

# 1 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

## 1.1 Histórico

Segundo Charles (1991) a origem dos aços inoxidáveis austeno-ferríticos ocorreu na França por volta de 1933, quando um erro de adição de elementos de liga durante a fusão de um aço do tipo 18%Cr – 9%Ni – 2,5%Mo, na Companhia Jacob Holtzer, resultou numa composição química contendo 20%Cr – 8%Ni – 2,5%Mo, que promoveu uma alta fração volumétrica de ferrita ( $\alpha$ ) numa matriz austenítica ( $\gamma$ ). Esse tipo de aço inoxidável com características magnéticas foi estudado num laboratório de pesquisas Francês chamado Unieux, onde se descobriu rapidamente que, qualquer que fosse o tratamento térmico empregado, a liga bifásica  $\alpha/\gamma$  não era sensível ao ataque intergranular em vários meios corrosivos. Essa propriedade pôde ser associada ao fato de que a formação de carbonetos era descontínua, em contraste com a precipitação contínua observada nos aços inoxidáveis austeníticos. A descoberta foi patenteada em 1935 como Ets JACOB HOLTZER – brevets Français. Em 1937 foram patenteados os aços inoxidáveis conhecidos como “duplex”, já estes contendo cobre como elemento de liga (e também estrutura austeno-ferrítica), para melhorar a resistência à corrosão em muitos meios agressivos. Eles foram então denominados Novas Ligas Inoxidáveis. Já em 1940, outra patente foi registrada, dessa vez referente a aços inoxidáveis duplex contendo cobre e molibdênio na forma de elementos de liga, descrevendo um novo processo envolvendo tratamento térmico na faixa de 400°C e 500°C, possibilitando o endurecimento desses materiais, sem afetar sua resistência à corrosão ou causar fragilidade [Martins, 2006].

Nos Estados Unidos, encontram-se registros da mesma época sobre aços inoxidáveis austeníticos contendo grandes frações volumétricas de ferrita. Assim, essa nova família de aços inoxidáveis foi estudada, patenteada e comercializada simultaneamente na França, Suécia e Estados Unidos. Uma das razões para se usar aços inoxidáveis austeníticos com grande quantidade de ferrita foi a melhoria das propriedades mecânicas dos componentes fundidos em relação aos aços unicamente austeníticos. Essa possibilidade (aumentar a quantidade de ferrita) não causou grande interesse no caso de chapas laminadas a quente, devido à baixa

trabalhabilidade dos aços inoxidáveis duplex e a possibilidade de ter o seu tamanho de grão refinado por processamento termomecânico. Essas ligas bifásicas ainda tinham uma matriz austenítica, contendo menos que 50% de ferrita [Martins, 2006].

A “Compagnie des Ateliers et Forges de la Loire” desenvolveu o aço de grau UR 50, com uma estrutura bifásica  $\alpha/\gamma$ , cujo alto valor para o limite de escoamento (maior que 400MPa) e excelente resistência à corrosão fez dele o principal candidato para aplicações em campos, tais como: produção de sal, refinamento de petróleo, indústria alimentícia, indústrias de papel e celulose, indústrias farmacêuticas, etc. Neste mesmo período já era possível produzir componentes forjados, fundidos e estruturas soldadas desses aços [Martins, 2006].

Em 1947 o grau UR 50 foi padronizado pela marinha francesa como IT 47 cat. 16b para a condição endurecida e o grau cat. 28b para a condição solubilizada [Martins, 2006].

Nessa mesma época, foi desenvolvido também um aço inoxidável duplex, de nome comercial URANUS CH, com um teor de nitrogênio da ordem de 0,2% em peso e com um limite de escoamento da ordem de 530 MPa na condição solubilizada, devido ao efeito de endurecimento causado pelas adições de nitrogênio e de carbono [Martins, 2006].

Todos esses aços foram produzidos em fornos a indução de alta frequência (1200Hz), os quais serviam somente para fundir as matérias-primas, sem um refinamento adequado. Um vácuo parcial era usado para promover a remoção de carbono e uma desoxidação rudimentar, evitando que o “banho” fosse contaminado pelo oxigênio e nitrogênio da atmosfera [Martins, 2006].

Naquela época, não era possível respeitar faixas analíticas estreitas e teores muito baixos de nitrogênio na forma de produtos planos, que poderiam ser facilmente identificados por suas quantidades elevadas de trincas. O efeito da adição de nitrogênio na estabilidade estrutural dos aços austeno-ferríticos também era ainda desconhecido [Martins, 2006].

De 1950 a 1970, foram realizados extensivos estudos sobre trabalhabilidade a quente, soldabilidade e resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex, e sobre a resposta estrutural a tratamentos térmicos e termomecânicos. Entretanto, as aplicações industriais permaneceram, a princípio, limitadas e foi a crise do níquel no início dos anos 50 que os conduziu novamente à posição de interesse. O

desconhecimento da metalurgia dos aços inoxidáveis duplex, especialmente com relação à necessidade de resfriamentos rápidos, ou mesmo, solubilização seguida de resfriamento em água, explica a baixa ductilidade e baixa tenacidade das peças produzidas na época [Martins, 2006].

No final da década de 1950 foi desenvolvido nos Estados Unidos o grau CD4MCu (25%Cr-5%Ni-2%Mo-3%Cu) pelo ACI (Alloy Casting Institute). Entretanto, devido à fragilidade dos fundidos obtidos, o teor de cromo foi reduzido para a faixa de 22% até 23% e o tratamento térmico de solubilização, seguido de resfriamento em água foi adotado para melhorar a ductilidade. Todavia, as aplicações práticas desses materiais ocorreram na França, com o primeiro sino de mergulho submarino, construído com o material UR50 para a COMEX em 1964 [Martins, 2006].

Os três primeiros navios para transporte de produtos químicos, chamados Zambeze, Zelande e Zeebrugge, construídos no estaleiro Dunkerque em 1970, foram confeccionados com o aço UR50. Nessa mesma época, uma nova escassez de níquel serviu como incentivo para a produção dos aços inoxidáveis duplex em escala industrial, que pelas suas excelentes características mecânicas e pela resistência à corrosão tornaram-se bem conhecidos [Martins, 2006].

A introdução dos processos de refinamento VOD e AOD nos anos 70, e o desenvolvimento contínuo até os dias de hoje, levaram a uma melhoria significativa nas propriedades desses materiais. De fato, tornou-se possível obter reduções consideráveis nos níveis de elementos residuais, tais como: oxigênio, enxofre, carbono, etc. e ao mesmo tempo assegurar faixas composicionais estreitas, incluindo a do nitrogênio [Martins, 2006].

A precisão e a reprodutibilidade na composição química possibilitaram que as quantidades de fases  $\alpha$  e  $\gamma$  fossem precisamente ajustadas. Além disso, o controle efetivo dos níveis de nitrogênio permitiu aumentar a resistência à corrosão e a estabilidade em altas temperaturas da estrutura duplex, particularmente nas Zonas Termicamente Afetadas (ZTA's) geradas pelos processos de soldagem [Martins, 2006].

Finalmente, a redução nos níveis de residuais resultou uma grande melhoria na trabalhabilidade a quente, tornando possível a produção de chapas de inoxidável duplex, e mais recentemente, na produção de bobinas. Atualmente, várias fundições estão equipadas com modernas unidades de refino a vácuo e/ou argônio

(VOD/AOD) com capacidades de processamento entre 1 e 20 toneladas/corrida. Mesmo para pequenas toneladas, é possível obter aços com composições químicas precisas e baixos níveis de residuais, que são de extrema importância para as propriedades funcionais dos aços inoxidáveis duplex [Martins, 2006].

Voltando um pouco mais no tempo, há relatos que desde 1821 já se realizavam experimentos de adição de cromo ao ferro para investigação de propriedades. Nestes estudos, observava-se que à medida que o teor de cromo era aumentado, o ataque metalográfico ficava mais difícil de ocorrer. No final do século XIX, um passo importante para o desenvolvimento dos aços inoxidáveis foi dado na Alemanha com o desenvolvimento do processo de aluminotermia<sup>1</sup>, pelo qual se produzia cromo metálico com baixos teores de carbono [Padilha, et. al., 2007].

Estudos na Alemanha e Inglaterra por volta de 1910 mostravam a resistência à corrosão em meios ácidos, atribuídas ao aumento do teor de cromo, em ligas à base de ferro, e ainda, o efeito nocivo que o elemento carbono acarretava nessa propriedade. O aumento da resistência à corrosão mostrava-se significativo a partir de 12% de cromo e foi associado à teoria da passivação<sup>2</sup>. Sobre a natureza do filme passivador, uma das explicações sugere que a superfície do metal reage com um agente oxidante (normalmente o oxigênio), formando um fino filme superficial de óxido rico em cromo, aderente na superfície do aço e invisível a olho nu. Esse filme não é inerte nem estático e, uma vez formado, é de dissolução lenta e contínua em pontos discretos, porém com reparo imediato do filme. O filme funciona como uma barreira entre o metal e o meio, dificultando a corrosão do metal de base [Padilha, et. al., 2007; Washko e Aggen, 1993; Streicher, 1977; Padilha e Guedes, 1994]. Outra explicação sobre o filme passivador, que confronta com a primeira, há quase dois séculos, sugere que a película ou camada é adsorvida quimicamente, normalmente o oxigênio ou íons passivadores, diminuindo a velocidade de reação de corrosão [Padilha e Guedes, 1994].

Em torno de 1851 foram desenvolvidos e comercializados aços inoxidáveis austeníticos e martensíticos e pouco depois, por volta dos anos 20, comercializados os aços inoxidáveis ferríticos. Em 1927, estudos apontaram para uma estrutura

---

<sup>1</sup> O processo de aluminotermia consiste no aproveitamento do intenso poder redutor do alumínio para obtenção de metais. Por outras palavras, este processo consiste na redução dos óxidos metálicos a partir do alumínio para obtenção dos respectivos metais.

<sup>2</sup> Modificação do potencial do eletrodo no sentido de menor atividade (mais catódico ou mais nobre) devido a formação de uma película de produto de corrosão. Esta película é denominada película passivante.

contendo ferrita e austenita, o que pode ser considerada a primeira descrição daqueles que mais tarde passariam a ser chamados de aços inoxidáveis duplex [Padilha e Guedes, 1994].

O interesse por esses aços tornou-se mais intenso aproximadamente em 1970 e até hoje, devido às suas propriedades de resistência à corrosão em ambientes ácidos, clorados, aliadas às boas propriedades mecânicas, são usados em aplicações locais onde as condições de trabalho são bastante severas, tais como bombas para indústria de extração de petróleo, elementos estruturais de plataformas, equipamentos da indústria química, dentre outras [Martins e Casteletti, 2005].

O método convencional de produção dos aços inoxidáveis duplex, caso da laminação a quente, mostram estrutura contendo ferrita e austenita em lamelas alternadas, com grãos alongados [Pohl e Padilha, 1988].

Assim, os aços inoxidáveis duplex são ligas Fe-Cr-Ni-Mo, contendo até 0,30% em peso de nitrogênio na forma atômica, que apresentam microestruturas bifásicas compostas por uma matriz ferrítica e pela fase austenítica precipitada com morfologia geralmente arredondada. A concentração volumétrica de ferrita aproxima-se de  $50\% \pm 5\%$  para um material corretamente balanceado do ponto de vista microestrutural [Martins, 2006].

A resistência equivalente à corrosão por pite<sup>3</sup> (PREn – “*Pitting Resistance Equivalent number*”) dos aços inoxidáveis duplex varia de 35 a 40 e suas aplicações são limitadas em função dessa propriedade [Martins, 2006; Merello, et. al., 2003].

O PREn é um conceito teórico que classifica os aços inoxidáveis em duplex, superduplex e hiperduplex através da análise de composição química que indica os teores dos principais elementos constituintes desses aços, conforme as Equações 01 e 02 para os aços superduplex e hiperduplex, respectivamente [Martins, 2006; Souza, et. al., 2008]:

$$40 \leq \text{PREn} = \% \text{Cr} + 3,3\% \text{Mo} + 16\% \text{N} < 49,0 \quad (01)$$

$$\text{PREn} = \% \text{Cr} + 3,3\% \text{Mo} + 16\% \text{N} \geq 49,0 \quad (02)$$

---

<sup>3</sup> A corrosão por pite caracteriza-se por atacar materiais metálicos que apresentam a formação de películas protetoras ou regiões passivadas, causando o rompimento da passividade e produzindo uma corrosão muito intensa e localizada.

onde os elementos químicos estão em peso percentual (%peso).

Assim, os aços inoxidáveis com PREn entre 40 e 49 são considerados superduplex e com PREn acima de 49, inclusive, são definidos como hiperduplex. Por conseguinte, os aços inoxidáveis hiperduplex, além de reunirem todos os pré – requisitos dos aços inoxidáveis duplex e superduplex, possuem uma resistência equivalente à corrosão por pite (PREn) maior, o que significa que esses materiais resistem mais a ataques químicos, principalmente aqueles provocados por solução aquosas contendo íons halogênios (elementos pertencentes à família 7A da tabela periódica), destacando-se dentre eles o íon cloreto, muito frequente na água do mar [Martins, 2006; Souza, et. al., 2008].

As características mecânicas dessa categoria de material são relativamente altas (quando comparados a outros tipos de aço), isto é, apresentam limite de escoamento superior a 700MPa, limite de resistência à ruptura superior a 920MPa, com alongamento de 25% mínimo e dureza 34HRC [Sandvik, 2010].

Devido a esses fatores, essas ligas ferrosas são comumente utilizadas como elementos estruturais e componentes rotativos nas plataformas de exploração de petróleo em mar aberto [Martins, 2006].

Aços inoxidáveis que apresentam elevadas características mecânicas e bom comportamento à corrosão por pite não são muito comuns, uma vez que os inoxidáveis austeníticos e austeno-ferríticos possuem moderada resistência à corrosão e propriedades mecânicas relativamente pobres, e os aços inoxidáveis martensíticos exibem propriedades contrárias as dos aços acima citados, o mesmo acontecendo para os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação [Martins, 2006].

Especificamente para o caso do aço inoxidável superduplex da norma ASTM A 479, grau 06A sua aplicação é recomendada em bombas centrífugas, válvulas reguladoras de fluxos e tubos sem costura, que trabalham pressurizados (280 Bar), transportando água do mar em temperaturas acima de 40°C e em concentrações de íons cloreto de até 120.000 ppm [Martins, 2006]. Segundo artigo publicado por Souza, et. al. (2008), os aços inoxidáveis hiperduplex UNS 32707 (SAF 2707 HD) apresentam aplicações particularmente interessantes em ambientes envolvendo água de mares tropicais. Comparando com as ligas superduplex, o aço do tipo hiperduplex SAF 2707 HD também estende uma condição segura de operação em

vários outros meios ácidos contendo cloretos, por exemplo, trocadores de calor críticos em refinarias [Souza, et. al., 2008].

Uma grande dificuldade na obtenção de componentes fundidos em aço inoxidável superduplex é exercer um controle eficaz sobre a precipitação da fase sigma durante o resfriamento de solidificação, uma vez que os teores da mesma acima de 12% em volume ocasionam o trincamento do fundido [Martins, 2006].

Os componentes obtidos pelo processo de fundição, que apresentam paredes relativamente espessas (acima de 5 polegadas), resfriam-se, durante a solidificação, de forma muito lenta, favorecendo com isso a precipitação em grande escala (superior a 15% em volume) da fase sigma que sempre possui efeito deletério sobre o material [Martins, 2006].

Apesar desses materiais apresentarem um bom desempenho em serviço, o processo de obtenção de uma peça por meio de fundição é bastante difícil, devido ao fato das transformações de fases desses sistemas serem muito complexas [Martins, 2006].

A formação da fase sigma ( $\sigma$ ) está associada à redução localizada de cromo e molibdênio nos contornos de grãos. A temperaturas próximas a 950°C, a ferrita começa a se decompor e o crescimento da fase sigma ( $\sigma$ ) ocorre como uma transformação eutetóide da fase ferrita em fases sigma e austenita secundária ( $\alpha \Rightarrow \sigma + \gamma_2$ ) [Martins, 2006]

A taxa de formação da fase sigma ( $\sigma$ ) nos aços inoxidáveis duplex está relacionada primeiramente com a difusão dos elementos de liga na ferrita e na austenita, ou seja, ela sofre influência direta da temperatura e de características microestruturais, tais como: tamanhos de grão e diferenças de densidade [Weisbrodt-reisch, et al., 2006].

Além da fase sigma ( $\sigma$ ), podem precipitar na microestrutura dessas ligas outras fases, tais como: “Chi” ( $\chi$ ), fase “R”, fase “G”, fase “Tal” ( $\tau$ ), nitretos de cromo com estequiometrias CrN e Cr<sub>2</sub>N, carbonetos complexos dos tipos Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> e Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, dentre outras. Todas elas formam-se durante a exposição ao calor [Martins, 2006].

Os aços inoxidáveis duplex quando aquecidos entram em um processo de fragilização, que é favorecida com o aumento do conteúdo de cromo e molibdênio. Estes elementos contribuem na formação das fases sigma ( $\sigma$ ) e chi ( $\chi$ ) entre as temperaturas de 650°C a 1000°C, causando uma considerável variação nas

propriedades mecânicas dos inoxidáveis duplex, normalmente indesejáveis [Weisbrodt-Reisch, et. al., 2006].

Os aços inoxidáveis duplex constituem sistemas termodinamicamente metaestáveis<sup>4</sup> na condição solubilizado e resfriado em água, uma vez que a estrutura estável em altas temperaturas passou a ser metaestável à temperatura ambiente, e qualquer insumo de energia na forma de calor que receberem sempre haverá uma forte tendência termodinâmica de “buscar” uma condição de equilíbrio mais estável, e isso implica em precipitações de fases secundárias, que podem comprometer a fabricação e desempenho em serviços dos componentes [Martins, 2006].

Um exemplo de aplicação em situação crítica dos aços inoxidáveis da família duplex é na fabricação de bombas centrífugas, que operam em pressões elevadas (aproximadamente 280 bar) e em altas rotações (3500 rpm, ou mais), cujas tolerâncias dimensionais são extremamente pequenas, variando de 10µm a 15µm para áreas usinadas. O motivo principal de se projetar equipamentos com pequenas faixas de tolerâncias dimensionais reside no fato de obter-se um bom funcionamento do mesmo como um todo e atingir um desempenho elevado [Martins, 2006].

A aplicação de equipamentos rotativos, na forma de bombas de injeção, e bombas “booster”, dá-se no mercado de óleo e gás, principalmente em plataformas “offshore” [Martins, 2006]. As Figuras 01 e 02 ilustram esquematicamente uma plataforma marítima, fixa, para extração de petróleo em águas profundas.

A função das bombas de injeção é bombear água do mar no lençol petrolífero, localizado no subsolo marinho, aumentando assim a pressão do mesmo e forçando o óleo e o gás nele contido a subirem para a plataforma. Esse óleo vem misturado com um pouco de água, que após o processo de separação por diferença de densidade, é novamente injetada no poço [Martins, 2006].

---

<sup>4</sup> Sistemas termodinamicamente fora das condições de equilíbrio. A estrutura metaestável permanece inalterada ou somente sofre pequenas alterações ao longo do tempo: todo o período de utilização do material acontece em condições que não são as condições de equilíbrio termodinâmico.





Figura 01. Plataforma Offshore fixa (Fonte: ©iStockphoto.com; <http://ciencia.hsw.uol.com.br/exploracao-petroleo-mar6htm>, consulta em 3 de Julho de 2009).



Figura 02. Foto da plataforma de petróleo (Fonte: [www.brasiloffshore.com.br](http://www.brasiloffshore.com.br) consulta em 12 de Julho de 2011).

A composição dessa água de injeção, chamada de *água produzida*, é rica em íons cloretos ( $\text{Cl}^-$ ), em concentrações que atingem valores da ordem de 80.000 ppm, íons sulfeto ( $\text{HS}^-$ ,  $\text{S}^{2-}$ ), além de gases, tais como  $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{CO}_2$  e  $\text{O}_2$ , acrescidos do fato das temperaturas algumas vezes atingirem valores acima de  $40^\circ\text{C}$  [Martins, 2006]. Nesses ambientes, os materiais dos quais são construídos os equipamentos (aços inoxidáveis duplex e superduplex), ficam sujeitos à corrosão por pite, que nucleiam principalmente nas interfaces ferrita/austenita e crescem para o interior da ferrita. Por isso, a grande preocupação dos projetistas de aços inoxidáveis duplex e superduplex, é a obtenção de um balanceamento composicional adequado, de tal forma que a resistência equivalente à corrosão por pite (PREn) seja elevada, sem comprometer a distribuição volumétrica das fases [Martins, 2006].

O desenvolvimento de novos aços austeno-ferríticos em relação aos já existentes e/ou novas avaliações para suas utilizações tornam-se necessários, para aplicações no campo petrolífero, como na perfuração e produção de petróleo em condições diversificadas [ASTM, 2001]. No meio circulante (líquido ou gás) a aplicação destes materiais, por exemplo, em válvulas e bombas, conforme citado anteriormente, a resistência à corrosão é afetada pela temperatura e também são susceptíveis à ação dos agentes corrosivos do meio onde utilizados, como a água do mar, onde cloretos, sulfetos, gás carbônico e outros gases dissolvidos estão presentes [Padilha, 2000]. Para estes fins, os aços austeno-ferríticos necessitam de alta resistência às mais diversas condições de corrosão [Solomon e Devine, 1984]. Quando esses aços são expostos a altas temperaturas precipitam-se diferentes fases que influenciam nas propriedades desses materiais, principalmente as fases sigma ( $\sigma$ ), chi ( $\chi$ ), nitretos e carbonetos, conforme dito anteriormente. Dentre essas a  $\sigma$  é a que tem efeito mais acentuado nos aços superduplex.

### 1.1.1 Aços Inoxidáveis: generalidades

Conforme dito anteriormente, os aços inoxidáveis são ligas à base de ferro que contém pelo menos 12% de cromo, elemento que confere resistência à corrosão em diversos meios [Aguiar, 2008].

No início do século XX, desenvolveram-se em vários países como Inglaterra, Alemanha, França e Estados Unidos, três tipos básicos de aços inoxidáveis:

austeníticos, ferríticos e martensíticos [Padilha, et. al., 2007; Martins e Casteletti, 2005; Parr e Hanson, 1989]. Estudos apontavam, desde essa época, o efeito negativo do carbono em aços inoxidáveis. O efeito de outros elementos de liga, como o níquel, no sistema ferro-cromo-níquel também foi estudado [Padilha, et. al., 2007; Streicher, 1977].

A alteração em quantidade de elementos de liga, como por exemplo, de cromo, níquel e molibdênio, aliadas às técnicas adotadas mais modernas e eficientes de redução do teor de intersticiais em larga escala, como o processo de metalurgia de panela / refino AOD (“*argon-oxygen decarburization*”), em meados de 1970, tornaram possível a produção de aços inoxidáveis conhecidos atualmente [Padilha, et. al., 2007; Washko e Aggen, 1993] e que representam um papel importante no mundo moderno, mesmo que sua produção contribua somente com 2,2% do total de produção de aços. Estes são divididos, de acordo com sua microestrutura, em 5 grupos [Padilha, et. al., 2007; Washko e Aggen, 1993]:

- Martenísticos;
- Ferríticos;
- Austeníticos;
- Duplex (austenítico-ferrítico);
- Endurecíveis por precipitação.

Quanto à estabilização da microestrutura dos aços inoxidáveis, os elementos de liga desempenham papel fundamental. Dois desses elementos compõem o sistema básico dos aços inoxidáveis, que são o cromo e o níquel [ASTM, 2001]. O cromo, que tem a estrutura cúbica de corpo centrado – (CCC) – a mesma da ferrita (Fe- $\alpha$ ), tende a estabilizar essa fase. Já o níquel, tem estrutura cúbica de fase centrada – (CFC) – a mesma da austenita (Fe- $\gamma$ ), e tende, por sua vez, a estabilizar esta fase [Padilha, 2000].

Desta forma, a efetividade relativa dos elementos estabilizadores de ferrita (Fe- $\alpha$ ) é comparada ao cromo e expressa em termos de cromo equivalente ( $Cr_{eq}$ ), enquanto elementos que estabilizam a austenita (Fe- $\gamma$ ) são similarmente expressos em termos de níquel equivalente ( $Ni_{eq}$ ), como mostrado nas Equações 03 e 04 [ASTM, 2001]:

$$Cr_{eq} = (\%)Cr + [(1.5)(\%)Si] + [(1.4)(\%)Mo] + (\%)Nb - 4.99 \quad (03)$$

$$Ni_{eq} = (\%)Ni + [(30)(\%)C] + [(0.5)(\%)Mn] + \{26[(\%)N - 0,02]\} + 2,77 \quad (04)$$

Observa-se na Equação 03, que os elementos cromo, silício, molibdênio e nióbio são estabilizadores da ferrita. Contudo, fortes formadores de carbonetos, como nióbio e titânio, podem consumir carbono, direcionando para uma estabilização da austenita (Fe- $\gamma$ ). Similarmente, a influência do nitrogênio (estabilizador da austenita) depende da presença de fortes formadores de nitretos, como alumínio [Solomon e Devine, 1984].

Sendo assim, uma pequena lista de elementos estabilizadores de ferrita (Fe- $\alpha$ ), denominados elementos alfa-gênicos, inclui o molibdênio, o titânio, o nióbio, o silício e ainda o alumínio. Da mesma forma, uma pequena lista de elementos estabilizadores de austenita (Fe- $\gamma$ ), denominados elementos gama-gênicos, inclui o níquel, o manganês, o carbono e o nitrogênio [Martins, 2006; Aguiar, 2008].

Como já dito anteriormente, a resistência à corrosão por “*pitting*”, que é uma forma de corrosão localizada e profunda, está intimamente ligada aos teores de alguns destes elementos de liga, como cromo, molibdênio e nitrogênio; quando o material está exposto em meio corrosivo, principalmente na presença do íon cloreto (Cl<sup>-</sup>). Como o cromo e o molibdênio são ferritizantes, concentram-se principalmente na ferrita e, analogamente, o nitrogênio é austenitizante, concentrando-se principalmente na austenita. Para medir-se a resistência à corrosão por “*pitting*”, no fim da década de 60, foi proposta a Equação 05, que traduz empiricamente a resistência equivalente (do termo em inglês “*pitting resistance equivalent*” – PRE) em termos dos elementos de liga presentes na composição do aço [Martins, 2006; Aguiar, 2008]:

$$PRE = \%pesoCr + [3.3(\%pesoMo)] + [(16 \text{ ou } 30)(\%pesoN)] \quad (05)$$

onde o coeficiente 30 é usado para os aços austeníticos, enquanto 16 é usado para os do tipo duplex.

A ferrita (Fe- $\alpha$ ) pode solubilizar, ainda que em pequenas proporções, elementos austenitizantes, assim como a austenita (Fe- $\gamma$ ) pode solubilizar em pequenas proporções elementos ferritizantes. A Tabela 01 mostra alguns elementos

de liga do ferro e as correspondentes solubilidades máximas na ferrita (Fe- $\alpha$ ) e na austenita (Fe- $\gamma$ ) [Padilha, 2000].

Tabela 01. Principais elementos de liga (aço→ferro) e suas solubilidades máximas nas fases ferrita e austenita. As concentrações são dadas em % peso [Padilha, 2000].

Elemento	Raio atômico (Å)	Estrutura	Peso atômico (g)	Solubilidade máxima (%) em Fe $\alpha$ (CCC) em Fe $\gamma$ (CFC)		Tipo de Solução Sólida
Fe	1,26	CCC/CFC	55,85	—	—	—
C	0,77	C. Diam.	12,01	0,02	2,06	Intersticial
N	0,75	Complexa	14,01	0,1	2,8	Intersticial
Mn	1,26	CFC	54,94	3,5	100	Substitucional
Si	1,11	C. Diam.	28,09	14,5	2,15	Substitucional
Cr	1,27	CCC	52,00	100	12,5	Substitucional
Ni	1,24	CFC	58,71	8,0	100	Substitucional
Mo	1,39	CCC	95,94	37,5	1,6	Substitucional
W	1,39	CCC	183,85	33	3,2	Substitucional
Nb	1,46	CCC	92,91	1,8	1,4	Substitucional
Ti	1,47	HC/CCC	47,90	7,0	0,65	Substitucional
Cu	1,28	CFC	63,54	2,1	8,5	Substitucional

Na sequência, serão abordadas as características de aços inoxidáveis austeníticos, ferríticos e duplex, em que o último trata-se de uma combinação composta pelas duas fases (ferrita e austenita). Os aços inoxidáveis superduplex e hiperduplex são situações particulares do duplex.

### 1.1.2 Aços Inoxidáveis Austeníticos

Aços austeníticos são aqueles baseados no sistema Fe – Cr – Ni, apresentam estrutura monofásica (CFC – Cúbica de Face Centrada) e não são endurecidos para a formação de martensita pelo simples resfriamento em água durante a solidificação, ou seja, o campo de fase da austenita ( $\gamma$ ) – (CFC) – se estende até a temperatura ambiente [Parr e Hanson, 1989].

Possuem boas propriedades de resistência à corrosão ao meio ambiente e a ambientes ácidos, bem como altas tenacidades e soldabilidade, porém possuem baixo valor de limite de escoamento no estado recozido (entre 200 e 250 MPa). Esse limite de escoamento pode ser aumentado para valores acima de 400 MPa,

adicionando-se na liga, maiores teores de nitrogênio sendo que a ductilidade permanece alta (comumente 0,2% em peso, porém, com possibilidade de até 0,9% em peso), quando são denominados superausteníticos [Washko e Aggen, 1993; Lacombe, et. al., 1993].

Os aços superausteníticos diferem-se dos austeníticos comuns, por possuírem altos teores de cromo, níquel, molibdênio e nitrogênio, resultando num conteúdo de ferro próximo ou menor que 50% em peso [19]. Esses teores de elementos de liga lhe conferem alta resistência à corrosão, apresentando um índice PRE > 40 [Bush, et. al., 2004]. Um exemplo de aço superaustenítico é o tipo UNS S32654, também conhecido como 654 SMO (nomenclatura AISI – “*American Iron and Steel Institute*”), que possui de 2 a 4% em peso de manganês, 24 a 25% em peso de cromo, 21 a 23% em peso de níquel, 7 a 8% em peso de molibdênio, 0,4 a 5% em peso de nitrogênio, 0,3 a 0,6% em peso de cobre, entre outros elementos residuais (carbono  $\leq$  0,02% em peso, silício  $\leq$  0,5% em peso), além do ferro [Padilha, et. al., 2007; Padilha e Rios, 2002].

Para aumento da solubilidade do nitrogênio, pode-se adicionar o elemento manganês, que também é estabilizante de austenita (Fe- $\gamma$ ), substituindo-se parcialmente assim, o elemento níquel. Nota-se, no exemplo dado de aço superaustenítico, que a estrutura pode solubilizar até 8% do elemento molibdênio (que é ferritizante) e ainda assim, possuir microestrutura austenítica, devido à forte presença de outros elementos austenitizantes, caso do níquel, nitrogênio e manganês [Padilha, et. al., 2007].

Aços inoxidáveis austeníticos, ao serem submetidos a tratamentos nas temperaturas entre 500 e 800°C, por períodos suficientemente longos, podem estar sujeitos à precipitação de carbonetos do tipo  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  nas regiões próximas aos contornos de grão, pela reação do cromo com o carbono, presentes no aço. Esse fenômeno é chamado de sensitização. A corrosão intergranular ocorre preferencialmente ao longo dos contornos de grão que sofreram sensitização para algumas ligas e em ambientes específicos [Nilson, 1992; Honeycombe, 1982].

Devido a esses riscos de degradação de propriedades ao serem aquecidos, esses aços não são usualmente endurecidos por têmpera. Porém, podem ser endurecidos por encruamento, como por exemplo, o processo de laminação a frio,

com posterior tratamento térmico de recristalização que permite também ter o controle do tamanho do grão [Parr e Hanson, 1989].

Quando existe um meio corrosivo, principalmente quando nesse meio está presente o íon cloreto ( $\text{Cl}^-$ ), os aços austeníticos são bastante sensíveis, e sob determinadas condições de tensão, podem fissurar. Estas tensões, não são necessariamente aplicadas diretamente na peça, podendo ser residuais de fabricação. Essa corrosão sob tensão pode ser satisfatoriamente amenizada quando a composição do aço é rica em níquel [Honeycombe, 1982]. Segundo Padilha e Guedes (1994), as ligas austeníticas com altos teores de níquel e baixos residuais de nitrogênio, são menos susceptíveis à corrosão sob tensão [Lacombe, et. al., 1993]. O efeito benéfico do níquel na resistência à corrosão pode ser explicado pela efetividade desse elemento na promoção de repassivação, especialmente em ambientes redutores [Streicher, 1977].

### 1.1.3 Aços Inoxidáveis Ferríticos

Essa classe de aço inoxidável apresenta estrutura ferrítica ( $\text{Fe-}\alpha$ , estrutura CCC). Entretanto, em altas temperaturas, parte dessa ferrita pode ser consumida, transformando-se em austenita, ou ainda, precipitando algumas fases, como por exemplo, fase sigma [Washko e Aggen, 1993; Parr e Hanson, 1989].

Alguns aços, a partir de aproximadamente 11% de cromo como elemento de liga, apresentam boa resistência à corrosão e podem ser usados como materiais estruturais, que é o caso do aço AISI 405. Estes aços, para elevados teores de cromo, têm alta resistência à corrosão em muitos meios agressivos e são muito resistentes à corrosão sob tensão, em particular [Parr e Hanson, 1989; Honeycombe, 1982].

