueamento dos elementos presentes entre as regiões ferrita e austenita de uma mesma amostra.

As fases ferrita e austenita apresentaram composição química muito parecida para todas as condições analisadas (Figuras 95, 96 e 97). Em geral, uma das fases possui uma diferença de 0,5% para a outra, independente do elemento químico. A maior variação observada foi a análise de níquel para a amostra de 3,5% de N₂, onde a ferrita apresentou 7,3% e a austenita 8,9%. Essa semelhança na composição química explica o fato das imagens de MEV em modo BSE apresentarem baixo contraste. A técnica gera contraste entre regiões na imagem de acordo com a

variação no peso atômico dos elementos presentes, se os pesos forem muito próximos, a imagem resultante terá baixo contraste [DINIZ, 2001].

As fases ferrita e austenita devem apresentar composição química similar, e, portanto, valores de PREn próximos, resultando em uma menor taxa de corrosão galvânica entre as fases, o que irá melhorar o desempenho do material em ambientes corrosivos, segundo Ha e colaboradores (2015).

3.6 Microdureza

A Figura 98 apresenta os perfis de microdureza obtidos ao longo da seção transversal das juntas soldadas para todas as condições estudadas. Na Tabela 10 são apresentados os valores médios, desvios padrões e resultados do teste de hipóteses com distribuição t de *Student*. A Figura 99 exemplifica uma amostra após os ensaios de microdureza. Os pontos pretos destacados na imagem são os locais onde ocorreram as penetrações. Como observado previamente, a ZTA é muito pequena, em torno de 0,1mm, desta forma, apenas uma das penetrações foi realizada sobre a ZTA (como indicado pela linha preta no gráfico da Figura 98). As marcações à direita da ZTA foram realizadas no metal de base, e as à esquerda na zona de fusão.

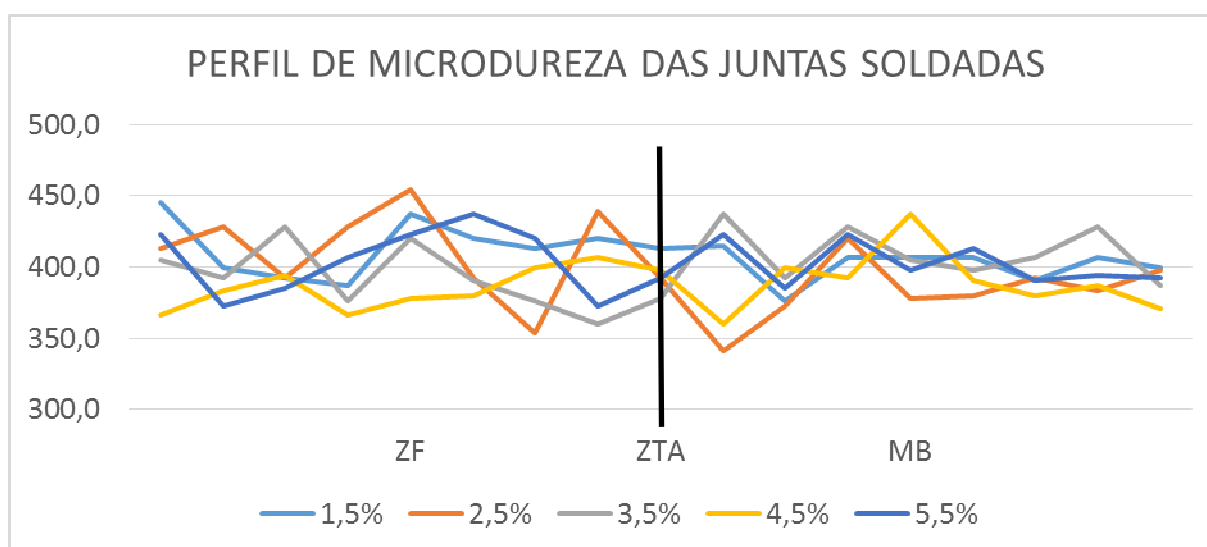


Figura 98 – Perfil de microdureza da junta soldada para as condições ensaiadas, gás de proteção variando de 1,5% a 5,5% de N₂. Em todas as condições nota-se que não houve variação significativa do valor de dureza.

Tabela 10 – Valores de microdureza e teste de hipóteses com distribuição t de Student

Amostra	ZF [HV 0,1]	MB [VH 0,1]	F _{calculado}	F _{tabelado}	T _{calculado}	T _{tabelado}
1,5% N ₂	414,3 ±20,9	401,0 ±12,3	2,91	3,79	1,55	1,76
2,5% N ₂	412,7 ±32,3	393,1 ±19,8	2,65	3,79	1,46	1,76
3,5% N ₂	393,6 ±23,4	410,3 ±18,8	1,54	3,79	1,57	1,76
4,5% N ₂	384,2 ±14,8	389,5 ±22,9	2,40	3,79	0,55	1,76
5,5% N ₂	405,0 ±24,9	402,0 ±15,0	2,76	3,79	0,29	1,76

