



**Universidade do Estado do Rio de Janeiro**

Centro de Tecnologia e Ciências

Instituto Politécnico

Arthur Ecard Guimarães

**Caracterização do aço inoxidável duplex UNS S32304 termomecanicamente  
processado por rota não convencional**

Nova Friburgo

2024

Arthur Ecard Guimarães

**Caracterização do aço inoxidável duplex UNS S32304 termomecanicamente processado  
por rota não convencional**



Dissertação apresentada, como requisito para obtenção do título de Mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais, do Instituto Politécnico, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Física e Mecânica dos Materiais.

Orientadora: Profa. Dra. Verona Biancardi Oliveira

Orientador: Prof. Dr. Ivan Napoleão Bastos

Nova Friburgo

2024

CATALOGAÇÃO NA FONTE  
UERJ / REDE SIRIUS / BIBLIOTECA CTC/E

G963 Guimarães, Arthur Ecard.  
Caracterização do aço inoxidável duplex UNS S32304  
termomecanicamente processado por rota não convencional /  
Arthur Ecard Guimarães. - 2024.  
72 f. : il.

Orientadores: Verona Biancardi Oliveira e Ivan Napoleão  
Bastos.  
Dissertação (mestrado) – Universidade do Estado do Rio de  
Janeiro, Instituto Politécnico.

1. Aço inoxidável - Teses. 2. Aço - Corrosão - Teses. 3.  
Laminação (Metalurgia) – Teses. 4. Deformações e tensões – Teses.  
I. Oliveira, Verona Biancardi. II. Bastos, Ivan Napoleão. III.  
Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Instituto Politécnico. IV.  
Título.

CDU 669.14.018.8

Bibliotecária Cleide Sancho CRB7/5843

Autorizo, apenas para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta  
dissertação, desde que citada a fonte.

---

Assinatura

---

Data

Arthur Ecard Guimarães

**Caracterização do aço inoxidável duplex UNS S32304 termomecanicamente processado  
por rota não convencional**

Dissertação apresentada como requisito para obtenção do título de Mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais, do Instituto Politécnico, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Física e Mecânica dos Materiais.

Aprovada em 16 de setembro de 2024.

Banca examinadora:

---

Prof<sup>ª</sup>. Dra. Verona Biancardi Oliveira (Orientadora)

Instituto Politécnico - UERJ

---

Prof. Dr. Ivan Napoleão Bastos (Orientador)

Instituto Politécnico - UERJ

---

Prof. Dr. Luís César Rodríguez Aliaga

Instituto Politécnico - UERJ

---

Prof<sup>ª</sup>. Dra. Maria da Penha Cindra Fonseca

Universidade Federal Fluminense - UFF

Nova Friburgo

2024

## RESUMO

GUIMARÃES, Arthur Ecard. Caracterização do aço inoxidável duplex UNS S32304 termomecanicamente processado por rota não convencional. 2024. 72 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais) – Instituto Politécnico, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Nova Friburgo, 2024.

Elevada resistência mecânica e à corrosão são requisitos básicos para materiais empregados em condições severas em setores essenciais para a economia brasileira e mundial, tais como as indústrias petroquímica, naval, de mineração e agroindústria. Apesar de possuir propriedades estruturais adequadas, os aços convencionais são susceptíveis à degradação prematura originada na superfície, principalmente devido à corrosão agravada por solicitações mecânicas. Ajustes de processamentos podem ser projetados e aplicados em ligas ferrosas convencionais almejando o aumento da durabilidade (diminuindo impactos econômicos, ambientais e de segurança), assim como a ampliação das possibilidades de aplicação destes materiais. O presente trabalho propõe o processamento modificado do aço inoxidável duplex UNS S32304 por métodos [termo]mecânicos (laminação a quente e laminação a frio). A caracterização do material foi realizada de forma a correlacionar resistências mecânica e à corrosão, avaliadas por diferentes técnicas microestruturais, eletroquímicas, e ensaios mecânicos adaptados.

Palavras-chave: UNS S32304; laminação a frio transversal; caracterização microestrutural e mecânica; ensaio eletroquímico.

## ABSTRACT

GUIMARÃES, Arthur Ecard. Characterization of duplex stainless steel UNS S32304 thermomechanically processed by unconventional route. 2024. 72 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais) – Instituto Politécnico, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Nova Friburgo, 2024.

High mechanical and corrosion resistance are basic requirements for materials used under severe conditions in sectors essential to the Brazilian and global economies, such as the petrochemical, naval, mining and agribusiness industries. Despite having adequate structural properties, conventional steels are susceptible to premature degradation originating on the surface, mainly due to corrosion aggravated by mechanical stresses. Processing adjustments can be designed and applied to conventional ferrous alloys aiming at increasing durability (reducing economic, environmental and safety impacts), as well as expanding the application possibilities of these materials. This work proposes the modified processing of duplex stainless steel UNS S32304 by [thermo] mechanical methods (hot rolling and cold rolling). The material characterization was performed in order to correlate mechanical and corrosion resistances, evaluated by different microstructural and electrochemical techniques, and adapted mechanical tests.

Keywords: UNS S32304; transverse cold rolling; microstructural and mechanical characterization; electrochemical test.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 -	Representação de camada passivada no aço inoxidável.....	15
Figura 1.2 -	Representação das curvas de polarização de um metal numa solução aquosa .....	29
Figura 1.3 -	Arranjo esquemático de célula para determinação do potencial de corrosão .....	30
Figura 1.4 -	Representação esquemática da curva de polarização cíclica de um aço inoxidável em meio ácido (Epite – potencial de pite; Eprot – potencial de proteção; Epp – potencial da primeira passivação; Ecorr – potencial de corrosão; ip – densidade de corrente na região passiva; ipp – densidade de corrente da primeira passivação).....	32
Figura 2. 1-	Apresentação esquemática dos processos de laminação a quente e a frio não convencional do AID UNS S32304. ....	34
Figura 2.2-	Ilustração esquemática. ....	37
Figura 3.1-	Microestrutura do AID UNS S32304 na condição LQI. Vistas com 200x de magnificação das seções.....	40
Figura 3.2-	AID UNS S32304 depois de laminado a quente por múltiplos passes. ....	43
Figura 3.3-	Microestrutura do AID UNS S32304 na condição LQ. Vistas com 200x de magnificação das seções.....	44
Figura 3.4-	AID UNS S32304 depois de laminado a frio com rotação de 90° após múltiplos passes.....	45
Figura 3.5-	Microestrutura do AID UNS S32304 depois de laminado a frio na transversal. Vistas com 200x de magnificação das seções.....	47
Figura 3.6-	Medidas de dureza Vickers do AID UNS S32304 .....	48
Figura 3.7-	Microestruturas de AID UNS S32304. ....	50
Figura 3.8-	Curvas tensão vs deformação.....	51
Figura 3.9-	Curva de polarização a 1,0 mV/s com reversão do potencial em 10 mA/cm <sup>2</sup> . .....	54
Figura 3.10-	Curvas de polarização dos planos que são rotacionados: LQ PL → LF PT e LQ PT → LF PL.....	57
Figura 3.11-	Curva de Reativação Potenciocinética de Duplo Loop (DL-EPR). ....	59

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1-	Tipos de aços inoxidáveis duplex e suas composições químicas .....	17
Tabela 1. 2-	Comparação das propriedades de tração de diferentes aços inoxidáveis duplex.. .....	19
Tabela 1.3-	Propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex UNS S32304 após diferentes condições de tratamento.....	26
Tabela 2.1-	Composição do aço UNS S32304, % em massa.....	33
Tabela 2.2-	Reduções em cada passe de laminação a quente e de laminação a frio transversal .....	35
Tabela 3.1-	Quantificação das fases presentes no AID UNS S32304 em todas as condições. .....	42
Tabela 3.2-	Potenciais de corrosão e de pite.....	58
Tabela 3.3-	Ensaio de Reativação Potenciocinética de Duplo Loop (DL-EPR).....	62

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AID	Ácido Inoxidável Duplex
CIG	Corrosão intergranular
CST	Corrosão sob Tensão
DL-EPR	Double Loop Electrochemical Potentiokinetic Reactivation
LQI DL	Laminação a Quente realizado na Aperam, Direção Longitudinal
LQI DTL	Laminação a Quente realizado na Aperam, Direção Transversal Longa
LQI DTC	Laminação a Quente realizado na Aperam, Direção Transversal Curta
LQ DL	Laminação a Quente, Direção Longitudinal
LQ DTL	Laminação a Quente, Direção Transversal Longa
LQ DTC	Laminação a Quente, Direção Transversal Curta
LF DL	Laminação a Frio, Direção Longitudinal
LF DTL	Laminação a Frio, Direção Transversal Longa
LF DTC	Laminação a Frio, Direção Transversal Curta
DL	Direção Longitudinal (comprimento), normal ao PT
DTL	Direção Transversal Longa (largura), normal ao PL
DTC	Direção Transversal Curta (espessura), normal ao PR
PL	Plano Longitudinal, formado pelas direções DL e DTC
PT	Plano Transversal, formado pelas direções DTL e DTC
PR	Plano de Laminação, formado pelas direções DL e DTL

OBS: as direções indicadas referem-se sempre ao passe de laminação corrente. Esta observação é principalmente importante na mudança de LQ para LF quando há rotação de 90°.

## SUMÁRIO

	<b>INTRODUÇÃO, JUSTIFICATIVAS E OBJETIVOS</b> .....	10
1	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	13
1.1	<b>Aços inoxidáveis</b> .....	13
1.2	<b>Aços inoxidáveis Duplex (AID)</b> .....	15
1.2.1	<u>Tipos de Aços Inoxidáveis Duplex</u> .....	17
1.2.2	<u>Influência dos Principais Elementos de Liga</u> .....	18
1.3	<b>Propriedades Mecânicas</b> .....	19
1.3.1	<u>Laminação a Quente do Aço Inoxidável Duplex</u> .....	20
1.3.2	<u>Laminação a Frio do Aço Inoxidável Duplex</u> .....	22
1.3.3	<u>Laminação a Frio do Aço Inoxidável Duplex</u> .....	25
1.4	<b>Corrosão em aços inoxidáveis</b> .....	27
1.4.1	<u>Ensaio de Reativação Potenciocinética de Duplo Loop (DL-EPR)</u> .....	27
1.4.2	<u>Medida do Potencial em Circuito Aberto (Potencial de Corrosão)</u> .....	29
1.4.3	<u>Polarização Potenciodinâmica Cíclica</u> .....	31
2	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	33
2.1	<b>Materiais</b> .....	33
2.2	<b>Métodos</b> .....	33
2.2.1	<u>Laminação a quente e laminação a frio na transversal</u> .....	33
2.2.2	<u>Preparação de amostras</u> .....	36
2.2.3	<u>Caracterização Mecânica. Microdureza Vickers</u> .....	36
2.2.4	<u>Caracterização Mecânica. Ensaio de Tração</u> .....	37
2.2.5	<u>Ensaio Eletroquímicos</u> .....	38
3	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	40
3.1	<b>Condição industrial (laminação a quente seguida de recozimento - LQI)</b> .....	40
3.2	<b>Laminação a quente sem posterior recozimento (LQ)</b> .....	42

3.3	<b>Laminação a frio com rotação de 90° e sem posterior recozimento</b> .....	45
3.4	<b>Propriedades mecânicas. Dureza.</b> .....	47
3.5	<b>Caracterização da resistência mecânica. Ensaio de Tração</b> .....	51
3.6	<b>Ensaio eletroquímico de corrosão</b> .....	54
3.6.1	<u>Ensaio de corrosão em 3,5% NaCl em massa</u> .....	54
3.6.2	<u>Ensaio de corrosão reativação potenciocinética de duplo loop (DL-EPR)</u> .....	59
	<b>CONCLUSÕES</b> .....	65
	<b>ESTUDOS FUTUROS</b> .....	66
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	67

## INTRODUÇÃO, JUSTIFICATIVAS E OBJETIVOS

A compreensão e desenvolvimento de novos materiais é uma tarefa crucial na busca por avanços tecnológicos e industriais. A crescente demanda por materiais de alto desempenho em diversos setores industriais, como o aeroespacial, automotivo, químico e de petróleo e gás, impulsiona a busca por ligas metálicas que apresentam uma combinação otimizada de propriedades mecânicas, resistência à corrosão em ambientes agressivos e conformabilidade (Assumpção, 2021; Nilsson, 1992). Dentre as ligas metálicas disponíveis comercialmente, os aços inoxidáveis duplex (AIDs) são apropriados para serem empregados em aplicações que exigem bom compromisso entre resistência mecânica e excelente resistência à corrosão (Alvarez-Armas, 2009). Tais aços inoxidáveis são chamados de duplex por possuírem microestrutura composta em igual proporção de austenita ( $\gamma$ ) e ferrita ( $\alpha$ ). A natureza bifásica da microestrutura permite superior resistência mecânica e melhor resistência à corrosão em relação aos tradicionais aços inoxidáveis austeníticos. A resistência à corrosão dos AIDs depende fortemente da composição química e da partição dos elementos de liga em ambas as fases, uma vez que a fase austenítica é rica em níquel e nitrogênio, enquanto a ferrita é rica em cromo e molibdênio. De modo geral, os aços duplex apresentam uma ótima combinação de propriedades mecânicas e de resistência à corrosão, principalmente resistência ao pite e à corrosão sob tensão, o que faz com que estes materiais tenham um enorme potencial de aplicações em ambientes marinhos e nas indústrias químicas, petroquímicas e de petróleo, ou seja, em ambientes com alta concentração de íons  $\text{Cl}^-$  e temperaturas relativamente elevadas ( $\sim 40$  a  $80$  °C).