Frequentemente, os aços inoxidáveis ferríticos contêm molibdênio. Esse elemento, em combinação com o cromo, é muito eficiente na estabilização do filme passivo em ambientes onde há presença do íon cloreto. Além disso, o molibdênio é especialmente efetivo no aumento da resistência para a iniciação da corrosão por “*pitting*” [Washko e Aggen, 1993].

Aços inoxidáveis ferríticos, assim como os austeníticos, não são usualmente endurecidos por têmpera. Da mesma forma que os austeníticos, podem ser

endurecidos por deformação plástica, mas com menor coeficiente de encruamento [Washko e Aggen, 1993; Parr e Hanson, 1989].

Quanto à sua evolução, os aços ferríticos podem ser classificados em 3 gerações, conforme a melhoria do processo de produção. A primeira geração ocorreu no início do século XX quando os processos de fabricação não permitiam a obtenção de baixos teores de carbono e resultavam, conseqüentemente, em aços inoxidáveis com altos teores de carbono e cromo. A segunda geração é compreendida a partir do momento da introdução de elementos de liga como o caso do titânio e nióbio, consumidores de elementos intersticiais. Por esse motivo, menores teores de carbono e nitrogênio em soluções sólidas eram conseguidos, apresentando-se estabilizados na forma de carbonetos e nitretos. Além disso, o titânio em excesso em solução sólida é um estabilizador de ferrita ( $Fe-\alpha$ ), conseqüentemente, nessa geração eram alcançadas estruturas completamente ferríticas. A terceira geração surgiu por volta dos anos 70 devido às técnicas metalúrgicas já anteriormente citadas e desenvolvidas para redução do teor de elementos intersticiais, como VOD – (“*vacuum-oxygen decarburization*”) – e AOD – (“*argon-oxygen decarburization*”) – onde os teores de carbono e nitrogênio não ultrapassam 0,02%, sendo esses, também consumidos com nióbio e titânio. Com menores teores de carbono, a partir dessa geração, foi possível aumentar os teores de cromo para níveis maiores que 25% além da adição de molibdênio, dando origem aos aços superferríticos [Padilha, et. al., 2007].

#### 1.1.4 Aços Inoxidáveis de Estrutura Duplex Austenítico-Ferrítico

Conforme já dito, estes aços representam uma classe conhecida desde meados da década de 30, porém despertaram um maior interesse industrial a partir dos anos 70, devido à melhoria nos processos de extração do carbono. Apresentam em sua estrutura uma mistura de ferrita ( $Fe-\alpha$ ) e austenita ( $Fe-\gamma$ ), conseqüentemente, uma combinação das propriedades destas fases [Martins, 2006; Aguiar, 2008].

Para obter as estruturas duplex há de conseguir-se um balanço adequado entre os elementos estabilizadores de ferrita como cromo, molibdênio, titânio, nióbio, silício, alumínio e os elementos estabilizadores de austenita como níquel,



manganês, carbono e nitrogênio [Martins e Casteletti, 2005; Lacombe, et. al., 1993; Padilha e Rios, 2002; Bush, et. al., 2004; Nilson, 1992; Honeycombe, 1982; Lima, et. al., 2003], sendo que a efetividade relativa de cada elemento, é expressa em cromo equivalente ou níquel equivalente, como já citado anteriormente [ASTM, 2001].

Existem ligas que são casos particulares dos aços inoxidáveis de estrutura duplex, denominadas superduplex. Esses superduplex compreendem os aços com quantidades de cromo, molibdênio e nitrogênio maiores que os aços inoxidáveis de estrutura duplex mais comuns, resultando em índices PRE > 40, tornando seu uso satisfatório em ambientes agressivos, como por exemplo, a água do mar [Padilha, et. al., 2007; Nilson, 1992; Ura, et al., 1994].

O nitrogênio é um elemento que comumente está presente nos aços inoxidáveis duplex. Ele é um forte estabilizante da austenita, cerca de 30 vezes mais eficiente que o níquel e, conseqüentemente, concentra-se na fase austenítica. Seu efeito pode ser o endurecimento dessa fase por solução sólida. Além disso, ele ajuda a melhorar a resistência à corrosão por “*pitting*” [Park e Lee, 2001].

Lopez e colaboradores (1999) sugerem ainda outro efeito que o nitrogênio pode causar em um aço inoxidável duplex, é o retardamento da precipitação de carbonetos de cromo em temperaturas de tratamento entre 675 e 900°C, devido à formação preferencial de nitretos, evitando um empobrecimento acentuado de cromo em regiões intergranulares, nessas condições [Lopez, et. al., 1999].

Os aços inoxidáveis duplex, que possuem baixos teores de carbono, solidificam-se com estrutura ferrítica e, a presença da austenita, surge e forma-se já no estado sólido. Os que possuem maior teor de carbono, também solidificam primeiramente a ferrita e o carbono enriquece o líquido remanescente, o que condiciona a solidificação posterior da austenita e carbonetos de cromo. A austenita pode ainda, formar-se durante o resfriamento nos grãos de ferrita [Padilha, et. al., 2007; [Pohl e Padilha, 1988].

Ligas comerciais de aços inoxidáveis duplex são processadas por deformação a quente. Esse tipo de trabalho, que é realizado em temperaturas entre 900 e 1200°C, gera grãos de ferrita (Fe- $\alpha$ ) e austenita (Fe- $\gamma$ ) alongados, na direção da laminação. O trabalho a quente nestes aços, promove ainda a formação de lamelas ou camadas alternadas (Fe- $\alpha$ ) e (Fe- $\gamma$ ) tridimensionalmente. A energia de interface

$(Fe-\alpha)/(Fe-\gamma)$  é menor que  $(Fe-\alpha)/(Fe-\alpha)$  e  $(Fe-\gamma)/(Fe-\gamma)$ , fator que favorece e pode explicar a formação dessas lamelas alternadas [Martins, 2006; Aguiar, 2008].

Durante a deformação a quente, a deformação plástica ocorre principalmente por deslizamento de planos cristalinos com orientações preferenciais, resultando na chamada textura de deformação. A textura final de um material depende primordialmente da mudança de forma imposta durante a deformação, da temperatura na qual ocorreu a conformação, e ainda, no caso particular de pequenas deformações, da orientação inicial dos grãos antes da deformação [Lima, et. al., 2003]. Um mesmo aço inoxidável duplex, por exemplo, pode apresentar diferentes orientações, caso as condições de laminação e recozimento sejam diferentes [Tschiptschin e Garzón, 2003]. A textura pode levar a uma forte anisotropia das propriedades mecânicas [Nilson, 1992].

Como visto, os aços duplex apresentam em sua composição química elementos ferritizantes e austenitizantes. Estes, por sua vez, geralmente passam por condição de tratamento térmico entre 1000°C e 1300°C onde as proporções de fases podem ser alteradas, devido à instabilidade da ferrita em altas temperaturas. As quantidades desejadas de ferrita e austenita nos aços da família duplex (incluindo os superduplex e os hiperduplex) são de 50% de cada fase. Geralmente, as composições são ajustadas para se obterem tais proporções de cada fase depois da solubilização entre 1050°C e 1150°C e, nestas condições, a percentagem de ferrita não varia muito com a velocidade de resfriamento posterior. Devido a essas razões de balanço de composição química e tratamentos térmicos pelos quais estão sujeitos os aços, a quantidade mínima de 20% de cromo normalmente é necessária na composição para que o aço alcance estrutura duplex [Martins, 2006; Aguiar, 2008].

Monlevade (2002) caracterizou um aço inoxidável duplex do tipo UNS 31803 por microscopia óptica, após ter sido submetido a trabalho de conformação mecânica a quente (deformação plástica em temperatura onde a recristalização do material ocorre simultaneamente à deformação e encruamento). Esta caracterização permitiu a observação da estrutura lamelar como citado anteriormente, e que é mostrada na Figura 03. Este mesmo trabalho caracterizou por técnica EBSD (“*Electron Back-Scattered Diffraction*” – Difração de elétrons retroespalhados) a

amostra desse aço como recebida, concluindo que a mesma apresentava textura, ainda que fraca.

Uma situação particular é a dos aços inoxidáveis superduplex, que devido a forte presença de elementos ferritizantes, a estrutura ainda pode ser duplex mesmo em temperaturas de trabalho de 1300°C. Temperaturas acima disso, podem causar oxidação severa, enquanto abaixo de 1000°C, pode resultar em formação de precipitados e fragilização [Shiao, et. al., 1993]. Assim, cabe realçar que os aços superduplex são uma excelente opção quando o ambiente é agressivo em termos de ataque químico corrosivo e em temperaturas entre 1000°C e 1300°C.

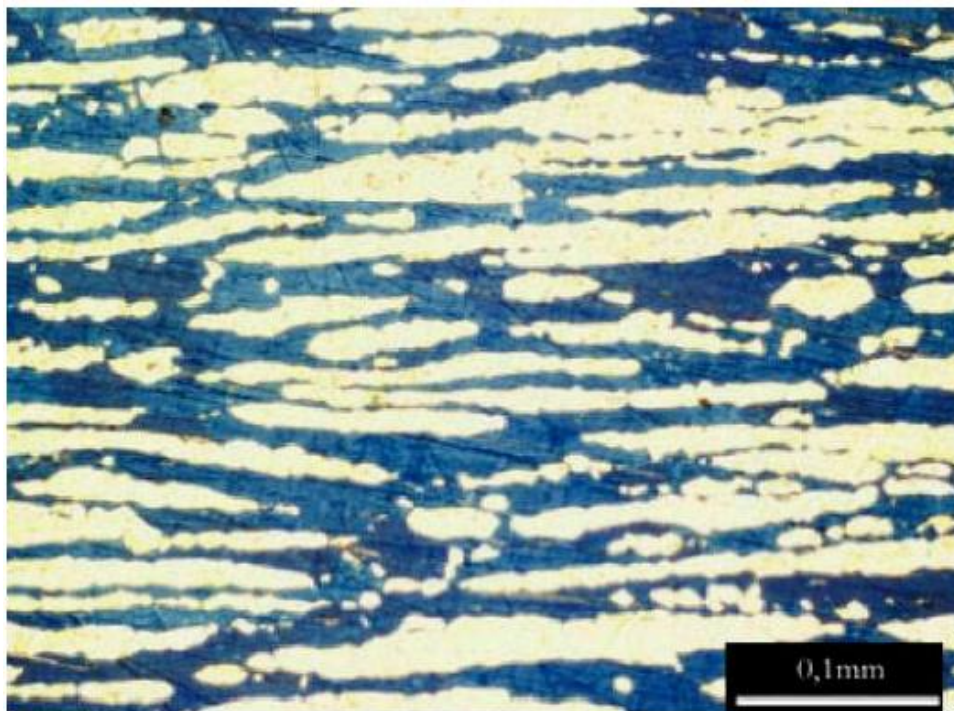


Figura 03. Estrutura lamelar do aço inoxidável duplex tipo UNS 31803 na direção da laminação. Fase escura ferrita e fase clara austenita [Monlevade, 2002].

#### 1.1.4.1 Os Aços Inoxidáveis Hiperduplex

Apesar das inúmeras aplicações dos aços inoxidáveis duplex e superduplex, existem áreas onde a resistência à corrosão destas ligas é insuficiente para uma longa vida útil, onde se fazem necessários materiais de maior custo e com maior resistência à corrosão.

Como um exemplo, durante a última década tem-se discutido muito sobre a resistência à corrosão de diversas ligas duplex em água do mar, e mesmo que o superduplex não sofra corrosão em água do mar a baixas temperaturas, este apresenta limitações em temperaturas mais elevadas. Por este motivo havia um claro desejo por novas ligas com maior resistência à corrosão do que a disponível nos aços inoxidáveis superduplex.

Para este fim, os aços hiperduplex foram desenvolvidos. O SAF 2707 HD é um exemplo deste tipo de aço. Além da alta resistência à corrosão por cloretos, este também oferece propriedades mecânicas superiores, apresentando uma combinação de elevada resistência à ruptura e dureza associada a elevado limite de escoamento, mantendo um alongamento mínimo de 25%, comparando-se ao superduplex SAF 2507 (UNS S32750). A melhorada resistência à corrosão estende o uso dos aços inoxidáveis duplex em ambientes agressivos contendo cloretos, como em águas de mares tropicais (quentes) [Souza, et. al., 2008].

Com altos custos geralmente associados à manutenção e o desejo de prolongar os períodos entre inspeções, o aumento de confiabilidade é um fator chave para baixar o custo de manutenção. Os materiais de construção selecionados devem suportar as variações de condições, que são vivenciadas com frequência. Com este histórico, o desenvolvimento de um material que vai além dos aços inoxidáveis superduplex tem sido uma etapa natural com o intuito de atingir as demandas atuais e futuras das indústrias por materiais econômicos e de alto desempenho.

De acordo com Souza e colaboradores (2008), o SAF 2707 HD (UNS S32707) apresenta uma composição bem balanceada, com aproximadamente 50% ferrita e 50% austenita, e foi projetado para uso em ambientes ácidos contendo cloretos. A combinação de cromo, nitrogênio e molibdênio aumenta a resistência à corrosão localizada como, por pite ou por fresta. Em materiais duplex é importante

que o valor individual de PRE das duas fases, ferrita e austenita, sejam similares, para então prevenir o início de uma corrosão na fase mais fraca. No SAF 2707 HD, o PRE nominal é 49. O valor individual de PRE em cada fase é balanceado dentro de uma unidade de PRE, em média. Os elementos contidos também são balanceados para proporcionar maior resistência ao impacto (tenacidade) e menor risco de formação de fases frágeis durante o recozimento.

As composições químicas do SAF 2707 HD e SAF 2507 são dadas na Tabela 02.

Tabela 02. Composição química nominal de dois aços inoxidáveis duplex de alta liga, %peso [Souza, et. al., 2008].

Liga Sandvick	UNS	C máx	Cr	Ni	Mo	N	PRE nominal
SAF 2507	S32750	0,03	25	7	4	0,3	42
SAF 2707 HD	S32707	0,03	27	6,5	5	0,4	49

O SAF 2707 HD foi, conforme já dito, projetado para possuir mais alta resistência mecânica quando comparado aos aços da família duplex. A estrutura duplex gera um limite de escoamento aproximadamente duas vezes maior que os dos aços inoxidáveis austeníticos, com a correspondente resistência à corrosão por pite. A mais elevada resistência mecânica dos materiais duplex pode, em muitos casos, admitir uma redução de espessura do material, diminuindo o peso e o custo total da instalação. Apesar de sua alta resistência, a ductilidade se mantém elevada e, portanto, os métodos comuns de fabricação por conformação mecânica podem ser realizados da mesma forma que com os aços austeníticos [Souza, et. al., 2008].

Os valores típicos de resistência ao escoamento e limite de resistência, para os aços hiperduplex, são 800MPa e 1000MPa, respectivamente. O valor do alongamento se apresenta acima de 25% no estado recozido. Quando o metal é exposto a altas temperaturas, os efeitos do endurecimento por solução e por deformação diminuem, pois a difusividade dos átomos (substitucionais e intersticiais) se eleva, e a densidade de discordâncias diminui, devido à alta velocidade de escoamento das discordâncias. Os gráficos das Figuras 04 e 05 mostram, respectivamente, o limite de escoamento ( $R_{p0,2}$ ) e o limite de resistência à tração ( $R_m$ ), medidos em tubos de trocador de calor de aço hiperduplex SAF 2707 HD com

espessura máxima de 4mm e em temperaturas variando de 20 a 300°C segundo Souza A., Peres E. e Signorelli R., 2008 [Souza, et. al., 2008].

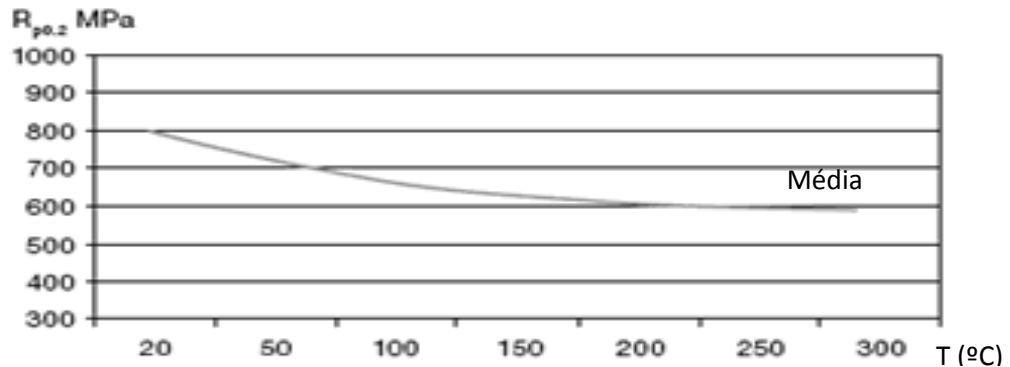


Figura 04. Gráfico do limite de escoamento  $R_{p0,2}$  do SAF 2707 HD [Souza, et. al., 2008].

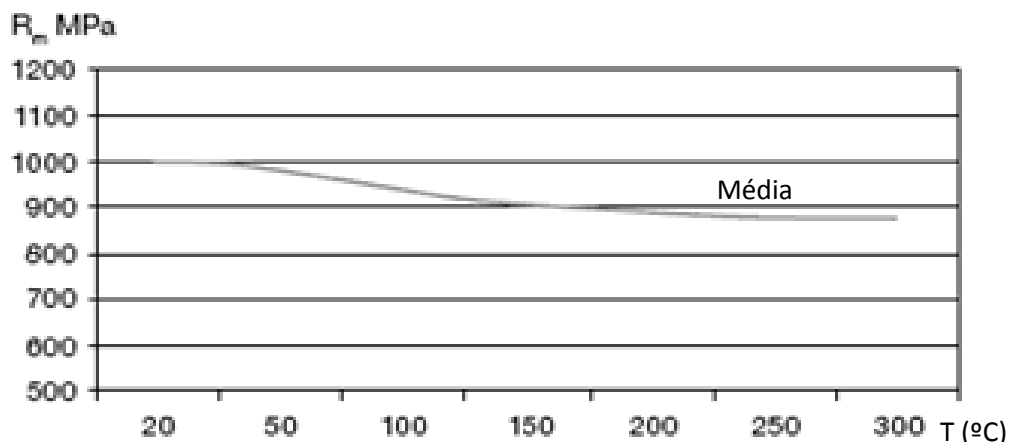


Figura 05. Gráfico do limite de resistência à tração  $R_m$  do SAF 2707 HD [Souza, et. al., 2008].

Souza e colaboradores (2008), relatam que os aços inoxidáveis duplex podem ser utilizados em uma faixa de temperaturas bastante ampla e que varia aproximadamente entre -50°C e 300°C, com algumas diferenças em limites de projetos, distintas ligas e padrões. O limite inferior de temperatura de utilização é o fato de que os duplex, assim como outros materiais com matriz ferrítica, sofrem fragilização a temperaturas mais baixas. O limite superior também é dado pela fragilização, onde a fase ferrítica passa por transformações com o tempo. Este fenômeno é conhecido como fragilização dos 475°C, porque a taxa de decomposição da ferrita geralmente é maior nesta temperatura. O SAF 2707 HD

possui baixa resistência ao impacto e sua temperatura de transição de dúctil / frágil é menor que  $-50^{\circ}\text{C}$ . O gráfico da Figura 06 mostra a energia de impacto numa faixa de temperaturas entre  $-200^{\circ}\text{C}$  e  $100^{\circ}\text{C}$ . As amostras foram retiradas nas direções longitudinais e transversais de um tubo extrudado a quente e solubilizado [Souza, et. al., 2008].

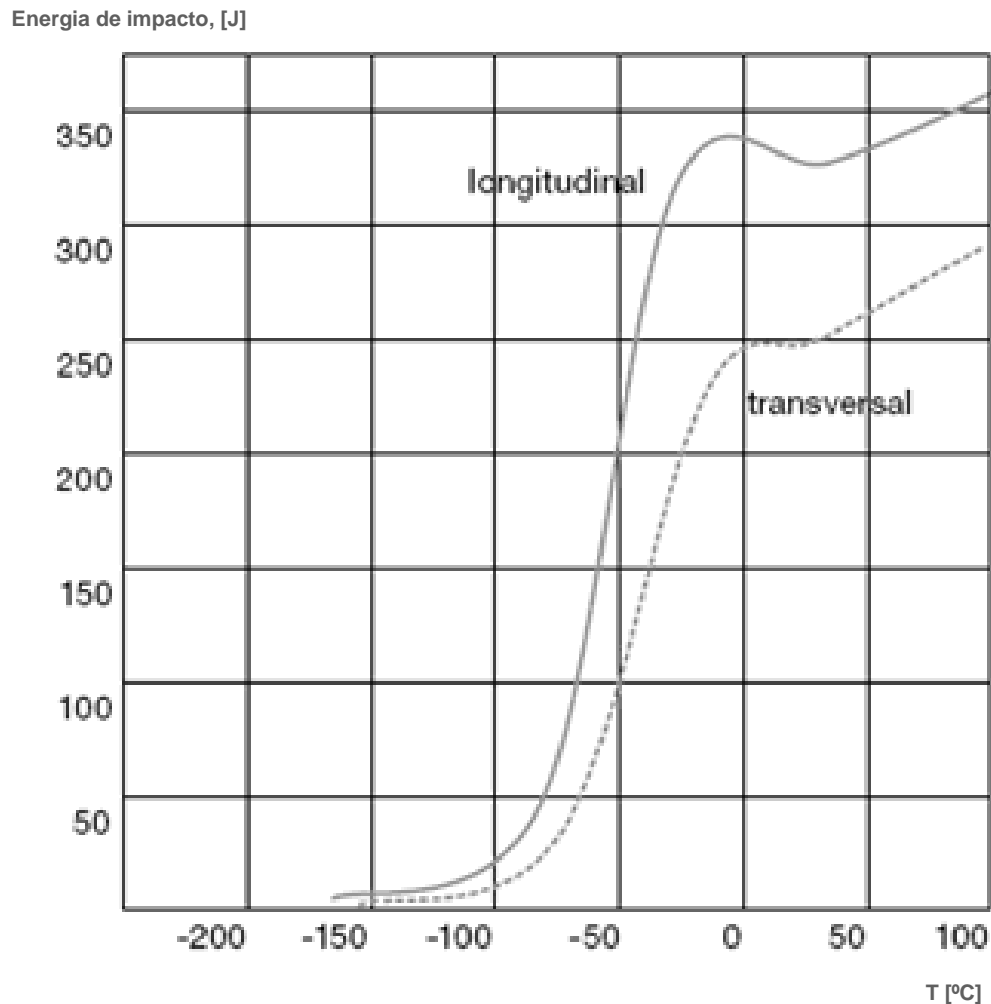


Figura 06. Curva de energia de impacto para o SAF 2707 HD usando amostras padrão para ensaio charpy V (10 x 10 mm) [Souza, et. al., 2008]

Estudos realizados por Chai e colaboradores (2009) sobre os aços inoxidáveis hiperduplex de especificação SAF Sandvik 3207 HD, desenvolvidos para aplicações em águas profundas, tiveram como objetivo analisar o comportamento desse material para o emprego em tubos umbilicais, conhecidos como “*subsea umbilicals*”. Estes servem para conectar a estação de controle da plataforma ao fundo do mar (*seabed*), conforme ilustrado na Figura 07, em que as condições desses meios

apresentam taxas de pressão acima de 15.000 psi (10,34 MPa), para grandes profundidades, maiores de 2500 m [Chai, et. al., 2009].

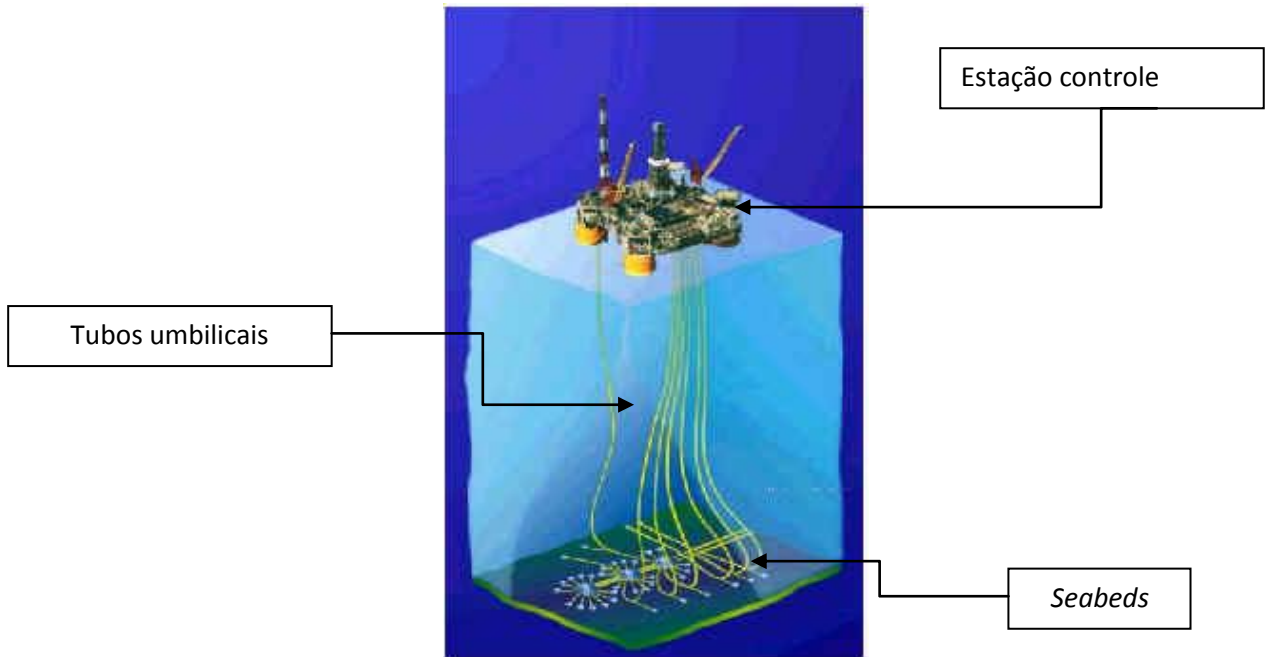


Figura 07. Representação esquemática de extração de petróleo e no detalhe os tubos umbilicais que utilizam aço do tipo hiperduplex. [Fonte: [www.ien.gov.br](http://www.ien.gov.br), consulta em 03 de Julho de 2009]

Os “*subsea umbilicals*” são utilizados não somente para transmitir os sinais de controle necessários à estação, como também para a injeção de produtos químicos nas linhas de óleo e gás. Eles são constituídos por tubos de aço inoxidável e cabos elétricos entre outros, como esquematizado na Figura 08. Para tais materiais aplicados para este tipo serviço, requer-se excelente resistência à corrosão e elevadas propriedades de resistência à fadiga. Os aços inoxidáveis superduplex, têm sido uma das escolhas mais comuns de materiais a serem aplicados, desde que foram introduzidos na indústria em 1993. Contudo estes apresentam limitações, exigem maiores espessuras de parede dos tubos e podem necessitar de revestimento para proteção corrosiva adicional. Devido ao aumento das espessuras, esses materiais podem perder a estabilidade estrutural, não sendo capazes de suportar o peso próprio. Isto implica no aumento do custo de projeto e instalação [Chai, et. al., 2009].





Figura 08. Representação esquemática da seção transversal do “*subsea umbilical*” [Chai, et. al., 2009].

Esses desafios exigem o desenvolvimento de novos materiais, que apresentem propriedades mecânicas mais elevadas, alta resistência à fadiga e melhor resistência à corrosão. Como já dito anteriormente e segundo o fabricante, o aço inoxidável hiperduplex Sandvik SAF 3207 HD possui tensão de escoamento 20% maior do que os aços superduplex, melhor resistência à corrosão e comporta-se satisfatoriamente à temperatura de serviço até 90°C. Ainda conforme as informações do fabricante, os benefícios da aplicação do hiperduplex são consideráveis, sendo possível reduzir a espessura de parede. Isso torna o sistema mais leve facilitando a instalação, e também maior vida útil ao material, resultando na redução de custos. A Figura 09 mostra as microestruturas típicas do material utilizado na fabricação dos tubos umbilicais, obtidas nas direções longitudinal e transversal ao sentido de extrusão [Chai, et. al., 2009].

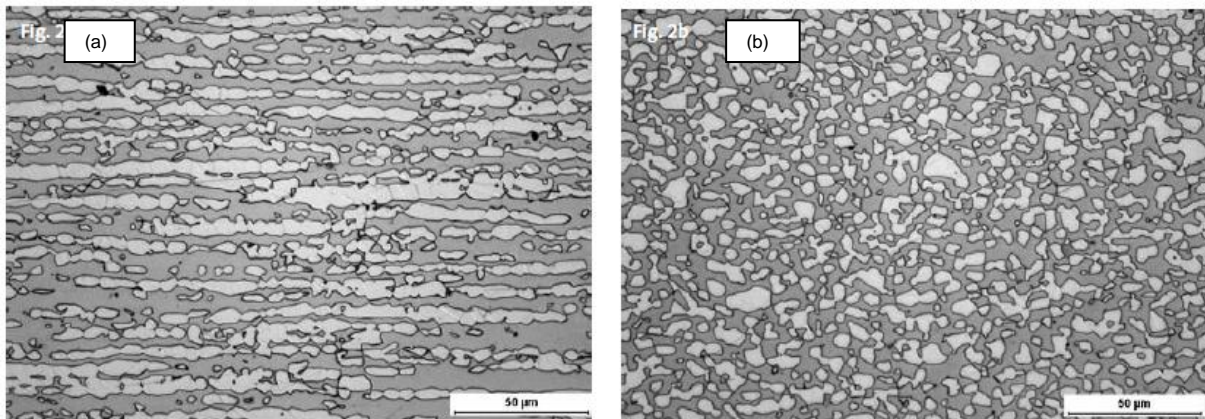


Figura 09. Microestrutura do Sandvik SAF 3207 HD. Fase branca: austenita e fase cinza: ferrita. (a) Direção longitudinal e (b) direção transversal [Chai, et. al., 2009].

A Tabela 03 apresenta as composições químicas dos aços inoxidáveis do tipo duplex, Sandvik SAF 3207 HD (hiperduplex) e Sandvik SAF 2507 (superduplex). O Sandvik SAF 3207 HD contém Cr, Mo, Ni e N como os seus principais elementos de ligas (o percentual de nitrogênio nesses aços pode variar até aproximadamente 0,5%). As altas concentrações dos elementos Cr, Mo e N juntos favorecem elevada resistência mecânica e simultaneamente boa trabalhabilidade para fabricação de tubos extrudados sem costura.

Tabela 03. Composição química nominal de dois tipos de aço inoxidável duplex [Chai, et. al., 2009].

Grade	UNS	C_max	Cr	Ni	Mo	N	PRE
Sandvik SAF 3207 HD	S33707	0,03	32	7	3,5	0,5	50
Sandvik SAF 2507	S32750	0,03	25	7	4	0,3	42,5

O número equivalente de resistência à corrosão por pite, PRE, dessas duas ligas também é apresentado na Tabela 03. O aço Sandvik SAF 3207 HD possui PRE mínimo de 50, enquanto que o Sandivik SAF 2507 possui 42,5.

Devido à elevada quantidade dos elementos de liga e a microestrutura de grãos finos, o aço Sandvick SAF 3207 HD apresenta alta resistência à tração e, na condição de temperado e recozido a sua resistência mecânica é maior entre todos os aços inoxidáveis duplex existentes, 20% superior ao superduplex Sandvick SAF 2507. A Figura 10 mostra os grãos microconstituintes da estrutura do SAF 3207 HD, observados a partir de uma amostra obtida do material utilizado para a fabricação dos tubos umbilicais. A média do tamanho dos grãos para a fase austenítica é de

3,6 $\mu\text{m}$  e 5,1 $\mu\text{m}$  para a ferrítica, resultando no tamanho médio de grão de 4,4 $\mu\text{m}$ . Materiais que possuem uma microestrutura com grãos menores apresentam maior limite de escoamento e menor ductibilidade [Chai, et. al., 2009].

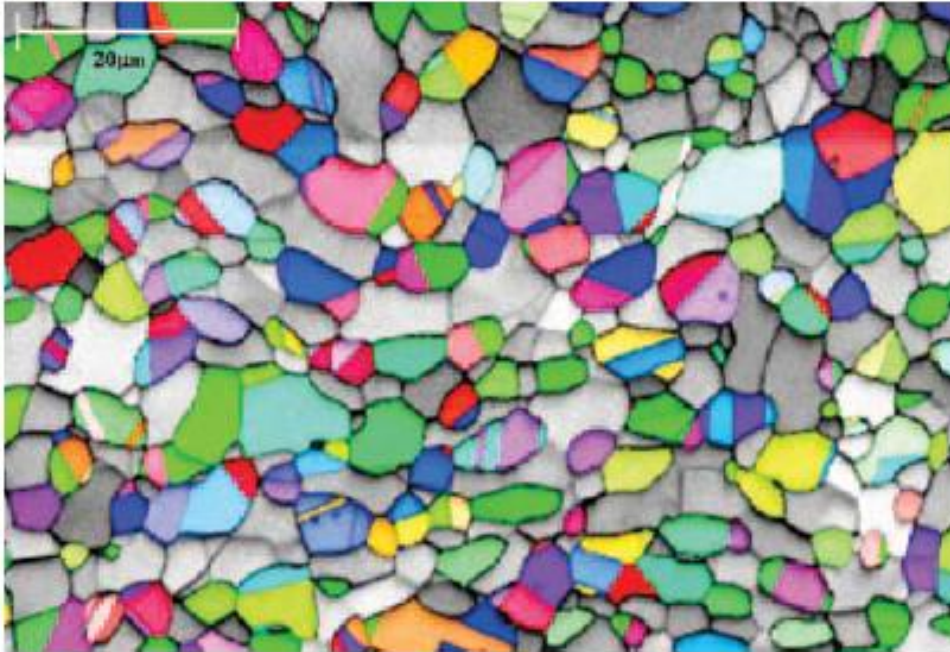


Figura 10. Microestrutura do SAF 3207 HD. Amostra obtida do tubo umbilical. Grãos coloridos (3,6 $\mu\text{m}$ ): austenita e grãos cinza (5,1 $\mu\text{m}$ ): ferrita. [Chai, et. al., 2009].