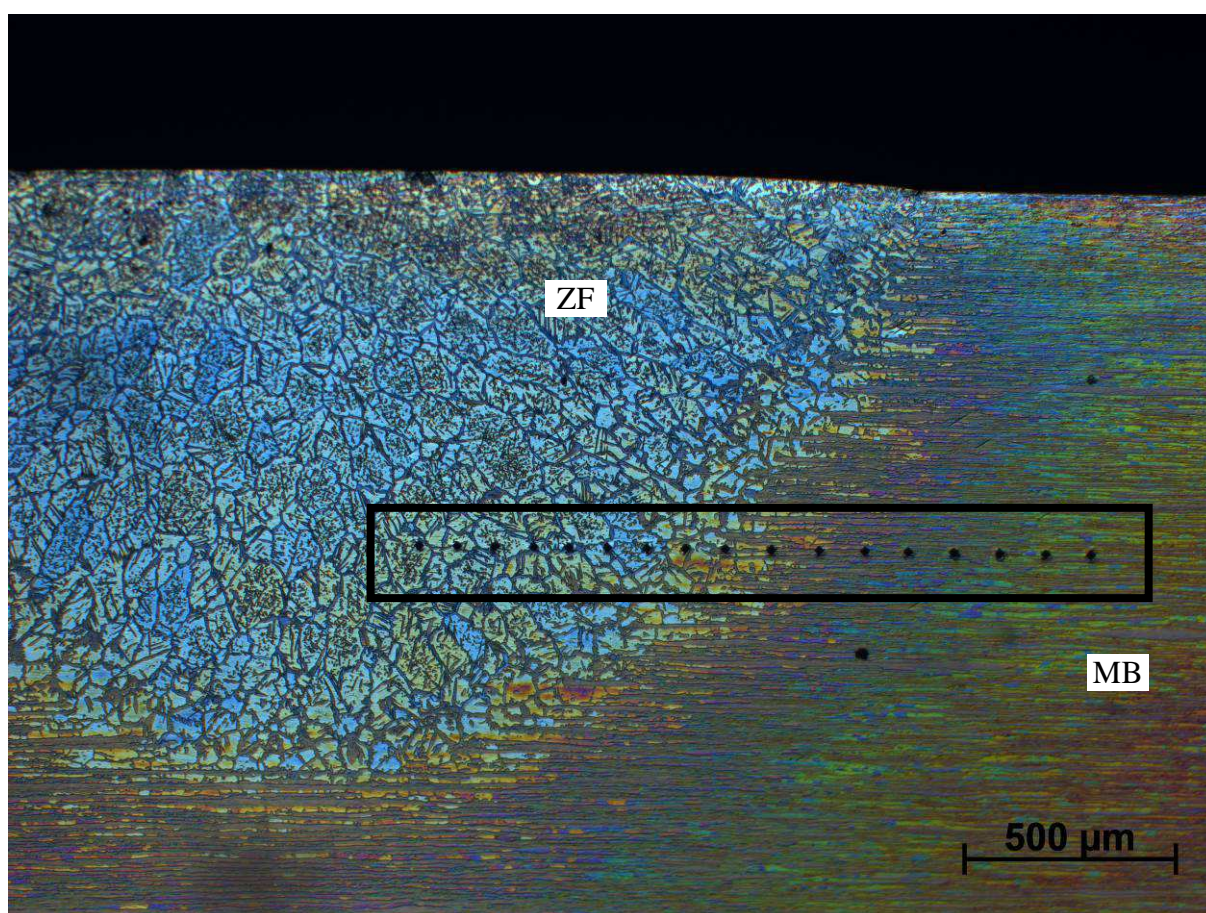


Figura 99 – Amostra após ensaio de microdureza. Em destaque as penetrações de microdureza realizadas, desde o metal de base até a zona de fusão.

A dureza esperada para o metal de base seria de 34 HRC, conforme descrição do fabricante. Embora, as normas não prevejam uma forma direta de conversão entre as diferentes escalas de dureza, utilizando tabela comparativa de valores de dureza, 34 HRC seria aproximadamente 340 HV [Metal Center, 2016]. Os valores obtidos estão ligeiramente superiores aos esperados, em torno de 400 HV0,1.

Os perfis obtidos (Figura 98) e a análise estatística com distribuição *t de Student* ($T_{\text{calculado}} < T_{\text{tabelado}}$ – Tabela 09) indicam que não houve variação entre os valores de dureza para as cinco condições analisadas, quando comparados metal de base e zona de fusão. O comportamento da dureza foi homogêneo, o que indica a continuidade desta propriedade ao longo da junta soldada.

Assim, a homogeneidade nos valores de microdureza é um indicativo de não precipitação de fases deletérias (sigma, chi e nitretos) na zona de fusão, as quais normalmente possuem durezas mais elevadas, o que corrobora as análises da microestrutura [Kim, et al., 2012].

3.7 Corrosão

O gráfico da Figura 100 mostra a taxa de corrosão por área para cada uma das amostras testadas. Segundo a Norma ASTM G48-99, perdas de massa acima de 0,0001 g/cm² podem indicar a presença de pontos de corrosão, e observação macroscópica com aumento de 20x deve ser realizada para detecção desses pontos [ASTM, 1999]. As amostras que utilizaram gás de proteção com adição de nitrogênio em 3,5%, 4,5% e 5,5% apresentaram taxa de corrosão abaixo de 0,0001 g/cm², indicando que não sofreram processo de corrosão por *pitting*. As amostras soldadas com concentrações menores, 1,5% e 2,5%, sofreram corrosão acima desse limite. No entanto, essa hipótese não foi confirmada durante a observação macroscópica da superfície, para a qual não foi identificada a presença de pontos de corrosão. Os resultados mostram (Figura 100) uma tendência do aumento do teor de nitrogênio no gás de proteção propiciar uma melhoria da resistência à corrosão, no qual pode-se notar o declínio da curva referente à perda de massa.

A amostra com 2,5% de N₂ apresentou um comportamento atípico, possuindo a maior de todas as taxas de corrosão, superando inclusive a amostra com 1,5% de N₂. Esse fato não era esperado, uma vez que, segundo a análise de estereologia quantitativa, a adição de nitrogênio em percentual de 2,5% acarretou maior fração volumétrica de austenita, comparando-se a obtida com percentual inferior (1,5%). Em resumo, todas as condições ensaiadas apresentaram comportamentos muito semelhantes, como também taxas de corrosão muito pequenas, em relação a materiais similares. Cervo e colaboradores (2010) obtiveram taxa de corrosão de 0,1954 g/cm² para uma junta soldada de aço superduplex, 1000 vezes superior à

obtida neste estudo. Em prosseguimento a pesquisa de Cervo e colaboradores (2010), foi realizado tratamento térmico com intuito de melhorar a resistência à corrosão do material, em que se obteve uma redução considerável da taxa de corrosão, apresentando valor de 0,0040 g/cm². No entanto, os resultados satisfatórios de Cervo et al (2010), não superaram os obtidos neste experimento com o hiperduplex, que foram 22 vezes inferiores. Deste modo, ressalta-se que a contribuição de um ensaio de corrosão mais sensível poderia revelar com melhor precisão a diferença entre as condições ensaiadas.