No geral, as fases ferrítica e austenítica se mostram bem alinhadas em AIDs laminados a quente. Neste caso, as orientações cristalográficas dos grãos da fase austenita que nucleia a partir da fase ferrita certamente serão herdadas por uma relação de orientação (Bunge, 1982; Humphreys e M. Hatherly, 2004) e, por isso, desenvolverão uma textura de transformação de fase e, conseqüentemente, comportamento anisotrópico. Quando, depois de laminados a quente, esses AIDs são revenidos (procedimento geralmente empregado industrialmente para alívio de tensão (Shahriar Sharafi, 1993; Duprez *et al.*, 2002), suas orientações poderão mudar, talvez se tornando mais randômicas. Assim, quando laminados a frio (na mesma direção de laminação a quente), depois de laminados a quente e revenidos, esses materiais voltam a desenvolver texturas de deformação em ambas as fases, por rotações

crystalinas diferentes, já que uma é de estrutura CCC e a outra CFC. Daí, resulta uma característica de anisotropia plástica destes materiais laminados a frio. Por outro lado, as fases tenderão a se deformar nos "planos" ao longo dos quais se precipitaram originalmente (tiveram origem por nucleação e crescimento), ou seja, de modo constricto, pois formam um "compósito" de planos quase paralelos (como se fosse um "cheese-burger"). Por isso, é provável que as orientações presentes depois da laminação a frio sejam aquelas próximas das apresentadas por chapas CCC e CFC laminadas a frio, em cada fase separadamente (Bunge, 1982; Humphreys e M. Hatherly, 2004). Depois de recozido, o material laminado a frio desta forma sofre recristalização, processo responsável por alterar a textura outra vez. Apenas o material na condição como laminado a quente com posterior tratamento térmico deverá apresentar propriedades mais ou menos isotrópicas (devido a textura mais randômica). Já para as demais condições, o comportamento das propriedades tenderá ser mais anisotrópico. Mas se o material for laminado a frio a partir de uma microestrutura já orientada e de maneira transversal em relação à orientação das fases (direção de laminação a quente), o caráter textural e difusional das fases laminadas a frio poderá ser outro.

É sabido que a adição de nióbio em aços inoxidáveis austeníticos inibe a recristalização da fase austenita deformada devido à precipitação de nióbio durante a laminação a quente no campo austenítico destes materiais (Fargas *et al.*, 2008). Neste caso, conforme a temperatura diminui, a laminação prossegue e refina em elevado grau os grãos da austenita em formato bandeado. Esse mesmo aspecto bandado das fases é observado em AIDs quando laminados a quente. Em ambos os casos (aços inoxidáveis austeníticos contendo nióbio e duplex), depois de testados em tenacidade ao impacto pelo ensaio de Charpy, por exemplo, dependendo da direção do entalhe, o comportamento destes aços se mostra bastante anisotrópico. A partir destas observações entendemos que seria possível laminar forçadamente aços inoxidáveis duplex na direção transversal à direção de bandamento para depois de laminados e recristalizados obter possivelmente propriedades superiores e mais homogêneas em função provavelmente do efeito mais homogêneo da difusão entre as fases. Neste caso, a laminação a frio transversal a partir de uma microestrutura bandada (laminada a quente sem posterior tratamento térmico) aproximaria as fases através de uma microestrutura não bandada e possibilitaria que o processo difusional ocorresse de forma mais facilitada que, comparado com recozimento sem deformação levaria anos (Imao, 1988; William Leslie, 1981). Neste caso, a partir de um material laminado a quente, mas sem revenimento, haverá certo alinhamento para que a posterior laminação a frio modifique com intensidade a orientação dos grãos e, conseqüentemente haja influência dos contornos entre fases na

deformação e posterior recuperação e recristalização. A ideia de partir de uma microestrutura apenas laminada a quente que, por sua vez, já vem com certo alinhamento, é observar como a acomodação da deformação afeta o processo difusional e, portanto, a espessura das lamelas, o tamanho dos grãos, a textura, a quantidade de recuperação e de recristalização das fases. Essa condição (apenas laminado a quente) proporciona um padrão de condição inicial possível de ser replicado (que possa ser repetido). Grãos diferentemente deformados e orientados (a partir da laminação a frio transversal) podem afetar a ductilidade, a tenacidade e a resistência mecânica globais, dentre outros aspectos, em função da direção analisada. A justificativa, portanto, é investigar como e o quanto isso muda, isto é, se o material processado desta maneira desenvolve comportamento anisotrópico ou não. Isso possibilitará novos valores de propriedades (superiores, provavelmente) e o seu uso em novas aplicações.

O presente trabalho propõe aplicar rotas simples de deformação plástica de diferente forma para refinar grão e melhorar as propriedades físicas e químicas de ligas metálicas convencionais. Neste caso, a rota de processamento envolve laminar a quente (sem posterior tratamento térmico) e em seguida a frio na direção transversal aquela de bandeamento (ou direção de laminação a quente) uma chapa de aço duplex SAF2304 para induzir propriedades mais homogêneas no material. Estes seriam resultados diferentes daqueles já reportados sobre esses materiais laminados a frio na direção de laminação a quente a partir de chapas laminadas a quente e recozidas. A microestrutura do aço duplex SAF2304 laminado a frio será caracterizada e relacionada com a resistência à corrosão em solução rica em íons cloreto. Espera-se que esta pesquisa contribua para o desenvolvimento de AIDs com propriedades otimizadas e maior isotropia, melhorando o desempenho e expandindo suas aplicações em ambientes que exigem alta resistência mecânica e à corrosão.

## 1 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 1.1 Aços inoxidáveis

Os aços inoxidáveis representam uma classe de ligas ferrosas que se destacam pela sua notável resistência à corrosão em temperatura ambiente e à oxidação em altas temperaturas. Essa característica única, que se aproxima do comportamento de metais nobres, torna-os adequados para uso sem proteção em ambientes que degradariam rapidamente aços comuns. A chave para essa propriedade reside na formação de uma película fina e aderente de óxido de cromo, que atua como uma barreira protetora entre o metal e o meio ambiente. Essa propriedade está representada na Figura 1.1. Essa película reduz significativamente a taxa de dissolução e prolonga a vida útil do material (Peckner *et al.*, 1997; ASM Specialty Handbook: Stainless Steels, 2014).

Os AIDs, com sua estrutura bifásica, exibem uma diferença na evolução da textura entre as fases ferrita e austenita quando deformados. Possuem também boa conformabilidade, o que é crucial para diversas aplicações industriais. Neste caso, a geração de discordâncias é intensa em ambas as fases, porém a austenita, com sua menor energia de falha de empilhamento e estrutura cristalina que restringe o movimento das discordâncias, encrua em maior quantidade quando comparado com a ferrita para manter a compatibilidade na deformação. Além disso, a austenita pode sofrer outros fenômenos, como a maclação e a transformação em martensita induzida pela deformação (Lima, 2002).

Aços inoxidáveis são ligas complexas que contêm pelo menos 11% de cromo, um elemento essencial para a sua resistência à corrosão. A ampla variedade de aços inoxidáveis disponíveis é baseada em combinações de fases como ferrita, austenita e martensita, na alteração da composição dessas fases e na adição de fases secundárias para fins específicos (Mcguire, 2008).

Poucos aços inoxidáveis contêm mais de 30% Cr ou menos de 50% Fe. Eles alcançam suas características inoxidáveis por meio da formação de uma película de superfície de óxido de cromo, invisível e aderente. Este óxido se forma e se cura na presença de oxigênio. Outros elementos adicionados para melhorar características particulares incluem níquel, molibdênio, cobre, titânio, alumínio, silício, nióbio, nitrogênio, enxofre e selênio (ASM Specialty Handbook: Stainless Steels, 2014).

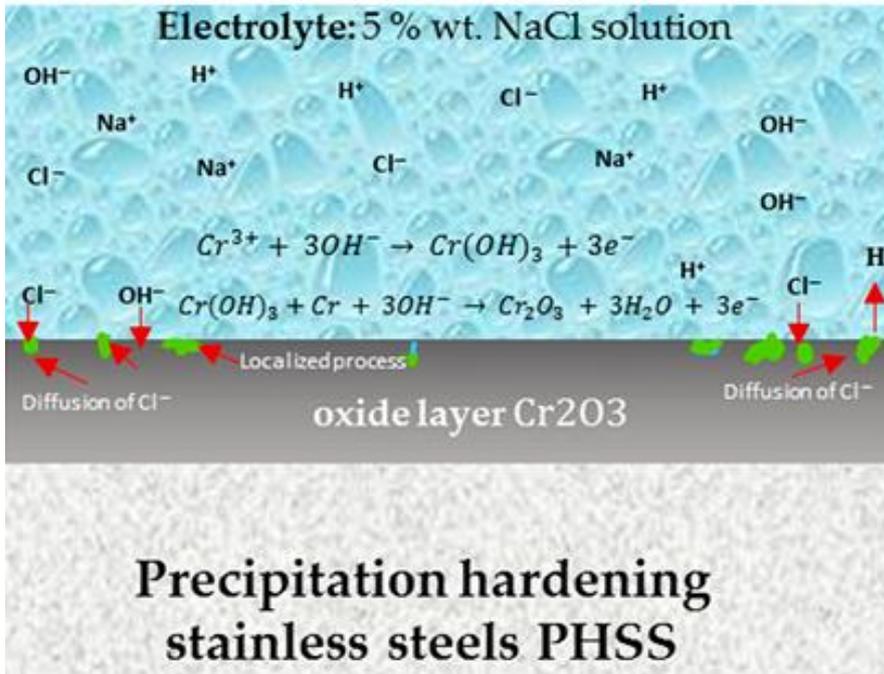
Os aços inoxidáveis austeníticos são os mais utilizados devido à sua alta conformabilidade e soldabilidade, sendo empregados em uma ampla faixa de temperaturas. Aços austeníticos demonstram excelente tenacidade e resistência ao impacto em temperaturas extremamente baixas, chegando a  $-270^{\circ}\text{C}$  (próximo ao zero absoluto) (ASM Handbook, Irons, Steels, and High-Performance Alloys, 1990). São ligas de ferro-cromo-níquel, com o níquel estabilizando a estrutura austenítica, o que também os torna não magnéticos (Mcguire, 2008). Aços com alto teor de níquel, como o CN-7M, são usados em ambientes severos, como ácido sulfúrico e soluções de cloreto quente (Mcguire, 2008). Aços inoxidáveis austeníticos, como o CN-7M, possuem um teor de cromo entre 16% e 28%. O cromo é fundamental para a formação da camada passiva de óxido de cromo que confere a resistência à corrosão característica desses aços (ASM Handbook, Irons, Steels, and High-Performance Alloys, 1990; Nickel Institute, 1993).

Aços inoxidáveis ferríticos, com teores de cromo de 14,5 a 27%, são mais baratos e resistentes à corrosão e oxidação em altas temperaturas. Os aços inoxidáveis ferríticos são indicados para uso em temperaturas de serviço de até cerca de  $815^{\circ}\text{C}$ . No entanto, em aplicações que exigem resistência à oxidação em altas temperaturas, o limite superior pode chegar a  $1095^{\circ}\text{C}$ , dependendo do teor de cromo específico e das condições de serviço. Os aços inoxidáveis ferríticos podem apresentar fragilização quando expostos a temperaturas entre ( $371-510^{\circ}\text{C}$ ) por um período prolongado de tempo. Essa fragilização, resulta em baixa ductilidade em temperatura ambiente, embora as propriedades mecânicas em temperaturas de operação elevadas (acima  $260^{\circ}\text{C}$ ) sejam mantidas. Sua ductilidade é menor e são suscetíveis à fragilização, o que limita sua aplicação (Nickel Institute, 1993).

Aços inoxidáveis martensíticos, com teor entre 11 e 18% de cromo e até 1% de carbono, são endurecíveis por tratamento térmico e usados onde a alta resistência e dureza são importantes, como em cutelaria. No entanto, sua resistência à corrosão é menor. Aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação (PH) atingem alta resistência com boa tenacidade e resistência à corrosão. O endurecimento por precipitação (*precipitation hardening* - PH) é um processo de tratamento térmico que permite que os aços alcancem níveis de alta resistência mecânica, mantendo uma boa ductilidade (tenacidade) e resistência à corrosão. Os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação são fabricados em um estado relativamente macio, o que facilita a conformação e usinagem. Posteriormente, eles são endurecidos por meio de tratamento térmico, resultando em um aumento significativo da resistência mecânica com pouca alteração dimensional. (Mcguire, 2008; ASM Handbook, 1990).