#### 1.1.5 Equilíbrio das Fases

Conforme já observado, para que a estrutura duplex seja estabilizada nas proporções desejadas, é necessário que os elementos de liga estejam balanceados. Todavia, quando esses aços são expostos a temperaturas elevadas, o equilíbrio termodinâmico é alterado e a tendência do sistema é de alcançar uma situação de menor energia, precipitando fases diferentes das originais do sistema duplex. Esses aços, devido à grande quantidade de elementos de liga, estão sujeitos à precipitação de inúmeras fases, como mostram as Figuras 11 e 12, que apresentam, respectivamente, um diagrama Tempo – Temperatura – Transformação (TTT) para o sistema superduplex e um diagrama binário de ferro – cromo de equilíbrio de fases [Padilha, et. al., 2007]. Contudo, o diagrama da Figura 12 é alterado dependendo dos demais elementos de ligas presentes no material, bem como das suas quantidades. Tais fases podem causar danos à resistência mecânica e de corrosão do material [Aguar, 2008].

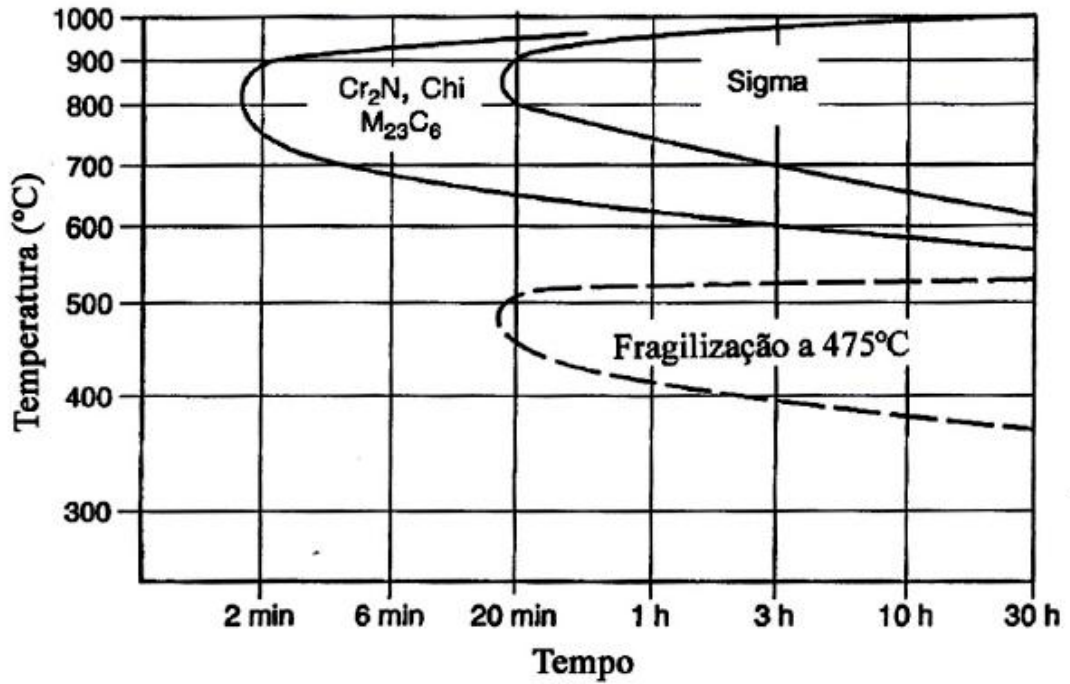


Figura 11 – Diagrama esquemático Tempo – Temperatura – Transformação (TTT) tipo C, mostrando as possíveis transformações de fases em aços inoxidáveis duplex [Martins, 2006].

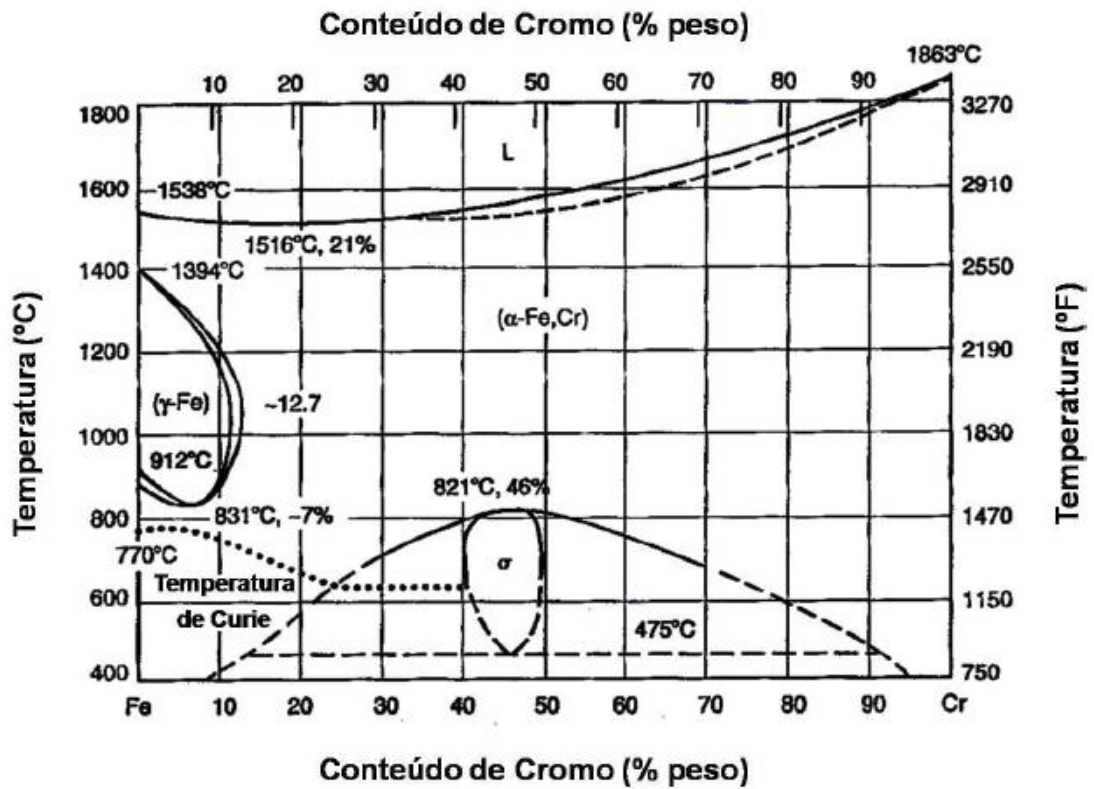


Figura 12 – Diagrama binário ferro – cromo de equilíbrio de fases [Martins, 2006].

### 1.1.6 Precipitação de Fase Sigma ( $\sigma$ )

Como os aços inoxidáveis de estrutura duplex são susceptíveis à precipitação de fases adicionais que afetam negativamente tanto a resistência à corrosão, quanto as propriedades mecânicas, serão melhor apresentadas aqui algumas generalidades à respeito dessas fases secundárias.

Segundo Kobayashi e Wolynech (1999) essas fases podem ser formadas durante a solidificação da liga, ou em subseqüentes tratamentos térmicos, ou processos de deformação plástica, ou ainda devido a processos de envelhecimento durante o uso / aplicação desses materiais, causando um efeito marcante sobre a sua trabalhabilidade e vida útil. Uma das possíveis fases a serem formadas é a fase sigma, um composto intermetálico duro e frágil, rico em Cr e Mo. Esta fase é formada a partir da fase ferrita.

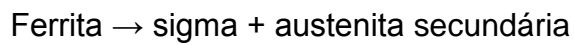
Kobayashi e Wolynech (1999) expõem que a fase sigma nos aços inoxidáveis é um composto intermetálico não magnético, com uma complexa estrutura tetragonal, e quando presente torna-se responsável pelo efeito deletério sobre ambas as propriedades de resistência à corrosão e resistência mecânica dos aços da família duplex. Tais informações corroboram com os estudos apresentados pelos pesquisadores Padilha e colaboradores (2007), Martins e Casteletti (2005) e Zucato e colaboradores (2002).

Brain e Griffith (1927) foram os primeiros a detectarem essa fase, durante investigações sistemáticas de ligas Fe-Cr-Ni. Eles encontraram, em certas variações de composições, a presença de uma fase dura e frágil, que foi responsável pelo modo de falha por fratura de uma amostra durante o teste de dureza.

Em muitos aços inoxidáveis de estrutura duplex essa fase é formada entre 600°C e 950°C, e a sua precipitação torna-se mais rápida entre 700°C e 900°C. A fragilização de algumas ligas devido à precipitação da fase sigma nos inoxidáveis duplex pode ocorrer em curtos intervalos de tempo, na ordem 3 minutos [Hall e Algie, 1966].

Brandi e Padilha (1992) e Maehara e colaboradores (1983) observaram durante a precipitação da fase sigma em aços inoxidáveis duplex, que conforme o aumento da quantidade de fase sigma no sistema, ocorre simultaneamente a diminuição da fase ferrita, até que esta seja totalmente consumida. A partir desta

constatação, concluiu-se que a fase sigma é formada pela fase ferrita. O mecanismo proposto para essa transformação é a decomposição da ferrita de acordo com a seguinte reação:



Existe um consenso entre vários pesquisadores [Brandi e Padilha, 1992; Maehara, *et. al.*, 1983; Barbosa, *et. al.*, 1976; Norstrom, *et al.*, 1981] que a nucleação da fase sigma ocorre na interface das fases austenita / ferrita, e cresce em direção à ferrita.

Brandi e Padilha (1992) e Barbosa, *et. al.* (1976) verificaram que inicialmente os precipitados da fase sigma são como filmes, formando uma camada no entorno da interface das fases austenita/ferrita. Nas temperaturas na ordem de 700°C a 800°C, este filme torna-se mais espesso até a formação da austenita, permitindo a cooperação para o crescimento eutetóide lamelar. Para altas temperaturas o crescimento cooperativo é mais difícil de ocorrer, pois implicaria no consumo do potencial termodinâmico para formar as interfaces das fases sigma/austenita. Em adição, nas altas temperaturas os átomos podem difundir-se em distâncias maiores, que favoreceriam a formação de uma “grande” fase sigma, isto é, uma separação eutetóide.

O crescimento da fase sigma ocorre da fase ferrita, ao invés da austenita, pois a fase sigma é rica em elementos ferritizantes e a difusão na ferrita é mais rápida do que na austenita.

O efeito prejudicial da fase sigma na resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex foi relatado em vários trabalhos. Este efeito tem sido avaliado através de diferentes testes, tais como testes de corrosão em geral, entre outros mais específicos, como testes de corrosão por pite, por fresta, intergranular e corrosão sob tensão. Acrescentando-se ainda, este efeito tem sido causa de maiores preocupações nos procedimentos de soldagem dos aços inoxidáveis duplex, pois durante este processo a fase sigma é formada nas zonas termicamente afetadas. Faz-se importante citar, que em linhas de tubulação produzidas de aço duplex há alguns registros de ocorrência de pontos de vazamento nessas regiões [Egan, 1997].

De acordo com Truman e Pirt (1983) este efeito é uma consequência da diminuição dos conteúdos de cromo e molibdênio nas fases matrizes, pois a fase sigma é consideravelmente mais rica desses elementos, do que as fases ferrítica e austenítica. Adhe, *et. al.* (1996) propuseram que esta redução está confinada às regiões adjacentes à fase sigma. Wilms et al., 1994, por outro lado, observaram que a corrosão localizada inicia-se próxima às fases sigma e austenita secundária.

Alguns trabalhos sobre aços inoxidáveis duplex dizem que processo de laminação a quente, que comumente ocorre na faixa de 800°C a 900°C, pode acelerar a precipitação desta fase devido à deformação a quente [Bush et al., 2004; Voronenko, 1997]. O trabalho de Chandra e Kushlmayr, (1988) aponta evidências de que deformação a quente provoca introdução de defeitos na rede cristalina em aços inoxidáveis duplex. Estes defeitos tornam-se pontos de nucleação para precipitação de fase  $\sigma$ , além da temperatura, propícia para que ocorra essa precipitação. Este fato pode explicar a causa da precipitação da fase  $\sigma$ , durante o envelhecimento a 900°C, ser mais veloz num aço deformado a quente que no mesmo aço sem deformação [Chandra e Kushlmayr, 1988].

A literatura também sugere que a precipitação da fase  $\sigma$  em aços de estrutura duplex pode ocorrer devido à instabilidade da ferrita em altas temperaturas, onde regiões da ferrita próximas da interface ( $\alpha/\gamma$ ) são enriquecidas com cromo e molibdênio, tornando-se sítios preferenciais para nucleação e o crescimento, que se dá em direção à ferrita, não alterando significativamente a austenita. Esse processo de consumo da fase ferrita e surgimento da fase deletéria  $\sigma$  pode ser rápido e iniciar-se nos primeiros minutos de envelhecimento [Washko e Aggen, 1993; Bush et al., 2004; Transcontrol, 2007; Sandvik, 2008]. Nesta explicação, a fase sigma advém de uma transformação eutetóide  $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$ . A fase  $\gamma_2$  é chamada de austenita secundária.

Para longos tempos de exposição a 800 ou 850°C (por exemplo, 100h), encontra-se a precipitação dessa fase, até mesmo nos contornos de austenita ( $\gamma/\gamma$ ) para alguns aços inoxidáveis duplex [Vander-Voort, 1986; Buhler e aydin, 1986; Vander-Voort, 1985].

A Figura 13 mostra um desenho esquemático que representa a complexidade de uma célula unitária da fase sigma ( $\sigma$ ), com as possíveis ocupações dos átomos.

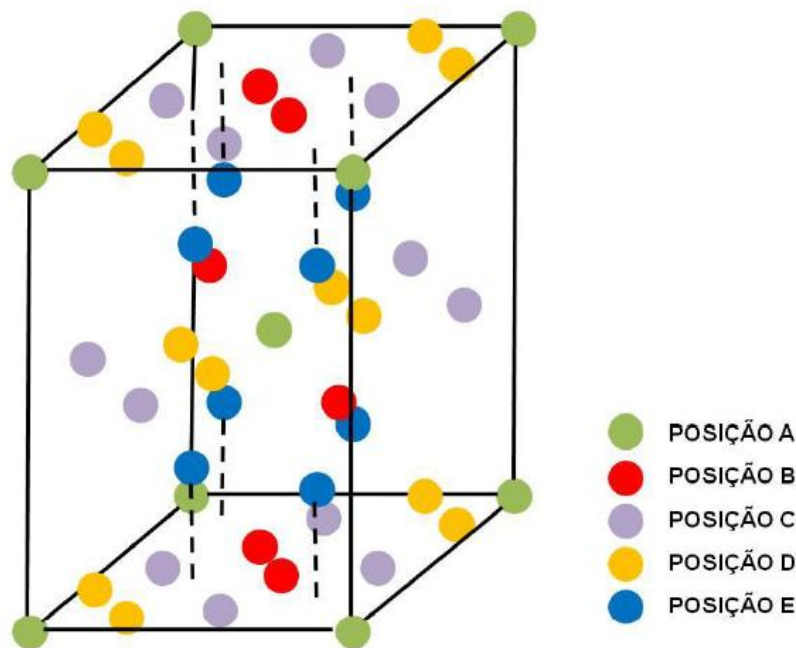


Figura 13 – Representação da estrutura cristalina tetragonal complexa da fase  $\sigma$  que possui 30 átomos por célula unitária [Martins, 2006].

A fase  $\sigma$  leva ao empobrecimento de cromo em regiões próximas aos contornos  $(\sigma) / (\alpha)$ ,  $(\sigma) / (\gamma)$  e  $(\sigma) / (\sigma)$ , diminuindo a resistência à corrosão em ambientes agressivos, além dos já citados redução da tenacidade, do alongamento e elevação da dureza [Bush, et. al., 2004; Buhler e Aydin, 1986; Vander-Voort, 1985].

Como sugerido pela literatura, a fase  $\sigma$  pode ser formada nos aços inoxidáveis duplex durante o tratamento térmico de envelhecimento, principalmente pelo rearranjo dos elementos ferro, cromo e molibdênio numa estrutura tetragonal [Martins, 2006; Nilson, 1992]. Uma situação acentuada é a dos aços superduplex, que pela maior proporção de cromo e molibdênio em relação aos duplex convencionais são mais sensíveis a esse tipo de precipitação. Como resultado, pode haver ocorrência da fase  $\sigma$  em menores tempos. O molibdênio também tende a aumentar a faixa de temperatura de ocorrência dessa fase nos aços inoxidáveis duplex [Nilson, 1992].

Ambos os elementos, cromo e molibdênio, aumentam também a velocidade de precipitação e fração de volume da fase  $\sigma$ . Os aços inoxidáveis superduplex, portanto, requerem cuidados especiais, assim como resfriamentos mais rápidos durante a solidificação. O níquel também acelera a cinética de precipitação da fase



$\sigma$ , pois esse elemento diminui a estabilidade da ferrita nessa região de temperatura [Vurobi e Mitsuyuki, (2008)], provocando a partição dos elementos cromo e molibdênio (formadores da fase  $\sigma$ ) para a ferrita [Park e Lee, 2001].

Para os aços inoxidáveis duplex contendo altos teores de nitrogênio em solução sólida, nos estágios iniciais do envelhecimento a 860°C, podem precipitar nitretos ( $\text{Fe}_2\text{N}$ ,  $\text{Cr}_2\text{N}$ ) a partir da austenita. Para essas condições de temperatura, a ferrita do aço duplex pode até ser completamente consumida, dependendo do tempo de exposição, para dar origem à fase  $\sigma$  [Vander-Voort, 1986].

Durante a solidificação, a partir do estado fundido, enquanto a fase  $\sigma$  é evitada pelo resfriamento rápido a partir de soluções sólidas em altas temperaturas, como visto, essas condições de resfriamento começam a ser favoráveis para precipitação de nitretos como o  $\text{Cr}_2\text{N}$ , fator que complica tratamentos térmicos para ligas duplex com nitrogênio [Park e Lee, 2001; Vander-Voort, 1986; Vurobi e Mitsuyuki, 2008].

A fase  $\sigma$ , como visto, é indesejada e as condições de sua precipitação durante o uso do material (produto final) devem ser evitadas. Entretanto, estudos apontam a precipitação intencional dessa fase em aços inoxidáveis superferríticos, na intenção de facilitar a fragmentação, produzindo-se com sucesso matéria-prima usada na metalurgia do pó. Com técnicas apropriadas de conformação, sinterização e tratamento de solubilização, o pó tem condições de dar origem a um produto final desejado com estrutura revertida para ferrita [Cortie, et. al., 2005].

A Figura 14 mostra um diagrama TTT para um aço inoxidável duplex de especificação DIN W.-Nr. 1.4462 de composição química 22,51% Cr; 5,6% Ni; 3,03% Mo; 0,134% N e 0,03% C, que ilustra as transformações que ocorrem na estrutura em função do tempo e temperatura de tratamento térmico [Reick, et al., 1998].

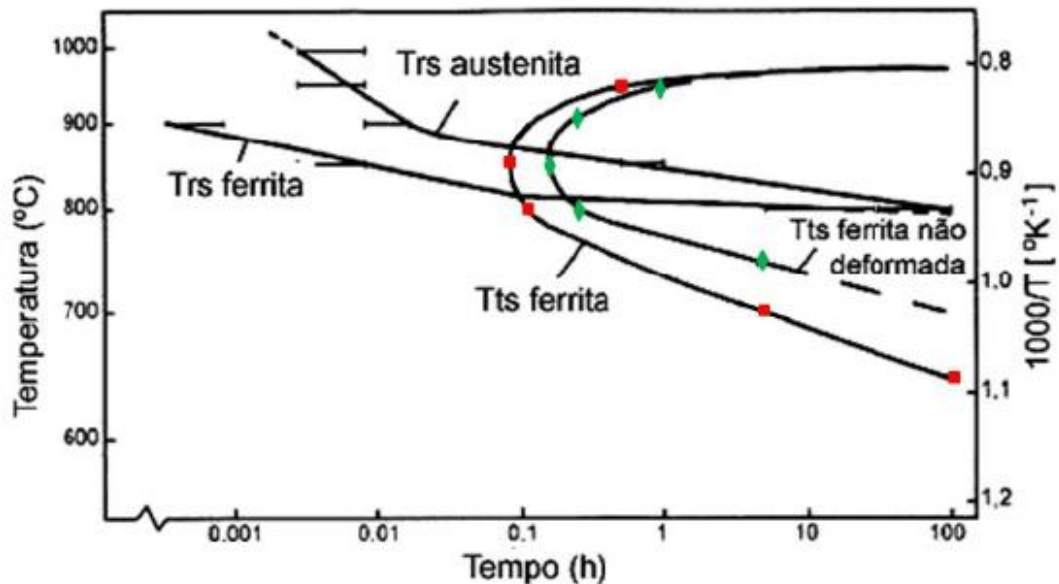


Figura 14 – Diagrama TTT após tratamento de solubilização (curva  $\blacklozenge$ ) e após 20% de redução de espessura (todas as outras curvas). rs = início da recristalização; ts = início da transformação eutetóide ( $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$ ) da ferrita em sigma mais austenita [Reick, et. al., 1998].

Para a faixa de temperatura entre 850°C até 1000°C, observa-se na Figura 14 que o início da recristalização da ferrita ocorre em tempos menores que da austenita. O que ainda pode ser observado é que a recristalização da ferrita inicia-se em temperaturas mais baixas que da austenita [Reick, et. al., 1998].

Apesar da austenita possuir menor energia de falha de empilhamento que a ferrita, o que representaria uma maior tendência para que ocorresse a recristalização, a mobilidade dos átomos em estruturas cúbicas de corpo centrado, como o caso da ferrita, é maior que no caso de estruturas cúbicas de face centrada, como é o caso da austenita. Esse fato pode explicar menores tempos e temperaturas para a recristalização da ferrita [Reick, et. al., 1998].

Com base nos resultados apresentados no trabalho de Kobayashi e Wolynech (1999) sobre avaliação da baixa resistência à corrosão das fases formadas durante a precipitação da fase sigma nos aços inoxidáveis duplex, pode-se observar na Figura 15 a micrografia da amostra do aço inoxidável duplex, especificação UNS S31803 (AV2205), após tratamento térmico a 1050°C durante 30 minutos. Neste aspecto micrográfico, nota-se que a fase mais clara corresponde a fase austenítica e a mais escura a fase ferrítica e, ambas as fases apresentam uma microestrutura de forma lamelar, que foi confirmado por observações a outros dois planos ortogonais aos apresentados na Figura 15.

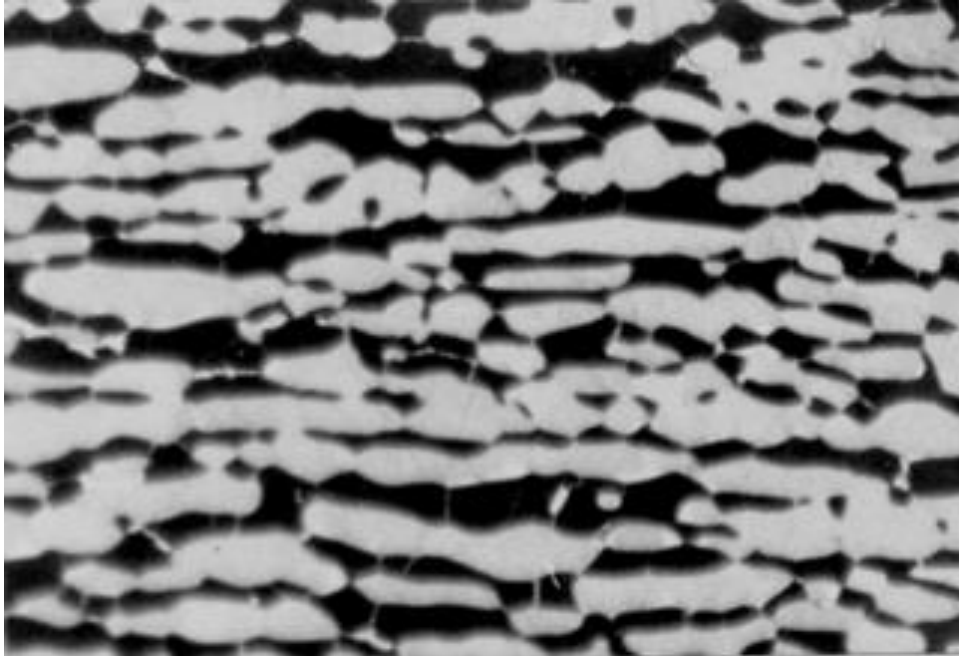


Figura 15 - Microestrutura da liga AV2205 solubilizada e recozida a 1050°C por 30 minutos. Aumento de 811X [Kobayashi e Wolyneec, 1999].

A Figura 16 mostra a microestrutura da mesma liga depois do tratamento térmico a 850°C durante 1 hora; segundo o autor, a austenita é a fase cinza contínua na microestrutura, enquanto a ferrita é a fase cinza dispersa. E a sigma é identificada pela fase branca, nota-se que esta fase nuclea-se na interface austenita/ferrita e cresce para dentro da fase ferrita. E a austenita secundária, originada da decomposição eutetóide, não é identificada na micrografia [Kobayashi e Wolyneec (1999)]. Na microestrutura também nota-se a presença de regiões escuras, as quais não foram identificadas pelos autores. Observando-se a microestrutura, também não é possível identificar claramente as fases cinza contínua e cinza dispersa, denominadas pelos autores, contudo, a presença da fase sigma em coloração branca é perfeitamente distinguida.

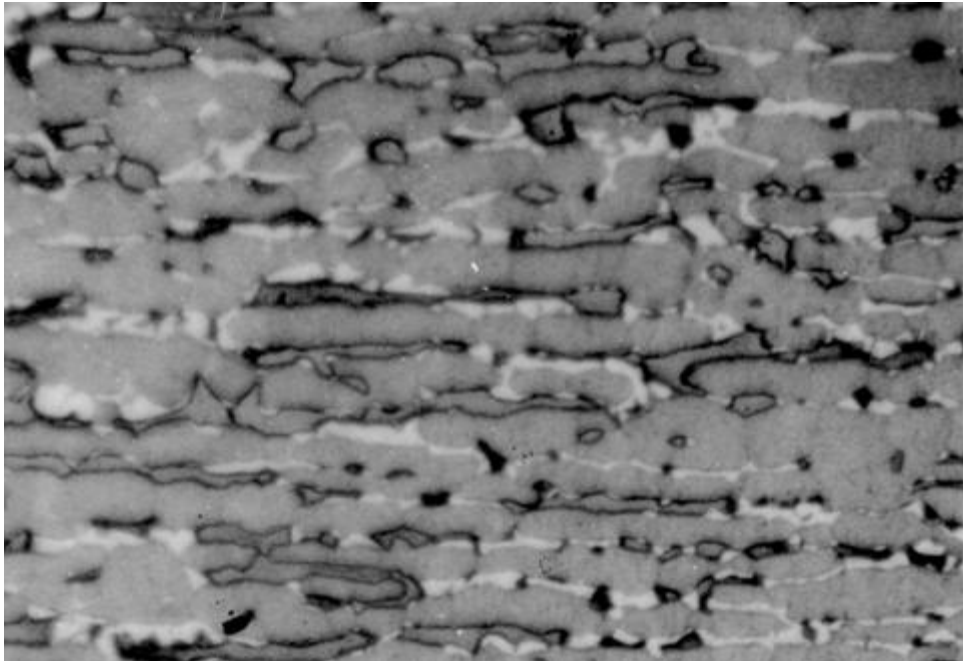


Figura 16 - Microestrutura da liga AV2205 após tratamento térmico a 850°C por 1h. Fase sigma: branca, austenita: fase contínua cinza, ferrita: fase dispersa cinza. Aumento 811X. [Kobayashi e Wolyneec, 1999]

Como a austenita secundária não foi detectada microscopicamente, pôde-se admitir que ela se precipita nas regiões adjacentes à austenita já existente, ou seja, a austenita primária. Enquanto que a fase sigma teve seu crescimento como uma fase separada para o interior da ferrita [Kobayashi e Wolyneec, 1999].

A austenita precipitada em altas temperaturas foi admitida como um filme entre a fase sigma e a austenita primária. Isto explica a dificuldade, e até mesmo, a impossibilidade em determinar a sua composição, uma vez que o feixe analítico do sistema EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) possui um diâmetro de aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ , que corresponde aproximadamente à metade da largura da lamela da fase austenita primária. Então, para qualquer tentativa de analisar esta nova fase, será obtida a composição referente à austenita primária, e não da austenita secundária, como se deseja [Kobayashi e Wolyneec, 1999].

Resultados experimentais do trabalho de Kobayashi e Wolyneec (1999) mostraram que a presença da fase sigma é extremamente deteriorante à resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex, como pode ser observado nos aspectos microestruturais das superfícies corroídas nas Figuras 17 e 18. Nota-se também que a corrosão ficou preferencialmente localizada na interface das fases austenita/ferrita.

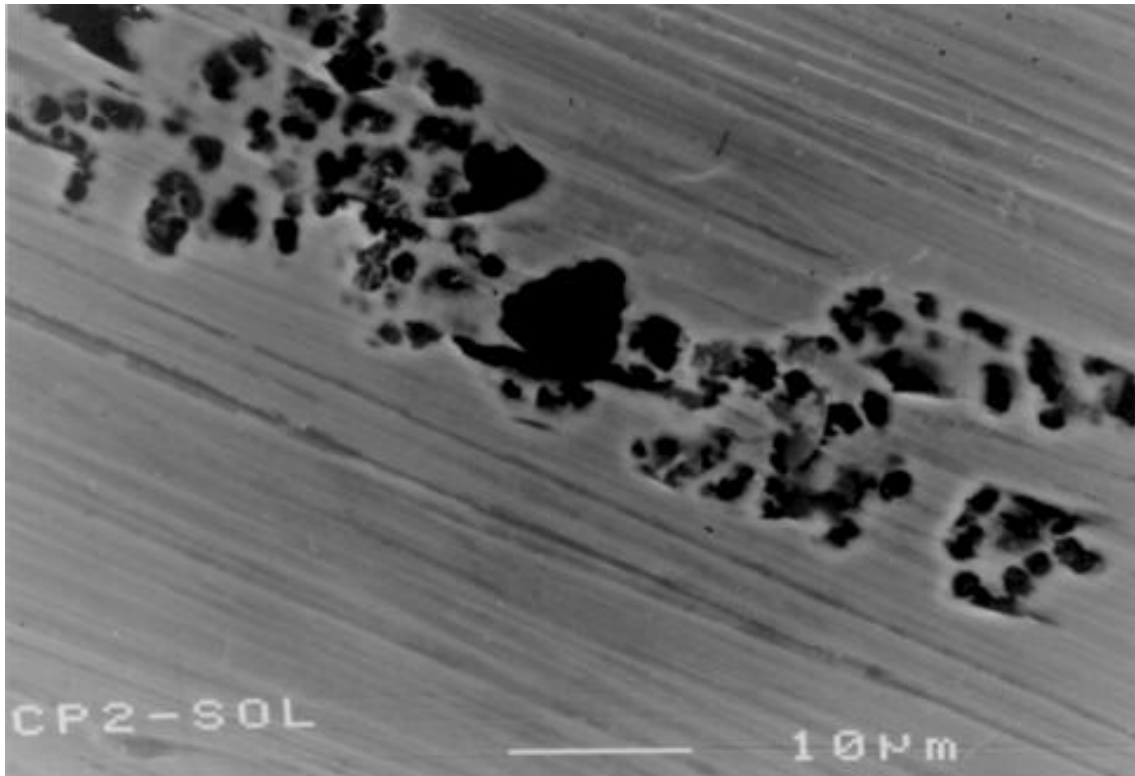


Figura 17 – Corrosão localizada na liga 3RE60 no estado recozido e solubilizado após “*cyclic potentiodynamic polarization test*”. MEV - SE – secondary electrons image. 3000X [Kobayashi e Wolyneć, 1999].