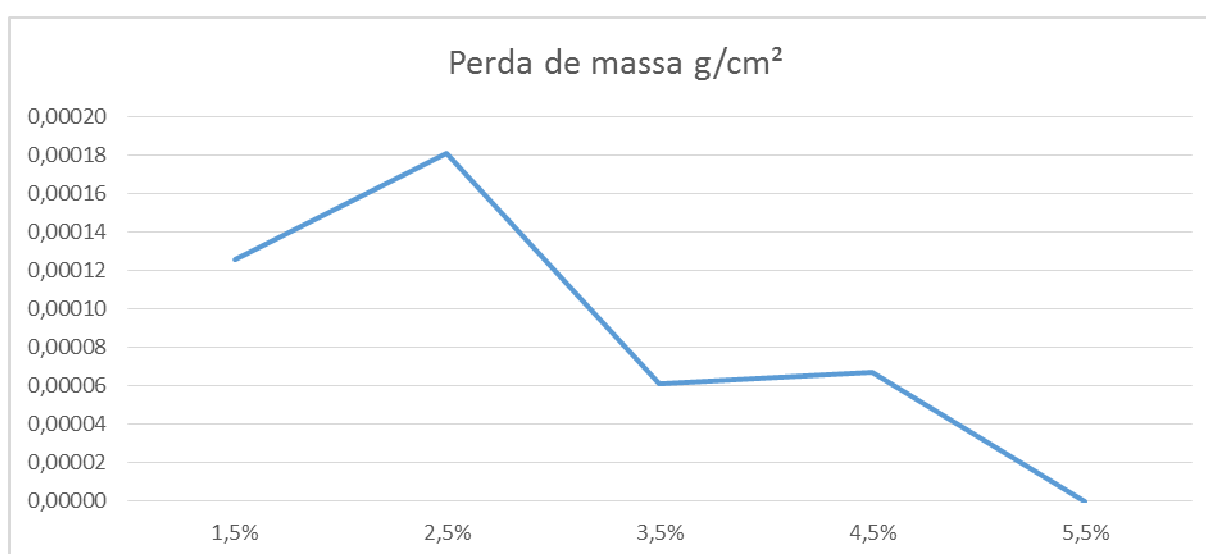


Figura 100 – Taxa de corrosão para as condições testadas. Teste por perda de massa segundo norma ASTM G48-99. Nota-se uma relação entre o aumento do teor de N₂ no gás de proteção e a melhoria na resistência a corrosão, muito embora, todas as amostras tenham apresentado baixa taxa de corrosão.

3.8 Microscopia de Força Atômica

As imagens de microscopia de força atômica (AFM – *Atomic Force Microscopy*) foram realizadas por meio de duas técnicas, topografia e força magnética. A primeira exhibe o resultado do relevo da amostra, enquanto a segunda atribui a coloração de acordo com a força magnética da região analisada. As Figuras 101 e 102 exemplificam as imagens de topografia obtidas para o MB e ZF, respectivamente. As imagens 103 e 104 exemplificam os resultados do módulo de força magnética.

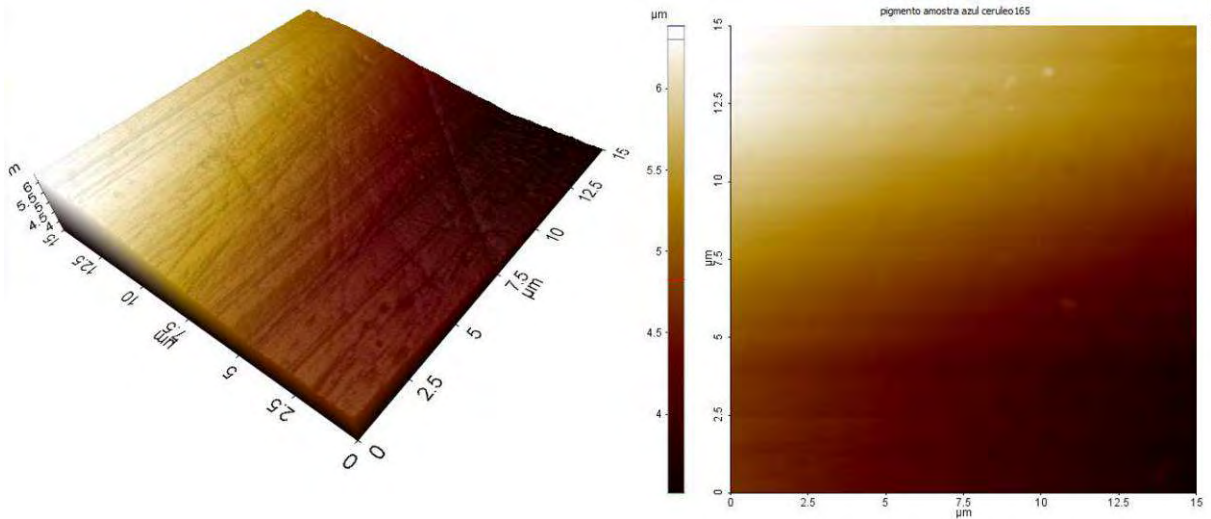


Figura 101 – Imagem da região do metal de base da amostra soldada com 2,5% N_2 no gás de proteção, utilizando Microscopia de Força Atômica no módulo de topografia. Amostra apenas polida. Observa-se pequenos “arranhões” na superfície. Não é possível notar as fases presentes.