Aços inoxidáveis duplex (AID), com pelo menos 20% de cromo, 5% de Níquel e uma mistura de ferrita e austenita, oferecem alta resistência e excelente resistência à corrosão e à trinca por corrosão sob tensão. São mais econômicos do que os aços inoxidáveis austeníticos e substituem ligas como 316L e 317L em muitas aplicações (Peckner *et al.*, 1997).

Figura 1.1 - Representação de camada passivada no aço inoxidável



Fonte: Samaniego-Gómez *et al.*, 2021.

## 1.2 Aços inoxidáveis Duplex (AID)

O aço inoxidável duplex (AID) é um tipo de aço que combina as propriedades de duas microestruturas distintas: igualmente presentes em fração volumétrica: a ferrita e a austenita. Essa combinação resulta em um material com alta resistência à corrosão, boa soldabilidade e alta resistência mecânica. Devido a essas características, os AIDs têm sido cada vez mais utilizados em aplicações que exigem alta resistência à corrosão e boa resistência mecânica, como na indústria química, petroquímica, de papel e celulose, e de petróleo e gás (Damin *et al.*, 2017).

A proporção de cada fase pode variar ligeiramente dependendo da composição química do aço e do tratamento termomecânico aplicado. A ferrita é responsável pela alta resistência mecânica e dureza do aço, enquanto a austenita confere alta resistência à corrosão, ductilidade e tenacidade. A microestrutura mista faz com que esse aço apresente uma combinação favorável das propriedades dos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos, conferindo-lhes uma elevada resistência à corrosão sob tensão, se comparados com os aços inoxidáveis austeníticos e uma maior ductilidade, quando comparados aos aços inoxidáveis ferríticos. Por isso, AIDs são altamente adequados para uma variedade de aplicações em ambientes desafiadores (Peckner, 1997).

Nesse contexto, os aços inoxidáveis duplex (AIDs), incluindo o UNS S32304, têm se destacado como uma alternativa promissora devido a sua microestrutura bifásica composta por ferrita e austenita, que lhes confere uma excelente combinação de resistência mecânica, ductilidade e resistência à corrosão (Assumpção, 2021; Gonçalves *et al.*, 2014).

A descoberta e o desenvolvimento inicial dos aços inoxidáveis duplex, entre 1927 e 1932, foram impulsionados pelas pesquisas de Bain e Griffith sobre o impacto do aumento da fração volumétrica de ferrita nas propriedades dos aços inoxidáveis austeníticos, conforme relatado por Damin *et al.* (2017) e Alvarez-Armas (2008). Um dos benefícios observados foi o aumento do limite de escoamento desses materiais com o aumento da ferrita.

A adição de cobre e molibdênio, por volta de 1940, possibilitou o endurecimento por precipitação dos AIDs levando a uma resistência mecânica significativamente superior à dos aços inoxidáveis austeníticos (Alvarez-Armas, 2008).

Solomon e Devine (1984) observaram que os aços duplex iniciais eram propensos à corrosão por pites devido à precipitação preferencial de cromo e molibdênio na fase ferrítica, resultando em um empobrecimento da austenita. Mesmo com o aumento dos teores desses elementos, a resistência à corrosão por pites da austenita permanecia baixa. No entanto, avanços na área levaram à descoberta de que a adição de maiores quantidades de nitrogênio ajudava a estabilizar a austenita, resolvendo o problema. O nitrogênio atua como um elemento austenitizante, equilibrando a estrutura dos AIDs e melhorando sua resistência à corrosão, particularmente a corrosão por pites. Além de estabilizar a austenita, o nitrogênio também contribui para o aumento da resistência mecânica destes aços.

A Tabela 1.1 apresenta os principais tipos de aços inoxidáveis duplex e suas composições químicas.

Tabela 1.1 - Tipos de aços inoxidáveis duplex e suas composições químicas

Tipo	UNS N°	Composição Química (%)					
		C	Cr	Ni	Mn	Mo	N
2101	32101	0,03	21,5	1,5	5	0,3	0,22
2205	31803	0,03	21-23	4,5-6,5	2	2,5-3,5	0,10-0,2
	32205	0,03	22-23	4,5-6,5	2	3,0-3,5	0,14-0,2
2304	32304	0,03	22-24	3,5-5,5	2	0,1-0,6	0,10-0,2
<b>2507</b>	<b>32750</b>	<b>0,03</b>	<b>24-26</b>	<b>6-8</b>	<b>1-2</b>	<b>4-5</b>	<b>0,20-0,3</b>

Fonte: ASTM A240, 2017.

### 1.2.1 Tipos de Aços Inoxidáveis Duplex

Os AIDs podem ser classificados em três subtipos principais: duplex de baixa liga, duplex de média liga e duplex de alta liga (superduplex), como descrito por Nilsson (1992).

Duplex de baixa liga (23%Cr-4%Ni-0,10%N): Com menor teor de elementos de liga e sem molibdênio, esses aços são mais econômicos e podem substituir os aços austeníticos 304 e 316L em algumas aplicações.

Duplex de média liga (22%Cr-5%Ni-3%Mo-0,17%N): Amplamente utilizados na indústria, apresentando maior resistência à corrosão por pites em ambientes agressivos devido ao seu maior teor de nitrogênio.

Duplex de alta liga ou superduplex (25%Cr-6,8%Ni-3,7%Mo-0,27%N): Projetados para condições severas, esses aços oferecem maior resistência à corrosão e propriedades mecânicas superiores, podendo incluir adições de tungstênio (W) e cobre (Cu).

No contexto deste trabalho, o foco principal será nas características e propriedades dos aços inoxidáveis duplex de baixa liga, particularmente o UNS S32304.

### 1.2.2 Influência dos Principais Elementos de Liga

Os elementos de liga desempenham um papel crucial nas propriedades dos AIDs. O cromo, por exemplo, não apenas aumenta a resistência mecânica, como a resistência à tração e a dureza, mas também melhora a resistência à corrosão e à oxidação em altas temperaturas. Além disso, ele atua como um elemento estabilizador da fase ferrítica (Chiaverini, 2005).

O níquel, por sua vez, aumenta a ductilidade e a tenacidade à fratura, além de promover um maior percentual de alongamento. Ele também atua como um refinador de grãos e estabiliza a fase austenítica (Chiaverini, 2005).

O manganês, em quantidades moderadas, tem um efeito semelhante ao do níquel, mas seu uso é limitado devido à formação de sulfetos na microestrutura de aços suscetíveis à corrosão seletiva. No entanto, ele contribui para o aumento da resistência e melhora a resistência à trinca a quente (Smith, 1998).

O molibdênio desempenha um papel importante na estabilização do filme de óxido de cromo na superfície do aço inoxidável, aumentando sua passividade e resistência à corrosão por pites, especialmente em ambientes marinhos. Esse elemento também estabiliza a ferrita delta e aumenta a resistência à tração (Folkhard, 1988).

Por fim, o nitrogênio aumenta a tenacidade e a resistência à corrosão da zona termicamente afetada (ZTA) em comparação com o metal base na condição soldada. Ele também estabiliza a fase austenítica, retarda a formação de fases intermetálicas e melhora a soldabilidade (Folkhard, 1988).

Recentemente, foram desenvolvidos aços denominados Lean Duplex (S32304), caracterizados por um menor teor de molibdênio, adição de níquel e manganês, que atuam como estabilizadores da austenita. Além disso, esses novos aços apresentam um aumento no teor de nitrogênio, visando melhorar a estabilidade dos aços inoxidáveis austeníticos e a resistência à corrosão. Essas modificações buscam atingir um equilíbrio entre as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão, a fim de atender às demandas específicas de diferentes aplicações industriais (Aperam South América, 2024).

A ampla adoção dos aços inoxidáveis duplex nas últimas décadas deve-se à sua excelente resistência à corrosão localizada, como pites e frestas, e à CST, além de seu bom desempenho mecânico. No entanto, esses aços também são utilizados em aplicações que exigem resistência à corrosão generalizada. A maioria das fases intermetálicas que se formam

nesses aços é enriquecida em cromo e/ou molibdênio. A precipitação dessas fases pode levar à redução do teor desses elementos na matriz do material, bem como à formação de regiões estreitas com baixa concentração desses elementos. Essas transformações têm um impacto significativo nos processos de corrosão e CST desses aços (Abinox,2024).

### 1.3 Propriedades Mecânicas

As propriedades mecânicas dos AIDs são influenciadas pela sua composição química e pelos tratamentos térmicos e mecânicos aos quais são submetidos. Em geral, destacam-se por sua alta tensão de escoamento, como no caso do UNS S32304, que gira em torno de 400 MPa, superando significativamente os aços ferríticos e chegando a ser o dobro dos austeníticos (ASM Metals Handbook, 2005).

Gunn (1997) também ressalta que o alto limite de escoamento, quase o dobro dos austeníticos, é uma característica marcante dos AIDs. Embora seu alongamento possa ultrapassar 25%, não supera o dos aços austeníticos. A Tabela 2.2 a seguir apresenta as propriedades mecânicas de alguns AIDs, na condição após tratamento térmico de solubilização.

Tabela 1. 2 - Comparação das propriedades de tração de diferentes aços inoxidáveis duplex

<b>Tipo</b>	<b>Grau</b>	<b>Limite de Escoamento (MPa)</b>	<b>Limite de Resistência (MPa)</b>	<b>Alongamento (%)</b>	<b>Dureza (HV)</b>
	32100	450	690	25	278
	32205	450	620	25	278
Duplex	32304	400	600	25	275,5
	<b>32750</b>	<b>550</b>	<b>795</b>	<b>15</b>	<b>294,5</b>

Fonte: Gunn, 1997.

### 1.3.1 Laminação a Quente do Aço Inoxidável Duplex

A laminação a quente é um processo de conformação que ocorre em temperaturas superiores à temperatura de recristalização do material. Na maioria das vezes, as laminações a quente realizam passes que reduzem significativamente a espessura dos materiais, porém sem uma grande precisão. O material de partida geralmente consiste em produtos semiacabados de fundição, como chapas, blocos ou tarugos (Rodrigues *et al*, 2019).

As operações de conformação a quente nos AIDs são geralmente realizadas na faixa de temperatura de 980 a 1260°C, a faixa de temperatura trabalhada é escolhida pela composição específica da liga em questão. Essa faixa de temperatura escolhida para as operações de conformação a quente em aços inoxidáveis duplex (AID) está diretamente relacionada ao diagrama de fases da liga e às transformações que ocorrem nessa faixa. Para o AID S32304, a laminação a quente é realizada considerando a temperatura de equilíbrio da fase austenítica e ferrítica de 1058 °C (Hutchinson, 1986).

Na faixa de temperatura de 980 a 1260 °C, a microestrutura do aço é predominantemente austenítica, uma fase que se destaca pela sua elevada ductilidade, facilitando a deformação plástica do material durante a conformação. Temperaturas inferiores a 980°C podem induzir a formação de fases indesejáveis, como a ferrita sigma, que comprometem a tenacidade e a conformabilidade do aço. Por outro lado, ultrapassar 1260°C pode levar à precipitação da fase alfa-prima, igualmente deletéria às propriedades mecânicas (Gunn, 1997).

Os AIDs são suscetíveis à formação de compostos intermetálicos durante exposições na faixa de temperatura de aproximadamente 320 a 955 °C. A presença dessas fases é prejudicial à tenacidade e à resistência à corrosão. A fase sigma, por exemplo, é conhecida por sua elevada dureza e fragilidade, o que pode levar à formação de trincas e falhas prematuras, especialmente em ambientes corrosivos. A aplicação de um tratamento térmico adequado é crucial para prevenir a formação de fases intermetálicas prejudiciais em aços inoxidáveis duplex. Em particular, o resfriamento rápido após a conformação a quente ou a soldagem desempenha um papel fundamental na supressão da precipitação dessas fases, maximizando a resistência do material a exposições térmicas subsequentes e garantindo a manutenção de suas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. (ASTM A923/A923M, 2023).

As faixas de temperatura entre 370 a 925°C devem ser evitadas para impedir a precipitação de fases deletérias como  $\sigma$  (sigma) e  $\alpha$  (ferrita). Essas fases podem afetar de forma negativa as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão do aço. Assim como na conformação a frio, as peças conformadas a quente também devem ser recozidas entre 950 e 1120 °C. Para se aplicar o recozimento deve ser observado o grau do aço inoxidável e deve ser realizado um processo de têmpera com resfriamento rápido via água ou ar induzido. O tratamento térmico de aços inoxidáveis duplex requer atenção especial devido à sua suscetibilidade à formação de fases intermetálicas prejudiciais. O recozimento, visando otimizar propriedades como ductilidade e resistência à corrosão, deve ser conduzido considerando o grau específico do aço para determinar a temperatura e o tempo de tratamento adequados. Adicionalmente, a têmpera com resfriamento rápido após o recozimento é crucial para suprimir a precipitação dessas fases deletérias, garantindo a integridade microestrutural e o desempenho do material em serviço. (ASM Metals Handbook, 2005).

Durante o processamento, a microestrutura fundida encrua e recristaliza simultaneamente. A recristalização dos grãos deformados plasticamente mantém uma microestrutura equiaxial, ou seja, uma estrutura na qual os grãos têm dimensões semelhantes em todas as direções, deixando o aço mais macio. Embora o produto final apresente boa qualidade, sua superfície é coberta por carepa de laminação, que é um óxido rico em ferro e cromo que se forma em altas temperaturas. A remoção dessa carepa ocorre geralmente na linha de recozimento e decapagem, restaurando a superfície metálica lisa (Gunn, 1997).