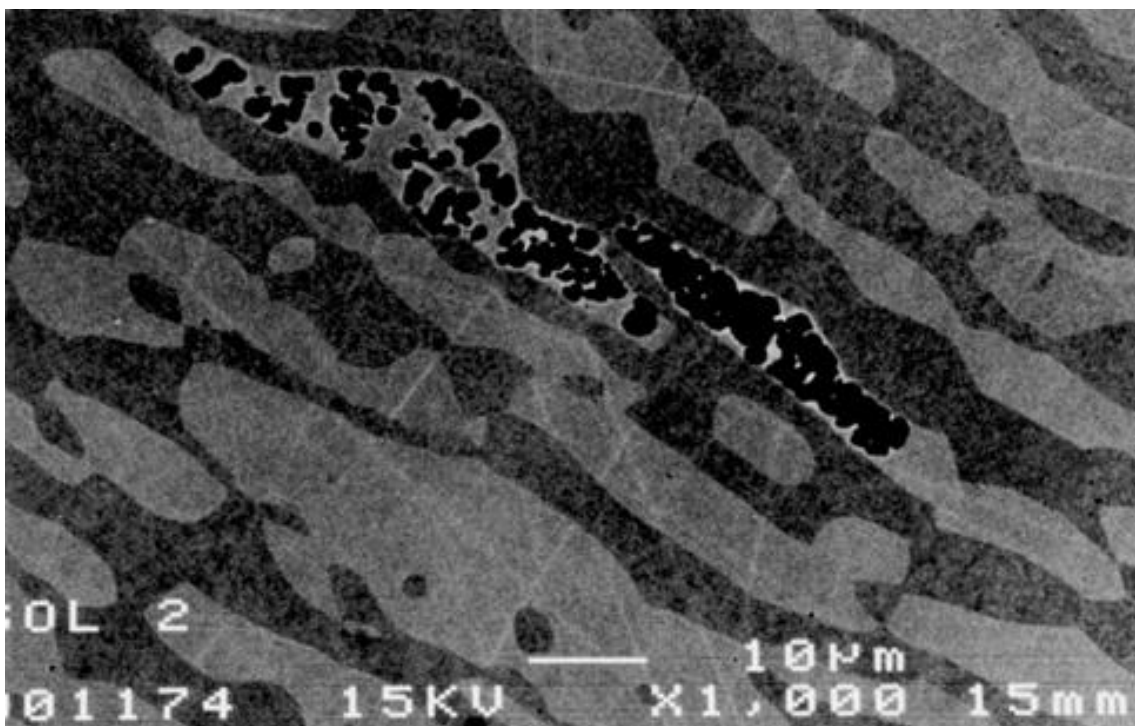


Figura 18 – Corrosão localizada (pontos mais escuros) na fase austenítica (região clara) da liga 3RE605 no estado solubilizado e recozido após “*cyclic potentiodynamic polarization test*”. MEV – SE - secondary electrons image. 3000X [Kobayashi e Wolyneć, 1999]

Com o intuito de entender as razões deste comportamento, faz-se necessário ter conhecimento apropriado dos mecanismos de precipitação da fase sigma. Como já foi mencionado, a precipitação dessa fase é suposta ser determinada por uma reação eutetóide em que a ferrita é transformada nas fases sigma e austenita secundária. De acordo com Barbosa, et. al., (1976) acima de 800°C a estrutura eutetóide é lamelar, enquanto que acima desta temperatura, em torno de 900°C, os precipitados da fase sigma formam-se em grandes aglomerados na microestrutura do material. Em virtude disso, a estrutura é nomeada como “*divorced euctetoid*”.

Quando a estrutura lamelar é formada, o crescimento das fases sigma e austenita secundária é definido como do tipo cooperativo. Isto acontece porque durante o crescimento da austenita secundária, os elementos Cr e Mo, que se encontram em menor quantidade do que na fase sigma, são expelidos para a fronteira com o objetivo de atender o crescimento da fase sigma, e ao mesmo tempo a fase sigma cede Ni com o objetivo de atender o crescimento da austenita secundária. Desta forma, as fases austenita secundária e sigma são formadas lado a lado, constituindo-se uma estrutura lamelar. Como a temperatura aumenta, à distância através dos quais esses elementos difundem torna-se maior e, conseqüentemente, as lamelas tornam-se maiores. Em temperaturas suficientemente altas, devido ao baixo potencial termodinâmico, haverá maior dificuldade para formar novas superfícies, associado também a uma maior distância de difusão, e por isto não existirá a formação de lamelas. Ao invés disso, uma estrutura “*divorced*” (separada) é formada, que consiste em um crescimento não cooperativo e as fases não são alternadas em lamelas, mas sim em aglomerados espalhados na microestrutura do material.

#### 1.1.7 Formação da Austenita Secundária

Conforme dito no item anterior, uma forma de entender a precipitação da austenita secundária (designada por  $\gamma_2$ ) relacionada com a fase  $\sigma$  é explicá-la como sendo uma reação eutetóide, onde  $(\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2)$  [Martins e Casteletti, 2005; Nilson, 1992; Magnabosco e Falleiros, 2002]. Alguns autores [Martins e Casteletti, 2005; Nilson, 1992; Solomon e Devine, 1984] explicam que essa reação de precipitação da fase sigma que consome cromo e molibdênio diminui muito a relação  $Cr_{eq} / Ni_{eq}$ , e

por isso, a ferrita é desestabilizada, criando condições para a precipitação da austenita secundária nas regiões próximas às zonas empobrecidas desses elementos.

A ferrita nos aços inoxidáveis duplex, como discutido até agora, não é estável na faixa de 400°C a 1000°C, pois os aços inoxidáveis que contêm ferrita, quando expostos em altas temperaturas, tendem à decomposição, por sua instabilidade nessas condições, precipitando outras fases. Uma delas ocorre próxima a 475°C. Aços inoxidáveis duplex estão sujeitos a esse tipo de fragilização já que possuem ferrita em sua estrutura [Padilha et. al., 2007; Pohl e Padilha, 1988; Solomon e Devine, 1984; Nilson, 1992; Parr e Hanson, 1989; Ura et. al., 1994; Danoix, et. al., 2004; Tavares, et. al., 2001; Shiao, et. al., 1994; Solomon e Levinson, 1978].

Há relatos de aços inoxidáveis com estruturas duplex que sofreram fragilização da ferrita mesmo quando expostos a temperaturas menores, 350 a 400°C por longos tempos (1000 horas, por exemplo) [Danoix, et. al., 2004; Shiao, et. al., 1994].

Shiao e colaboradores (1993) descrevem a possibilidade de parte da ferrita ser transformada em austenita a 500°C, ao longo do tempo de tratamento térmico. Segundo esses autores, os contornos de grão e discordâncias podem ser sorvedouros de elementos austenitizantes, apresentando-se como sítios preferenciais para nucleação da austenita.

A formação da  $\gamma_2$ , pode estar associada com outras fases ricas em cromo (e/ou molibdênio), por exemplo,  $Cr_{23}C_6$ ,  $Cr_2N$  e fase de Laves [Solomon e Devine, 1984; Nilson, 1992].

Magnabosco e Falleiros (2002) descrevem que a austenita secundária por ter origem nos arredores de fases precipitadas, diferencia-se da austenita inicial, por ter menor teor de cromo e molibdênio. Este fato pode esclarecer a menor resistência à corrosão por “*pitting*” dessas regiões [Nilson, 1992; Magnabosco e Falleiros, 2002].

## 1.2 Efeitos dos Processos de Soldagem nos Aços de Estrutura Duplex

Os aços inoxidáveis duplex e superduplex provaram ser materiais de engenharia muito úteis, embora com requerimentos de soldagem em alguma medida diferentes daqueles dos aços inoxidáveis austeníticos mais usuais. Apesar do

histórico geralmente bom dos aços inoxidáveis duplex quanto a soldagem, algumas dificuldades têm sido encontradas com uma frequência relativamente alta para justificar um exame mais detalhado.

O recente desenvolvimento dos aços hiperduplex, SAF 2707 HD, permite maior abrangência na aplicação das ligas austeno-ferríticas em equipamentos e tubulações, conforme informação do fabricante [Sandvik, 2010]. Tais empregos necessitam que esses materiais sejam soldados. Por esta razão, o estudo da soldabilidade é de extrema importância para esses tipos de aços inoxidáveis e pouquíssima informação é conhecida sobre o comportamento deste aço quanto às questões de soldagem na literatura. A Tabela 4 apresenta a composição química típica do SAF 2707 HD. Esse produto é comercializado na forma de tubos (*tube/pipe*).

Em paralelo ao desenvolvimento do hiperduplex um novo consumível de soldagem tem sido desenvolvido, o Sandvik 27.9.5.L, cuja composição química também é apresentada na Tabela 04, denominado como *filler*. Pode-se observar que a composição desse consumível é similar ao metal de base (SAF 2707 HD). Contudo, o conteúdo de níquel é maior e os conteúdos de molibdênio e nitrogênio são um pouco menores com o objetivo de otimizar as propriedades do metal de solda [Stenvall e Holmquist, 2008].

Tabela 04. Composição química nominal do SAF 2707 HD, Filler 27.9.5.L [Stenvall e Holmquist, 2008].

Produto	Designação	C[%]	Mn[%]	Cr[%]	Ni[%]	Mo[%]	N[%]	outros [%]
Tubos ( <i>Tube/pipe</i> )	SAF 2707 HD	0.01	1	27	6.5	4.8	0.4	Co: 1
Consumível <i>Filler</i>	27.9.5.L	0.01	0.8	27	9	4.6	0.3	Co: 1

A soldabilidade é uma característica importante para a fabricação de produtos tubular e laminado de aços inoxidáveis de estrutura duplex, em que o procedimento de soldagem é a técnica mais comum – e muitas vezes a única técnica – para unir esses materiais.

Stenvall e Holmquist (2008) realizaram estudos sobre as propriedades e os efeitos dos processos de soldagem TIG (GTAW) e arco submerso (SAW) no aço hiperduplex SAF 2707 HD. A solda TIG foi produzida utilizando o metal de adição 27.9.5.L, desenvolvido pela Sandvik e Ar + 2%N<sub>2</sub> como gás de proteção, enquanto a



solda por arco submerso foi produzida com fluxo Sandvik 15W e também utilizou o 27.9.5.L como metal de adição. O 15W trata-se de um fluxo básico para aços duplex e austeníticos de alta liga. Em ambos os casos o aporte térmico foi mantido abaixo de 1,5kJ/mm e a temperatura de interpasse foi mantida abaixo de 100°C.

A Tabela 05 apresenta os resultados obtidos para a fração volumétrica de ferrita em níveis razoáveis, aproximadamente 50%, para as situações testadas. Constatou-se um percentual menor para o procedimento de soldagem TIG e que foi atribuído à adição de nitrogênio no gás de proteção contribuindo com teores mais elevados de nitrogênio no depósito de solda e, conseqüentemente menor conteúdo de ferrita [Stenvall e Holmquist, 2008].

Tabela 05. Medida dos conteúdos de ferrita na junta soldada do SAF2707 HD mediante análise linear [Stenvall e Holmquist, 2008].

Método de soldagem	Fluxo	Gás de proteção	Conteúdo de ferrita (%)
TIG	Não aplicável	Ar + 2%N <sub>2</sub>	45
SAW	15W	Não aplicável	56

A análise química e os “*alloying vectors*” (a diferença entre a composição química do metal de adição e da zona de fusão) do cordão de solda produzido pelo processo de soldagem por arco submerso são apresentados na Tabela 06. Os dois elementos sujeitos as maiores alterações foram o cromo e o nitrogênio, como era esperado. A “queima” (oxidação) de cromo é normalmente entre 0,5% a 1,0% para um fluxo de especificação 15W e o consumível perde consideráveis quantidades de nitrogênio neste procedimento de soldagem [Stenvall e Holmquist, 2008].

Tabela 06. Análise química (% em peso) e os “*alloying vectors*” do cordão de solda produzido pelo processo de soldagem SAW usando fluxo básico de tipo 15W [Stenvall e Holmquist, 2008].

Produto gerado pela solda	C[%]	Si[%]	Mn[%]	Cr[%]	Ni[%]	Mo[%]	N[%]	Co[%]
Análise química da zona de fusão	0.020	0.5	0.6	26.7	8.8	4.5	0.25	1.0
<i>alloying vectors</i>	+0.004	+0.1	-0.2	-0.4	0	0	-0.05	0

Com relação às propriedades mecânicas, os resultados do teste de tração para as juntas soldadas são apresentados na Tabela 07. Os valores de resistência

ao escoamento e o limite de resistência à tração foram considerados altos quando comparados aos do 25.10.4L (consumível para o aço SAF 2507), em que os valores típicos para a resistência ao escoamento ( $R_p$ ) e o limite de resistência ( $R_m$ ) estão em torno de 700 MPa e 860 MPa, respectivamente para o procedimento de soldagem TIG [Stenvall e Holmquist, 2008].

Tabela 07. Resultados dos ensaios de tração para as juntas soldadas por TIG e SAW [Stenvall e Holmquist, 2008].

Método de soldagem	$R_{p0.2}$ (MPa)	$R_{p1.0}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	A[%] alongam.	Z[%] estrição
TIG	805	867	955	31	69
SAW	727	804	905	25	45

A curva de resistência ao impacto do cordão de solda produzido pelo processo de soldagem TIG é apresentada na Figura 19. O valor da resistência ao impacto acima de 150J a  $-60^\circ\text{C}$  foi um resultado considerado satisfatório para um material de alta liga utilizado no preenchimento de junta soldada do aço de estrutura da família duplex [Stenvall e Holmquist, 2008].

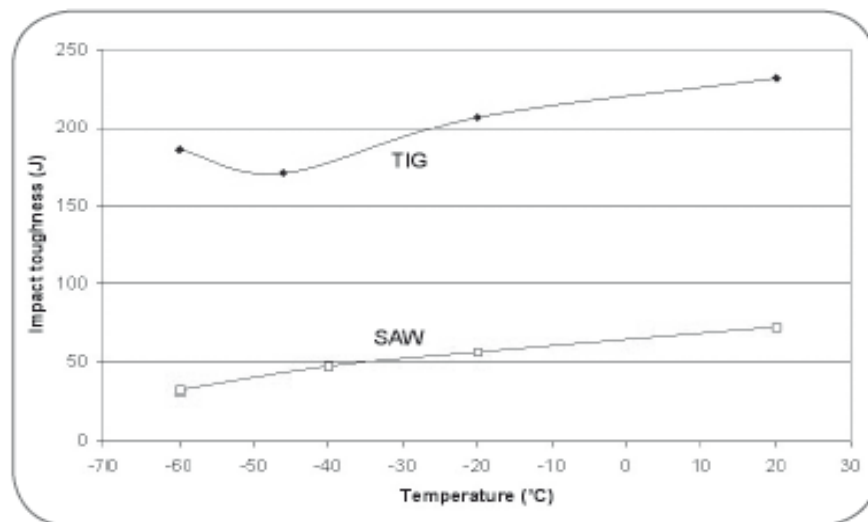


Figura 19 Resistência ao impacto obtido por teste de Charpy-V pelos procedimentos de soldagem TIG e SAW. Gás de proteção TIG: Ar + 2%N<sub>2</sub>. Fluxo SAW: 15W (básico) [Stenvall e Holmquist, 2008].

Segundo os autores, é interessante notar o comportamento típico do aço da família duplex para o metal de solda, onde a curva mostra uma depressão. O declive

é comumente apresentado em temperaturas mais baixas, no entanto, a curva obtida pelo método TIG apresenta um comportamento um tanto incomum nas temperaturas testadas, mostrando um aumento da energia de impacto para a temperatura de -60°C [Stenvall e Holmquist, 2008].

Para o método SAW, é possível observar que os níveis de resistência ao impacto foram menores, confrontando com os níveis apresentados pelo método TIG. Tal resultado já era esperado em decorrência do depósito de escória que esse processo gera na superfície do material, e em virtude dos maiores teores percentuais de oxigênio introduzidos no metal de solda, tendo-se assim menor resistência ao impacto [Stenvall e Holmquist, 2008].

Em adição, o conteúdo de ferrita no metal de solda foi maior no processo de soldagem SAW comparando-se com o método TIG, sendo este também um fator contribuinte para a diferença na resistência ao impacto, conforme apresentado pelas curvas obtidas pelos respectivos métodos na Figura 19. Pelo método SAW, nota-se ainda, que a resistência está acima de 40J a -40°C, indicando que por este procedimento o hiperduplex pode ser aplicado a temperaturas abaixo de -40°C com valores de resistência ao impacto considerados aceitáveis [Stenvall e Holmquist, 2008].

As temperaturas críticas de *pitting* (CPT = “*Critical Pitting Temperature*”) para as partes soldadas são apresentadas na Tabela 08. Ambos os métodos de soldagem produziram metais de solda com CPT muito alto em comparação com os obtidos no superduplex, com metal de adição em 25.10.4.L, em que o CPT estava entre 40 e 60°C [Pettersson, 1998; Fager, 1991].

Tabela 08. Temperatura crítica de *pitting* do cordão de solda [Stenvall e Holmquist, 2008].

<b>Método de soldagem</b>	<b>Fluxo</b>	<b>Gás de proteção</b>	<b>CPT (°C)</b>
TIG	Não aplicável	Ar + 2%N <sub>2</sub>	77,5
SAW	15W	Não aplicável	70

As microestruturas obtidas da região do metal de solda (zona de fusão – ZF) e da zona termicamente afetada (ZTA) das amostras obtidas de tubos de pequeno diâmetro (25,4mm), denominados como *tube*, são apresentadas nas Figuras 20 e 21, respectivamente. Estes aspectos micrográficos foram considerados típicos para

os aços inoxidáveis da família duplex submetidos ao procedimento de soldagem TIG [Stenvall e Holmquist, 2008].

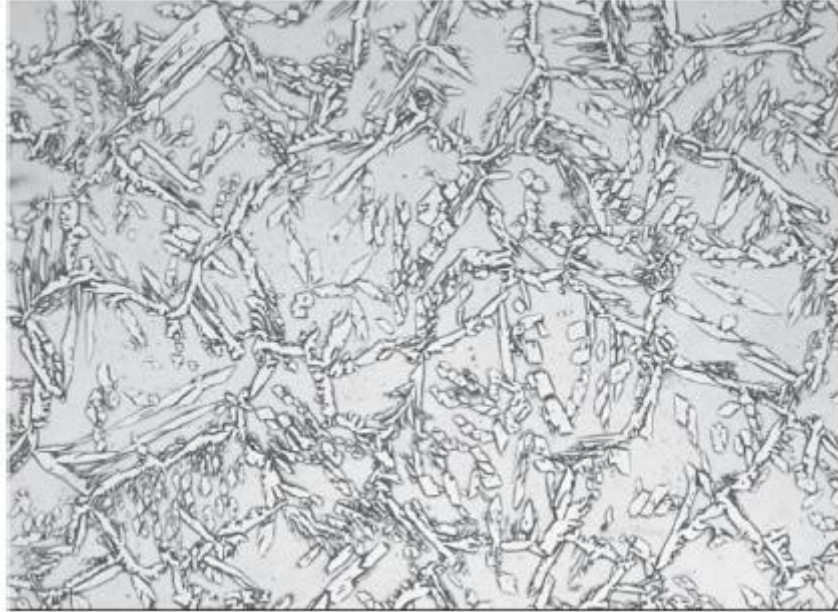


Figura 20. Microestrutura da zona de fusão pelo método TIG obtida de uma amostra tubo com 25,4mm de diâmetro e 1,65mm de espessura. 150x [Stenvall e Holmquist, 2008].

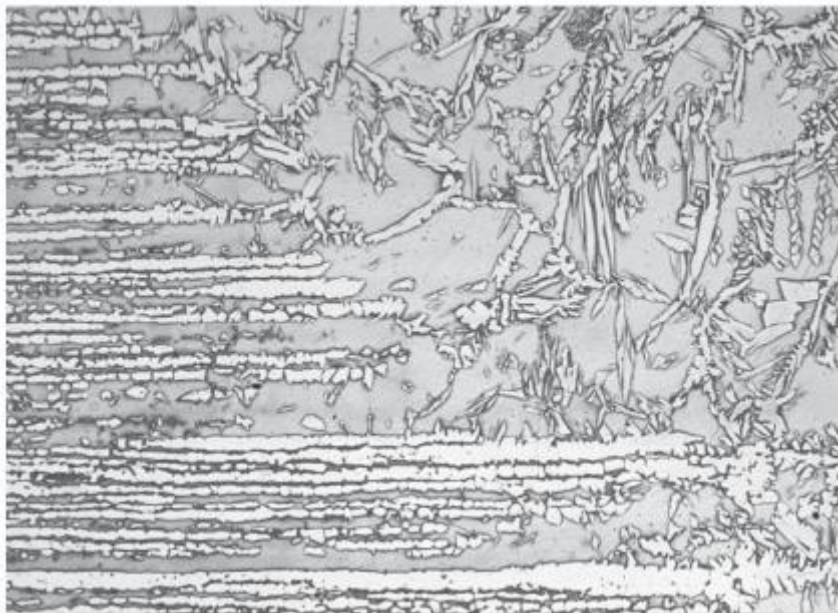


Figura 21. Microestrutura da interface da ZTA e zona de fusão obtida pelo método TIG de uma amostra tubo com 25,4mm de diâmetro e 1,65mm de espessura. 150x [Stenvall e Holmquist, 2008].

As frações volumétricas de ferrita quantificadas na ZF por uma análise linear (fração volumétrica de ferrita quantificada tomando por base uma linha traçada na ZF a uma determinada altura) na superfície superior, central e inferior da amostra, são mostradas na Tabela 09. Pode-se observar que os níveis obtidos estão dentro do intervalo de 35% a 65% de ferrita, conforme especificado pelas normas. Não foi observada a presença de fases intermetálicas tanto na ZF, quanto na ZTA [Stenvall e Holmquist, 2008].

Tabela 09. Frações volumétricas de ferrita quantificadas na ZF com soldagem TIG circunferencial no tubo com 25,4mm de diâmetro e 1,65mm de espessura [Stenvall e Holmquist, 2008].

<b>Localização dentro da junta soldada (região)</b>	<b>Fração Vol. de ferrita (%)</b>
Superior	60
Central	54
Inferior	53

As Figuras 22 e 23 são imagens obtidas da microestrutura da ZF e da ZTA, respectivamente. Essa análise foi realizada em amostras retiradas de tubos de grande diâmetro (168 mm), denominados como *pipe*, de aço inoxidável de estrutura duplex com solda TIG multipasse. Para tais amostras, não foram encontrados sinais de fases intermetálicas [Stenvall e Holmquist, 2008].



Figura 22. Microestrutura da junta soldada obtida pelo método TIG de uma amostra tubo com 168mm de diâmetro e 7,1mm de espessura. 150x [Stenvall e Holmquist, 2008].

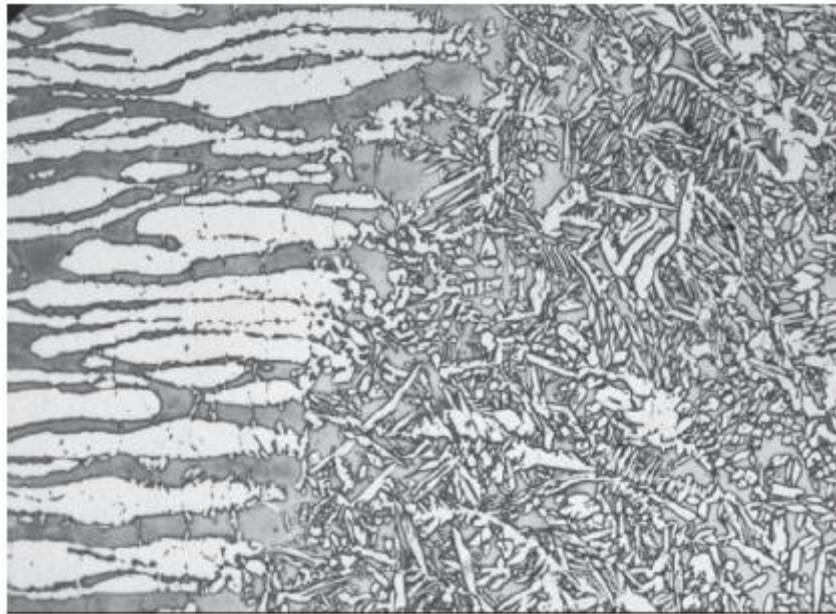


Figura 23. Microestrutura da ZTA (direita) e da zona de fusão (esquerda) obtida pelo método TIG de uma amostra tubo com 168 mm de diâmetro e 7,1mm de espessura. 150x [Stenvall e Holmquist, 2008].

As frações volumétricas de ferrita quantificadas na ZF por uma análise linear são mostrados na Tabela 10. Nesta situação, pode-se também observar que o nível de ferrita está dentro do intervalo de 35% a 65%, conforme especificado pelas normas [Stenvall e Holmquist, 2008].

Tabela 10. Frações volumétricas de ferrita quantificadas na ZF da amostra com soldagem circunferencial no tubo com 168 mm de diâmetro e 7,1mm de espessura [Stenvall e Holmquist, 2008].

<b>Localização dentro da junta soldada (região)</b>	<b>Fração Vol. de ferrita (%)</b>
Superior	60
Central	46
Inferior	43

A temperatura crítica de *pitting*, para as partes soldadas dos tubos com 168 mm de diâmetro e 7,1 mm de espessura, foi determinada a 60°C como apresentada na Tabela 11. O valor observado nesta situação é inferior ao obtido para as partes soldadas dos tubos com dimensões menores (25,4mm de diâmetro e espessura 1,65mm) [Stenvall e Holmquist, 2008]. No entanto, esse resultado foi considerado

superior aos apresentados para as partes soldadas do SAF 2507, em que o CPT é aproximadamente 50°C [Fager, 1991; Fager e Odegard, 1993].

Tabela 11. Resultados da determinação do CPT em tubos com soldagem circunferencial, 168 mm de diâmetro e 7,1mm de espessura [Stenvall e Holmquist (2008) [68].

<b>N° Amostra</b>	<b>Temperatura de ataque (°C)</b>	<b>Localização do ataque</b>	<b>CPT (°C)</b>
1	62,5	Metal de solda	60
2	60	Metal de solda	

Conforme já dito anteriormente, os aços inoxidáveis austeno-ferríticos são ligas caracterizadas pela solidificação em 100% de ferrita, essencialmente. Tendo-se, mandatoriamente, a austenita nucleando-se e crescendo no estado sólido em uma matriz ferrítica. Ligas desenvolvidas recentemente, tais como 329 (liga forjada) e CD4MCu (liga fundida), tendem a conter consideravelmente mais ferrita do que austenita, em virtude dos baixos teores de nitrogênio apresentados [Solomon e Devine, 1983]. De tal forma, que sob as condições de resfriamento da solda, a nucleação e o crescimento da austenita são demasiadamente lentos, para obter-se algo próximo a 50% de austenita na zona termicamente afetada, sem a requisição de um posterior tratamento térmico de recozimento, a solução deste problema pode ser a presença de maior teor de níquel no metal de adição para promover a formação da austenita na zona de fusão, contudo a ZTA nessas condições tendem à fragilização, com o empobrecimento da resistência à corrosão. Essas deficiências também são características nos aços austeno-ferríticos submetidos a soldas autógenas [Kotech, 2010].

Em 1980, a importância da adição do nitrogênio no metal de base dos aços do tipo duplex tornou-se prática plenamente realizável e, a partir de então, passou a ser padrão especificar as quantidades mínimas de nitrogênio. Com os teores apropriados desse elemento no metal de base e a utilização de metais de adição compostos por ligas com alto teor de níquel foi possível obter materiais soldados apresentando quantidades aproximadamente iguais de ferrita e austenita, tendo-se como resultado a preservação das propriedades mecânicas, assim como a resistência à corrosão. A principal limitação no processo de soldagem concentra-se no aporte térmico apropriado para obter o equilíbrio das frações volumétricas das fases ferrita e austenita na zona termicamente afetada através de uma adequada

taxa de arrefecimento. O baixo aporte térmico poderia resultar em quantidades excessivas de ferrita, enquanto que o alto resultaria na precipitação das fases intermetálicas. Tem sido comumente recomendado o aporte térmico de 0,5 a 2,5 kJ/mm para 22% Cr [Larsson e Lundqvist, 1987] e 0,5 a 1,5 kJ/mm para 25% Cr [Stevenson, et. al., 1991], ambas as situações aplicáveis aos aços inoxidáveis duplex.

Aços duplex na condição como soldado tem sido largamente utilizados, contudo existem pelo menos duas situações em que o tratamento térmico pós-soldagem (recozimento) é frequentemente requerido. A primeira, os fundidos, que são quase invariavelmente recozidos. Se defeitos de fundição são reparados por soldagem, a junta também é geralmente recozida. A segunda, faz referência a tampos de vasos / torres de grandes diâmetros fabricados por conformação mecânica a quente ou a frio, que posteriormente foram soldados [Kotechi, 2010].

Durante os últimos 25 anos, provavelmente o aço inoxidável duplex mais popular tem sido a liga comumente conhecida como 2205. A literatura está repleta de descrições apontando para esta liga como pertencente à faixa de composição da UNS S31803. Porém, o percentual de nitrogênio associado a UNS S31803 pode ser tão baixo quanto 0,08%, uma quantidade que tem provado ser insuficiente para promover boas propriedades na ZTA e na zona de fusão de soldas autógenas. Reconhecendo esta questão, a ASTM desde 2000, definiu o 2205 por UNS S32205 [ASTM, 2000]. A Tabela 12 apresenta a composição para UNS S31803 e UNS S32205. Nota-se que, além do aumento no teor mínimo de nitrogênio, também foram aumentados os teores mínimos de cromo e molibdênio, quando o S32205 é comparado ao S31803 [Kotechi, 2010].

Tabela 12. Composição Química para 2205 e para o UNS S31803 (Percentagens em peso) [Kotechi, 2010].

UNS	C[%]	Mn[%]	P[%]	S[%]	Si[%]	Cr[%]	Ni[%]	Mo[%]	N[%]
S31803	0,030	2,00	0,030	0,020	1,00	21,0 a 23,0	4,5 a 6,5	2,5 a 3,5	0,08 a 0,20
S32205	0,030	2,00	0,030	0,020	1,00	22,0 a 23,0	4,5 a 6,5	3,0 a 3,5	0,14 a 0,20

Para que os aços de estrutura duplex tenham alto desempenho é necessário que sua microestrutura seja mantida em aproximadamente 50% de ferrita e 50% austenita, no entanto, devido aos ciclos térmicos aos quais o material é submetido



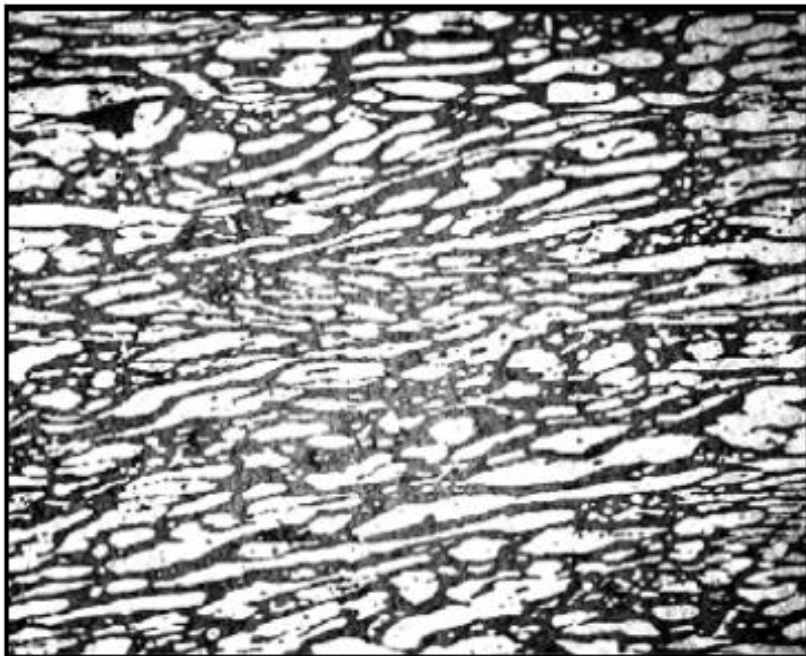
durante um processo de soldagem, há uma tendência ao desbalanceamento de sua microestrutura. A soldagem também expõe o material a faixas de temperaturas perigosas, nas quais podem ocorrer a precipitação de compostos intermetálicos (fase sigma, fase chi, nitretos de cromo, carbonetos de cromo, entre outros) de efeitos danosos ao material. Segundo Londoño (1997), além da ferrita e austenita, outras fases podem precipitar nos aços duplex numa faixa de temperatura de 300°C a 1000°C. Como já foi dito, essas fases exercem influência nociva ao material, tanto no caráter mecânico quanto químico, principalmente tenacidade e resistência à corrosão [Menezes, et. al., 2005].

Como resultados de uma microestrutura desbalanceada na região soldada e precipitação de compostos intermetálicos teremos quedas drásticas de resistência mecânica e resistência à corrosão do aço. Eckenrod e Pinnow (1984), trabalhando com a liga SAF 2205 (UNS S31803) nas condições recozida e soldada afirmam que, a melhor combinação de resistência mecânica, tenacidade e resistência à corrosão podem ser encontradas se a fração volumétrica de ferrita estiver entre 35% e 65% [Menezes, et. al., 2005].

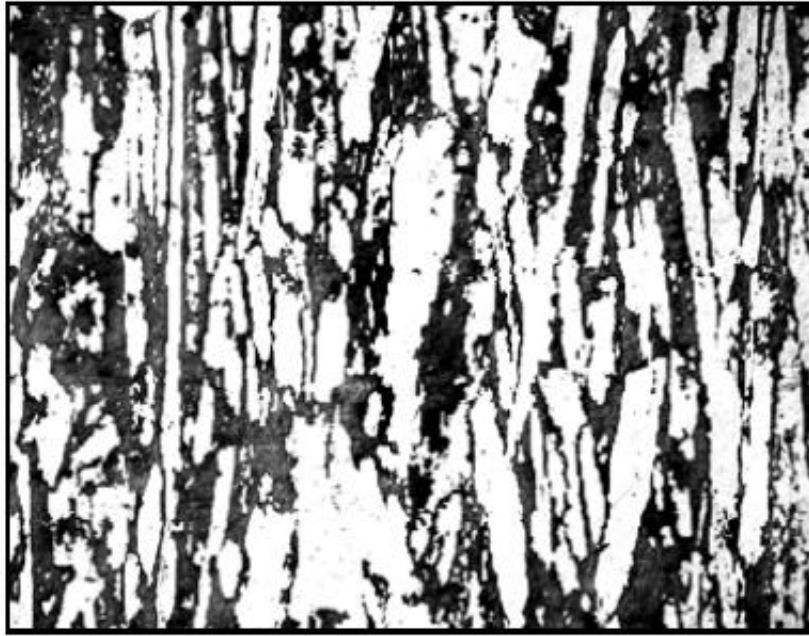
Segundo Menezes et. al. (2005) as micrografias apresentadas na Figura 24 mostram que o material foi recebido no estado solubilizado, consistindo em grãos lamelares de ferrita (fase escura) e austenita (fase clara) dispostos alternadamente. Nesta Figura são apresentados aspectos micrográficos das três regiões de interesse: direção de laminação (DL), transversal e normal à direção de laminação [Menezes, et. al., 2005].



a)



b)



c)

Figura 24. Aspectos micrográficos do aço inoxidável duplex UNS S31803 no estado como-recebido. a) DL b) transversal à DL e c) normal à DL. Ataque Behara modificado. 200x [Menezes, et. al., 2005].