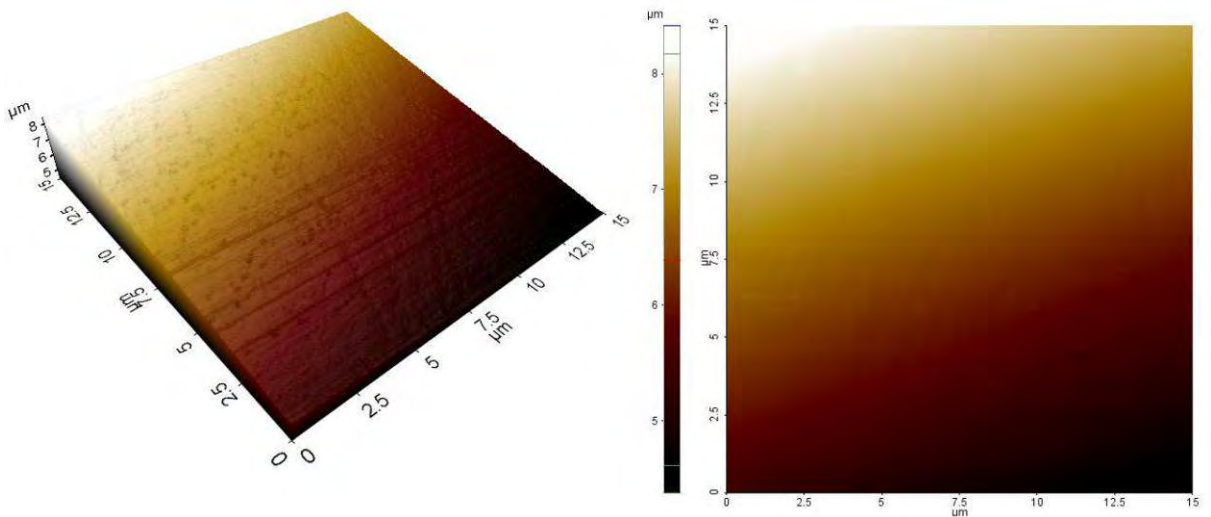


Figura 102 – Imagem da região da zona de fusão da amostra soldada com 2,5% N_2 no gás de proteção, utilizando Microscopia de Força Atômica no módulo de topografia. Amostra apenas polida. Observa-se pequenos “arranhões” na superfície. Não é possível notar as fases presentes.

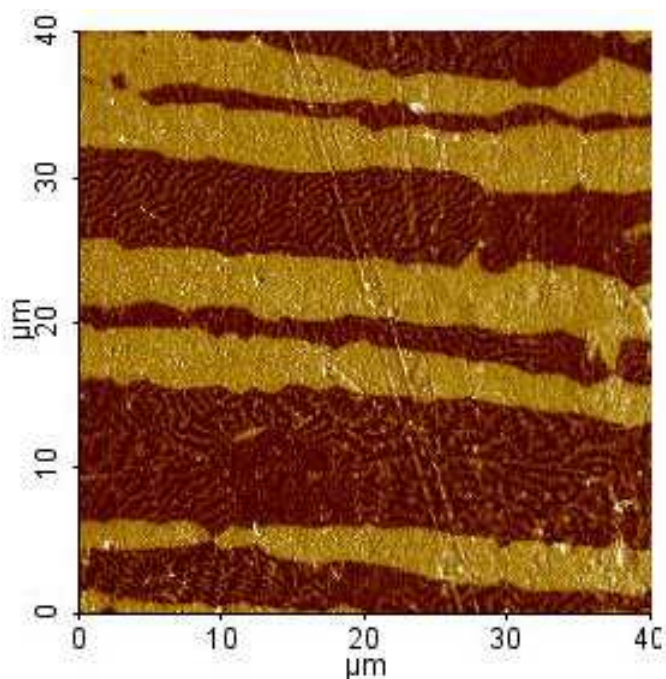


Figura 103 – Imagem da região do metal de base da amostra soldada com 2,5% N₂ no gás de proteção, utilizando Microscopia de Força Atômica no módulo de força magnética. Amostra apenas polida. O módulo de força magnética revelou as fases presentes, ferrita em tonalidade mais escura e austenita em tonalidade mais clara.

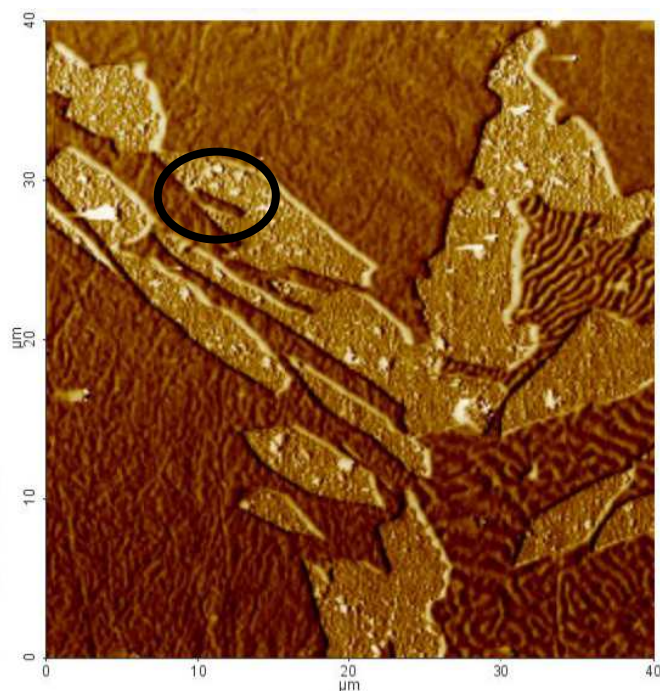


Figura 104 – Imagem da região da zona de fusão da amostra soldada com 2,5% N₂ no gás de proteção, utilizando Microscopia de Força Atômica no módulo de força magnética. Amostra apenas polida. O módulo de força magnética revelou as fases presentes, ferrita em tonalidade mais escura e austenita em tonalidade mais clara. Região em destaque possui geometria similar as regiões identificadas através do MEV FEG nas figuras 73 a 80.