É importante garantir o controle da temperatura e das taxas de resfriamento durante os processos de laminação a quente e no tratamento térmico de recozimento. Dessa forma, além de se ter condições cinéticas para a obtenção das frações de fases adequadas, é importante que não ocorra a precipitação de fases prejudiciais. Como em todos os outros metais e ligas, as propriedades mecânicas do duplex dependem de fatores como o tamanho de grão, existência de bandeamento, grau de segregação e homogeneização da estrutura, entre outros (Colpaert, 2008).

De acordo com Silva (2016), após a laminação a quente do aço UNS S32304 como produzido na siderúrgica, foi observado uma estrutura bandeada formada por lamelas de austenita em uma matriz ferrítica com grãos alongados no sentido da laminação. Foi observado também nestes resultados relativos a microestrutura desse aço, uma microestrutura ferrítica fina com morfologia acicular nas interfaces de maclas de recozimento da austenita e também ferrita formada a partir das maclas, na forma de grãos alongados no sentido da laminação (Silva *et al.*, 2016).

Os AID apresentam, em geral, baixa ductilidade a quente e como consequência, defeitos superficiais como trincas de bordas e lascas são sempre suscetíveis, o que torna o processo de fabricação desse aço complexo na etapa de laminação a quente (Arthuso *et al.*, 2013). Arthuso (2013) ao observar o comportamento do aço UNS S 2304 laminado a quente advindo da usina perante ensaios mecânicos, observou que as curvas tensão-deformação mostraram comportamento típico de materiais metálicos, com um pico de tensão seguido por uma região de amaciamento. Em temperaturas mais elevadas (1000°C e 1100°C), a queda na tensão com a deformação é mais acentuada. As curvas de escoamento apresentaram duas formas distintas: em altas temperaturas, pareciam materiais com amaciamento extenso por recuperação ou recristalização dinâmica, podendo apresentar um estado estacionário (1200°C); em baixas temperaturas, ocorreu um rápido encruamento até o pico de tensão, seguido por amaciamento sem estado estacionário (Arthuso *et al.*, 2013).

Ao analisar uma chapa de aço inoxidável duplex processada industrialmente, Duprez (2002) observou que a microscopia óptica revelou que a estrutura fundida que existia antes da laminação, foi removida e transformada em uma microestrutura em faixas e também que durante o processo, a razão da fração de volume ferrita-austenita mudou de 72% + 28% para 48% + 52%. Na faixa de temperatura de laminação, a fração volumétrica de austenita aumentou significativamente de 28% a 1250°C para 52% a 1000°C. Também foi observado que a redução de dureza e textura da austenita foi por causa da recristalização. Dois fenômenos podem contribuir para a interrupção da recristalização da austenita: o comportamento intrínseco da austenita ou à maneira como a deformação mecânica (como a tensão ou esforço aplicado) é distribuída entre as fases de ferrita e austenita no AID (Duprez, 2002).

### 1.3.2 Laminação a Frio do Aço Inoxidável Duplex

Os (AIDs) podem ser fabricados e processados por diferentes rotas, incluindo fundição, forjamento, extrusão e laminação (Outokumpu, 2013). Operações de conformação de AIDs são realizadas em uma faixa de temperatura entre 980°C e 1260°C (Davis, ASM Handbook, 1990), pelo menos em seus estágios iniciais. No entanto, a diferente resposta mecânica da ferrita ( $\delta$ ) e da austenita ( $\gamma$ ) podem levar à formação de trincas de borda e

acabamento superficial deficiente sob condições de conformação a quente. Nesse contexto, a laminação a frio, pode ser aplicada para aumentar a resistência com bom acabamento superficial (Pramanik *et al.*, 2014; Davis, ASM Handbook, 1990).

A laminação a frio nos AIDs proporciona um refinamento de grão. Isso melhora a tenacidade e a ductilidade do material, tornando-o mais adequado para aplicações que requerem alta resistência mecânica e boa conformabilidade.

O Aço inoxidável UNS S32304 quando submetido a deformações intensas, a austenita transforma-se parcialmente em martensita, aumentando a sua resistência. Quando o aço é recozido, essa transformação é revertida e a martensita se transforma em austenita, ocasionando um refino de grão do material. Fases secundárias formadas durante o recozimento podem prejudicar suas propriedades mecânicas e corrosivas (Ferreira *et al.*, 2019).

Em amostras previamente submetidas à laminação a frio unidirecionalmente, com 60% de redução de espessura que foram recozidas a 600°C e 900°C por 30 minutos, foi observado que recozimento isotérmico preservou a morfologia alongada e lamelar da microestrutura, com o surgimento da fase austenita entre as lamelas. Os resultados também apresentaram um ligeiro aumento na fração volumétrica de austenita com o incremento da temperatura de recozimento, posteriormente confirmado pela quantificação de fases. Foi observado por Ferreira a presença de descontinuidades nas lamelas de austenita indicando a transformação parcial da austenita em ferrita, acompanhada pelo crescimento dos grãos ferríticos à medida que as lamelas de austenita são consumidas (Ferreira *et al.*, 2019).

De acordo com Lima, (2002) no estado "como recebido", a ferrita apresenta uma textura cristalográfica mais forte ( $J = 7,8$ ) em comparação com a austenita ( $J = 3,0$ ). Após o recozimento de solubilização, a textura da ferrita diminui ( $J = 4,7$ ), enquanto a da austenita aumenta ( $J = 6,9$ ). A laminação a frio, tanto na direção de laminação (RD) quanto na transversal (TD), leva a um aumento na textura de ambas as fases. O aumento é mais pronunciado na ferrita, especialmente após 50% de laminação na TD, onde o índice J atinge 13,2.

Ao analisar o AID UNS S32304 recozido após laminação cruzada e laminação direta, Wang *et al.* (2018) observaram que os aços inoxidáveis duplex possuem intrinsecamente uma microestrutura refinada devido à presença de limites de fase quando submetidos a tratamento termomecânico, exibindo assim melhores propriedades mecânicas e resistência à corrosão quando as duas fases constituintes estão bem distribuídas, em comparação com ligas de fase única. No entanto a observação de mudanças nas interfaces

entre os grãos, como nos seus limites ou nas fronteiras entre diferentes fases, é um sinal claro de que a microestrutura do material está se transformando. Um exemplo importante é a formação de grãos ultrafinos, que acontece quando o material é deformado sob alta tensão e depois passa por um processo de recozimento (Wang *et al.*, 2018). Os autores também observaram que uma microestrutura mais homogênea e refinada foi obtida na amostra laminada cruzada e recozida em comparação com a amostra laminada diretamente e recozida, na qual os grãos de ferrita tendiam a se agrupar.

A laminação a frio convencional dos AIDs unidirecionalmente, ou seja, realizada na mesma direção da laminação a quente anterior, pode provocar a transformação de austenita em martensita induzida por deformação e levar à formação de bandas de cisalhamento na ferrita. A fase de ferrita mostra bandas com menor espessura em comparação com a fase de austenita após grandes reduções devido ao menor número de sistemas de deslizamento e à baixa energia de falha de empilhamento da fase de austenita, o que promove uma alta taxa de endurecimento por deformação (Moura *et al.*, 2021).

Foi observado por Keitchel que as bandas de cisalhamento nas fases de austenita e ferrita foram obstruídas pelos limites de fase e não atingiram dimensões comparáveis às dos metais monofásicos após grande redução por laminação a frio. Em contraste, Jura também relatou que as bandas de cisalhamento formadas na fase de austenita cruzam os limites de fase e continuam na fase de ferrita como microbandas após reduções de laminação a frio de 60% e 80% (Keitchel *et al.*, 2003; Jura *et al.*, 2009).

De acordo com Peguet, a resistência à corrosão por pite do aço inoxidável AISI 304 diminuiu leve e progressivamente quando submetido à laminação a frio unidirecional, até atingir uma redução de 70%. Também foi observado que a taxa com que novos pites se formam em um material, não aumenta ou diminui de forma constante e previsível, ou seja, não segue um padrão linear com o aumento da deformação, atingindo um máximo em níveis intermediários de deformação a frio. A taxa de propagação de pites, por outro lado, aumenta consistentemente com a deformação. Além disso, a laminação a frio feita na mesma direção da laminação a quente, a prejudica a capacidade de repassivação do aço, levando a um maior número de pites estáveis (Peguet *et al.*, 2007).

Silva (2016) destaca que o comportamento dos aços duplex laminados a frio unidirecionalmente está diretamente relacionado às características de cada fase presente neles. A austenita contribui para o alongamento, enquanto a ferrita proporciona um alto limite de escoamento. A grande vantagem dos aços duplex em relação aos austeníticos e ferríticos é a combinação de alta resistência mecânica e dureza com maior resistência à corrosão por

cloretos e sob tensão (Silva, 2016). O autor observou que o limite de resistência do aço duplex laminado a frio era cerca de 50% superior ao dos aços monofásicos, assim como o limite de elasticidade, que era mais que o dobro. No entanto, como esperado devido ao seu alto limite de elasticidade, o aço duplex apresentou menor alongamento em comparação aos outros aços estudados.

O processo de laminação a frio, seja unidirecional ou cruzada, pode influenciar significativamente a microestrutura e as propriedades mecânicas dos AIDs. A laminação a frio causa alongação dos grãos na direção da laminação, com redução na espessura e espaçamento das bandas (Breda *et al.*, 2015).

Dandekar investigou o AID UNS S32101 submetido a 80% de laminação cruzada a frio em várias etapas e observou que a microestrutura mostrou diminuição na espessura e espaçamento das bandas tanto para austenita quanto para ferrita com o aumento da redução por laminação a frio. Protuberâncias em forma de lente foram a principal característica da microestrutura após 80% de laminação a frio, indicando a presença de martensita induzida por deformação. Além disso, a ferrita apresentou maior divisão de deformação e também maior redução na espessura das bandas de em comparação com a austenita (Dandekar *et al.*, 2021).

### 1.3.3 Laminação a Frio do Aço Inoxidável Duplex

O aço inoxidável duplex UNS S32304 na condição recozida, segundo a norma ASTM E-8M (2011), após laminação a frio ganha consideravelmente resistência mecânica, podendo alcançar um aumento de até 22% em seu limite de resistência.

A Tabela 1.3 apresenta valores típicos das propriedades mecânicas de uma amostra perpendicular ao sentido de laminação após recozimento, com  $L_0 = 80$  mm.

Tabela 1.3 - Aço inoxidável Duplex UNS S32304. (1) laminado a frio recozido; (2) laminado a quente e recozido; (3) laminado a frio encruado

<b>Grau UNS</b>	<b>Limite de Escoamento (MPa)</b>	<b>Limite de Resistência (MPa)</b>	<b>Alongamento (%)</b>	<b>Dureza</b>
32304(1)	550	730	30	87 HRB
32304(2)	550	-	37	230 HV
<b>32304(3)</b>	<b>900</b>	-	<b>20</b>	<b>300 HV</b>

Fonte: Aperam (1); (2) (3) Gonçalves *et al*, 2016.

O aço inoxidável duplex S32304, após deformação a frio, apresentou um aumento na dureza, atingindo valores mais altos do que na condição recozida. O tratamento térmico de recozimento reduziu a dureza do S32304, assim como observado em outros aços duplex na literatura. Essa redução é atribuída à eliminação das discordâncias e outros defeitos gerados pela deformação a frio (Gonçalves *et al*, 2016).

Gonçalves *et al*, 2016 investigaram o comportamento do aço duplex S32304 submetido à deformação a frio, observando um aumento no limite de escoamento do material com o aumento do percentual de deformação. Essa resposta, característica de metais submetidos a trabalho a frio, é atribuída ao fenômeno de encruamento.

O encruamento ocorre devido à multiplicação e movimentação de discordâncias na estrutura cristalina do aço durante a deformação plástica a frio. A interação entre essas discordâncias, que atuam como obstáculos ao movimento de outras discordâncias, leva ao aumento das tensões internas no material. Conseqüentemente, a deformação plástica se torna mais difícil, resultando em um aumento na resistência mecânica, especificamente no limite de escoamento, do aço duplex.

Em termos microestruturais, o encruamento se manifesta como um aumento na densidade de discordâncias, formação de células de discordâncias e, em casos mais extremos, bandas de cisalhamento. Essas alterações na microestrutura são responsáveis pelo aumento da resistência mecânica observado, mas também podem levar a uma diminuição da ductilidade do material (Gonçalves, 2016).

## 1.4 Corrosão em aços inoxidáveis

Os AIDs podem apresentar problemas relacionados a modificações microestruturais decorrentes de processos de soldagem ou tratamento térmico. Durante esses processos, ocorre a precipitação de fases prejudiciais, como carbonetos de cromo, nitretos e a fase sigma (rica em cromo), além de outras fases intermetálicas. Essas precipitações resultam na formação de zonas empobrecidas em cromo, comprometendo a resistência à corrosão do material (Gong *et al.*, 2010).