A Figura 25 mostra o difratograma da medida de difração de raios X obtido da amostra no estado como recebido. Neste difratograma estão indexados as fases presentes e os planos de difração. Podemos observar que no material existem apenas ferrita e austenita, confirmando inequivocamente o que é apresentado nas micrografias da Figura 24 [Menezes, et. al., 2005].

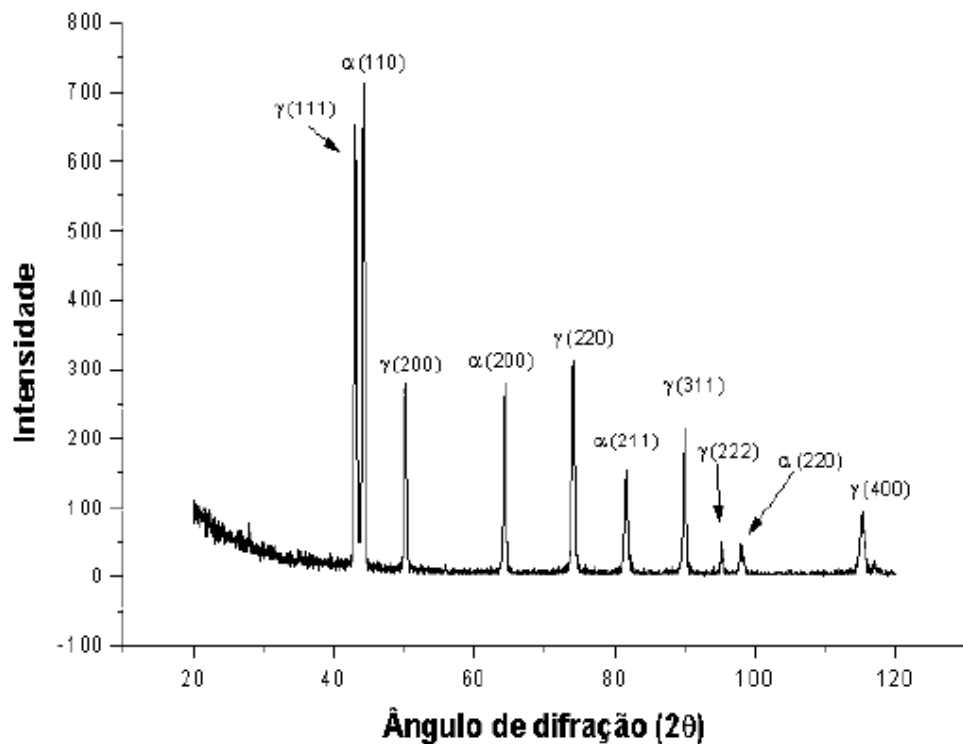


Figura 25. Difratoograma do aço inoxidável duplex UNS S31803 no estado como-recebido [Menezes, et. al., 2005].

A Tabela 13 apresenta a quantificação da fração volumétrica de ferrita nas três direções obtidas por técnica de análise de imagens. Os autores sugerem que a composição química aliada ao tratamento termomecânico do material, conforme recebido, favoreceu uma microestrutura bem balanceada entre ferrita e austenita, tendo em vista que isto é um requisito necessário ao alto desempenho deste material. Nesta Tabela também apresenta o valor da dureza em relação à direção transversal à direção de laminação (DL) [Menezes, et. al., 2005].

Tabela 13. Fração volumétrica da fase ferrita do material como-recebido obtida por análise de imagens [Menezes, et. al., 2005].

Material	DL	Transversal à DL	Normal à DL	Dureza (HV)
UNS S31803	$52 \pm 1,7$	$47 \pm 1,4$	$45 \pm 2,7$	$233 \pm 8,4$

Menezes et. al. (2005) realizaram experimentos para comparar o desempenho da soldagem por eletrodo revestido AWS 2209-17, quando a energia de soldagem era variada. O gráfico da Figura 26 mostra a quantidade de ferrita em função da energia de soldagem para o metal de base (MB), a zona afetada pelo calor (ZAC ou ZTA) e metal de solda (MS). A quantidade de ferrita do metal de base

das amostras na condição como recebido na direção transversal à DL é apresentada na Tabela 13. Isso evidenciou a baixa influência da soldagem sobre o MB. Pôde-se afirmar com isso, que o aquecimento do MB durante a soldagem esteve situado dentro do campo bifásico ( $\alpha + \gamma$ ) de estabilidade, onde segundo Atamert e King (1992) a microestrutura, com respeito ao balanço de fases, permanece praticamente inalterada [Menezes, et. al., 2005].

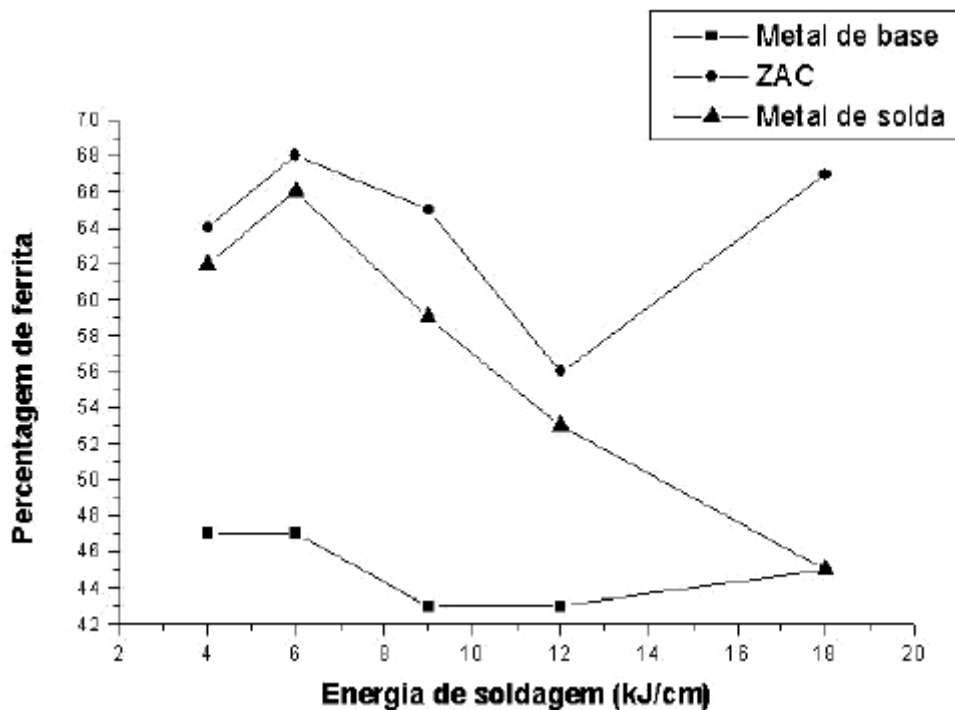


Figura 26. Gráfico da fração volumétrica de ferrita em função da energia de soldagem para o aço duplex UNS S31803 [Menezes, et. al., 2005].

Já no metal de solda (ou zona de fusão - ZF) observou-se que a fração volumétrica de ferrita variou sobre uma extensa faixa de valores, tornando clara a influência da energia de soldagem. Sendo assim, viu-se uma clara tendência de decréscimo da ferrita com a energia de soldagem. Esse fato já era esperado, pois à medida que se aumenta a energia de soldagem, diminui-se a velocidade de resfriamento, sendo justamente esse retardo no resfriamento o responsável pela nucleação e crescimento da austenita. No entanto, não somente a energia de soldagem interfere no balanço de fases do metal de solda, mas também a composição química do metal de adição. Deve-se ressaltar que em todos os ensaios foram utilizados o mesmo eletrodo, como apresentado na Tabela 14, com

composição apropriada para produzir uma junta microestruturalmente balanceada [Menezes, et. al., 2005].

Tabela 14. Composição química do aço inoxidável duplex UNS S31803 e do eletrodo AWS 2209-17 [Menezes, et. al., 2005].

<b>Material</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Mo</b>	<b>N</b>	<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>S</b>	<b>P</b>	<b>Si</b>
UNS S31803	21,0 - 23,0	4,5 - 6,5	2,5 - 3,5	0,08 - 0,2	0,03	2,0	0,02	0,03	1,0
AWS 2209-17	23,0	9,0	3,0	0,15	0,02	0,8	-	-	0,8

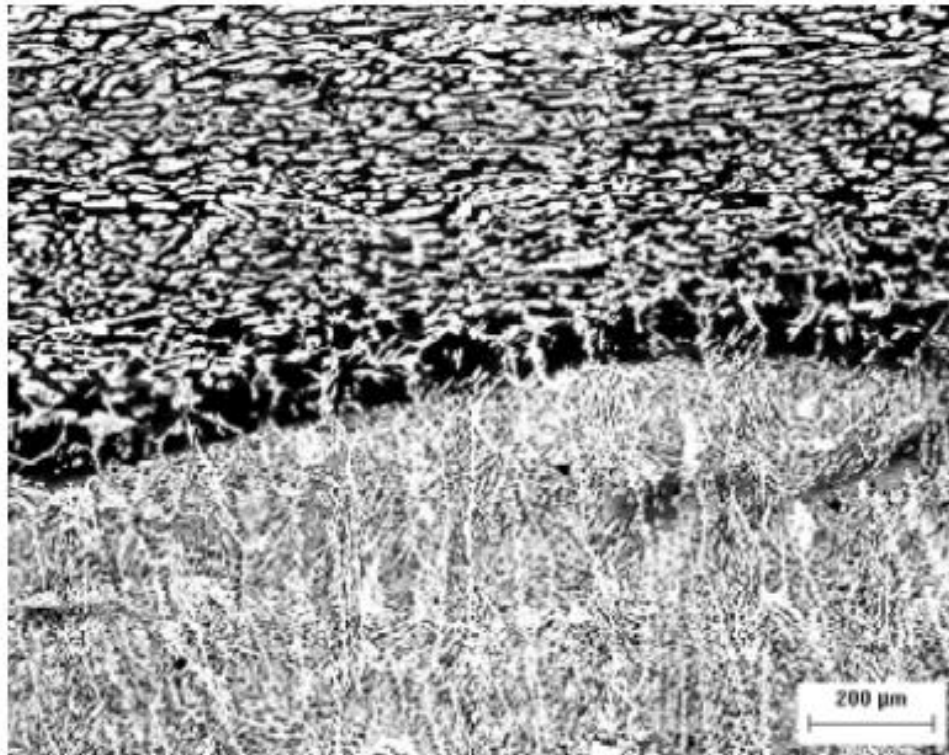
Em relação à zona afetada pelo calor (ZTA), todas as medidas foram feitas tendo a zona de crescimento de grão ferrítico, próximas à zona de ligação com a ZF, como referência. Segundo Liljas (1994) e Atamert e King (1992), a essa região damos o nome de zona afetada pelo calor de temperatura elevada (ZACTE) na qual a dissolução da austenita primária, original do material como-recebido, devido ao aquecimento, é total [Menezes, et. al., 2005].

Os mesmos autores também apresentaram outra região da ZAC definida como zona afetada pelo calor de temperatura baixa (ZACTB), na qual, segundo Londoño (1997), sua microestrutura durante a soldagem permanece no campo bifásico, porém com a possibilidade de ocorrer diferentes balanços de fases. As amostras soldadas com baixas energias de soldagem (0,4 e 0,6kJ/mm), isto é, um baixo aporte térmico, mostraram um comportamento tipicamente da ZACTB. Metalurgicamente ocorre que o calor proveniente da soldagem durante o aquecimento levará a região adjacente à zona fundida (ZACTE) ao campo ferrítico, logo em seguida, inicia-se o resfriamento que pode ser longo ou rápido. Durante esse resfriamento ocorrerão diversos fenômenos metalúrgicos, inclusive a precipitação da fase austenítica, sendo que esta será mais intensa para tempos de resfriamentos mais longos e menos intensa para tempos mais curtos.

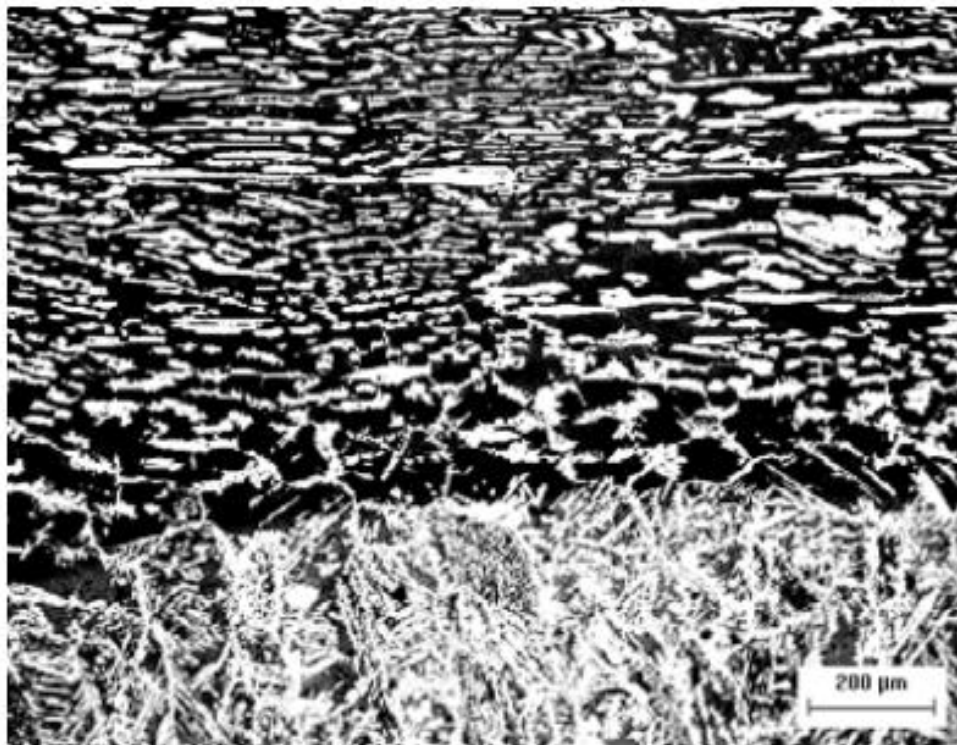
A Figura 26 mostra um comportamento da ZAC semelhante ao observado no MS, porém para as duas maiores energias testadas (1,2 e 1,8kJ/mm) ocorreu um aumento da fração volumétrica de ferrita de 1,2 para 1,8kJ/mm [13 Menezes]. Primeiramente, foi observado um aumento (de 0,4 para 0,6 kJ/mm), seguida de uma queda (de 0,6 para 1,2kJ/mm) complementada por um aumento da quantidade de ferrita (de 1,2 para 1,8kJ/mm). O aumento observado no primeiro trecho foi atribuído

ao fato de a energia de soldagem de 0,4 kJ/mm ter sido tão baixa que não foi capaz de promover uma intensa dissolução da austenita primária, fazendo com que a ZAC das amostras soldadas com essa energia tivesse mais austenita (ou menos ferrita) que as amostras soldadas com energia de 0,6kJ/mm. A partir de 0,6 até 1,2 kJ/mm ocorreu uma queda da fração volumétrica da ferrita, pois à medida que se aumenta a energia de soldagem, diminui-se a velocidade de resfriamento de forma que haja mais tempo para a transformação ferrita-austenita se proceda. O aumento que ocorreu de 1,2 para 1,8 kJ/mm pôde ser explicado pelo fato da área de exposição ao campo ferrítico para as amostras soldadas com energia de 1,8kJ/mm ter sido maior que as das soldadas com energia de 1,2 kJ/mm. Esse crescimento de grãos da ZACTE para amostras soldadas com alta energia também explica, segundo Jana (1992), os baixos valores de tenacidade obtidos em seu trabalho. A Figura 27 mostra a extensão da ZACTE para as energias de soldagem de 1,2 e 1,8kJ/mm, respectivamente [Menezes, et. al., 2005].

Outra possível explicação para o aumento observado no último trecho da ZAC é a influência da ZACTB sobre as medidas realizadas. Todas as imagens usadas na quantificação das frações volumétricas de ferrita foram adquiridas com um aumento de 200X. Com este aumento as áreas das imagens capturadas para as amostras soldadas com energia de 1,8kJ/mm estavam quase totalmente localizadas na zona de crescimento de grãos ferríticos, ou seja, na ZACTE. Isso proporcionou uma alta fração volumétrica de ferrita para a soldagem com energia de 1,8kJ/mm. Já para as amostras soldadas com energia de 1,2kJ/mm, as áreas das imagens capturadas para quantificação abrangeram grandes porções da ZACTB, fazendo com que a fração volumétrica de ferrita acompanha-se a tendência do trecho anterior [Menezes, et. al., 2005].



(a)



(b)

Figura 27. Micrografias mostrando a extensão da ZACTE para a) 1,2kJ/mm e b) 1,8kJ/mm. Ataque Behara modificado, aumento 100X [Menezes, et. al., 2005].



A Figura 28 apresenta o Diagrama de Schaeffler, que pode ser usado para uma previsão da fração volumétrica de ferrita no chamado metal de solda [Charles e Bernhardsson, 1991].

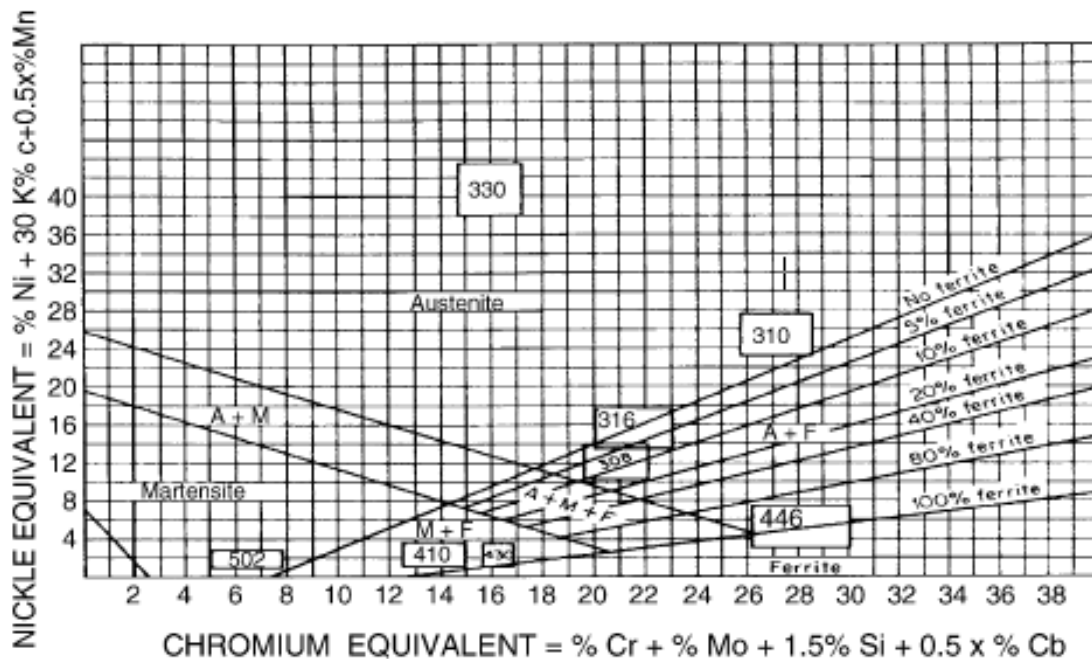


Figura 28. Diagrama de Schaeffler do metal de solda dos aços inoxidáveis [Robelloto, et. al., 1968].

Este diagrama é baseado nos percentuais de níquel e de cromo equivalentes,  $Ni_{eq}$  e  $Cr_{eq}$ , respectivamente, com o objetivo de avaliar os efeitos da adição desses elementos ligantes na microestrutura constituinte do metal de solda do aço inoxidável [Wang, et. al., 2006].

Conforme já dito, as vantagens do aço inoxidável duplex são decorrentes das quantidades praticamente iguais das fases  $\alpha$  e  $\gamma$  presentes neste material. Contudo, o processo de solidificação da microestrutura na zona de fusão (ZF) quase sempre não permite a obtenção da fração volumétrica dessas fases em proporções aproximadas. Assim, as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão do aço duplex soldado são degradadas em virtude da menor quantidade de austenita na zona fundida [Wang, et. al., 2006].

A soldagem por corrente pulsada (PCW = *Pulsed Current Welding*) trata-se de uma tecnologia de união, que é uma variante do processo de soldagem por corrente contínua (CCW = *Constant Current Welding*) que é utilizado em diversas aplicações. A corrente pulsada do processo GTAW (*Gas Tungsten Arc Welding*) ou TIG

(Tungsten Inert Gas) tem vantagens em relação ao convencional. Alguns dos benefícios mais relatados nas literaturas consistem na redução do aporte térmico total aplicado durante a solda, redução da zona termicamente afetada e o aumento da razão entre profundidade e largura do cordão de solda que é aumentado por circunstância da frequência elevada. Em acréscimo, o GTAW pulsado possui a conveniência de possibilitar a obtenção de um filete de solda fino, a soldagem de metais de espessura pequena, redução de salpicos em todas as posições, mínima distorção, redução da emissão de gases e economia de energia [Tseng e Chou, 2002].

O elemento produzido pelo GTAW pulsado pode diminuir tensões residuais, por exemplo, de 270MPa gerada pelo CCW para 220 MPa nas soldas dos aços SUS 304 e 310, assim obtendo-se propriedades mecânicas e resistência à corrosão melhoradas no material em serviço [Robelotto et. al., 1968; Kihara e Masubuchi, 1959; Masubuchi e Martin, 1961].

Pesquisadores têm tentado solucionar a questão da formação da fração volumétrica da fase austenítica em proporção menor à condição de equilíbrio, durante a solidificação do aço inoxidável duplex, pela adição de nitrogênio no arco plasma e no feixe a laser, ou ainda pela adição de elemento de liga no metal de adição [Karlsson, et. al., 1995; Hilkes e Bekkers, 1995], e também pelo tratamento térmico pós-solda na faixa de temperatura de 800 a 1150°C [Badji, et. al., 2006], em que as fases ferrita / austenita coexistem. Tanto pelo controle da corrente pulsada no processo GTAW quanto na taxa de arrefecimento, o trabalho de Wang, et. al. (2006) tentou, dessa forma, produzir uma transformação da microestrutura constituinte do procedimento de soldagem do SAF 2205, que apresentasse boas propriedades [Wang, et. al., 2006].

A microestrutura do aço duplex SAF 2205, na condição como rebido, consistia em uma geometria de grãos alongados das fases ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ), como apresentada na Figura 29, e a morfologia dos contornos de grão das respectivas fases era relativamente regular, características típicas de materiais submetidos a processo mecânico de laminação. As fases ferrita e austenita, nesta situação, possuíam grãos com aproximadamente 40 – 50  $\mu\text{m}$  de comprimento e 20  $\mu\text{m}$  de largura, apresentando fração volumétrica das fases  $\alpha$  e  $\gamma$  em torno de 53% e 47%, respectivamente [Wang, et. al., 2006].

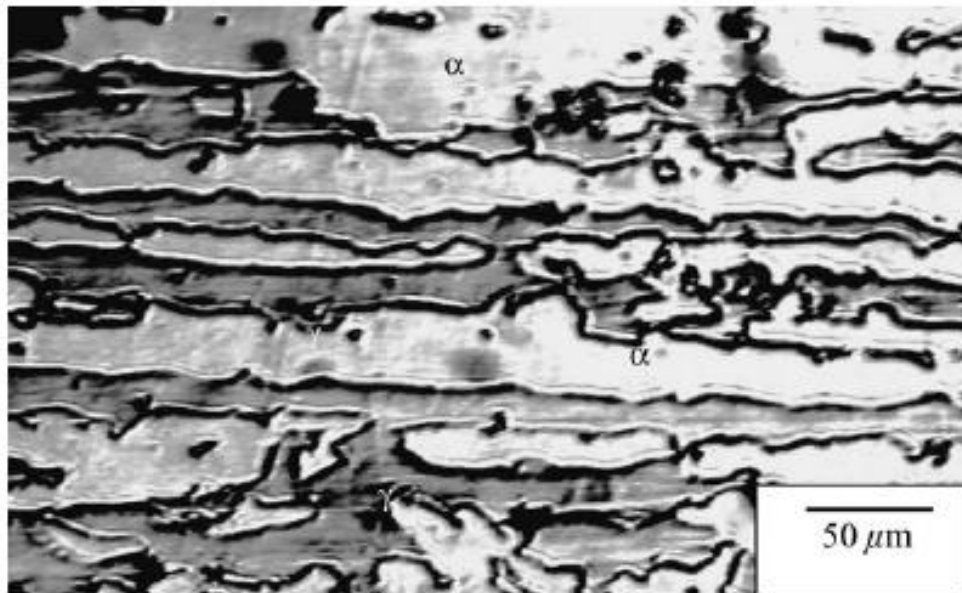


Figura 29. Aspecto microestrutural do SAF 2205 como recebido [Wang, et. al., 2006].

A Figura 30 apresenta os aspectos macrográficos da seção transversal da região soldada de quatro amostras do duplex SAF 2205 submetidas às mesmas condições de aporte térmico, em que a zona fundida das respectivas amostras possui um formato semi-elíptico com uma ligeira diferença no aspecto superficial. A razão geométrica (profundidade/largura) do cordão de solda da Figura 30 (b), obtida pela corrente direta pulsada, tem o valor próximo a 0,252 maior que o obtido na soldagem por corrente direta (não pulsada) de aproximadamente 0,238, como apresentado na Figura 30 (a), ambos os materiais (chapas) encontravam-se a uma temperatura de 25°C. Os grãos de ferrita da zona de fusão, na condição solidificada, apresentaram geometria preferencialmente alongada, como mostrado na Figura 30 (a). Foram obtidos grãos com geometria equiaxial, como ilustrado nas Figuras 30 (b) e (c), aplicando-se corrente direta pulsada, ou acelerando a taxa de arrefecimento, ou ainda tendo-se a ocorrência dessas duas situações simultaneamente. Eventualmente, a microestrutura resultante do procedimento de soldagem por corrente direta pulsada consistiu em grãos quase totalmente equiaxiais como visto na Figura 30 (d), estando o material submetido a este procedimento a uma temperatura de 7°C [Wang, et. al., 2006].

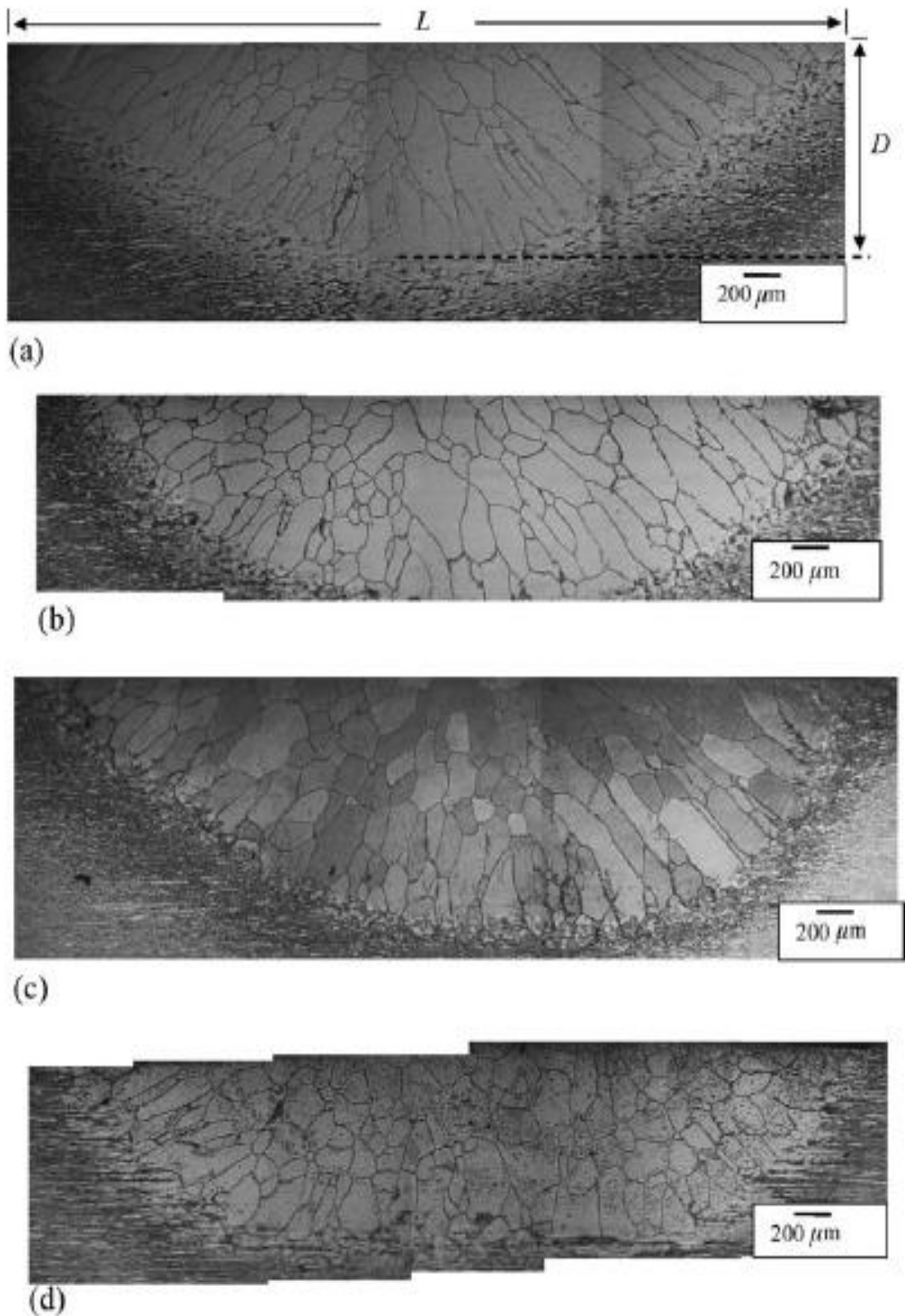


Figura 30. Aspectos macrográficos da seção transversal do cordão de solda de quatro amostras: (a) corrente contínua e temperatura de 25°C da chapa, razão lagura/profundidade = 1/0,238; (b) corrente pulsada e temperatura de 25°C da chapa, razão lagura/profundidade = 1/0,252; (c) corrente contínua e temperatura de 7°C da chapa, razão lagura/profundidade = 1/0,275; (d) corrente pulsada e temperatura de 7°C da chapa, razão lagura/profundidade = 1/0,244; [Wang, et. al., 2006].

Os resultados na sequência são comparações entre as diferentes condições de soldagem conforme a Tabela 15 [Wang, et. al., 2006].

Tabela 15. Condições de soldagem, percentual de fração volumétrica da  $\gamma$  e taxa de arrefecimento [Wang, et. al., 2006 [86].

	<b>Amostra n° 01</b>	<b>Amostra n° 02</b>	<b>Amostra n° 03</b>	<b>Amostra n° 04</b>
<b>Condição de soldagem</b>	Corrente direta e T=25°C	Corrente direta pulsada e T=25°C	Corrente direta e T=7°C	Corrente direta pulsada e T=7°C
<b>fração volumétrica <math>\gamma</math></b>	11%	19%	27%	37%
<b>Taxa de arrefecimento (800 – 600°C)</b>	59°C/s	68°C/s	102°C/s	139°C/s
<b>Tamanho dos grãos equiaxiais de ferrita</b>	124 $\mu\text{m}$	81 $\mu\text{m}$	129 $\mu\text{m}$	102 $\mu\text{m}$
<b>Tamanho dos grãos alongados de ferrita</b>	comp= 501 $\mu\text{m}$ , larg.= 121 $\mu\text{m}$	comp= 336 $\mu\text{m}$ , larg.= 102 $\mu\text{m}$	comp= 334 $\mu\text{m}$ , larg.= 89 $\mu\text{m}$	comp = 266 $\mu\text{m}$ , larg.= 104 $\mu\text{m}$
<b>Tamanho médio dos grãos de ferrita</b>	134 $\mu\text{m}$	102 $\mu\text{m}$	109 $\mu\text{m}$	107 $\mu\text{m}$

Legenda: comp = comprimento; larg. = largura

Os resultados [Wang, et. al., 2006] da Tabela 15 mostram a dimensão do grão de ferrita de geometria alongada da zona fundida por corrente contínua com aproximadamente 501 $\mu\text{m}$  de comprimento e largura de 121 $\mu\text{m}$  e fração volumétrica em torno de 11% para fase  $\gamma$  a uma taxa de arrefecimento a 59°C/s, conforme pode ser observado nas Figuras 30 (a) e 31 (a) para a amostra n° 01. As Figuras 30 (b) e 31 (b) apresentam o resultado obtido para a corrente pulsada direta, situação da amostra n° 02 [Wang, et. al., 2006]. Uma maior taxa de arrefecimento associada à corrente pulsada favoreceu o aumento da quantidade de austenita e uma diminuição no tamanho médio dos grãos de ferrita.