As Figuras 101 e 102, que utilizaram o modo topografia do microscópio de força atômica não revelaram qualquer diferença entre as fases presentes, ferrita e austenita, as quais foram identificadas pelo microscópio ótico e microscópio eletrônico de varredura. As amostras encontravam-se apenas polidas, portanto, não havendo diferença de relevo entre as regiões de fases diferentes, observou-se apenas a presença de alguns arranhões e pequenos poros. A presença de pequenos poros corrobora as observações realizadas por microscopia eletrônica de varredura (Figuras 71 a 80), onde pequenos pontos pretos foram identificados e quando analisados com sistema de EDS indicavam a mesma composição química da fases ferrita e austenita.

As imagens de módulo de força magnética, Figuras 103 e 104, revelam claramente a existência de duas regiões distintas, uma mais clara e outra mais escura. Comparando-se as imagens das Figuras 103 e 104 com as obtidas por microscopia ótica após ataque eletroquímico de NaOH (Figuras 49 e 57) microscopia eletrônica de varredura operando em modo BSE (Figuras 50 e 58) e MEV FEG após polimento eletroquímico (Figuras 66 a 69), constata-se que a austenita adquiriu coloração clara, enquanto a ferrita coloração escura nas imagens de AFM em modo de força magnética. Para os aços inoxidáveis com estrutura duplex, a fase ferrita apresenta comportamento magnético e a austenita paramagnético [ASM, 1989], o que explica o fato das fases apresentarem colorações diferentes e poderem ser distinguidas através do módulo de força magnética do AFM. Não foi encontrado na literatura trabalhos que utilizaram a técnica de AFM para a caracterização de fases em aços inoxidáveis duplex.

Em destaque na Figura 104, pode-se notar uma região de pequena dimensão e formato alongado no interior da fase austenita. Região de geometria e tamanho muito similar as regiões identificadas através do MEV FEG nas Figuras 73 a 80. Assim como as análises de MEV FEG já indicavam a possibilidade dessas regiões serem pequenas regiões de fases ferrita, o AFM em modo de força magnética também atribuiu a ela a mesma coloração da fase ferrita, o que reforça a possibilidade dessas regiões serem pequenas regiões de ferrita no interior da austenita.

4 CONCLUSÃO

Após análise dos resultados dos procedimentos experimentais aplicados, pode-se concluir que para o aço hiperduplex UNS S32707:

1 – O aumento da fração volumétrica de austenita na zona de fusão melhorou a resistência à corrosão da junta soldada. Para teores de 3,5% a 5,5% de N₂, os ensaios de corrosão por perda de massa indicaram a inexistência de corrosão por pites.

2 – O nitrogênio adicionado ao gás de proteção atuou como elemento gamagênico, contribuindo com o aumento da fração volumétrica de austenita na zona de fusão. A fração volumétrica da austenita variou de 39% (gás de proteção 1,5% N₂) até 57% (gás de proteção 5,5% N₂).

3 – A adição de nitrogênio no gás de proteção não influenciou na geometria dos grãos da zona de fusão, os quais, independente do percentual de N₂ adicionado, apresentam sempre com grãos equiaxiais de ferrita, e grãos alongados de austenita se formando preferencialmente nos contornos dos grãos de ferrita

4 – A adição de nitrogênio e a variação de seus teores, entre 1,5 e 5,5%, no gás de proteção não afetou os valores de microdureza entre nenhuma das condições ensaiadas, nem tão pouco entre a zona de fusão e o metal de base. O maior e o menor resultado para microdureza do metal de base, foram respectivamente, de 389,5 ±22,9 HV0,1 e 410,3 ±18,8 HV0,1. Para a zona de fusão foram de 384,2 ±14,8 HV0,1 e 414,3 ±20,9 HV0,1, respectivamente.

5 – Considerando a fração volumétrica das fases na zona de fusão, comparando-se com os limites recomendados na literatura, e os resultados do teste de corrosão, a melhor junta soldada seria obtida com teores de nitrogênio no gás de proteção variando de 3,5 a 4,5%.

SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Visando o prosseguimento, desdobramento ou aprofundamento dos estudos aqui apresentados, outros projetos podem ser realizados, tais como:

- Realização de ensaios de microscopia eletrônica de transmissão e difração de raios-x, visando comprovar a inexistência de fases deletérias.

- Análises utilizando técnica de EBSD para avaliação das microestruturas presentes.

- Outros tipos de ensaios de corrosão, com maior sensibilidade, visando quantificar a melhoria à resistência a corrosão proporcionada a liga pela adição de N₂ ao gás de proteção.