Para avaliar a suscetibilidade à corrosão intergranular (IGC) em aços inoxidáveis, diversos testes padronizados são empregados, visando garantir a integridade microestrutural do material. Dentre os métodos tradicionais, destacam-se os testes de Strauss, Huey, Streicher, contudo, estes apresentam limitações como a dificuldade de aplicação *in situ*, a incapacidade de detectar baixos níveis de sensibilização e o elevado consumo de material, impactando a vida útil das estruturas (Gong *et al.*, 2010).

A corrosão em aços inoxidáveis duplex, como o S2304, é um tema de grande relevância devido à sua ampla aplicação em ambientes agressivos, como estruturas de concreto reforçado e indústrias químicas. O aço inoxidável duplex oferece um custo de vida útil a longo prazo, significativamente menor que o aço carbono, devido à manutenção mínima. Em atmosferas menos agressivas, aços inoxidáveis duplex “lean” (com baixo teor de liga) têm sido utilizados em pontes e tanques de armazenamento de produtos químicos menos agressivos. A vantagem do duplex “lean” em comparação com o aço carbono é que ele não requer pintura e é mais resistente que o aço AISI 316L, permitindo economia ao reduzir a seção transversal necessária (Franci e Byrne, 2021).

### 1.4.1 Ensaio de Reativação Potenciocinética de Duplo Loop (DL-EPR)

O método DL-EPR (Double Loop Electrochemical Potentiokinetic Reactivation) é uma abordagem eletroquímica empregada na avaliação da resistência de aços inoxidáveis à corrosão intergranular (CIG). A CIG surge quando os limites dos grãos do aço sofrem uma diminuição na concentração de cromo, tipicamente devido à formação de carbonetos de

romo durante processos de tratamento térmico ou soldagem. Essa diminuição na concentração de cromo torna os limites dos grãos mais propensos à corrosão em ambientes agressivos (Cihal, 2001).

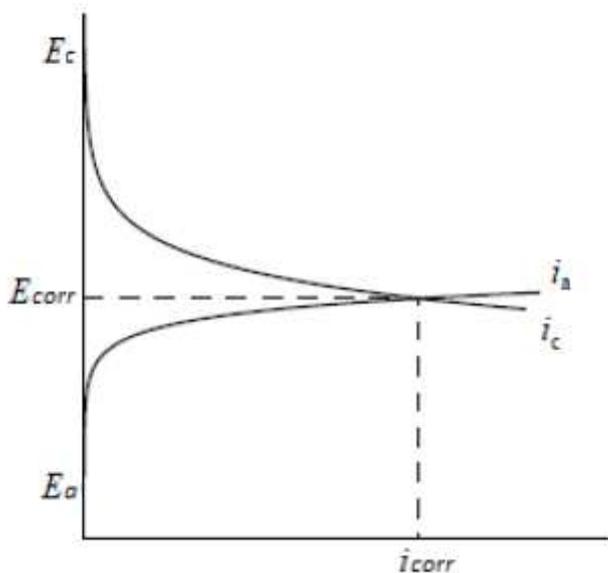
O ensaio DL-EPR, é baseado em dois ciclos de polarização potenciodinâmica em um eletrólito específico, geralmente ácido sulfúrico com adição de tiosulfato de sódio ou ácido oxálico. No primeiro ciclo, denominado de sensibilização, o potencial do aço é aumentado progressivamente, indo de um valor catódico até um valor anódico, o que induz à dissolução do material nos contornos de grão empobrecidos em cromo, simulando assim o processo de sensibilização do aço. No segundo ciclo, denominado de reativação, o potencial é revertido ao valor catódico inicial. Durante esta fase, ocorre a repassivação da superfície do aço, exceto nas regiões sensibilizadas, onde a dissolução continua devido à baixa concentração de cromo. A principal métrica utilizada para avaliar a suscetibilidade à CIG é a relação entre a densidade de corrente de reativação ( $I_r$ ) e a densidade de corrente de ativação ( $I_a$ ), conhecida como  $I_r/I_a$ . Quanto maior o valor de  $I_r/I_a$ , maior é a suscetibilidade do aço à CIG. A interpretação dos resultados é feita da seguinte forma:  $I_r/I_a < 0,15$  indica que o aço é imune à CIG,  $0,15 < I_r/I_a < 0,5$  sugere uma baixa suscetibilidade à CIG, enquanto  $I_r/I_a > 0,5$  indica uma alta suscetibilidade à CIG (Cihal e Stefec, 2001).

O ensaio DL-EPR apresenta diversas vantagens, tais como sua rapidez e sensibilidade na avaliação da suscetibilidade à CIG, além de ser não destrutivo, o que permite a avaliação de componentes em serviço. Além disso, pode ser utilizado em campo com equipamentos portáteis. O ensaio DL-EPR é amplamente aplicado na indústria para avaliar a suscetibilidade à CIG em aços inoxidáveis austeníticos e duplex, especialmente em componentes soldados e equipamentos expostos a ambientes corrosivos (Leal *et al.*, 2014). A laminação a frio na direção transversal pode gerar uma microestrutura anisotrópica no aço inoxidável UNS S32304, com grãos alongados e contornos de grão orientados preferencialmente (Rodrigues *et al.*, 2019). Essa anisotropia pode influenciar a suscetibilidade à Corrosão Intergranular (CIG), tornando a avaliação na direção transversal crucial para entender o comportamento do material em condições reais de serviço.

#### 1.4.2 Medida do Potencial em Circuito Aberto (Potencial de Corrosão)

A corrosão ocorre quando o potencial de equilíbrio da reação catódica supera o da reação anódica de dissolução do metal. Além disso, é fundamental que as densidades de corrente anódica e catódica sejam iguais, caso contrário, a reação rapidamente tenderia ao equilíbrio. Para que isso aconteça, o sistema assume um potencial de eletrodo intermediário, chamado de potencial de corrosão ou potencial em circuito aberto (OCP), que é o ponto de intersecção das curvas anódica e catódica. A densidade de corrente correspondente a esse potencial é a densidade de corrente de corrosão, estabelecida quando duas reações ocorrem simultaneamente no mesmo eletrodo, polarizando-se mutuamente e assumindo um potencial comum (Wolyneec, 2003).

Figura 1.2 – Representação das curvas de polarização de um metal numa solução aquosa



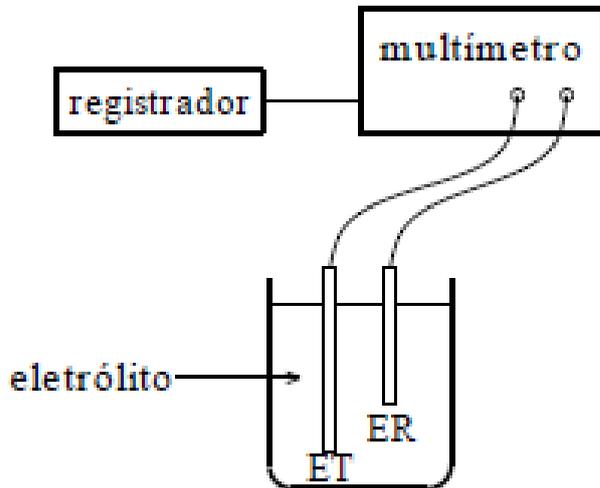
Legenda: ( $E_a$  – potencial de equilíbrio reação anódica;  $E_c$  – potencial de equilíbrio reação catódica;  $E_{corr}$  – potencial de corrosão;  $i_{corr}$  – densidade de corrente de corrosão;  $i_a$  – densidade de corrente da reação anódica;  $i_c$  – densidade de corrente da reação catódica)

Fonte: Wolyneec, 2003.

O potencial em circuito aberto, um dos parâmetros eletroquímicos mais facilmente determinados, é obtido experimentalmente através da medição direta do potencial assumido pelo metal em relação a um eletrodo de referência, como ilustrado na Figura 1.3. Dentre os

eletrodos de referência mais relevantes em ensaios eletroquímicos, destacam-se os de calomelano, prata-cloreto de prata e cobre-sulfato de cobre (Woly nec, 2003).

Figura 1.3 - Arranjo esquemático de célula para determinação do potencial de corrosão



Nota: (ET – eletrodo de trabalho; ER – eletrodo de referência)

Fonte: Woly nec, 200.

A evolução do potencial de corrosão ao longo do tempo permite inferir sobre os possíveis mecanismos físicos em desenvolvimento durante o ensaio, como, por exemplo (Woly nec, 2003; Maccafferty, 2009):

**Dissolução da película de óxido:** Quando um aço inoxidável é imerso em uma solução corrosiva, inicialmente ocorre a dissolução do filme passivo, acompanhada por uma queda acentuada do potencial de corrosão.

**Formação de película de óxido por precipitação:** Em determinados meios, pode-se formar na superfície do metal uma película passiva pelo mecanismo de precipitação. Durante esse fenômeno, o potencial de corrosão aumenta consideravelmente.

**Variação da área anodicamente ativa:** Em determinadas soluções aeradas, a reação catódica de redução do oxigênio pode provocar a passivação de parte da superfície, variando a região anodicamente ativa e, conseqüentemente, o potencial de corrosão.

O conhecimento do potencial de corrosão pode contribuir para a análise de processos corrosivos e a aplicação de técnicas de proteção, sendo bastante aplicado na avaliação da eficiência de proteções catódicas e de inibidores de corrosão. No entanto, é

importante compreender as limitações da técnica para evitar a super interpretação das informações fornecidas, sendo conveniente, principalmente em análises mais profundas, a adoção de técnicas complementares (Masnfeld, 2003; Wolyneec, 2003).

#### 1.4.3 Polarização Potenciodinâmica Cíclica

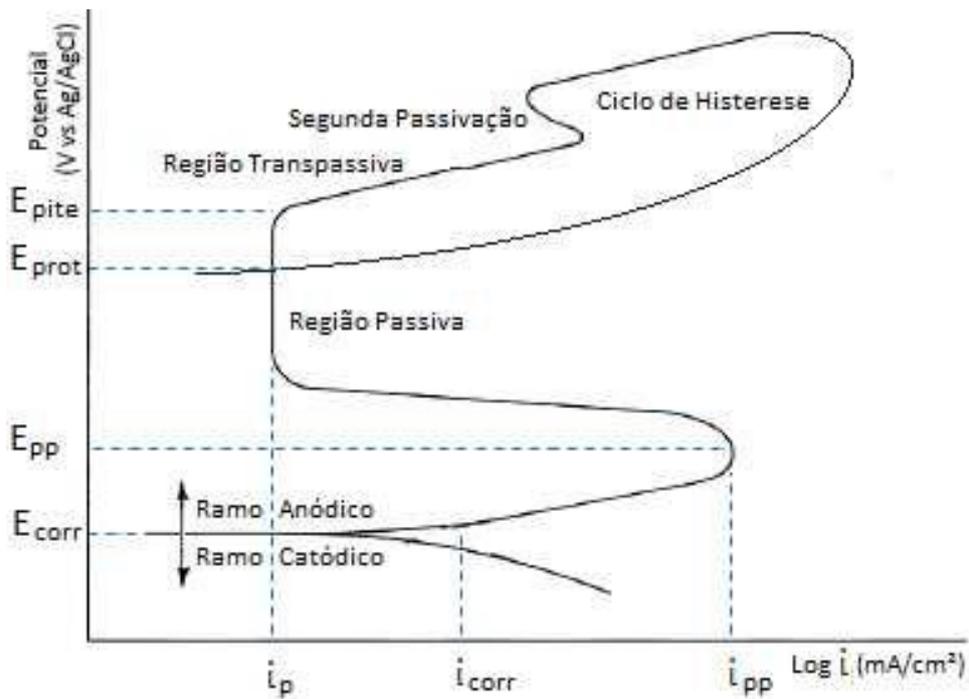
A polarização potenciodinâmica cíclica (CPP) é uma técnica eletroquímica sensível que, por meio da curva de polarização gerada, fornece uma "assinatura" do comportamento corrosivo de um metal em determinado meio, possibilitando a avaliação da propensão do metal à corrosão uniforme, à passivação ou à corrosão localizada. Nesta técnica, o potencial entre o eletrodo de trabalho (corpo de prova) e o eletrodo de referência é variado a uma taxa constante (geralmente 0,167 mV/s), partindo do potencial de corrosão (ou inferior) até um potencial ou densidade de corrente limite. A partir desse ponto, a varredura é invertida e a corrente resultante entre o eletrodo de trabalho e o contra-eletrodo é medida e registrada. A curva de polarização do metal é obtida pela plotagem do potencial aplicado (ordenada) versus a densidade de corrente medida (abscissa), conforme descrito por Esmailzadeh, 2018 e pela norma ASTM G61-86 (2014).

Os mecanismos de corrosão por pite e em frestas são geralmente associados à degradação do filme passivo do metal. Por isso, a análise de uma curva de polarização cíclica deve focar no potencial de quebra do filme passivo (Ep<sub>ite</sub>) e no potencial de proteção (E<sub>prot</sub>). O Ep<sub>ite</sub>, caracterizado por um aumento brusco da corrente, indica o início da formação dos pites. Já o E<sub>prot</sub>, determinado pelo cruzamento da curva de varredura reversa com a região de passivação, indica o potencial a partir do qual o desenvolvimento dos pites é interrompido pela repassivação, como descrito por Scully e Taylor (1992). Quanto mais eletropositivos forem esses potenciais, menor a susceptibilidade do metal à corrosão localizada.