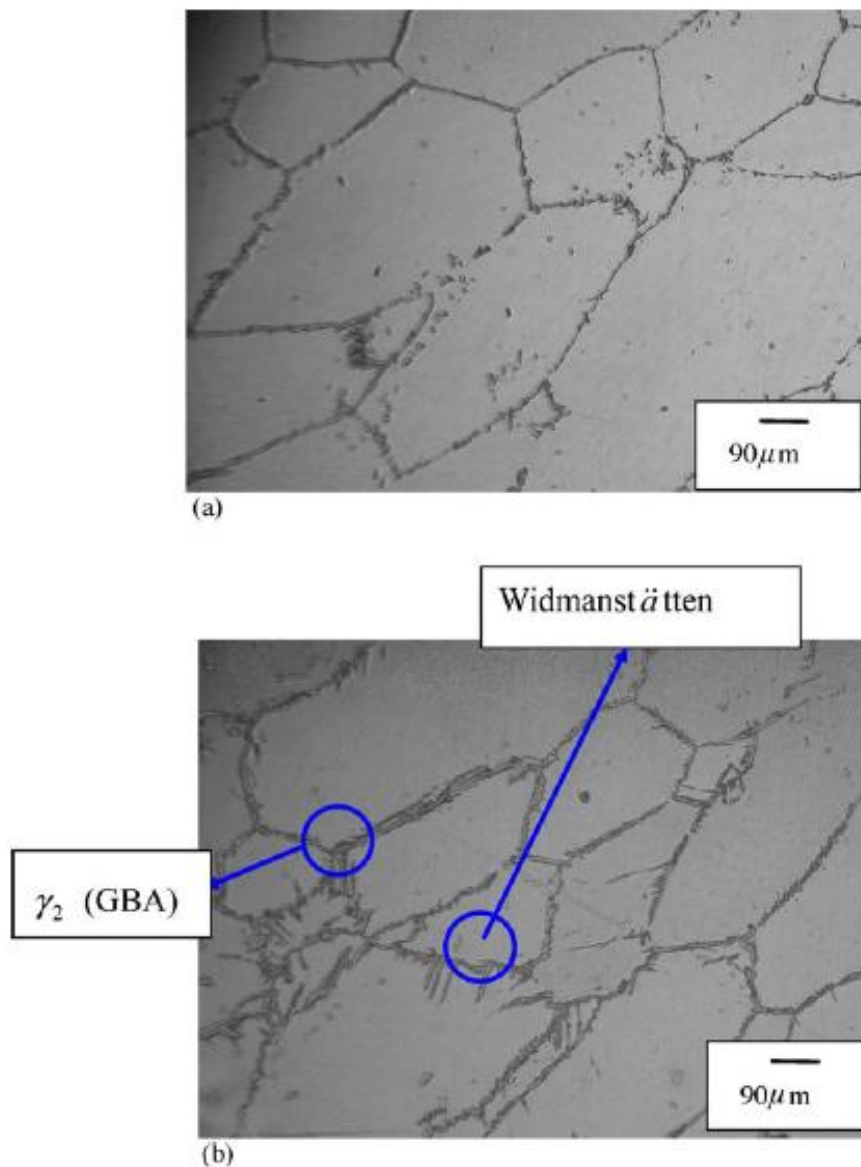


Figura 31. Microestrutura da zona de fusão com alta ampliação para condição de soldagem (a) corrente contínua, chapa a 25°C e (b) corrente contínua pulsada, chapa a 25°C [Wang, et. al., 2006].

Comparando as Figuras 30 (a) e 31 (a) com as Figuras 30 (b) e 31 (b), a corrente direta pulsada tem o efeito de refinar os grãos solidificados. A corrente pulsada pode também estimular a formação da austenita Widmanstätten ( $\gamma_2'$  (W)) devido à alta taxa de arrefecimento. Além disso, como consequência do surgimento da austenita  $\gamma_2'$  (W) ao longo dos contornos de grãos das fases constituintes dos aços duplex, os contornos de grãos contendo austenita  $\gamma_2$  (GBA – grain boundaries austenite) metaestáveis [Atamert e King, 1991; Atamert e King, 1992] tornam-se mais espessos, com aproximadamente 1,1 μm de espessura, nas Figuras 30 (b) e 31 (b), comparando-se com os contornos de grãos da austenita alotriomórfica, que

apresentam valor próximo a  $0,58\mu\text{m}$  de espessura, nas Figuras 30 (a) e 31 (a) [Wang, et. al., 2006].

As taxas de arrefecimento na soldagem por corrente contínua (não pulsada x pulsada), são apresentadas na Tabela 15. E os ciclos térmicos das quatro diferentes condições de soldagem, são apresentados na Figura 32. Estes resultados apontam que o pico de temperatura proveniente do processo de soldagem por corrente contínua não pulsada (amostra nº 01) possuiu um atraso em torno de 2 segundos para iniciar o arrefecimento em comparação com a condição obtida pela corrente direta pulsada (amostra nº 02) [Wang, et. al., 2006 ]

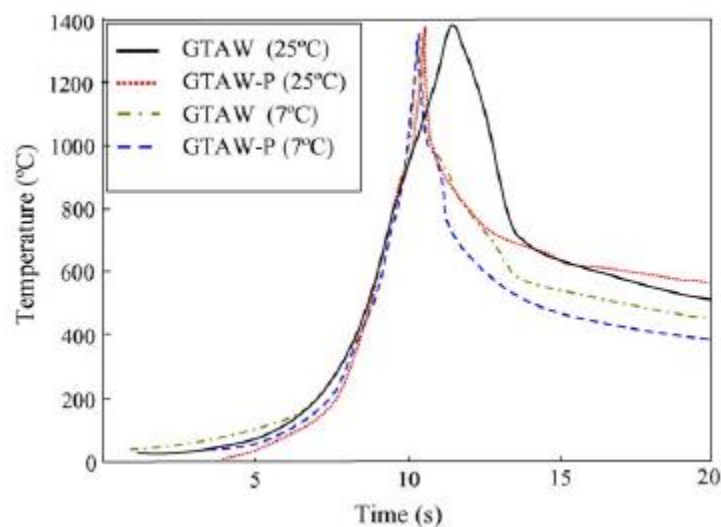


Figura 32. Ciclos térmicos das quatro diferentes condições de soldagem testadas [Wang, et. al., 2006].

Em suma, a rápida taxa de arrefecimento contribuiu com a formação de grãos refinados e da  $\gamma_2$  (W) na soldagem pelo modo pulsado, e acelerou o tempo de transformação. E com isso, a fração volumétrica da austenita na zona de fusão teve seu percentual aumentado para 19% no método de corrente direta pulsada (GTAW-P), comparando-se com os 11% obtidos pela corrente direta não pulsada (GTAW). Com relação à microdureza na superfície de soldagem pelo modo pulsado (GTAW-P), com profundidade de penetração de 1,7mm, obteve-se uma distribuição de dureza relativamente uniforme, ou seja, o perfil de dureza apresentando foi menos heterogêneo, confrontando-se esses resultados com os obtidos pelo modo não pulsado, como apresentado na Figura 33 (a) [Wang, et. al., 2006].

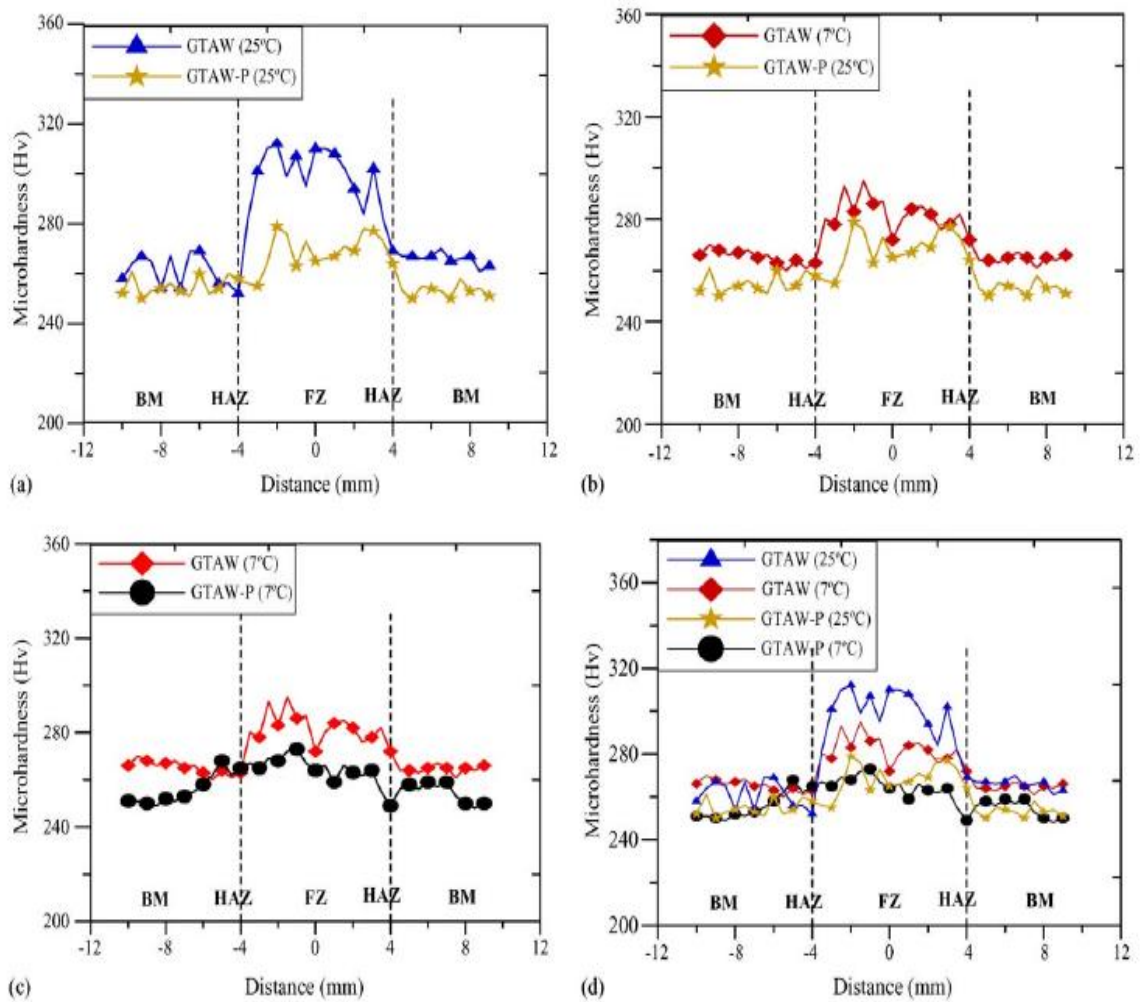


Figura 33. Perfil de microdureza da seção transversal ao cordão de solda das amostras soldadas nas condições (a) 1 e 2 (b) 2 e 3 (c) 3 e 4 (d) todas. (BM = metal de base; HAZ = zona afetada termicamente; FZ = zona de fusão) [Wang, et. al., 2006].

Em contraste, o processo de soldagem GTAW por corrente direta modo não pulsado gerou uma distribuição não uniforme de dureza na zona de fusão (FZ = *fusion zone*) com valores mais elevados que os obtidos no metal de base (BM = *base metal*) e na zona termicamente afetada (HAZ = *heat affected zone*). Essa variação de dureza apresentada na Figura 33 (a), segundo Wang, et. al., (2006), foi um reflexo da microestrutura existente no material estudado, como visto na Figura 30 (a). Segundo os autores, esses valores mais acentuados na ZF obtidos pelo método de soldagem por corrente direta, foram provenientes de constituintes microestruturais com fração volumétrica em torno de 89% para a fase ferrítica e 11% para a austenítica, como apresentado na Figura 31 (a), que possui 36% a mais de fração volumétrica da fase  $\alpha$  em comparação ao aço inoxidável duplex como recebido, que é constituído por 53% de fração volumétrica da fase  $\alpha$  (Figura 29).



Contudo, a solda por corrente direta pulsada resultou em um percentual maior de fração volumétrica da fase austenita de 19% e menor valor de dureza na zona de fusão, implicando em uma distribuição de dureza menos heterogênea (amostra nº 01 x amostra nº 02). Assim, a solda por corrente direta pulsada permitiu a obtenção de uma junta soldada com melhor propriedade mecânica que a solda por corrente direta não pulsada [Wang, et. al., 2006].

Comparando-se as condições testadas para as amostras nº 02 e nº 03, sob as mesmas condições de aporte térmico, a taxa de arrefecimento de 102°C/s da amostra nº 03 submetida ao processo de soldagem por corrente direta, estando o material a uma temperatura de 7°C, foi maior que da amostra nº 02, que apresentou 68°C/s no processo de soldagem por corrente direta pulsada. Nesta situação, o material também se encontrava a uma temperatura de 7°C, como informado pela Tabela 15 e Figura 32 [Wang, et. al., 2006].

Pelos ciclos térmicos (Figura 32), pode-se observar que as curvas das amostras em questão foram praticamente iguais, exceto a que foi obtida do material a 7°C pelo processo GTAW por corrente direta, apresentando valores mais baixos de resfriamento do que os obtidos da amostra a 25°C pelo processo GTAW no modo pulsado (GTAW-P). O declive da referida curva ocorreu logo após o pico de temperatura gerado pelo GTAW-P a 25°C [Wang, et. al., 2006].

É interessante notar que a microestrutura da zona de fusão originária do método de soldagem por corrente direta, estando a amostra a 7°C, apresentou a  $\gamma'_2$  (W) na interface dos grãos das fases constituintes do material em menor quantidade. Ela apresentou uma quantidade significativa de pequenos precipitados de austenita secundária com dimensão em torno de 0,7 $\mu$ m, denominados de austenita intra-granular  $\gamma'_2$  (IGA = *intra-granular austenite*), dispersos na matriz da  $\gamma_2$  GBA, como se observa nas Figuras 30 (c) e 34 (a) [Wang, et. al., 2006].

A fração volumétrica da  $\gamma$  na zona de fusão resultante da soldagem por corrente direta da chapa a 7°C foi em torno 27%, maior do que os 19% da  $\gamma$  gerada pela soldagem por corrente direta pulsada a 25°C, como observado e medido através da Figura 34. A maior fração volumétrica de austenita para o mesmo aporte térmico foi resultado da maior condução de energia para nucleação da  $\gamma'_2$  (IGA), juntamente com um maior resfriamento, como pode ser visto na Figura 32, na linha de resfriamento após o pico térmico [Wang, et. al., 2006].

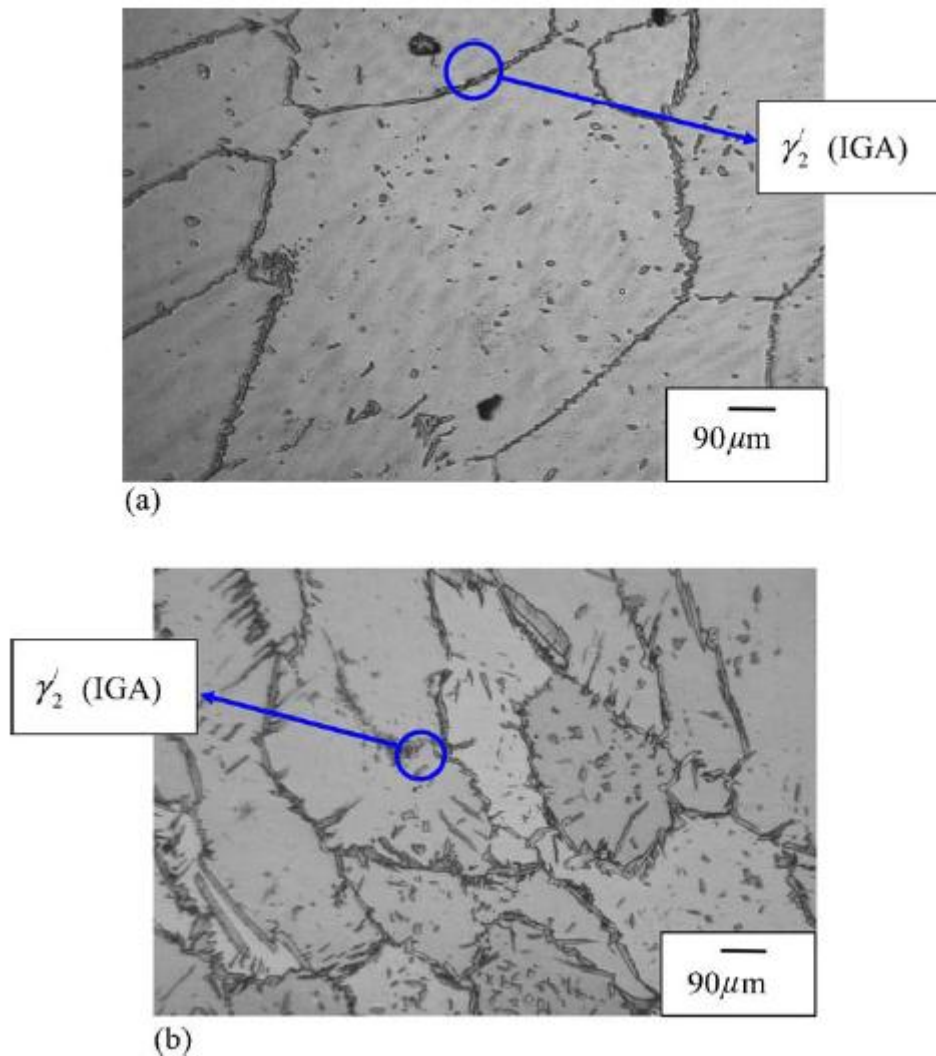


Figura 34 Microestrutura da zona de fusão com alta ampliação para condição de soldagem (a) corrente direta, chapa a 7°C e (b) corrente direta pulsada, chapa a 7°C [Wang, et. al., 2006].

A solidificação do metal de solda da zona de fusão para a amostra nº 04, sob as mesmas condições de aporte térmico das situações apresentadas anteriormente, do procedimento de soldagem por corrente direta pulsada da amostra a 7°C, obteve-se uma taxa de arrefecimento mais rápida e de aproximadamente 139°C/s, dentre as quatro condições de soldagem supracitadas. A microestrutura na zona de fusão consistiu em uma grande quantidade de  $\gamma'_2$  (W) se estendendo dos contornos de grão da austenita alotriomórfica com espessura em torno de 1,1 $\mu$ m, e muitos grãos maiores de  $\gamma_2$  (IGA), com dimensão média próxima a 1,6 $\mu$ m, dispersos na matriz com grãos refinados apresentando tamanho médio de 107  $\mu$ m (Tabela 15), como pode ser visto nas Figuras 30 (d) e 34 (b) [Wang, et. al., 2006].

A fração volumétrica de austenita ( $\gamma$ ) medida na zona de fusão foi de 37% para o corpo de prova soldado por corrente direta pulsada, estando a amostra a 7°C, que segundo Wang, et. al. (2006), está mais próxima aos 48% do metal de base. Tais valores corroboram com a distribuição mais uniforme da microdureza medida de metal de base a metal de base, passando pela zona de fusão, como indicado na Figura 33 (c). Todos os perfis de microdureza das amostras para as quatro condições de soldagem são apresentadas na Figura 33 (d). Com referência a Figura 32, a amostra (7°C) soldada por corrente direta pulsada tem uma alta taxa de resfriamento de 139°C/s, seguida por uma linha de arrefecimento mais baixa, logo após o pico de temperatura. Este fenômeno pode produzir uma junta soldada com propriedades mecânicas mais homogêneas. A distribuição uniforme da dureza, segundo os autores, foi o resultado da combinação de grãos refinados, em torno de 26 $\mu$ m, e da alta fração volumétrica de austenita ( $\gamma$ ), aproximadamente a 37%, sendo composta de  $\gamma'_2$  (W) e da  $\gamma'_2$  (IGA). Referindo-se, agora, a Figura 31 (b) foi possível concluir que as formações dos grãos refinados e da  $\gamma'_2$  (W) foram resultados do efeito da corrente direta pulsada. Além disso, os grãos refinados e a nucleação da  $\gamma'_2$  (IGA), Figura 34 (b), foram causados pela rápida taxa de resfriamento de 139°C/s associada à alta energia de ativação. Estes fatores são decorrentes do maior diferencial de temperatura, que foi proveniente da queda acentuada da linha de arrefecimento, logo após o pico de temperatura na Figura 32.

### 1.3 Técnicas de Processamento Digital de Imagem (PDI)

O interesse pelos métodos de análise digital de imagem deriva de duas áreas principais de aplicação: melhoramento de informações pictóricas para interpretação humana, e processamento de informações para máquinas de percepção autônoma.

De 1964 até hoje, o campo de processamento de imagem tem crescido vigorosamente, sendo utilizado para resolver uma série de problemas. Embora muitas vezes não relacionados, esses problemas comumente requerem métodos capazes de ressaltar as informações pictóricas para posterior interpretação e análise, ou extração automática de informações. Na medicina, por exemplo, procedimentos computacionais realçam o contraste ou codificam o nível de intensidade em cores para facilitar a interpretação de raios-X e outras imagens da

área [Aach, et. al., 1999]. Procedimentos para melhoramento e restauração de imagens são utilizados para processar imagens degradadas de objetos irrecuperáveis ou resultados experimentais, cujos custos de uma nova efetuação seriam muito elevados [Nunes, et. al., 2002]. Na física e em campos relacionados, técnicas computacionais rotineiramente melhoram imagens de experimentos em áreas como plasma de alta energia e microscopia eletrônica. Da mesma forma, outras aplicações bem-sucedidas dos conceitos do processamento digital de imagens podem ser encontradas na Astronomia, Biologia, Medicina Nuclear, acusação e defesa judiciais, e em aplicações industriais [Tanasugarn, et. al., 1984].

### 1.3.1 Representação Digital de Imagens

O termo "imagem monocromática" ou simplesmente "imagem", refere-se a uma função bi-dimensional de intensidade de luz  $f(x,y)$ , onde  $x$  e  $y$  denotam coordenadas espaciais e o valor de  $f$  em qualquer ponto  $(x,y)$  é proporcional ao brilho (ou nível de cinza) da imagem naquele ponto. A Figura 35 ilustra a convenção de eixos geralmente utilizada para a descrição espacial das intensidades de brilho de uma imagem. Algumas vezes, visualizar a função de uma imagem em perspectiva com o terceiro eixo correspondendo ao brilho, é útil. Vista desta maneira, a imagem apareceria como uma série de picos em regiões onde existam mudanças nos níveis de brilho e regiões menos acidentadas ou planas, onde os níveis de brilho variassem pouco ou fossem constantes. Esta forma de representação é exemplificada pelas Figuras 36 (a) e 36 (c). Ao convencionar que as áreas mais brilhantes correspondem a valores proporcionalmente mais altos, a altura dos componentes no gráfico torna-se proporcional ao correspondente brilho na imagem [Gonzales e Woods, 1993; [Paciornik e Mauricio, 2004].

Assim,

$$f(x, y) \propto \text{INTENSIDADE DE LUZ}$$

onde a intensidade de luz (brilho) pode variar do branco máximo ao preto absoluto, dentro de uma escala de tons de cinza.

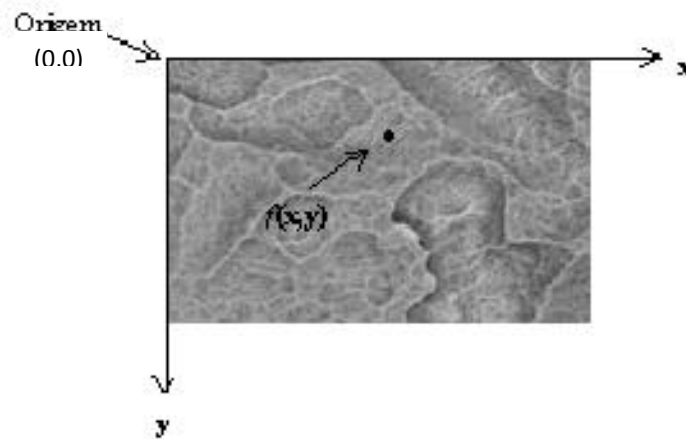


Figura. 35. - Convenção de eixos usada para representação da imagem digital.[Gonzales e Woods, 1993]

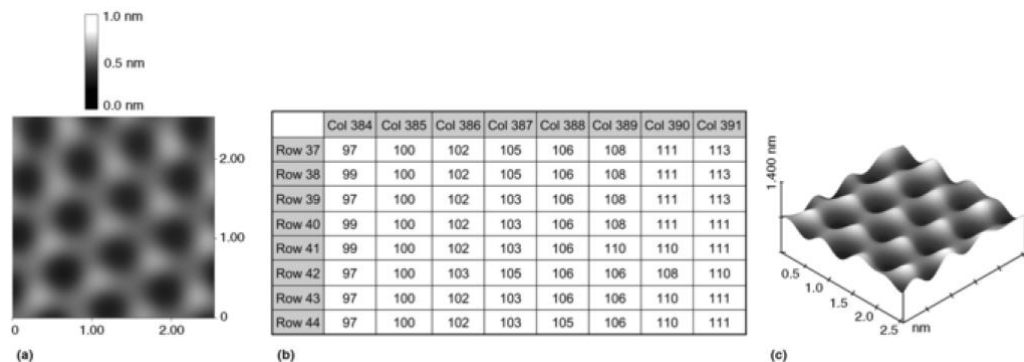


Figura. 36 – Representação de uma imagem. a) imagem em duas dimensões; b) imagem representada na forma de matriz; c) imagem em 3 dimensões. [Paciornik e Mauricio, 2004]

Uma "imagem digital" é uma função  $f(x,y)$  que utiliza uma variável discreta, tanto nas coordenadas espaciais como no brilho. Uma imagem digital pode ser considerada uma matriz cujas linhas e colunas identificam um ponto na imagem e o correspondente elemento da matriz identifica o nível de cinza naquele ponto (Fig. 36 (b)). Os elementos deste arranjo digital são chamados de elementos de imagem, elementos da figura, *pixels*, ou *pels*, sendo os dois últimos abreviações comumente usadas de *picture elements* [Paciornik e Mauricio, 2004].

A imagem digital é um mundo de “quadrinhos” (elementos da matriz), destes denominados *pixels*. Estes “quadrinhos” possuem coordenadas espaciais, ou seja, possuem um lugar certo no espaço, através da utilização de coordenadas geográficas / espaciais. A Figura 37 exemplifica o conceito de imagem digital [Paciornik, 2008].

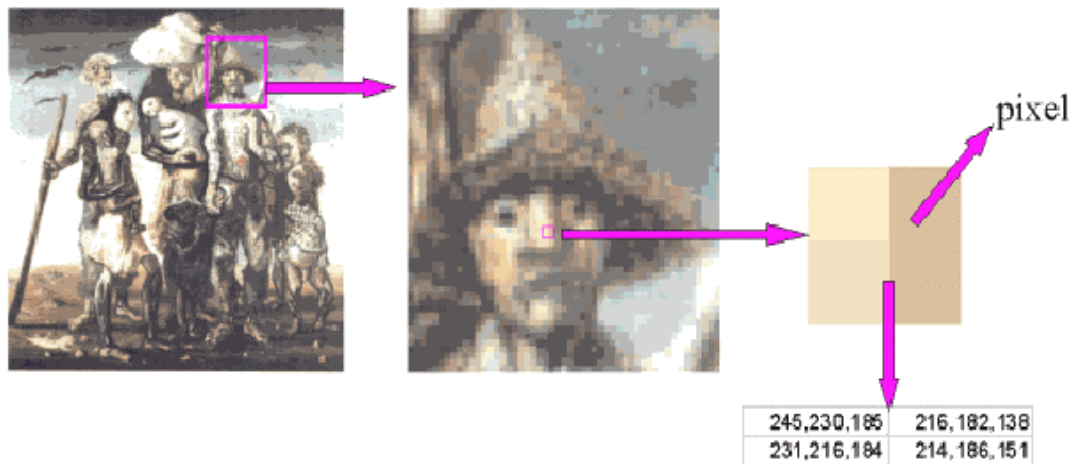


Figura. 37. Unidade (pixels) compondo uma imagem na forma digital. [Paciornik, 2008].

Neste caso, os pixels estão caracterizados por três valores, cada um equivalente às intensidades das três cores básicas (vermelho, verde e azul) formadoras da imagem. No caso de imagens em tons de cinza apenas um valor representa cada pixel, sendo este relativo à intensidade entre 0 (preto) e 255 (branco) [Paciornik, 2008].

Uma importante característica da imagem digital, que muito influencia no resultado final do processamento e da análise, é a sua qualidade. Esta é determinada pela combinação da resolução, quantidade de pontos que a imagem possui, e da quantização, quantidade de níveis de intensidade de tons de cinza, para o caso da imagem preta e branca, ou de tons de cada cor primária, caso da colorida [Paciornik, 2008].

### 1.3.2 Aplicação de Filtros

Os filtros são recursos utilizados em PDI para diversas aplicações, dentre as quais podemos destacar a suavização ou o realce das bordas dos objetos, a eliminação ou redução de ruído. A aplicação de um filtro consiste em gerar uma nova imagem, a partir da imagem original, em que os valores dos pixels dessa nova imagem são calculados considerando-se o valor do próprio pixel da imagem original e dos pixels em torno dele, formando uma matriz quadrada. Esta matriz deverá sempre ter números ímpares de linhas e colunas. O cálculo do novo pixel é feito através de uma média ponderada das intensidades dos pixels que formam a matriz na imagem original, cujos pesos utilizados são representados numa matriz de

mesmo tamanho, denominada Kernel. Dois exemplos de aplicação de filtros são exemplificados na Figura 38.

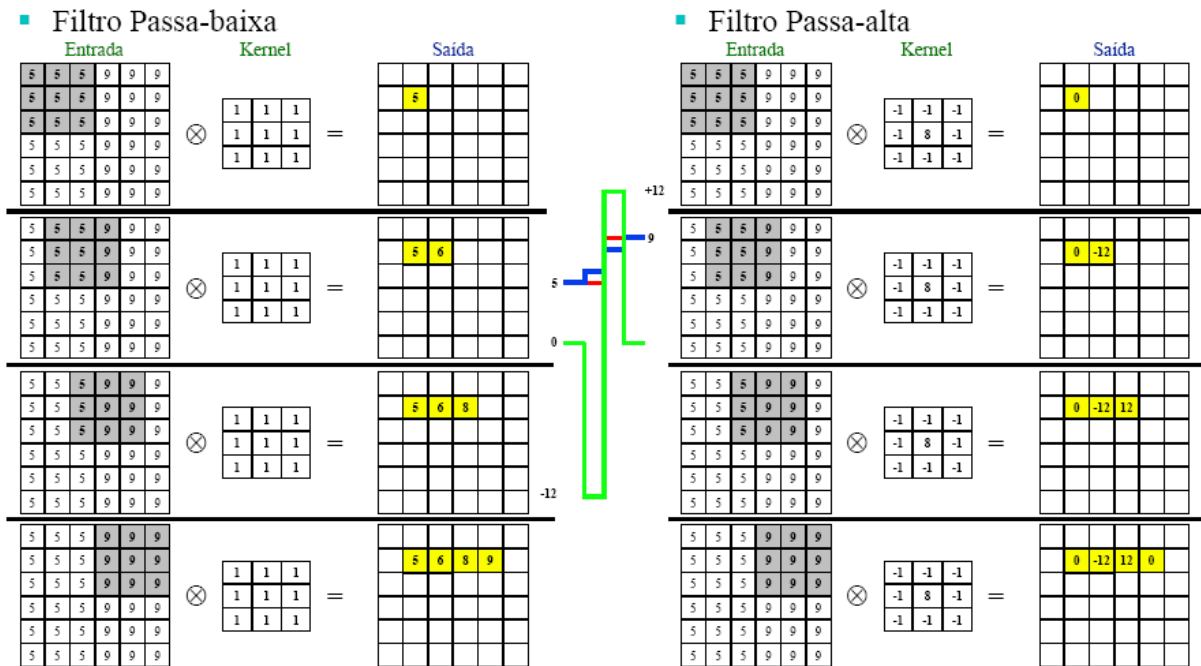


Figura 38 – Esquema de aplicação de filtros. [Paciornik, 2008].

### 1.3.3 Principais Etapas da Análise Digital de Imagens

A Análise e o Processamento Digital da Imagem é uma ferramenta inovadora, de uso ainda recente, em crescente expansão nas áreas que se utilizam da interpretação de imagens como ferramenta de trabalho. Este método pode ser utilizado como uma técnica de caracterização de materiais, permitindo a extração de informações e atributos da imagem, como informações quantitativas e realização de medidas automáticas ou semi-automáticas.

As suas principais vantagens estão na possibilidade de com seu auxílio realizar medidas que seriam impossíveis de serem obtidas manualmente, devido à limitação e até imprecisão do operador, na maior velocidade de obtenção de medidas e na obtenção de medidas mais exatas [Gonzales e Woods, 1993].

O processamento da imagem baseia-se na utilização de operações matemáticas para alterar os valores dos pixels. O seu objetivo é melhorar a qualidade da imagem, a fim de que o observador possa "ver melhor" e também

preparar a imagem para ser analisada pelo próprio computador (análise de imagens), permitindo a obtenção de atributos da mesma [Gonzales e Woods, 1993].

Um dos maiores desafios na análise e processamento digital da imagem é passar para o computador a incrível capacidade do conjunto olho/cérebro humano de identificar objetos e diferenciá-los. A visão humana é mais qualitativa e comparativa do que quantitativa, diferentemente do computador [Gonzales e Woods, 1993].