REFERÊNCIAS

- ABNT. **ABNT NBR ISSO 6507-1 materiais metálicos – ensaios de dureza Vickers parte 1: métodos de ensaio**. Rio de Janeiro: ABNT, 2008.
- ABNT. **ABNT NBR ISSO 6507-4 materiais metálicos – ensaios de dureza Vickers parte 4: tabelas de valores de dureza**. Rio de Janeiro: ABNT, 2008.
- AGUIAR, D. **Processamento do aço inoxidável superduplex UNS S32520 por moagem de alta energia**. Dissertação de Mestrado. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2008.
- ALVES, J.R.O. **Estudo de uma rota de processamento para obtenção de aços inoxidáveis dúplex**. Monografia de graduação. São Bernardo do Campo: Centro Universitário da FEI, 2012.
- ASM AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Metals handbook metallography and microstructure** vol. 9. USA: ASM American Society for Metals, 1989.
- ASM AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Metals handbook welding brazing and soldering** vol. 6. USA: ASM American Society for Metals, 1983.
- ASTM AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, **G 48-99. Standard test methods for pitting and crevice corrosion resistance of stainless steels and related alloys by use of ferric chloride solution**. ASTM, 1999.
- ASTM AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, **A 800/A 800M – 01. Standard practice for steel casting, austenitic alloy, estimating ferrite content thereof, ferrous castings; ferroalloys, west Conshohocken**. vol.01.02, ASTM, 2001.
- BARBOSA C.A.; MORI, F.Y.; SOUZA, M.H.C.; FALLEIROS, I.G.S. Formação de fase sigma em aço inoxidável austenítico-ferrítico. **Metalurgica-ABM**, v. 32, n. 227, p. 669-673, 1976.
- BELMONTE, M.L.; ANDRADE, G.S.; PIMENTA, A.R.; PAOLUCCI-PIMENTA, J.M. Precipitação da fase sigma. In: Jornada de Iniciação Científica e Tecnologia do IFRJ, VIII, 2014, Nilópolis. **Anais...** 2014.
- BHATT, R.B.; KAMAT, H.S.; GHOSAL, S.K.; DE, P.K. Influence of nitrogen in the shielding gas on corrosion resistance of duplex stainless steel welds. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 8, n. 5, p. 591-597, 1999. - 101
- BRANDI, S.D.; PADILHA, A.F. Weldability of duplex stainless steel UNS S 31803. In: 73rd American Welding Society Annual Meeting, 1992, Chicago, USA, **Proceedings...** 1992.
- BUSH, D.; BROWN, J.; LEWIS, K. An overview of NACE international standard MR0103 and comparison with MR0175. In: CORROSION/2004 Annual Conference and Exhibition, **Proceedings...** Paper nº04649, New Orleans, Louisiana, USA, 2004.

CERVO, R.; FERRO, P.; TIZIANI, A.; ZUCCHI, F. Annealing temperature effects on superduplex stainless steel UNS S32750 welded joints. II: pitting corrosion resistance evaluation. **Journal of Materials Science**, v. 45, p. 4378-4389, 2010.

CHAI, G.; KIVISAKK, U.; TOKARUK, J.; EIDHAGEN, J. Hyper duplex stainless steel for deep subsea applications. **Stainless Steel World**, mar., 2009. - 21

CHANDRA, T.; KUCHLMAYR, R.; Effect of strain rate on sigma formation in ferrite-austenite stainless steel at high temperatures, **Journal of Materials Science**, v. 23, p. 723-728, 1988.

CHARLES, J. Superduplex stainless steels: structure and properties. In: Duplex stainless steels 91, 1991, France, **Proceedings...** 1991.

DIAS, D.F. **Caracterização de juntas soldadas por TIG autógeno manual com arco pulsado e arco não pulsado do aço inoxidável hiperduplex SAF 2707 HD.** Dissertação de Mestrado. Rio de Janeiro: Universidade do Estado do Rio de Janeiro, 2012.

DINIZ, M. G. **Influência de tratamentos superficiais sobre chapas de titânio na osteogênese em culturas de células com origem na medula óssea humana.** Tese de Doutorado. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2001.

ELMER, J.W.; PALMER, T.A.; SPECHT, E.D. Direct observations of sigma phase formation in duplex stainless steels using in-situ synchrotron x-ray diffraction. **Metallurgical and Materials Transactions A**, n 38A, p. 464-475, 2007.

FAGER, S.A.; ODEGARD, L. Welding of the super duplex stainless steel sandvik SAF2507 (UNS S32750). In: International Offshore and Polar Engineering Conference, 3th, 1993, Singapore. **Proceedings...** 1993

FIGUEIREDO, V.O.R.; FERREIRA, C.V.C.; PIMENTA, A.R.; PAOLUCCI-PIMENTA, J.M. Influência do metal de adição na soldagem por eletrodo revestido. In: Mostra de Trabalhos de Cursos Técnicos, IV, 2014, Campinas. **Anais...** 2014.

FOLKHARD, E. **Welding metalurgy of Stainless Steel.** New York: Springer-Verlag Wien, 1988.

FONTES, T.F. **Efeito da fase alfa linha nas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão do aço inoxidável duplex UR 52+.** Dissertação de Mestrado. São Paulo: Instituto de Pesquisa Nucleares, 2009.

GIRALDO, C.P.S. **Precipitação de fases intermetálicas na zona afetada pelo calor de temperatura baixa (ZACTB) na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex.** Dissertação de Mestrado. São Paulo: Escola Politécnica da universidade de São Paulo, 2001.

GONZALES, R. C.; WOODS, R. **Digital image processing.** [S.I.]: Wesley, 1993.

GORANSSON, K.; NYMAN, M.L.; HOLMQUIST, M.; GOMES, E. **Sandvik SAF 2707 HD (UNS S32707) a hyper-duplex stainless steel for severe chloride containing environments**. Sweden: Sandvik Materials Technology, 2007. - 004

HA, H.Y.; J.M.H.; LEE, T.H.; MOON, J. Understanding the relation between phase fraction and pitting corrosion resistance of UNS S32750 stainless steel. **Materials Characterization**, v. 106, p. 338-345, 2015. 121

HALL, E.O.; ALGIE, S.H. The sigma phase. **Metallurgical Reviews**, v. 11, 9. 61-88, 1966.

HAMMAR, O.; SVENSSON, U. Influence of steel composition on segregation and microstructure during solidification of austenitic stainless steel. In: **Solidification and casting of metals**. London: The Metals Society, 1979.

HONEYCOMBRE, R.W.K. Tradução do Inglês para Português por FORTES, M.A; FERRO, A.C. In: **Aços: microestrutura e propriedades**, ed.2, Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1982.

IMOA INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION. **Practical Guidelines for the fabrication of duplex stainless steel**. London: IMOA, 2009.