Na polarização potenciodinâmica de um aço inoxidável em meio ácido, o ramo catódico, abaixo do potencial de corrosão, apresenta baixa taxa de dissolução do metal devido à predominância de reações catódicas, como a evolução de hidrogênio. No ramo anódico, ocorrem as reações de dissolução do óxido de cromo (camada passiva) e, dependendo do potencial aplicado, do próprio aço, conforme Wolyneec (2003).

A Figura 1.4 apresenta a curva de polarização cíclica de um aço inoxidável em meio ácido, ilustrando as regiões, fenômenos e parâmetros relevantes para a análise do comportamento corrosivo do material.

Figura 1.4 - Representação esquemática da curva de polarização cíclica de um aço inoxidável em meio ácido ( $E_{pite}$  – potencial de pite;  $E_{prot}$  – potencial de proteção;  $E_{pp}$  – potencial da primeira passivação;  $E_{corr}$  – potencial de corrosão;  $i_p$  – densidade de corrente na região passiva;  $i_{pp}$  – densidade de corrente da primeira passivação)



Fonte: Scully e Taylor, 1992.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. Materiais

Uma chapa de 12 mm de espessura do AID UNS S32304 laminado a quente e recozido (condição industrial, aqui denominado de LQI. Temperatura da laminação 1050 °C a 1200 °C – temperatura do recozimento 1020 °C a 1100 °C) foi gentilmente disponibilizada pela Aperam South América para a realização do presente estudo. A composição química deste material está apresentada na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Composição do aço UNS S32304, % em massa

	<b>Fe</b>	<b>C</b>	<b>Si</b>	<b>Mn</b>	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>Ni</b>	<b>Outros</b>
<b>S32304</b>	Bal.	0,02	0,40	1,50	23	0,30	4,90	Cu = 0,40 N = 0,10

Fonte: Aperam, 2015.

### 2.2 Métodos

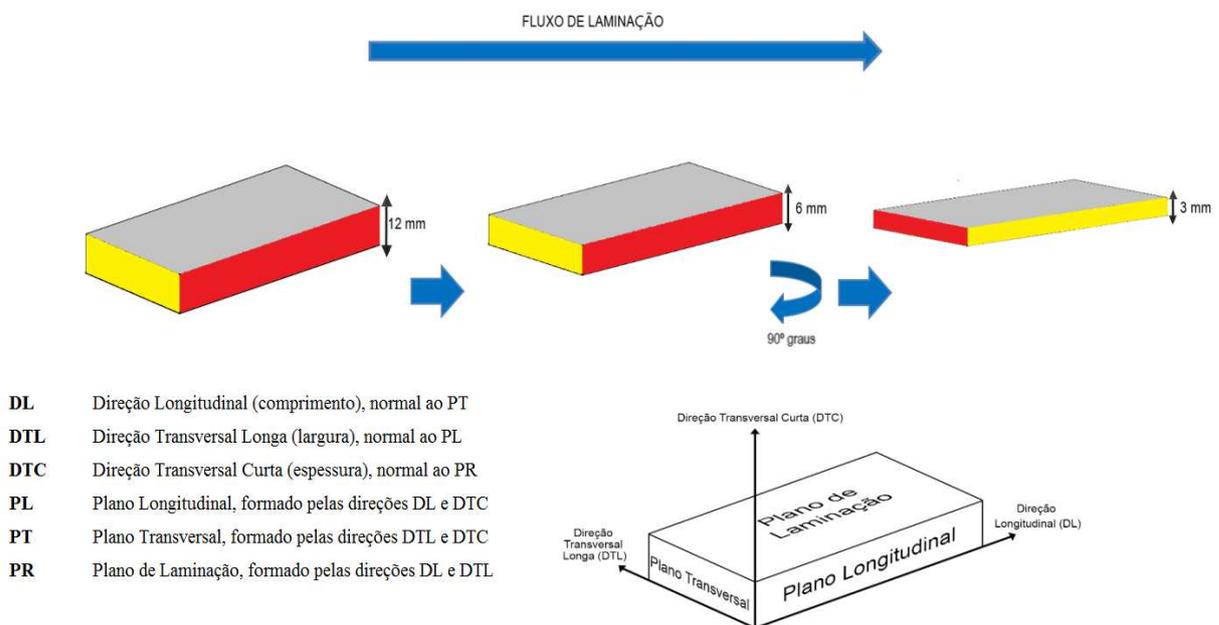
#### 2.2.1 Laminação a quente e laminação a frio na transversal

A chapa do AID UNS S32304 na condição LQI foi laminada a quente com 50% de redução na espessura por meio de múltiplos passes (e na mesma direção de laminação a quente fornecida), ou seja, até apresentar, aproximadamente, 6,0 mm de espessura. Cada redução foi realizada na temperatura de 1050 °C. Para isso, a chapa foi consecutivamente aquecida em um forno localizado próximo ao laminador. Nesta condição, a chapa laminada a quente não foi recozida posteriormente à laminação (como geralmente é feito industrialmente). O objetivo foi gerar uma microestrutura com alinhamento das fases para que a posterior laminação a frio possa modificar com intensidade a orientação dos grãos, a energia dos contornos, a densidade de defeitos. Espera-se que haja influência dos contornos entre

fases na deformação (e posterior recuperação e recristalização). Neste trabalho, esta é considerada uma condição inicial padrão não convencional para as demais etapas de processamento deste material e é aqui denominada de LQ.

Uma parte da chapa LQ com 6 mm de espessura foi cortada e submetida à laminação a frio (não convencional) ao longo da direção transversal, ou seja, depois da chapa rotacionada em 90 graus a partir da direção de laminação a quente anterior. A redução aplicada foi de, aproximadamente, 50% da espessura por meio de múltiplos passes, ou seja, até apresentar, aproximadamente, 3 mm de espessura. Essa condição é aqui denominada de LF. Todas as etapas de laminação foram realizadas no DEMa/UFSCar no laminador FENN, que fornece uma redução de aproximadamente 0,42 mm por passe. Toda a sequência de processamento anteriormente descrita está apresentada na Figura 2.1. A Tabela 2.2 apresenta as reduções para cada passe de laminação em cada um dos processos LQ e LF. Neste caso, a deformação verdadeira,  $\epsilon$ , pode ser estimada da deformação de engenharia,  $e$  aplicando-se a seguinte relação  $\epsilon = \ln(e + 1)$  [Dieter e Bacon, 1988].

Figura 2.1 - Apresentação esquemática dos processos de laminação a quente e a frio não convencional do AID UNS S32304



Fonte: O autor, 2024.

Tabela 2.2 – Reduções em cada passe de laminação a quente e de laminação a frio transversal

Parâmetros utilizados na <b>Laminação a Quente, LQ</b>			
Número do passe	Espessura final (mm)	Deformação verdadeira $\epsilon$	Redução (%)
1	12	0	0
2	10,2	-0,16	15
3	8,2	-0,38	32
4	7,4	-0,48	38
5	6,2	-0,66	48

Parâmetros utilizados na <b>Laminação a Frio</b>			
Número do passe	Espessura final (mm)	Deformação verdadeira $\epsilon$	Redução (%)
1	6,0	0,00	0
2	6,0	0,00	0
3	5,9	-0,02	2
4	5,1	-0,16	15
5	5,0	-0,18	17
6	4,5	-0,29	25
7	4,2	-0,36	30
8	4,0	-0,41	33
9	3,6	-0,51	40
10	3,1	-0,66	48
11	3,1	-0,66	48
12	3,0	-0,69	50

Fonte: O autor, 2024.

Na Figura 2.1 as sessões em vermelho e amarelo são aquelas a serem analisadas e comparadas depois de cada etapa de laminação. Observe que, a seção longitudinal em vermelho oriunda da laminação a quente se torna a seção transversal oriunda da posterior laminação a frio na transversal. Da mesma forma, a seção transversal em amarelo oriunda da laminação a quente se torna a seção longitudinal oriunda da posterior laminação a frio. Portanto, para fins de comparação, a seção longitudinal oriunda da laminação a quente será comparada com aquela transversal da laminação a frio (vermelho com vermelho) e a seção transversal oriunda da laminação a quente será comparada com aquela longitudinal da laminação a frio na transversal (amarelo com amarelo). Os planos têm como arestas: plano de laminação  $DL \perp DTL$ , plano transversal  $DTL \perp DTC$  e plano longitudinal  $DL \perp DTC$ .

### 2.2.2 Preparação de amostras

Amostras de cada seção da chapa para todas as condições foram analisadas por diferentes técnicas. Para a observação da microestrutura via microscopia óptica (MO) foram empregadas técnicas convencionais de metalografia, incluindo o embutimento em baquelite, o lixamento na sequência granulométrica de malha 220, 320, 400, 600 e #1200 e, posteriormente, o polimento com suspensão de alumina de 1  $\mu\text{m}$ . As amostras depois de polidas foram submetidas ao ensaio de microdureza Vickers. Para revelar a microestrutura para a observação por MO foi utilizada uma solução de Behara (Fedorov *et al.*, 2021) contendo: 0,6 g de metabissulfito de potássio, 20 mL de HCl, 100 mL de água. O ataque Behara modificado foi conduzido com uma variação de tempo entre 5 e 15 s de imersão ininterrupta e por esfregamento. O ataque foi interrompido com água, e a superfície de observação foi seca através da evaporação de álcool etílico, auxiliada por jato de ar quente. Imagens de MO foram coletadas por meio de um microscópio Olympus do Laboratório de Corrosão (LabCor) do IPRJ/UERJ capaz gerar imagens com ampliação de 50 até 1000 vezes. A quantificação das fases presentes nas amostras foi estimada por meio do *software* ImageJ.

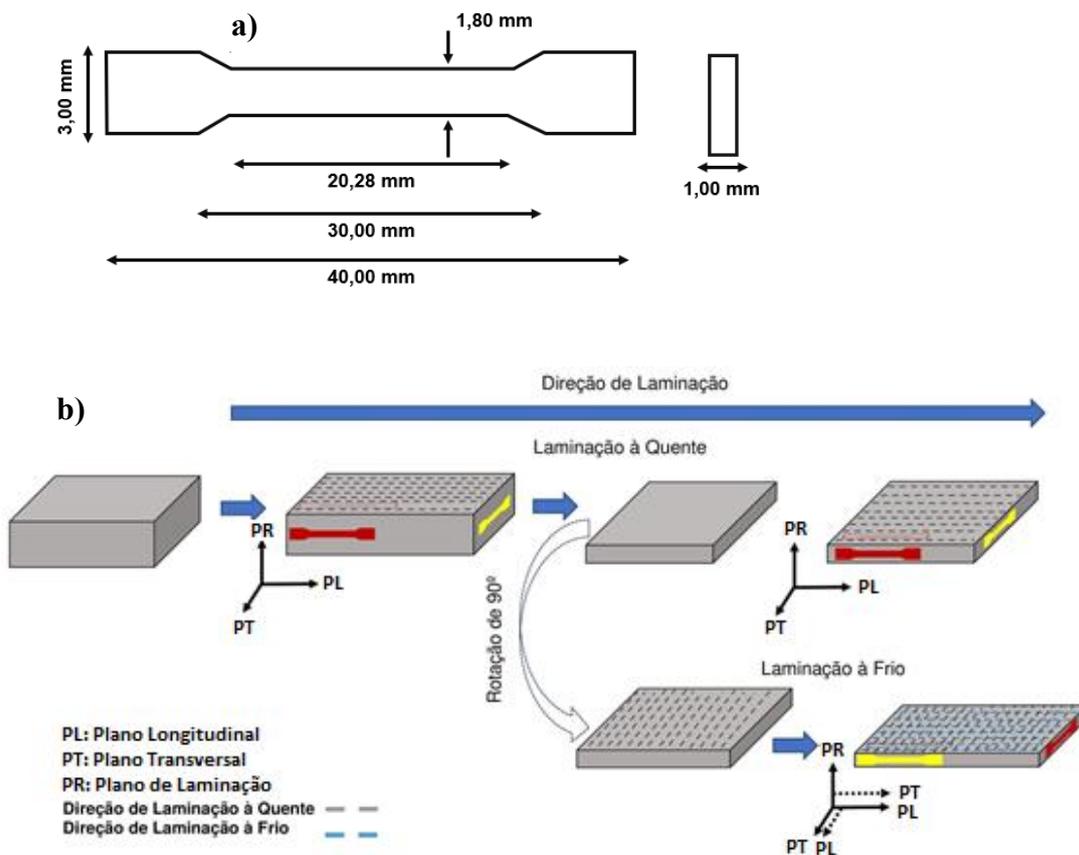
### 2.2.3 Caracterização Mecânica. Microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados na Universidade Federal de São Carlos (UFSCAR) com o auxílio de um microdurômetro Shimadzu HMV-G 20ST com um indentador Vickers utilizando uma carga de 500 g por 15 s nas seções das amostras polidas. Foram coletadas 10 indentações com espaçamento mínimo entre elas de, pelo menos, 3 vezes o valor do comprimento da indentação. As medidas foram coletadas a partir dos planos de laminação DL  $\perp$  DTL, transversal DTL  $\perp$  DTCL e longitudinal DL  $\perp$  DTC.