#### 1.3.4 Aquisição da imagem

A digitalização é o primeiro passo do processamento digital de imagens. Um sinal analógico que representa a imagem passa pelo conversor analógico/digital, criando um arquivo digital, que é então armazenado no computador. A digitalização é um passo fundamental porque ela irá definir a qualidade da imagem digital, o que traz conseqüências em todo processo de análise e processamento [Paciornik, 2008].

#### 1.3.5 Pré-processamento

O pré-processamento é o primeiro passo após a digitalização, sendo utilizado para corrigir defeitos da imagem, normalmente criados em sua aquisição. Ele pode ser utilizado para fins qualitativos se a saída da imagem destinar-se apenas para avaliação pelo usuário. Nesse caso, a seqüência do processamento de imagens termina por aqui. No entanto, o pré-processamento se torna mais complexo se for utilizado como uma preparação para o passo da segmentação, que é utilizada para a obtenção de informações quantitativas [Paciornik, 2008].

##### 1.3.5.1 Histograma de níveis de cinza

O pré-processamento é baseado na manipulação matemática das intensidades dos *pixels*. O histograma da imagem é um dos melhores modos de se representar a distribuição destas intensidades. Ele é um gráfico que lista no eixo horizontal todos os níveis de cinza que são utilizados na imagem, e no eixo vertical o número de *pixels* pertencente a cada nível. As imagens normalmente consistem de



256 níveis de cinza, variando o eixo horizontal do histograma entre 0 e 255. O eixo vertical varia numa escala dependente do número de *pixels* da imagem e da distribuição dos valores de nível de cinza. A partir desse conhecimento, modificações podem ser feitas no histograma a fim de alterar características das imagens. [Gonzales e Woods, 1993]

A Figura 39 apresenta uma imagem e seu respectivo histograma de distribuição de tons de cinza.

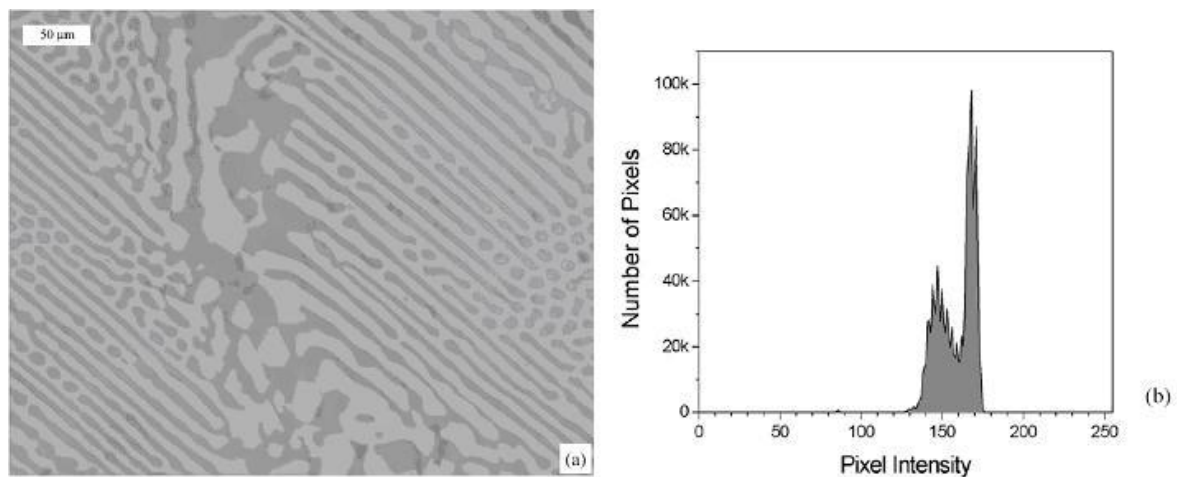


Figura. 39 – Uma imagem e seu histograma. (a) Micrografia óptica. (b) Histograma de intensidade. Tradução nossa: *Number of Pixels* = Número de Pixels; *Pixel Intensity* = Intensidade do Pixel. Note a distribuição do gráfico, indicando baixo contraste da imagem. [Paciornik e Maurício, 2004]

O histograma mostra que essa imagem em particular não apresenta *pixels* cujas intensidades se encontram próximas do 0 e do 255. Em outras palavras, o contraste da imagem não está maximizado. Este é um problema muito comum em imagens digitalizadas vindas diretamente de um microscópio eletrônico de varredura. Já a Figura 40 mostra a imagem após uma modificação em seu histograma com o intuito de aumentar seu contraste. Percebe-se que o histograma está agora mais espalhado pela faixa de intensidades. As alterações nos histogramas de imagens são operações matemáticas realizadas para a alteração dos valores dos pixels (suas intensidades) na imagem original [Paciornik e Mauricio, 2004].

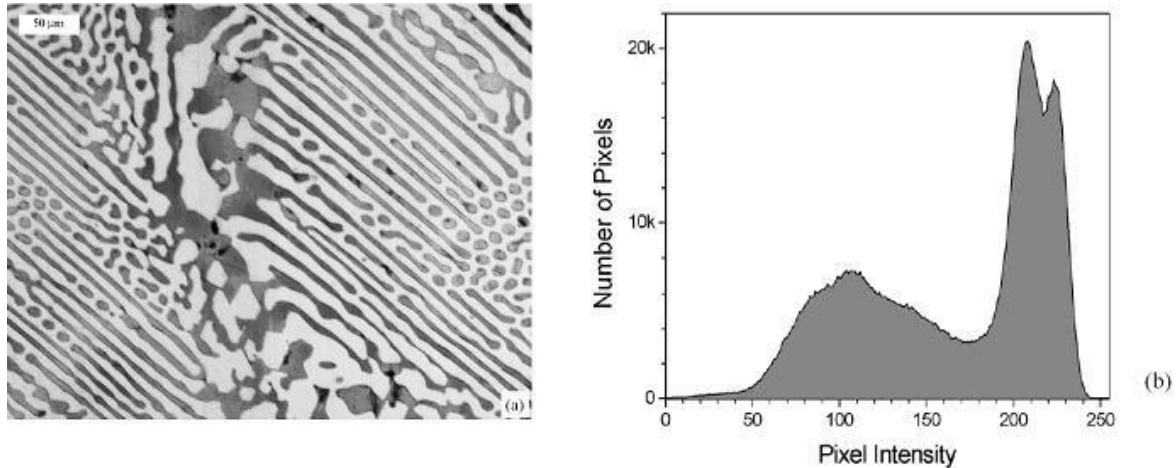


Figura. 40 – Aquisição com contraste realçado. (a) A mesma amostra da Figura 39 capturada com maior contraste. (b) A distribuição de intensidades foi mais “espalhada” no histograma, ocupando uma faixa maior de intensidades. Tradução nossa: *Number of Pixels* = Número de Pixels; *Pixel Intensity* = Intensidade do Pixel. [Paciornik e Maurício, 2004]

O histograma também é de extrema importância no passo da segmentação, onde regiões similares são identificadas e diferenciadas do plano de fundo através da intensidade de seus *pixels* [Neves e Pelaes, 2001]. Esse passo será detalhado mais adiante.

#### 1.3.5.2 Redução de ruído

O ruído é uma variação aleatória ou não dos *pixels* da imagem causada no processo de aquisição, digitalização e transmissão. Os *pixels* por ele afetados apresentam-se muito diferentes de seus *pixels* vizinhos. O ruído aleatório não pode ser eliminado por completo, mas pode ser reduzido por um processo chamado *smoothing* (suavização). O modo de se conseguir essa redução está em analisar alguns *pixels* vizinhos de cada *pixel* da imagem e ver se a diferença entre o valor do nível de cinza deste e de seus vizinhos é significativa. Frequentemente, *smoothing* por média é aplicado, que é um tipo de filtro “Passa Baixa” (*Low Pass*). Neste, cada *pixel* é substituído pela média das intensidades dos *pixels* de sua vizinhança [Paciornik e Mauricio, 2004].

Outra maneira eficaz de reduzir o ruído é pelo “filtro mediana” (Figura 41). Para cada vizinhança, esse filtro classifica a intensidade dos *pixels* em ordem crescente de intensidade e escolhe como saída o valor mediano – aquele que está no centro da seqüência – que é então colocado no lugar do *pixel* central. Numa

vizinhança 3x3, por exemplo, o valor médio é o quinto na seqüência em ordem crescente. Em um caso de 5x5, o médio é o décimo terceiro na seqüência, e assim por diante [NCSA, 2011].

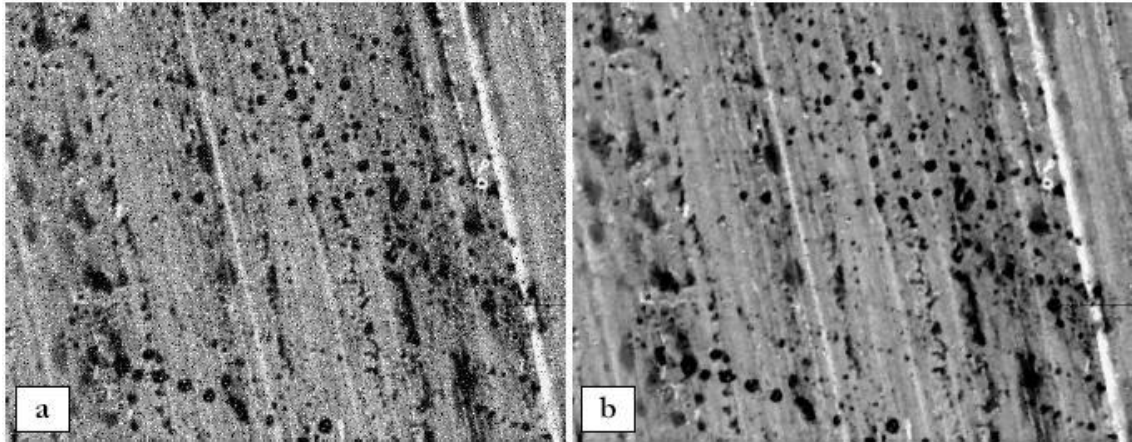


Figura 41 - (a) Imagem com 20% de ruído; (b) A mesma imagem após a aplicação do *filtro mediana*. [NCSA, 2011]

A operação algébrica de adição também pode ser utilizada para a redução do ruído. Este processo consiste em adicionar imagens estáticas de uma mesma região com ruído aleatório. Por ser aleatório, a contribuição do ruído não se soma, levando a um aumento na razão sinal/ruído (*signal to noise* – SNR) [Paciornik e Mauricio, 2004].

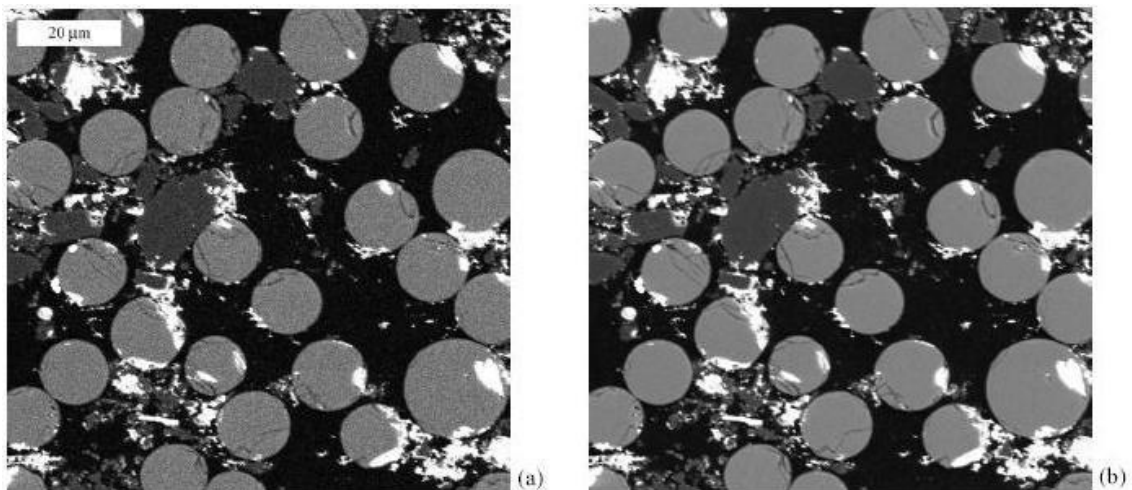


Figura 42 - O uso da adição para melhorar a razão sinal/ruído. (a) Imagem de material compósito obtida no MEV (b) O efeito da adição de 16 imagens diferentes na mesma posição. Fonte: Paciornik e Mauricio, 2004]

#### 1.3.5.3 Pseudo Coloração (*Lookup Table*)

A pseudo coloração consiste na aplicação de uma tabela de cores falsas, para determinação do valor do pixel de saída. Nesta tabela, cada valor de entrada corresponde a um novo valor de saída, de acordo com tabela utilizada. Desta forma um específico nível de cinza é convertido em uma cor determinada pelo analista. Em alguns casos, a pseudo coloração é muito útil para o realce de certas características que podem não ser evidentes com a utilização da escala de cinza, como, por exemplo, a existência de uma iluminação irregular. Tendo em vista que o olho humano pode somente diferenciar de 20 a 30 tons de cinza, mas é capaz de diferenciar centenas de cores, uma imagem composta por numerosos tons de cinza pode ser melhor apresentada com a utilização deste artifício [Paciornik e Mauricio, 2004; Gonzales e Woods, 1993].

#### 1.3.5.4 Correção de Iluminação Irregular

Evidentemente, o melhor procedimento para solucionar o problema da iluminação irregular é a correção na etapa de aquisição da imagem no microscópio. No entanto, existem situações em que isto não pode ser feito, ou mesmo sendo possível, não representa uma solução viável. Em casos como estes, operações algébricas de subtração são utilizadas para compensar o problema. O processo funciona da seguinte forma:

Obtem-se uma imagem do fundo irregular da imagem original, e subtrai-se da mesma, gerando uma imagem corrigida [Paciornik, 2008].

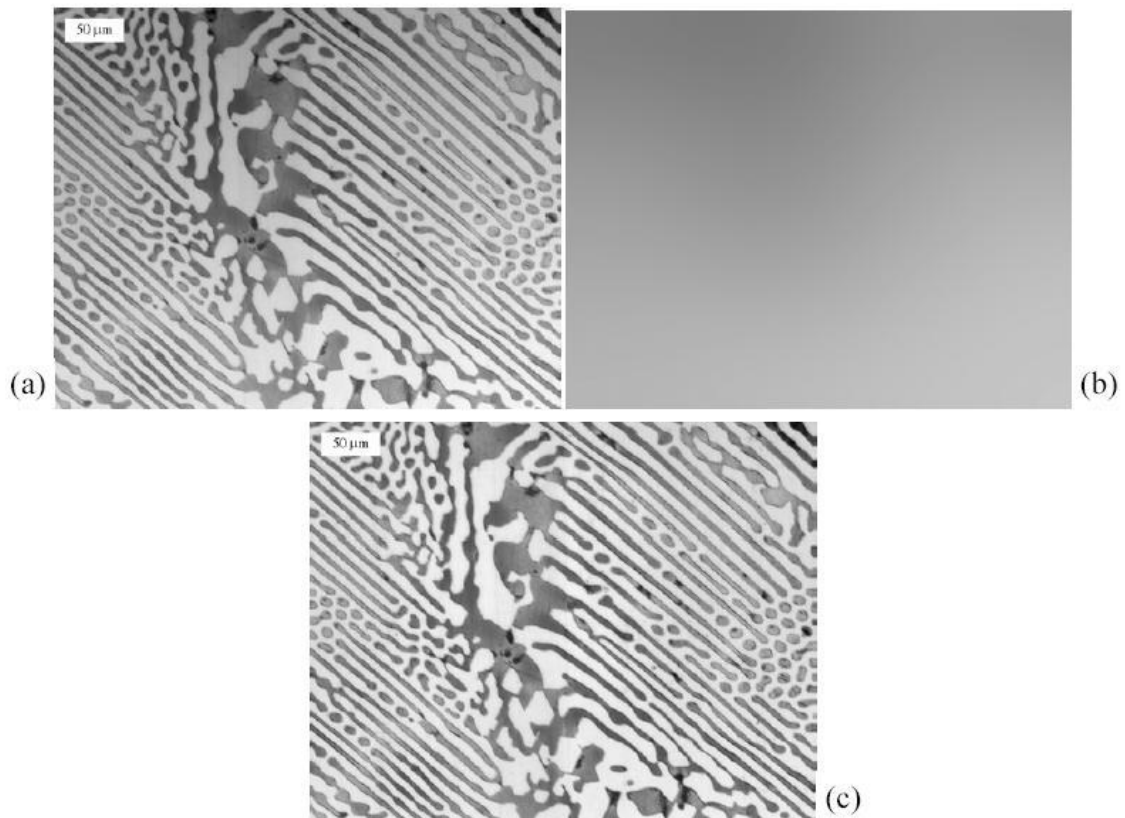


Figura 43 - Subtração (a) Imagem com iluminação irregular (b) Fundo estimado (c) Imagem com fundo subtraído. [Paciornik e Maurício, 2004]

### 1.3.6 Segmentação da imagem

“Segmentação” é o termo técnico usado para a distinção de objetos numa imagem. Ela é provavelmente a etapa que possui maior complexidade, porque tenta representar computacionalmente um processo cognitivo que é inerente ao sistema olho/cérebro humano. Ao se olhar para uma imagem, vários “*inputs*” diferentes são utilizados para a distinção entre os objetos: brilho, contornos, formas específicas ou texturas. O cérebro processa essa informação em paralelo em alta velocidade, utilizando experiências anteriores. Computadores, por outro lado, não possuem o mesmo poder de associação. O reconhecimento de uma imagem é feito através da classificação de cada *pixel* de uma imagem como pertencente ou não ao mesmo objeto [Neves e Pelaes, 2001; Paciornik e Maurício, 2004; Gonzales e Woods, 1993].

Como exemplo, a Figura 44 mostra uma imagem simples composta por objetos brilhantes num fundo preto.

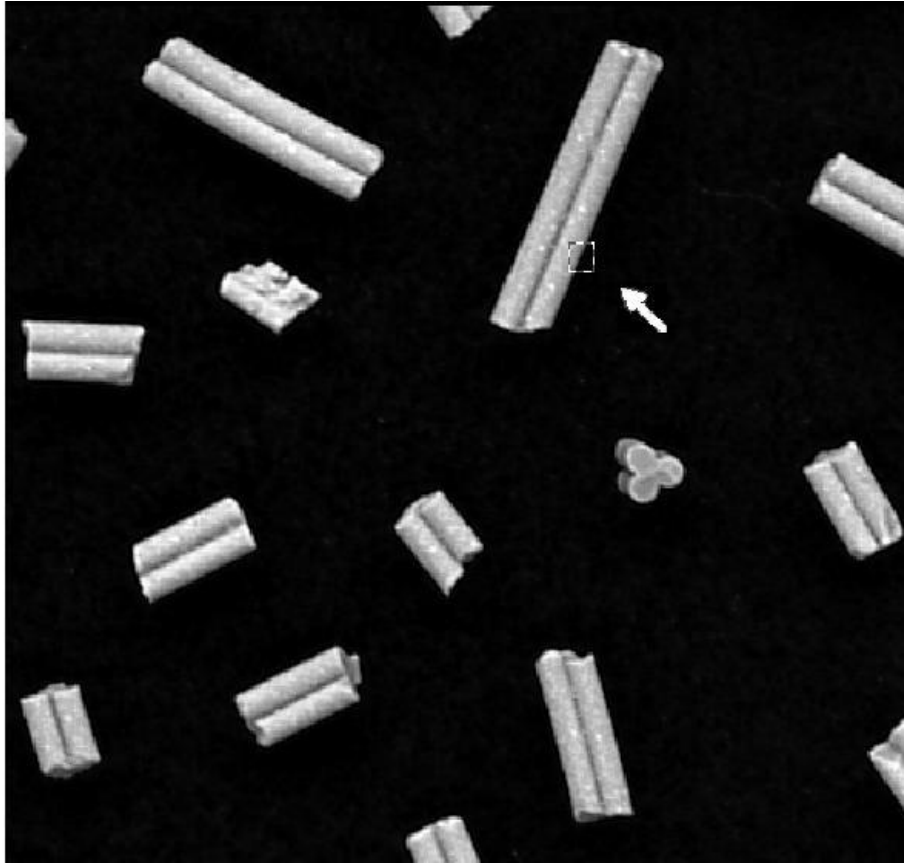


Figura 44 - Imagem composta por objetos brilhantes num fundo preto. As intensidades dos *pixels* da região quadrada indicada com a seta são mostradas na planilha da Figura 45 [Paciornik e Maurício, 2004].

Os olhos e o cérebro não apresentam dificuldade alguma em distinguir o que é objeto e o que é fundo – pode-se facilmente identificar todos os objetos e contá-los. Para o computador, porém, o conceito de objeto não existe *a priori*. Tudo que ele conhece são *pixels* com uma coordenada no espaço e uma intensidade. A “visão” do computador é de alguma forma imitada na Figura 45, onde parte da imagem é mostrada como uma planilha. Com esta representação, fica difícil distinguir objetos visualmente. A identificação é feita pela medição de alguns parâmetros, que são distinguidos entre as várias classes de *pixels*. [Paciornik e Maurício, 2004].

192	186	179	170	170	166	159	146	116	69	6	0	4	2
206	200	187	168	166	160	149	131	97	41	0	9	2	0
220	214	200	181	161	150	135	114	71	15	0	6	1	0
209	202	179	158	155	146	131	103	57	0	5	4	1	0
198	184	165	152	148	145	129	84	26	0	7	3	1	0
179	169	159	156	148	134	120	61	4	9	5	3	1	0
189	166	155	158	146	125	94	32	0	5	4	2	0	0
186	172	164	152	145	115	67	14	0	3	3	1	0	0
186	176	162	142	131	97	35	0	9	3	2	1	0	0
175	171	161	142	119	71	9	0	6	3	2	2	2	2
175	166	157	141	104	58	0	10	3	2	1	1	1	1
178	164	149	135	91	34	0	5	0	0	0	0	1	1
164	157	137	115	65	13	9	4	2	0	0	0	0	0
158	149	127	91	34	1	5	3	2	0	0	0	0	0
152	141	111	69	6	0	3	3	2	0	0	0	0	0
154	140	101	44	0	5	2	1	1	1	1	1	1	1

Figura 45 - As intensidades dos *pixels* da área selecionada na região quadrada da imagem da Figura 44 estão apresentadas como uma matriz. [Paciornik e Maurício, 2004]

Um dos métodos mais utilizados para a segmentação de imagens é o *thresholding* (segmentação por limiarização). Após o *thresholding*, uma imagem binária é formada, onde todos os *pixels* do objeto têm um nível de cinza, e os *pixels* de fundo, outro [Paciornik e Maurício, 2004].

Na Figura 44 o *pixel* será considerado parte de um objeto se ele tiver brilho suficiente para tal. A segmentação então seguirá a escolha de um determinado nível *threshold* “T” e aplicará a seguinte e simples regra de decisão [Paciornik e Maurício, 2004] :

Se  $I(x,y) \geq T$ , então o *pixel* em (x,y) pertence à classe “objeto”

Se  $I(x,y) < T$ , então o *pixel* em (x,y) pertence à classe “fundo”

onde  $I(x,y)$  é a intensidade do pixel na posição (x,y) da imagem.

O ponto principal é evidentemente a escolha para o valor de “T”. A Figura 46 mostra uma escolha baseada na análise do histograma e no resultado dos *pixels* selecionados. Na imagem binária da Figura 46 (b), os *pixels* dos objetos

selecionados estão em branco, enquanto que os do fundo estão em preto [Paciornik e Mauricio, 2004].

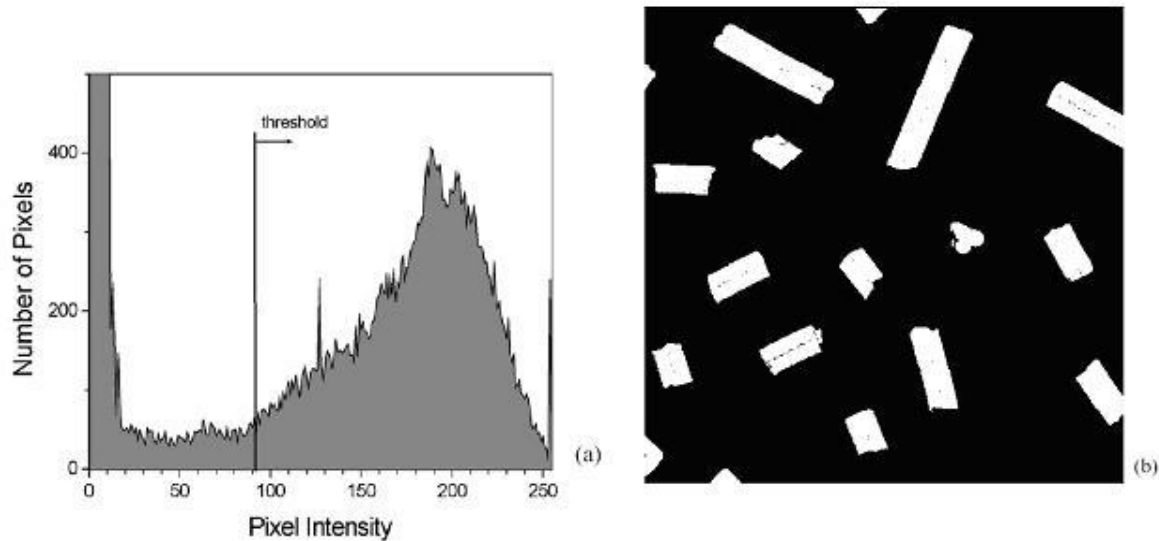


Figura 46 - Seleção e aplicação do *threshold* (a) O histograma da imagem da Figura 44 com o nível de *threshold* (T) selecionado. Tradução nossa: “*Number of pixels*” = número de pixels; “*Pixel intensity*” = intensidade do pixel. (b) A segmentação obtida com o nível de *threshold* selecionado na Figura (a). [Paciornik e Maurício, 2004]

### 1.3.7 Pós-processamento

Esse passo envolve a correção dos defeitos da segmentação, visto que muitas das vezes o resultado desta não é adequado [Paciornik, 2008].

Para a correção dos defeitos residuais utilizam-se as técnicas de morfologia matemática. Tais operações são semelhantes às operações locais, nas quais um *pixel* da imagem de saída é função do valor dos *pixels* numa vizinhança da imagem de entrada. Em imagens binárias, um *pixel* será preservado, eliminado ou invertido em função de ter certo número de vizinhos iguais ou diferentes [Paciornik, 2008].

### 1.3.8 Medições

Uma vez que a imagem tenha passado pelo pré-processamento, segmentação e pós-processamento, as regiões da imagem binária podem ser utilizadas para a medição de diferentes parâmetros dos objetos [Paciornik, 2008].

Existe uma diferença básica entre medidas de campo e medidas de região. As medidas de campo se referem ao campo como um todo. Parâmetros como



número de objetos, área total destes, perímetro total, fração de área, etc, comumente utilizados na análise metalográfica, são medidas de campo. Medidas de região se referem a cada objeto da imagem independentemente. Parâmetros como área do objeto, perímetro, posição, forma, etc., são medidas de região. Evidentemente, todos os fatores de campo podem ser derivados de fatores de região, mas a maioria dos programas utiliza essa separação para facilitar as medições básicas [Paciornik, 2008].

Como na metalografia tradicional, o operador tem que escolher uma estratégia para coletar uma seqüência de campos de uma amostra, e decidir como lidar com as suas bordas. A maioria dos programas possui opções para eliminar objetos que tocam todas ou algumas bordas da imagem, decisão que deve ser tomada em função da análise que se deseja realizar [Paciornik, 2008].

Outro importante fator a ser considerado durante a medição de objetos é a conectividade ou vizinhança. Existem dois tipos de conectividade que podem ser aplicadas durante as etapas de medição, conectividade 4 ou 8. A diferença entre estas pode ser explicada de um modo comparativo, conforme imagens da Figura 47. Na conectividade 4, uma região é considerada um único objeto se for possível caminhar por todos os pixels desta região andando apenas na vertical e na horizontal. Na conectividade 8, uma região é considerada um objeto se for possível caminhar por todos os pixels desta região caminhando na vertical, horizontal e diagonal. Para este exemplo (Figura 47), a conectividade 4 considera as regiões como dois objetos. Já na conectividade 8, as regiões são consideradas um objeto único [Paciornik, 2008].

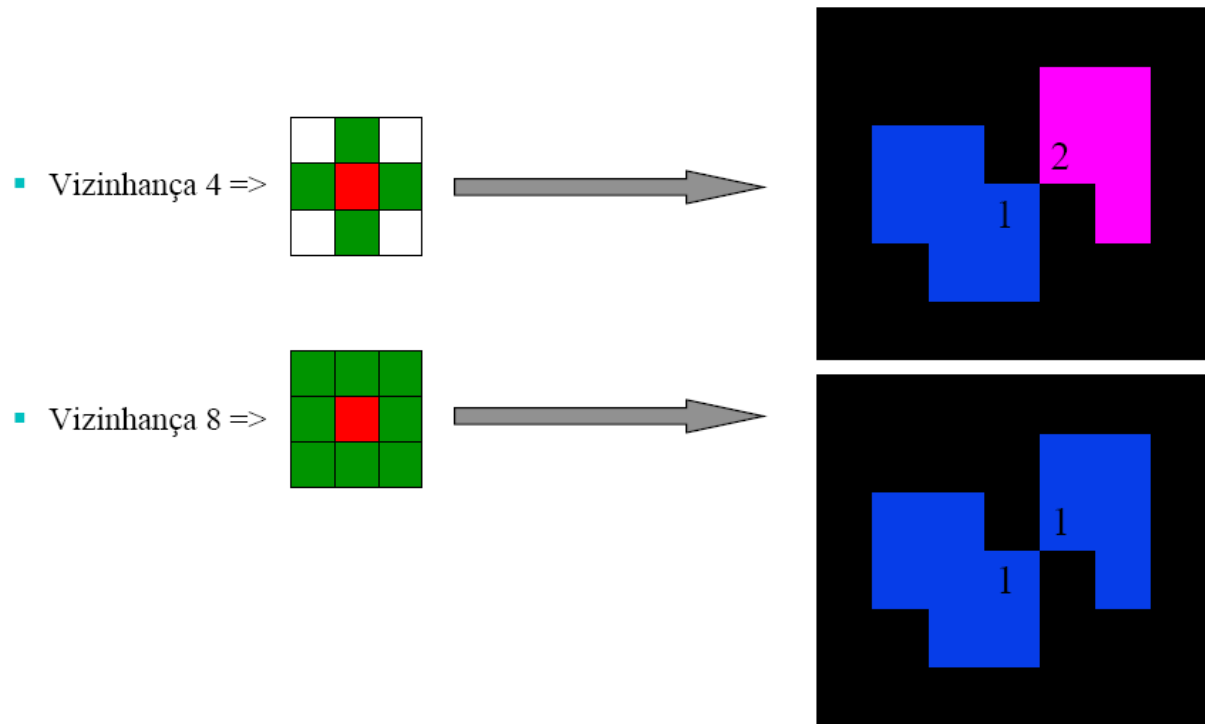


Figura 47 – Diferença entre conectividade (ou vizinhança) 4 e 8. [Paciornik, 2008].

### 1.3.9 PDI para caracterização microestrutural

A Figura 48 (a) apresenta a microestrutura do aço UNS S32760, obtida por microscopia óptica com aumento de 100x por Nunes, et. al. (2010). O material estudado apresentou duas fases, austenita e ferrita, caracterizadas como regiões claras e escuras, respectivamente. Esta imagem foi obtida e utilizada para exemplificar a aplicação da técnica de PDI para a quantificação das fases ferrita e austenita através da análise de diversas imagens do material analisado utilizando o programa ImLab [Nunes, et. al., 2010].

A primeira etapa do PDI consistiu na conversão das imagens para tons de cinza objetivando permitir o processamento através do ImLab, já que as imagens coloridas possuem três canais, um para cada cor, e as em tons de cinza apenas um. Segundo os autores, a conversão não causou nenhum prejuízo ao processo, uma vez que a diferença entre a fase clara e a escura continuou nítida, como se pode notar na Figura 48 (b) [Nunes, et. al., 2010].

A Figura 48 (c) apresenta o histograma da Figura 48 (b). No eixo “x” estão os tons de cinza, que vão de 0 (mais escuro) a 255 (mais claro); e no eixo “y”, a quantidade de pixels correspondente a cada tom de cinza. O histograma obtido foi

do tipo bi-modal, com dois picos, um associado aos pixels de cor cinza escuro (ferrita) e outro que representava os pixels de tons mais claros (austenita) [Nunes, et. al., 2010].