JANG, S.H.; KIM, S.T.; LEE, I.S.; PARK, Y.S. Effect of shielding gas composition on phase transformation and mechanism of pitting corrosion of hyper duplex stainless steel welds. **Materials Transactions**, v. 52, n. 6, p. 1228-1236, 2011. 116

JEON, S.H.; KIM, S.T.; LEE, I.S.; KIM, J.S.; KIM, K.T.; PARK, Y.S. Effects of w substitution on the precipitation of secondary phases and the associated pitting corrosion in hyperduplex stainless steels. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 544, p. 166-172, 2012a. – 118

JEON, S.H.; KIM, S.T.; KIM, J.S.; KIM, J.S.; KIM, J.S.; KIM, K.T.; PARK, Y.S. Effects of copper addition on the precipitation of chromium nitrides and the associated pitting corrosion resistance of the hyper duplex stainless steels. **Materials Transactions**, v. 53, n. 12, p. 2129-2134, 2012b. 115

JEON, S.H.; KIM, S.T.; LIM, S.Y.; CHOI, M.S.; PARK, Y.S. Effects of solution-annealing temperature on the precipitation of secondary phases and the associated pitting corrosion resistance in hyper duplex stainless steel. **Materials Transactions**, v. 54, n. 8, p. 1473-1479, 2013. 123

JEON, S.H.; KIM, H.J.; PARK, Y.S. Effects of inclusions on the precipitation of chi phases and intergranular corrosion resistance of hyper duplex stainless steel. **Corrosion Science**, v. 87, p. 1-2, 2014a. 125

JEON, S.H.; KIM, H.J.; KONG, K.H.; PARK, Y.S. Effects of copper addition on the passivity and corrosion behavior of 27Cr-7Ni hyper duplex stainless steels in sulfuric acid solution. **Materials Transactions**, v. 56, n. 1, p. 78-84, 2014b. 126

JEON, S.H.; SONG, G.D.; HUR, D.H.; PARK, Y.S. Passivation behavior of Ce-containing hyper duplex stainless steels in sulfuric acid solution. **Materials Transactions**, v. 56, n. 8, p. 1287-1293, 2015. 122

KIM, S.T.; JANG, S.H.; LEE, I.S.; PARK, Y.S. Effects of solution heat-treatment and nitrogen in shielding gas on the resistance to pitting corrosion of hyper duplex stainless steel welds. **Corrosion Science**, v. 53, p. 1939-1947, 2011. 114

KIM, J.S.; KIM, S.T.; LEE, I.S.; JANG, S.H.; PARK, Y.S.; KIM, K.T.; KIM, Y.S. Mechanism of localized corrosion and phase transformation of tube-to-tube sheet welds of hyper duplex stainless steel in acidified chloride environments. **Materials Transactions**, v. 53, n. 12, p. 2166-2174, 2012a. 119

KIM, S.T.; LEE, I.S.; KIM, J.S.; JANG, S.H.; PARK, Y.S.; KIM, K.T.; KIM, Y.S. Investigation of the localized corrosion associated with phase transformation of tube-to-tube sheet weld of hyper duplex stainless steel in acidified chloride environments. **Corrosion Science**, v. 64, p. 164-173, 2012b. 112

KIM, S.M.; KIM, J.S.; KIM, K.T.; PARK, K.T.; LEE, C.S. Effects of Ce addition on secondary phase transformation and mechanical properties of 27Cr-7Ni hyper duplex stainless steels. **Materials Science & Engineering A**, v. 573, p. 27-36, 2013. 120

KIM, H.J.; JEON, S.H.; KIM, S.T.; LEE, I.S.; PARK, Y.S.; KIM, K.T.; KIM, Y.S. Investigation of the sensitization and intergranular corrosion of tube-to-tubesheet welds of hyper duplex stainless steel using an electrochemical reactivation method. **Corrosion Science**, v. 87, p. 60-70, 2014 - 117

KIM, H.J.; JEON, S.H.; KIM, S.T.; PARK, Y.S. Influence of the shielding gas composition on the passive film and erosion corrosion of tube-to-tube sheet welds of hyper duplex stainless steel. **Corrosion Science**, v. 91, p. 140-150, 2015 - 113

KIVISAKK, U.H.; EIDHAGEN, J.; JUHLIN, A. UNS S33207 a new hyper duplex stainless steel for umbilicals. In: NACE Corrosion 2009, 2009, Atlanta, **Proceedings...** 2009. -6

KOBAYASHI, D.Y.; WOLYNEC, S. Evaluation of the low corrosion resistant phase formed during the sigma phase precipitation in duplex stainless steels. **Materials Research**, vol. 2, n.4, p.239-247, 1999.

KOTECKI, D.J. Some pitfalls in welding of duplex stainless steels. **Soldagem e Inspeção**, v. 15, n. 4, p. 336-343, 2010 - 017

LIMA, N.B.; LIMA, L.M.G.; PADILHA, A.F. Capítulo 7: texturas de recristalização. In: TSCHIPTSCHIN, A.P., et. al, (Org.). **Textura e relação de orientação**. 2 ed. São Paulo: TWA Studio Gráfico, 2003, p.107-128.

MAEHARA, Y.; KOIKE, M.; JUJIRO, N.; KUNITAKE, T. Precipitation of σ phase in a 25Cr-7Ni-3Mo duplex phase stainless steel. **Trans. Iron Steel Japan**, v. 23, n. 3, p. 240-246, 1983.

MAGNABOSCO, R. **Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205)**. Tese de Doutorado. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2001.

MAGNABOSCO, R. Kinetics of sigma phase formation in a duplex stainless steel. **Materials Research**, v. 12, n. 3, p. 312-327, 2009.

MARTNS, M.; CASTELETTI, L.C. Effect of heat treatment on the mechanical properties of ASTM A 890 Gr6A super duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 55, p. 225-233, 2005.

MARTINS, M. **Caracterização microestrutural mecânica e resistência à corrosão de aço superduplex ASTM A890/A890M grau 6A**, Tese de Doutorado, São Paulo: Universidade de São Paulo, 2006.

MARTNS, M.; CASTELETTI, L.C. Sigma phase morphologies in cast and aged super duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 60, n. 8, p. 792-795, 2009.