## 2.2.4 Caracterização Mecânica. Ensaio de Tração

Os testes de tração uniaxial não padronizados foram realizados na Universidade Federal de São Carlos (UFSCAR) utilizando a máquina de ensaio Instron 5900R, com uma taxa de deformação de  $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  com tracionamento à temperatura de  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ . Três amostras de cada um dos planos de laminação, transversal e longitudinal da chapa em todas as condições foram usinadas para as dimensões mostradas na Fig. 2.2a e 2.2b. A resistência ao escoamento, a resistência à tração máxima e a deformação de fratura foram determinadas usando sub-rotinas de cálculo pré-existentes no *software* Instron Bluehill. Neste caso, para todas as chapas (LQ, LQI e LF), as propriedades obtidas referem-se à sessão transversal para as amostras coletadas dos planos de laminação e longitudinal e à sessão longitudinal para as amostras coletadas do plano transversal.

Figura 2.2 - Ilustração esquemática



Legenda: a) da geometria dos CPs utilizados no teste de tração; b) da localização de obtenção dos CPs em cada plano e condição de laminação.

Fonte: O autor, 2024.

### 2.2.5 Ensaio Eletroquímicos

A fim de investigar a suscetibilidade à corrosão intergranular e compreender os mecanismos de corrosão do AID S32304 em todas as condições apresentadas, foram utilizados os seguintes ensaios:

Ensaio de Reativação Potenciocinética de Duplo Loop (DL-EPR) para avaliar quantitativamente o grau de sensibilização do AID S32304 à corrosão intergranular, fornecendo informações sobre a formação de zonas empobrecidas em cromo e/ou contornos de grão e/ou outras regiões mais reativas em função da laminação a frio.

Ensaio de Corrosão por Pite (3,5% NaCl) utilizando técnicas eletroquímicas como potencial de circuito aberto (OCP), espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS) e polarização cíclica para investigar a suscetibilidade do AID S32304 em todas as condições à corrosão por pite em meio cloreto.

A combinação dessas técnicas permite uma análise abrangente dos mecanismos de corrosão do AID S32304 em todas as condições, contribuindo para o desenvolvimento de materiais mais resistentes e duráveis para aplicações em ambientes agressivos.

Além disso, o ensaio de reativação potenciocinética de duplo loop (DL-EPR), previsto pela norma ISO 12732, foi utilizado para detectar a sensibilização do AID S32304 em todas as condições. Como solução, foi utilizada 0,5 M ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) + 0,01 M de tiocianato de potássio (KSCN) + 0,5 M de cloreto de sódio (NaCl), preparada com reagentes de grau analítico e água destilada. O equipamento utilizado para realizar o experimento de EPR foi um potenciostato Reference 600 associado ao *software* Gamry.

Os ensaios de polarização potenciodinâmica cíclica foram realizados no IPRJ-UERJ, utilizando como solução, 3,5% NaCl naturalmente aerada, à temperatura ambiente, utilizando potenciostato Gamry 600. A solução foi preparada com água deionizada e NaCl de alta pureza (> 99%). As curvas geradas permitiram determinar o potencial de pite das amostras, identificada na mudança de inclinação da curva acima do potencial de corrosão, quando a corrente aumenta significativamente em resposta ao potencial aplicado, indicando a nucleação de pites.

Os ensaios foram conduzidos em uma célula de três eletrodos, com eletrodo de referência de calomelano saturado (ECS) e contra eletrodo de platina. Amostras do AID S32304 em todas as condições depois de lixados até #1200 foram utilizados como eletrodo de trabalho. Após 60 minutos em potencial de circuito aberto (PCA), a polarização anódica

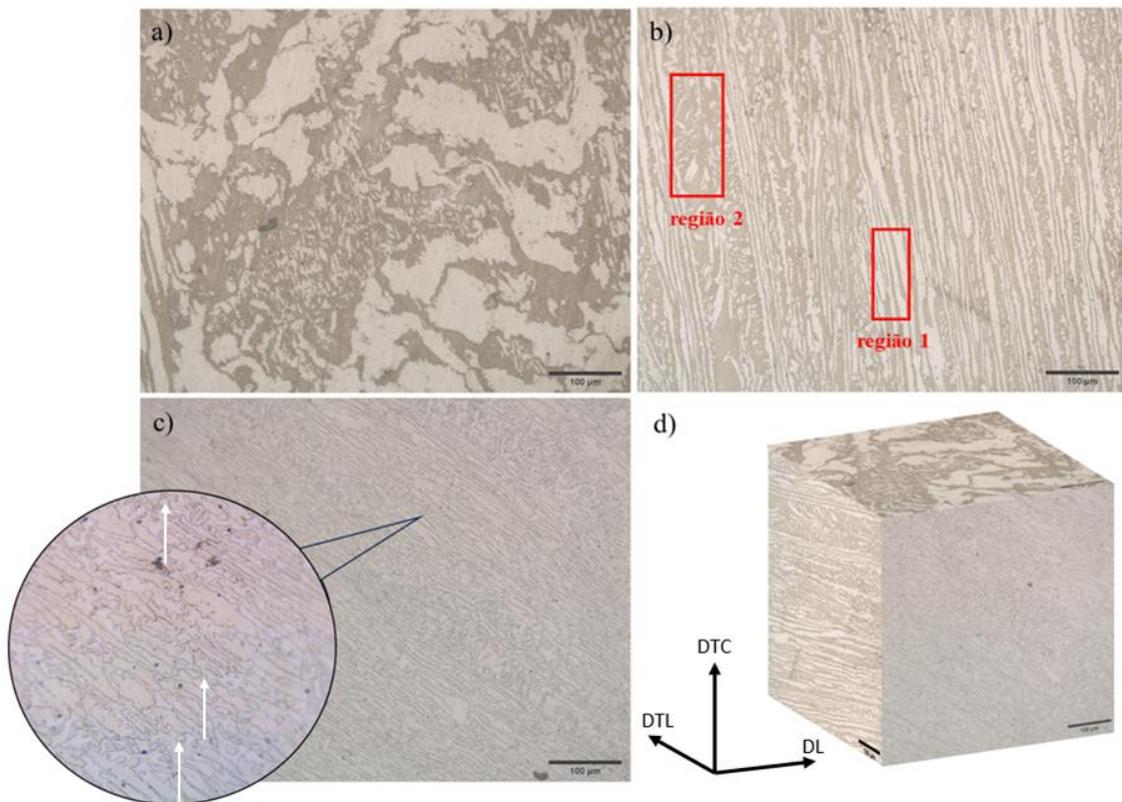
iniciou-se. A varredura à taxa de 1,0 mV/s, iniciou-se -250 mV vs PCA até atingir densidade de corrente de 10 mA/cm<sup>2</sup>. Em seguida, a varredura foi revertida até o PCA também à taxa de 1,0 mV/s.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Condição industrial (laminação a quente seguida de recozimento - LQI)

A Figura 3.1 mostra a microestrutura do AID UNS S32304 na condição LQI com magnificação de 200X a partir de cada seção analisada (Plano longitudinal (PL), Plano transversal (PT) e Plano de Laminação (PR)). Para todos os planos, a região clara refere-se à fase austenita precipitada não apenas ao longo dos contornos de grão, mas também dentro da região escura referente à fase ferrita. É possível observar diferentes morfologias da austenita nas três seções, desde regiões alongadas, mas não tanto achatadas, até regiões bastante fragmentadas, distorcidas e mais arredondadas oriundas, possivelmente, devido ao tratamento térmico de recozimento posterior à laminação a quente.

Figura 3.1 - Microestrutura do AID UNS S32304 na condição LQI. Vistas com 200x de magnificação das seções



Legenda: a) plano de laminação (PR); b) plano transversal (PT); c) plano longitudinal (PL); d) com os três planos em 3D.

Fonte: O autor, 2024.

No plano de laminação (Fig. 3.1a) observam-se maiores e mais distorcidas áreas das fases. No plano transversal (Fig. 3.1b) coexistem regiões de lamelas de ferrita alternadas com lamelas de austenita mais bem alinhadas (região 1) e regiões de austenita fragmentada e imersas na matriz ferrítica (região 2). A região 2 apresenta espessura ligeiramente mais grossa do que aquela da região 1.

O plano longitudinal (Fig. 3.1c) apresenta as mesmas características da seção transversal, contudo, com as fases mais fragmentadas, mais achatadas e onduladas do que aquelas da seção transversal. Além disto, há a presença de grãos de austenita mais equiaxiais dispersos na matriz ferrítica (setas brancas) e com contorno de grão com aspecto bastante serrilhado ao longo dos contornos das fases, conforme apresentado na ampliação da Fig. 3.1c. Isso acontece, pois, a fase ferrita é responsável por acomodar a maior parte da deformação já que é a fase mais dúctil (Fargas *et al.*, 2008a).

No geral, a microestrutura não apresenta um desenvolvimento completo de lamelas em toda a área analisada, além de fraco alinhamento das lamelas das fases com relação à direção de laminação a quente. Neste caso, os contornos entre as fases austenita e ferrita encontram-se aleatoriamente distribuídos em todo o volume do material, o que, possivelmente, afeta de maneira heterogênea a forma de acomodação da deformação durante a posterior laminação a frio transversal.

A soma das frações volumétricas de ferrita e de austenita resulta em 100%. Assim, as frações aproximadas de ferrita são 59% no plano transversal, 47,5% no plano longitudinal, e 46% no plano de laminação, conforme apresentado na Tabela 3.1. A quantificação das fases indica um possível comportamento mecânico mais anisotrópico do aço em função da seção solicitada durante a posterior laminação a frio transversal. A condição LQI mostra-se pouco adequada para proporcionar uma estrutura de grãos bem alinhada com a direção de laminação. Por isso, fez-se necessário laminar subsequentemente à chapa na LQI sem posterior recozimento para evitar as características microestruturais anteriormente apresentadas e que desfavorecem a acomodação da deformação mais homogênea em todo o volume da peça laminada. As frações foram estimadas com uso de processador de imagem ImageJ a partir das metalografias.

Tabela 3.1 - Quantificação das fases presentes no AID UNS S32304 em todas as condições.

Amostra	%Ferrita	%Austenita
LQI PL	47,4	52,6
LQI PT	58,7	41,3
LQI PR	45,7	54,3
LQ PL	31,1	68,9
LQ PT	40,0	60
LQ PR	38,1	61,9
LF PL	41,4	58,6
LF PT	35,6	64,4
LF PR	39,2	60,8

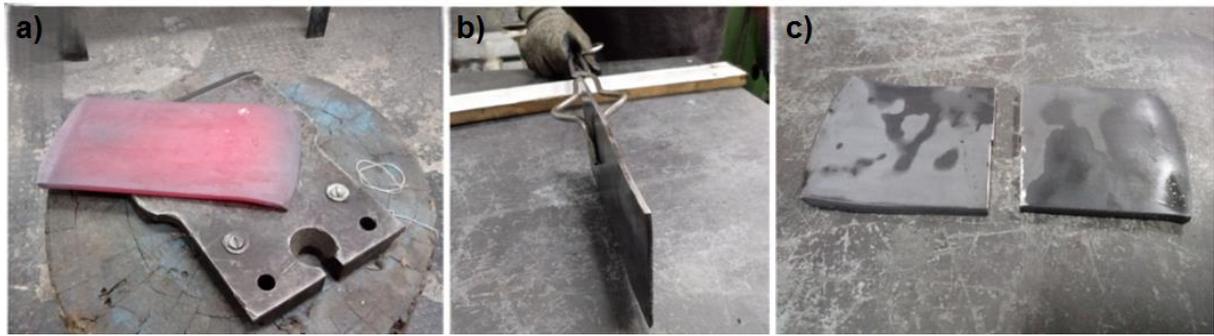
<b>LQI</b>	<b>Laminado a Quente Industrial</b>
<b>LQ</b>	Laminado a Quente
<b>LF</b>	Laminado a Frio
<b>PL</b>	Plano Longitudinal
<b>PT</b>	Plano Transversal
<b>PR</b>	Plano de Laminação

Fonte: O autor, 2024.

### 3.2 Laminação a quente sem posterior recozimento (LQ)

A Figura 3.2 apresenta microfotografias do AID UNS S32304 na condição LQ. É possível observar que a chapa depois de laminada a quente não apresentou defeitos relacionados à sua ductilidade a quente como, por exemplo, borda serrilhada e/ou lascas de forma que a desclassificasse para o seu uso na posterior laminação a frio para a obtenção da condição LF.