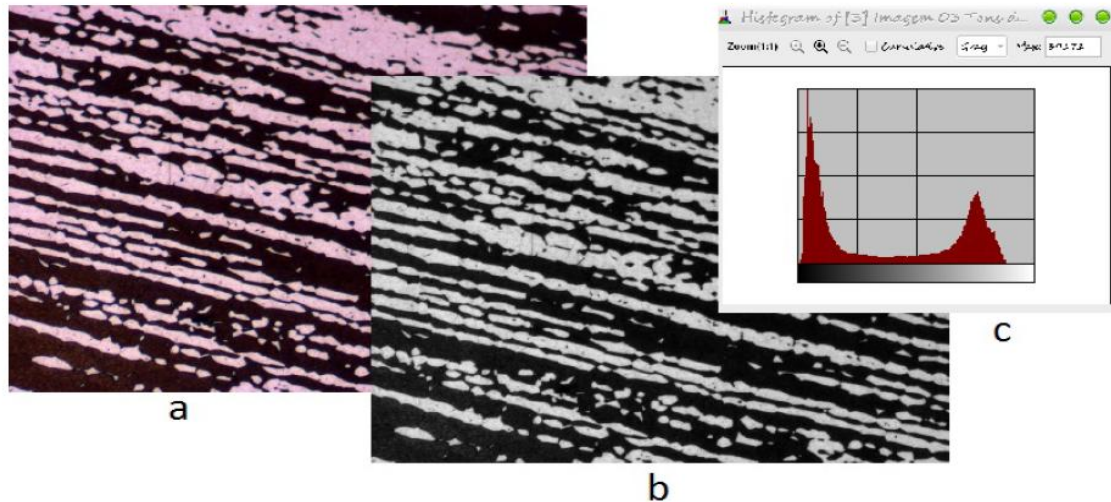


Figura 48 - a) Microestrutura do aço UNS S32760, ataque Behara, 100x b) Imagem da Figura 48 (a) após conversão para tons de cinza c) Histograma da Figura 48 (b). [Nunes, et. al., 2010].

Posteriormente, foi investigado a existência de erros de iluminação. Esses erros necessitaram de total atenção, pois, segundo os autores, numa imagem em tons de cinza, se o cinza com tonalidade mais escura da ferrita estivesse tão claro quanto os da austenita, as fases se confundiriam e o processamento perderia sua exatidão. A Figura 49 (a) apresenta o resultado obtido após a aplicação da ferramenta *Pseudo Colors Hues do Imlab*, onde a matriz ferrítica foi representada por tons predominantemente avermelhados, enquanto no canto inferior esquerdo apareceram tons de amarelo nesta mesma fase, logo a imagem apresentava um erro de iluminação [Nunes, et. al., 2010].

Para corrigir tal erro, um fundo “borrado” da imagem foi gerado e subtraído da imagem original. Para isto, usou-se cinco vezes o filtro passa baixa *circular mean*, com *kernel 45*, que borrou a imagem até se obter um fundo (*background*) só com o erro de iluminação. Logo após, subtraiu-se da imagem em tons de cinza (imagem b da Figura 48) este fundo, e obteve-se uma imagem mais homogênea e sem erro de iluminação ( Figura 49 (b)) [Nunes, et. al., 2010].

Após o pré-processamento, realizou-se a segmentação através do comando *Threshold* pelo método automático de *Otsu*; que minimiza a variância entre os picos

do histograma e gera imagens binárias, formadas por pontos brancos, que agrupados passam a ser considerados pelo computador como objetos. A ferrita tornou-se o fundo preto e a austenita, as regiões brancas, isto é, objetos. A Figura 49 (c) apresenta o resultado obtido por Nunes, et. al. (2010) para a segmentação da imagem da Figura 49 (b).

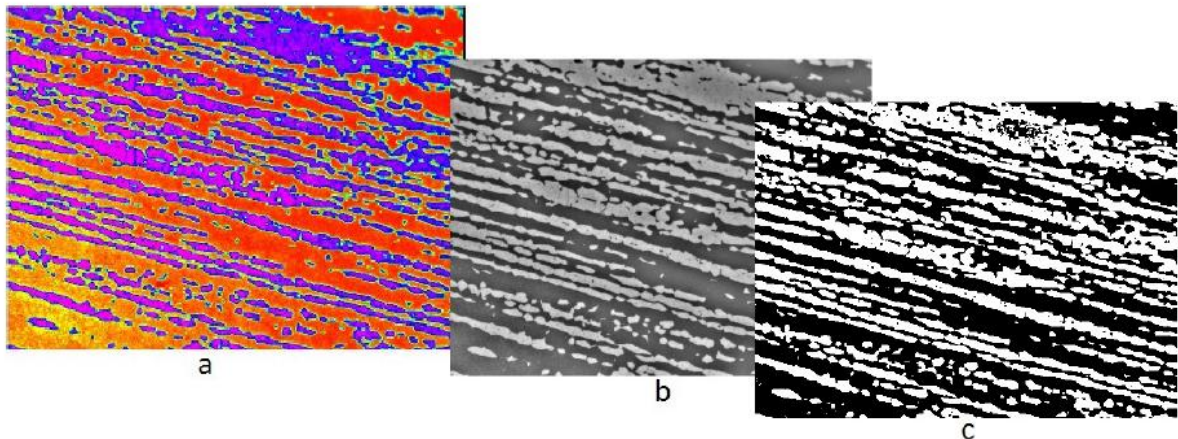


Figura 49 - a) Imagem da Figura 48 (b) após aplicação de *Pseudo Colors*. b) Imagem da Figura 48 (b) após correção de iluminação. c) Imagem da Figura 49 (b) após segmentação. [Nunes, et. al., 2010]

Com as imagens já segmentadas foi realizada a quantificação das fases. Pelo comando *Find Region*, foi feita a contagem das regiões brancas de cada imagem processada, usando conectividade 4 e incluindo os objetos que tocavam a borda da imagem. Finalmente, através do comando *Measure Regions*, foram mensuradas as áreas, em pixels quadrados, de cada objeto dentro de cada imagem. Estas áreas (dos objetos) foram somadas e puderam ser comparadas com a área total da imagem, o que gerou um percentual de regiões brancas calculadas para cada uma das imagens processadas [Nunes, et. al., 2010].

O procedimento foi realizado da mesma forma nas 35 imagens obtidas pelos autores e gerou uma média percentual de 44,6% de regiões brancas nas imagens; o que analogamente, foi entendido como o percentual de austenita no material. Os 55,4% dos pixels restantes formavam o fundo preto da imagem e representam quantitativamente a matriz ferrítica da amostra do aço inoxidável superduplex UNS S32760 [Nunes, et. al., 2010].

Pesquisadores investigaram, em estudo publicado em 2010, possíveis modificações causadas por tratamentos térmicos na microestrutura de uma liga à base de níquel-cromo através da técnica de processamento digital de imagem. As

imagens das Figuras 50 (a) e 50 (b) exemplificam os aspectos microestruturais obtidos e que foram analisados para dois grupos distintos de amostras: F e TT (material fundido sem tratamento térmico e material fundido e tratado termicamente, respectivamente) [Pimenta, et. al., 2010].

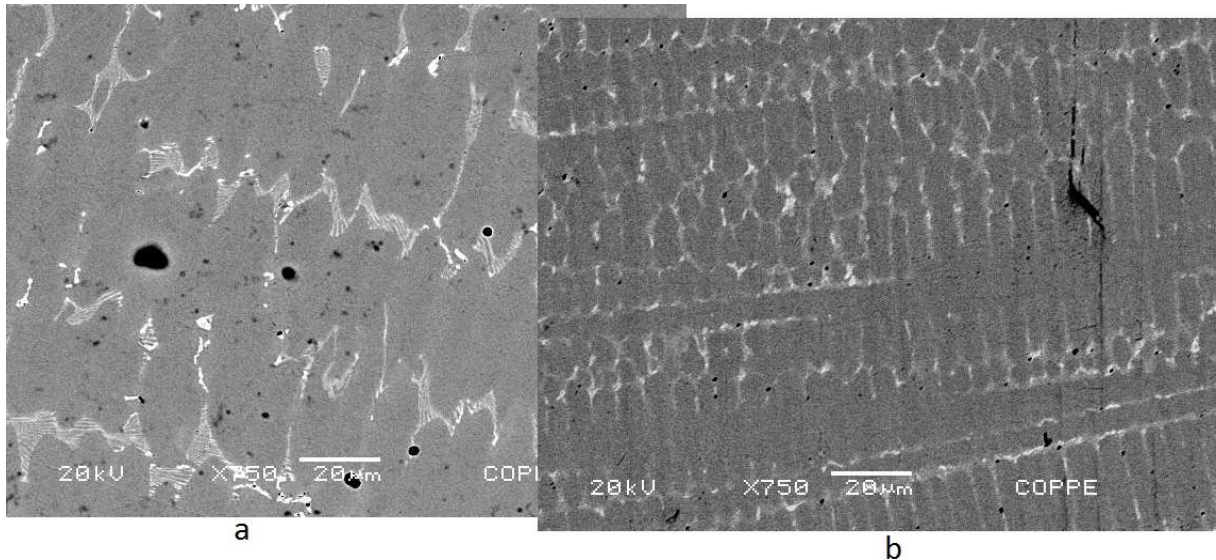


Figura 50 - Aspecto microestrutural da liga à base de níquel-cromo utilizada para fabricação de dispositivos odontológicos, com aumento de 100x, Microscópio eletrônico de varredura (MEV), modo electrons retroespalhados (Backscattered secondary electrons – BSE), a) Grupo F e b) Grupo TT. [Pimenta, et. al., 2010]

Todas as imagens apresentaram uma estrutura dendrítica (tipicamente obtida em peças fundidas) para fase cinza, uma segunda fase branca interdendrítica, e inclusões (regiões) pretas, além da presença de porosidades. Uma observação qualitativa não permitiu apontar diferenças entre aspectos microestruturais dos Grupos F e TT, fato que, segundo os autores, sugeria não ter ocorrido modificações microestruturais durante o tratamento térmico [Pimenta, et .al., 2010].

A Figura 51 apresenta uma imagem da microestrutura obtida por Pimenta et. al. (2010) sobre a qual foram realizadas as etapas de processamento digital dentro do programa ImLab, com os resultados obtidos em cada etapa, e que exemplificam as decisões e os procedimentos adotados para todas as imagens obtidas para os Grupos F e TT (total de 30 imagens para cada grupo) [Pimenta, et .al., 2010].

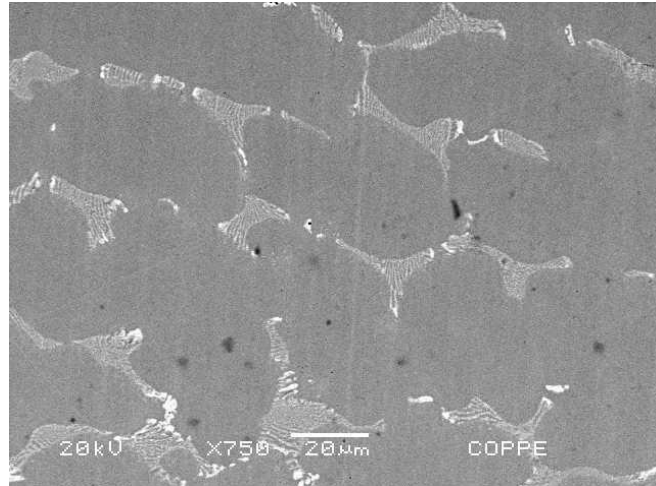


Figura 51 – Imagem exemplo para uso do ImLab no processamento digital. [Pimenta, et .al., 2010].

A etapa de pré-processamento consistiu em operações na seguinte ordem: conversão da imagem para tons de cinza; eliminação da parte inferior da imagem (região que continha informações sobre a operação do MEV); verificação de erros de iluminação; aplicação de um filtro “passa baixa”, para permitir separação de tons [Pimenta, et .al., 2010].

Tal como o realizado por Nunes e colaboradores (2010), a primeira etapa do tratamento digital de imagem, referente ao pré-processamento, foi converter o sistema de cores primárias RGB (*Red, Green, Blue*), utilizado por microscópios em geral, para escalas de cinza, visando facilitar o processo posterior de tratamento digital de imagem. Esta etapa não alterou a imagem, uma vez que os três canais do sistema RGB sempre possuíam a mesma intensidade, portanto, a imagem só possuía tons de cinza. Este resultado já era esperado, uma vez que, as imagens obtidas em MEV, são imagens em tons de cinza [Pimenta, et .al., 2010].

A segunda etapa do pré-processamento consistiu em remover da imagem as informações sobre a operação do microscópio contidas na parte inferior. Esta remoção foi realizada com a operação *Crop*. A Figura 52 ilustra a imagem após o comando *Crop* [Pimenta, et .al., 2010].

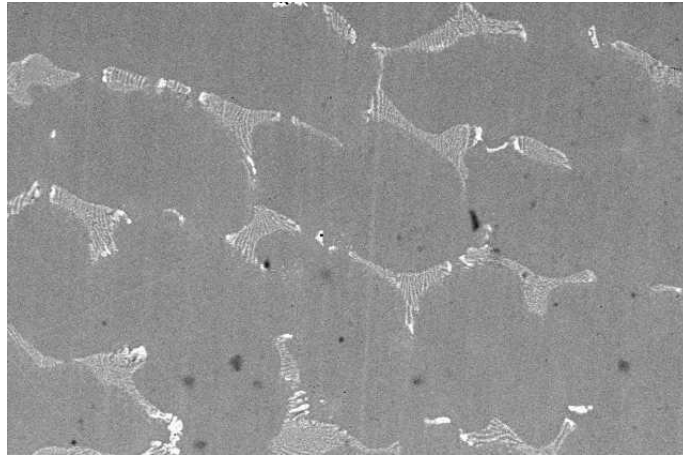


Figura 52 – Imagem da Figura 51 após o comando *Crop* do ImLab. [Pimenta, et. al., 2010].

Possíveis erros de iluminação, gerados na obtenção da imagem, foram verificados através da função *Pseudo Colors*. Não foram encontrados indícios de iluminação irregular nas imagens processadas. A Figura 53 apresenta o resultado da imagem 52 após aplicação da *Pseudo Colors Hues*, ferramenta do ImLab contendo uma função para verificação de erros de iluminação de imagens [Pimenta, et .al., 2010].

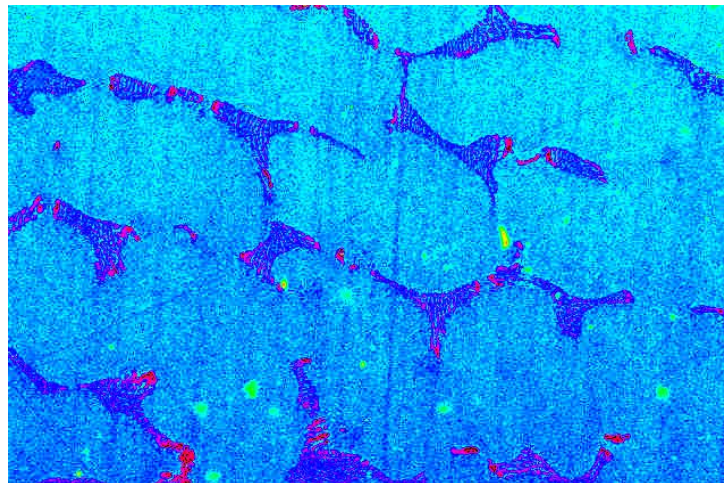


Figura 53 – Imagem da Figura 3.17 após o *Pseudo Colors Hues*. [Pimenta et al, 2010]

A Figura 54 apresenta o histograma da imagem da Figura 52. Este diagrama exemplifica um histograma do tipo mono-modal, onde os tons de todos os pixels que compõem a imagem concentram-se no entorno de um único pico e não existe uma separação nítida entre os pixels pertencentes à região de tons cinza e aqueles pertencentes à região de tons mais claros (brancos) [Pimenta, et .al., 2010].

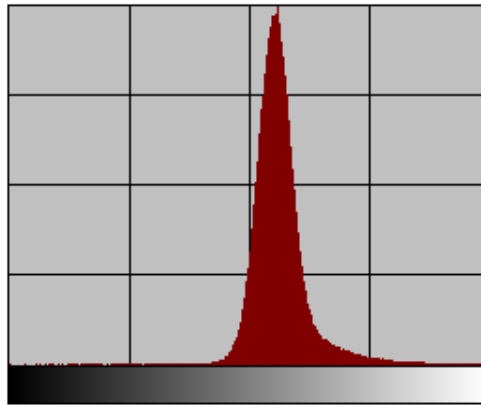


Figura 54 – Histograma da imagem da Figura 52 [Pimenta, et. al., 2010].

Para tornar nítida a separação dos tons das regiões das imagens, e colocar o histograma numa situação de bi-modal, usou-se um filtro “passa baixa”, denominado *Circular Mean*, que foi utilizado repetidamente por três vezes. Somente após a terceira operação, notou-se a separação entre os tons no histograma. As Figuras 55 (a) e (b) exemplificam, respectivamente, a imagem após a sequência de filtros e o histograma bi-modal da nova imagem gerada. Esta foi a última etapa do pré-processamento das imagens [Pimenta et al, 2010].

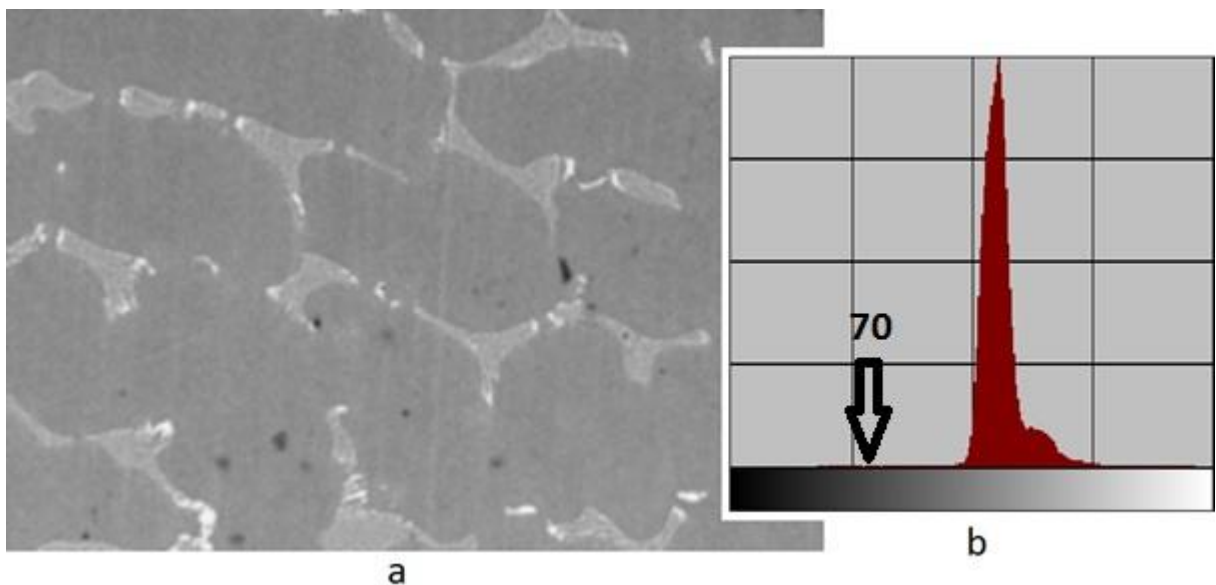


Figura 55 - a) Imagem 3.19 após o filtro Circular Mean ser usada três vezes. b) Histograma da imagem da Figura 3.20 (a). Imagem adaptada da referência [Pimenta et al, 2010]

A etapa de segmentação da imagem foi realizada através do comando *Threshold*, de forma manual, isto é, numa situação onde a escolha do tom de corte é uma decisão do operador. Nas etapas seguintes (ditas pós-processamento), foram



utilizados os comandos *Fill Holes* (fechar vazios), *Prune* (Eliminar objetos) e *Colse* (comando de dilatação seguido do comando de erosão). As Figuras 56 a 58 apresentam as etapas de segmentação e pós processamento realizadas para as regiões escuras (pretas) e as Figuras 59 a 61, para as regiões brancas [Pimenta, et .al., 2010].

A etapa de segmentação binarizou a imagem (somente tons de preto e branco) e selecionou regiões específicas. As regiões mais escuras da imagem da Figura 55 (a) foram segmentadas utilizando operação de segmentação manual na tonalidade 70, indicada na figura 55. O resultado desta segmentação é apresentado na Figura 56 [Pimenta, et .al., 2010].



Figura 56- Imagem da Figura 55 (a), após segmentação no tom 70. [Pimenta et al, 2010]

A presença de pequenos “ruídos” na imagem foi resolvida através do comando *Prune*. Regiões erroneamente incluídas durante a etapa de segmentação, aquelas menores que 5 pixels quadrados, foram, através desta etapa, eliminadas. A imagem da Figura 57 realça e identifica este tipo de erro / ruído [Pimenta, et .al., 2010].

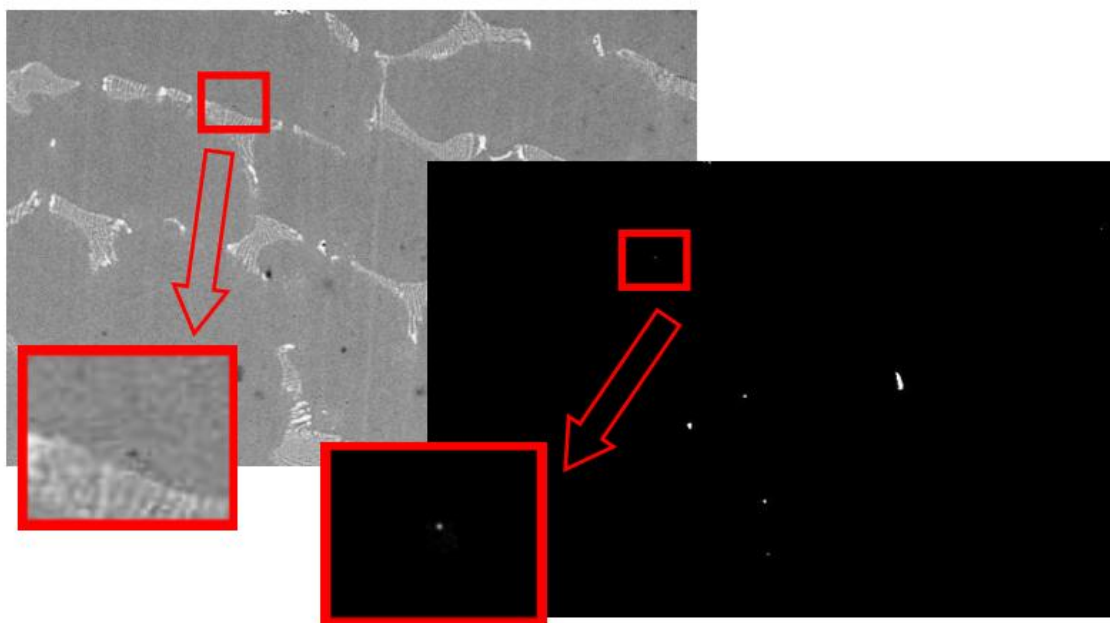


Figura 57 - Pequenas regiões pretas que não eram de interesse e que foram inseridas por equívoco durante a segmentação. [Pimenta, et. al., 2010].

Para alguns casos, utilizou-se o comando *Fill Holes* para preencher vazios existentes no interior dos objetos (ou fases segmentadas), o que não se aplicou ao caso da Figura 57. A Figura 58 ilustra um caso onde foi necessária a utilização do comando *Fill Holes* [Pimenta, et .al., 2010].

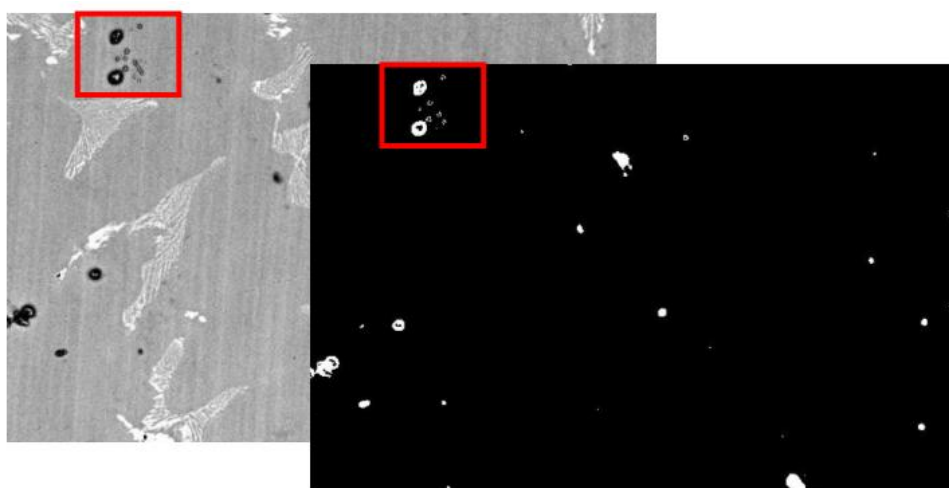


Figura 58 - Imagem exemplo onde se fez necessário a utilização do comando *Fill Holes*. [Pimenta, et. al., 2010]

A imagem da Figura 55 (a) foi segmentada, utilizando-se agora o ponto mínimo do vale formado pelos dois picos do histograma (Fig 55 b). Segundo os autores, apesar do vale aparecer de forma sutil no histograma, a separação de tons foi suficiente para que a segmentação fosse realizada, tornando possível separar as

regiões cinza das regiões brancas de forma satisfatória, como pode ser visto na Figura 59, que apresenta o resultado desta operação realizada sobre a imagem da Figura 55 (a) [Pimenta, et .al., 2010].



Figura 59- Imagem da Figura 55 (a) após segmentação no “ponto de mínimo” do histograma. [Pimenta, et. al., 2010].

Devido às regiões brancas da Figura 59 (fase interdendrítica) possuírem uma estrutura lamelar em algumas partes da imagem, uma única região acabava sendo fracionada em mais de um objeto, o que tornou necessária, após a segmentação, a utilização do comando *Close*. Este comando é formado por uma etapa de dilatação, seguida de uma erosão, com o objetivo de juntar pequenas regiões que tivessem sido separadas durante a etapa de segmentação. A Figura 60 apresenta o resultado obtido após a utilização do comando *Close* sobre a imagem da Figura 59 [Pimenta, et .al., 2010].

Contudo, ainda existiam muitos “furos” no interior dos objetos selecionados (mesmo após o comando *Close*), também originados devido à forma rendilhada / estrutura lamelar das regiões brancas. O comando *Fill Holes* foi utilizado para preencher os possíveis espaços ou “furos” em regiões já segmentadas, tal como exemplificado pela Figura 58 [Pimenta, et .al., 2010].

Para imagens que nesta etapa do processamento ainda continham “ruídos”, tais como objetos menores que 30 pixels, o comando *Prune* foi novamente utilizado [Pimenta, et .al., 2010].

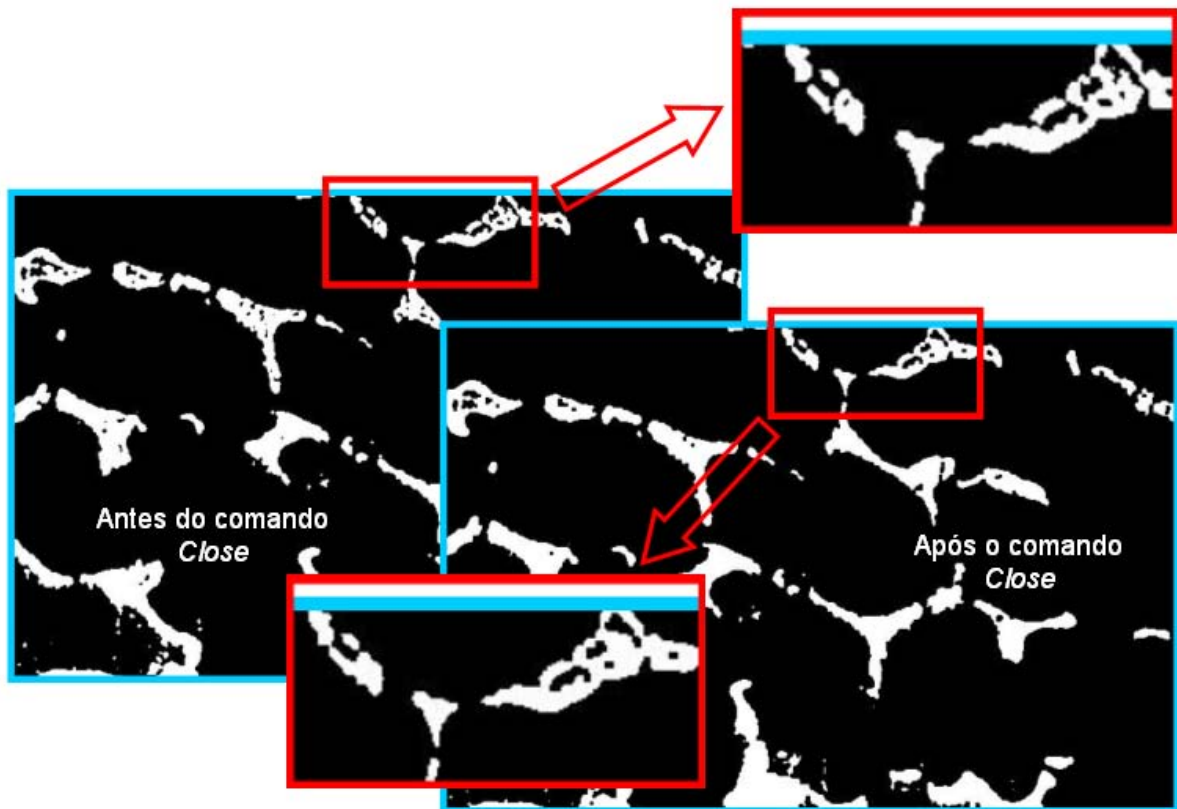


Figura 60 - Ilustração da importância do comando *Close* e o resultado obtido. [Pimenta, et. al., 2010].

A Figura 61 exemplifica a operação da soma das imagens, antes (ver Figura 52) de diversas operações e após todas as etapas de processamento digital, para mostrar e realçar a fase que foi quantificada digitalmente como sendo a fase mais clara na microestrutura considerada [Pimenta, et .al., 2010].

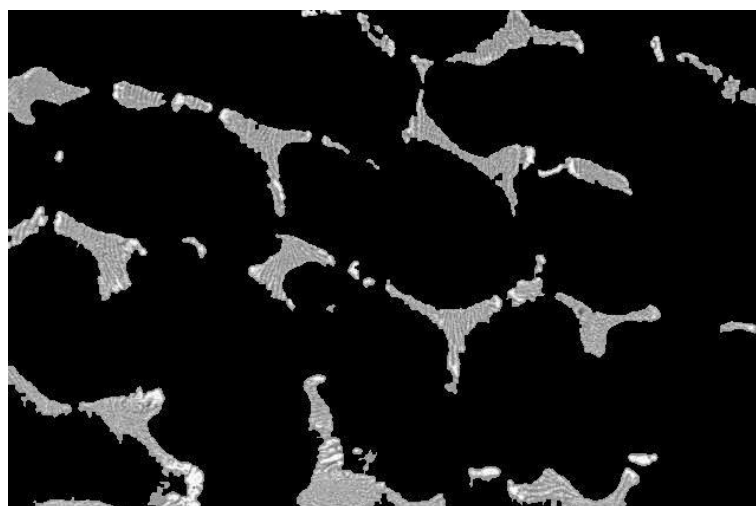


Figura 61 - Imagem quase original somada à imagem após todo o processamento. [Pimenta, et. al., 2010].

A quantificação das fases presentes foi realizada em duas etapas. A primeira, em que apenas os objetos no interior da imagem foram contados (os objetos que tocavam a borda foram desconsiderados), e uma segunda etapa, em que todos os objetos foram considerados (bordas, inclusive). Os resultados da primeira etapa foram utilizados na análise dos tamanhos das regiões, e os resultados da segunda etapa foram utilizados para cálculo de percentual de áreas [Pimenta, et .al., 2010].

A Tabela 16 apresenta os resultados obtidos para os Grupos F e TT, estes valores são as médias para as três amostras processadas [Pimenta, et .al., 2010].

Tabela 16 – Fração volumétrica obtida para cada uma das regiões da microestrutura antes (F) e após o tratamento térmico (TT). [Pimenta, et. al., 2010]

Grupo	Matriz cinza [%]	Segunda Fase Branca [%]	Regiões Pretas [%]
F	86,64 ± 0,43	12,20 ± 0,60	1,16 ± 0,20
TT	87,15 ± 1,82	11,46 ± 0,78	1,40 ± 1,13

Segundo Pimenta, et. al. (2010), uma análise estatística dos valores obtidos permitiu afirmar que os grupos possuíam a mesma variância, podendo ser aplicado o teste t de Student para grupos com mesma variância. Como os valores de t calculados foram menores que os valores de t crítico, os autores puderam afirmar, com confiabilidade de 95%, que a hipótese nula  $H_0$  de que os valores obtidos para os diferentes grupos pertenciam à uma mesma família foi aceita, e, portanto, que não houve alteração no percentual das fases presentes na microestrutura devido ao tratamento térmico realizado sobre o material em seu estado fundido [Pimenta, et .al., 2010].

Os resultados das regiões pretas não foram submetidos ao teste de hipóteses  $H_0$ , pois não foi possível determinar se os mesmos eram inclusões ou porosidades [Pimenta, et .al., 2010].

Podemos destacar alguns trabalhos recentes publicados utilizando a técnica de processamento digital de imagem para caracterização de materiais. Paciornik, et al, 2007, realizaram um estudo em materiais odontológicos, utilizando análise de imagens para avaliar o efeito de ataque ácido na raiz da dentina. Oliveira, et al, 2006, fizeram a caracterização de um material compósito formado por uma matriz polimérica reforçada com fibra de vidro, os autores caracterizaram as fibras individualmente, medindo o diâmetro das mesmas, a distribuição das fibras na matriz e o ângulo de enrolamento. Romani, et al, 2012, mediram a altura média de um filme

de ouro depositado sobre um substrato de vidro através do processamento digital de imagens obtidas por microscopia de força atômica.

Vários programas para processamento digital de imagens estão disponíveis gratuitamente na Internet, dos quais pode-se destacar o ImLab, utilizado neste projeto, o Image Tool, o Infan View, o Image J. Também existem diversos programas comerciais, como o KS400, AxioVision, Digital Micrograph, SIS-AUTO e Stream Motion.