MENEZES, J.W.A.; REIS, F.E.U.; ABREU, H.F.G.; MIRANDA, H.C.; RIBEIRO, J.E.M.; OLIVEIRA, H.R. Efeito da energia de soldagem sobre a fração volumétrica da fase ferrítica no aço inoxidável duplex UNS S31803. In: Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás, 3., 2005, Salvador. **Anais...** 2005.

METAL CENTER. Tabela de conversão de valores de dureza. Disponível em: <<http://www.metalcentermetais.com.br>>, acesso em: 10 de novembro de 2016.

MONTGOMERY, D. G. **Design and analysis of experiments**. New York: John Wiley and Sons, 2001.

NILSSON, J.O. Super duplex stainless steels. **Materials Science and Technology**, v. 8, n. 8, p. 685-700, 1992.

NORSTROM, L.A.; PETTERSSON, S.; NORDIN, S. Sigma-phase embrittlement in some ferritic-austenitic stainless steels. **Materials Science & Engineering Technology**, v. 12, n. 7, p. 229-234, 1981.

PADILHA, A.F.; GUEDES, L.C. **Aços inoxidáveis austeníticos: microestrutura e propriedades**, 3° ed. Editora Hemus Ltda, São Paulo, 1994.

PADILHA, A.F. **Materiais de engenharia: microestrutura e propriedades**. São Paulo: Editora Hemus, vol. 1, 2000.

PADILHA, A.F.; RIOS, P.R. Review – decomposition of austenite in austenitic stainless steels, **ISIJ International**, vol. 42, nº4, p.325-337, 2002.

PADILHA, A.F.; PLAUT, R.L.; RIOS, P.R. Chapter 12: Stainless steels heat treatment. In: GEORGE, E.T. (Editor). **Steel heat treatment: metallurgy and technologies**. 2th ed. Boca Raton, Florida: CRC Press, p. 695-739, 2007.

PADILHA, A.F.; PLAUT, R.L. Phase transformation and microstructure. In: ALVARES, A.I.; DEGALLAIX, M.S. **Duplex Stainless Steels**. London: John Wiley & Sons, 2009. p. 115-139.

PACIORNIK, S.; MAURICIO, M. H. P. Digital Imaging. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Handbook metallography and microstructures**. Ohio: American Society for Metals, 2004.

PINTO, P.S.G. **Avaliação da Resistência ao impacto de juntas de aço inoxidável superduplex soldadas por GMAW pulsado com diferentes misturas gasosas**. Dissertação de Mestrado. Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2009.

ROSSITTI, S.M. **Efeito do nióbio na microestrutura e nas propriedades mecânicas do aço inoxidável superduplex fundido SEW 410 W. Nr. 1.4517**. Tese de Doutorado. São Carlos: Universidade de São Paulo, 2000.

SAHU, J.K.; KRUPP, U.; GHOSH, R.N.; CHRIST, H. Effect of 475°C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 508, n. 1-2, p. 1-14, 2009.

SANCHEZ, R.; MORENO, I.; ALMAGRO, J.; BOTELLA, J. LLOVET, X. Effects of composition and thermal history on the phase balance and elements distribution of standard and modified duplex stainless. In: **Fourth Stainless Steel Science and Market Congress**. Paris, 2002.

SANDVIK. **Folha de dados de material**, disponível em: <<http://www.smt.sandvik.com>>, acesso em: 10 de outubro de 2012.

SANTOS, E.M.; VALDEVINO, G.S.; MARTINS, L.A.; OLIVEIRA, W.M.; PIMENTA, A.R.; PAOLUCCI-PIMENTA, J.M. Fase sigma nos aços superduplex. In: Mostra de Trabalhos de Cursos Técnicos, IV, 2014, Campinas. **Anais...** 2014.

SOUZA, A; PEREA, E.; SIGNORELLI, R. SAF 2707 HD (UNS S32707) um aço inoxidável hiper-duplex para ambientes severos contendo cloretos. In: Seminário Brasileiro do Aço inoxidável, 9., 2008, São Paulo. **Anais...** 2008. - 1

STENVALL, P.; HOLMQUIST, M. Weld properties of sandvik SAF 2707 HD. **La Metallurgia Italiana**, Milano, outubro, p. 11-18, 2008. - 3

TAVARES, S.S.M.; PARDAL, J.M.; PONZIO, E.; LOUREIRO, A.; SOUZA, J.A. Influence of microstructure on the corrosion resistance of superduplex stainless steel. **Materials and Corrosion**, v. 61, n. 4, p. 313-317, 2010. - 28

TRANSCONTROL; **Quality certificate**. Aprovado pelo Controle de Qualidade TRANSCONTROL; Engenheiro Rodrigo F. Rodrigues; Emitido 10 de Junho de 2008.

TRUMAN, J.E.; PIRT, K.R. **Duplex Stainless Steel**. Ed. Lula R.A. ASM, Metals Park, OH, USA, p. 113-142, 1983

URENA, A.; OTERO, E.; UTRILLA, M.V; MUNEZ, C.J. Weldability of a 2205 duplex stainless steel using plasma arc welding. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 182, n. 2, p. 624-631, 2007.

VANDER-VOORT, G.F. Chapter 1: phase identification by selective etching. In: VANDER-VOORT, G.F. (Org.). **Applied metallography**. New York, Van Nostrand Reinhold Company, 1986, p. 1-19.

VIROBI, S.; MITSUYUKI, O. Técnicas metalográficas para caracterização microestrutural dos aços. In: Encontro de Engenharia e Tecnologia dos Campos Gerais 2º, 2008, Campus Gerias. **Anais...** 2008.

WANG, S.H.; CHIU, P.K.; YANG, J.R.; FANG, J. Gamma phase transformation in pulsed GTAW weld metal of duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering: A**, vol. 420, p. 26-33, 2006.

ZUCATO, I.; MOREIRA, M.C.; MACHADO, I.F.; LEBRÃO, S.M.G. Microstructural characterization and effect of phase transformations on toughness of the UNS S311803 duplex stainless steel aged at 850°C. **Materials Research**, vol. 5, nº 3, p.385 – 389, 2002.