Figura 3.2 - AID UNS S32304 depois de laminado a quente por múltiplos passes

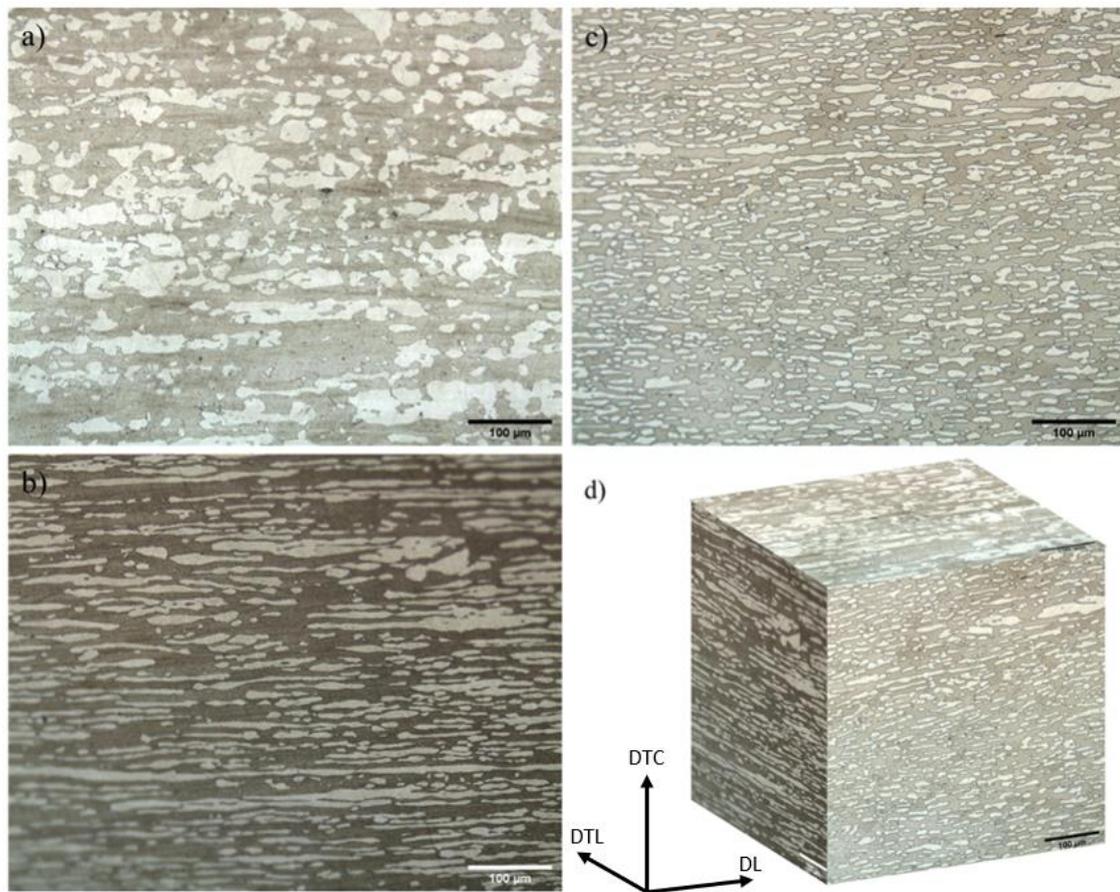


Legenda: (a-b) diferentes vistas da chapa; (c) corte da chapa para posterior laminação a frio transversal.

Fonte: O autor, 2024.

A Figura 3.3 mostra a microestrutura do AID UNS S32304 na condição (LQ) para cada seção analisada (Plano Longitudinal (PL), Plano Transversal (PT) e Plano de Laminação (PR)), sendo a região clara referente à fase austenita em ilhas embebidas na região escura referente à fase ferrita. Ambas as fases se mostram bastante bandeadas, ou seja, apresentam-se mais alongadas ao longo da direção de laminação a quente e com os contornos entre fases mais bem delineados nessa direção. A fração volumétrica aproximada de ferrita é 31% na seção longitudinal, de 40% na seção transversal, e de 38% na seção transversal curta, conforme apresentado na Tabela 3.1.

Figura 3.3 - Microestrutura do AID UNS S32304 na condição LQ. Vistas com 200x de magnificação das seções



Legenda: a) plano de laminação (PR); b) plano transversal (PT); c) plano longitudinal (PL) (d) em 3 dimensões.

Fonte: O autor, 2024.

Embora a fração de cada fase tenha seu valor alterado devido ao processamento termomecânico quando comparado com os valores do material na condição LQI, a temperatura e passes utilizados na etapa de laminação a quente produziu uma microestrutura que atende aos requisitos da norma ASTM A923/A923M-19. É importante considerar que a microestrutura nesta condição pode não ser considerada tão estável com relação à formação de martensita induzida por deformação na subsequente laminação a frio transversal, uma vez que a quantidade de austenita do AID UNS S32304 na condição LQ é superior a 50% nas três seções (Bassani *et al.*, 2013).

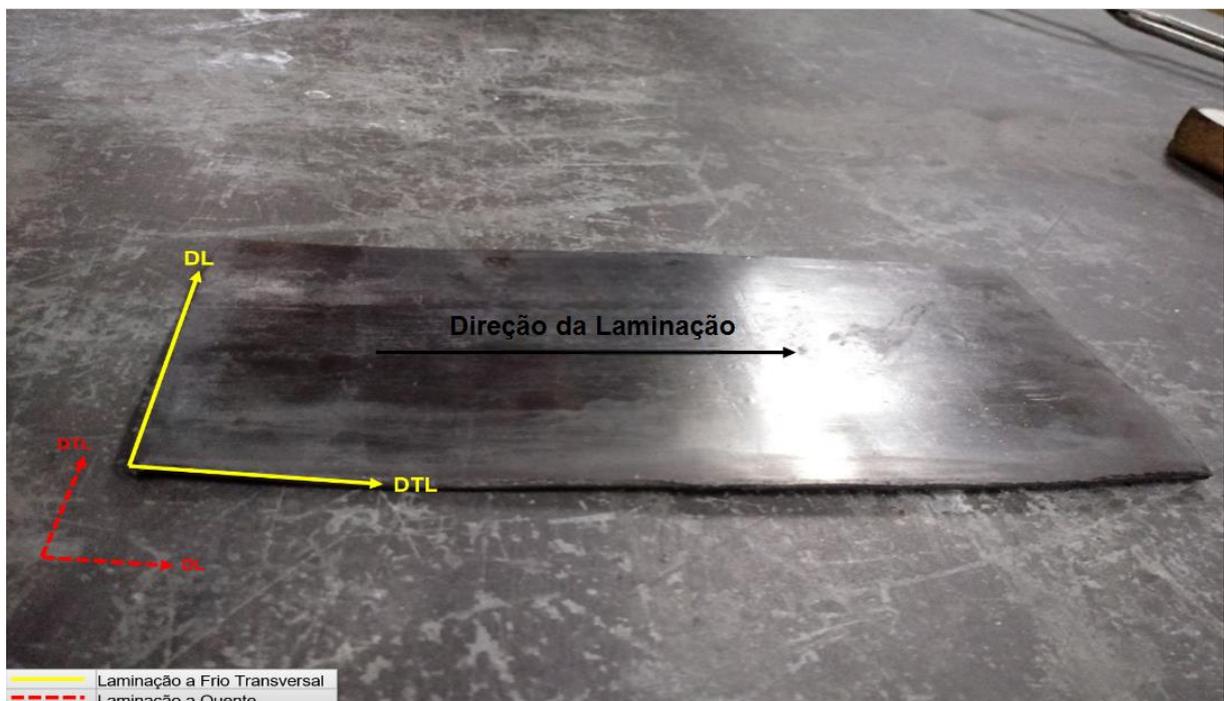
Não foi evidenciada a presença de trincas nas interfaces entre as fases ferrita e austenita e nem a presença de fases intermetálicas prejudiciais. Provavelmente, devido ao baixo teor de molibdênio na ferrita deste aço, o processo de recuperação dinâmica da fase

ferrita foi favorecido, o que contribuiu para uma adequada ductilidade a quente deste material durante a laminação a quente e, como será apresentado a seguir, após a laminação a frio transversal, constituindo num processamento não convencional. Aparentemente, apenas o contorno de grão dentro da fase da matriz é evidenciado, isto é, entre as fases ferrita e austenita. Além disso, a deformação por laminação a quente orientou bastante a microestrutura na direção de laminação a quente, condição necessária para a posterior etapa de laminação a frio.

### 3.3 Laminação a frio com rotação de 90° e sem posterior recozimento

A Figura 3.4 mostra a micrografia do AID UNS S32304 na condição LF. É possível observar que a chapa depois de laminada a frio apresenta ligeira formação de descontinuidades nas suas extremidades que, por sua vez, foi eliminado por meio de corte por eletroerosão.

Figura 3.4 - AID UNS S32304 depois de laminado a frio com rotação de 90° após múltiplos passes



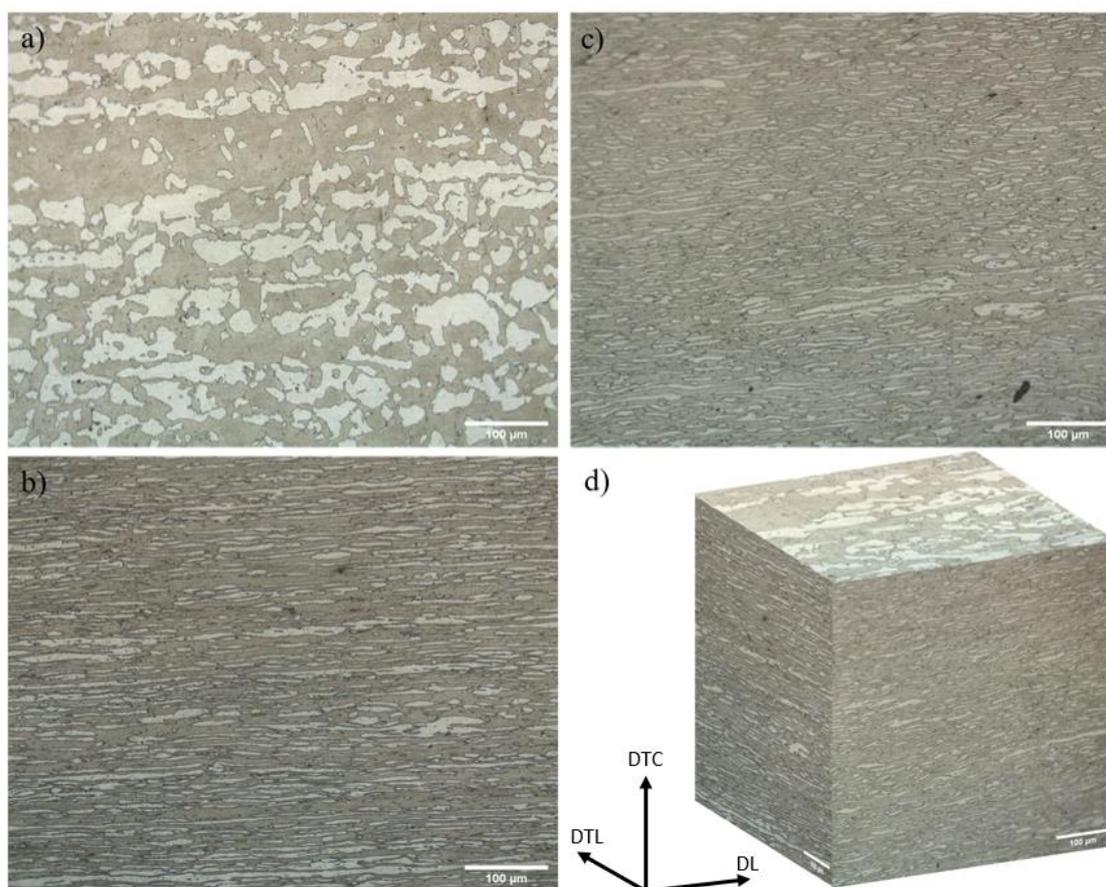
Fonte: O autor, 2024.

A Figura 3.5 mostra a micrografia do AID UNS S32304 nesta mesma condição para cada seção analisada (Plano Longitudinal (PL), Plano Transversal (PT) e Plano de Laminação (PR)). É possível observar que a laminação a frio modificou a microestrutura achatando-a e alterando o alinhamento das lamelas das fases, ou seja, 50% de deformação torna as ilhas austeníticas mais finas, alongadas e desalinhas, o que pode ser mais bem observado nas seções longitudinal e transversal. Esse tipo de estrutura é reportado como “panqueca ondulada” para AIDs deformados por laminação a frio em reduções entre 20 e 80% (Liu *et al.*, 2022). O aspecto ondulado das lamelas também é observado devido às características da fase ferrita. Sabe-se que a ductilidade dos AIDs não depende apenas da ductilidade de cada fase individualmente, mas também da distribuição e dos tipos de interfaces entre as fases. Neste sentido, a distribuição alongada e achatada das fases ferrita e austenita alternadas entre si na condição de partida do AID UNS S32304 (laminado a quente e sem posterior recozimento) favorece a acomodação da deformação entre as fases durante a posterior laminação a frio. No plano de laminação são mostrados grãos da fase austenita mais grosseiros revelando o efeito da redução da espessura e o alongamento dos grãos dessa fase.

A formação de martensita induzida por deformação a partir da fase austenita é reportada para AIDs do tipo Lean (aços que possuem baixo teor de níquel e molibdênio) laminados a frio na mesma direção de laminação a quente prévia devido à baixa estabilidade da fase austenita nesses materiais com baixo teor de níquel e de molibdênio (Rodrigues *et al.*, 2019).

O AID Lean UNS S32304 laminado a frio em 50% de redução na espessura a partir da condição LQ parece apresentar formação de martensita induzida por deformação, pois a fração estimada das fases austenita e ferrita muda (embora pouco) depois da laminação a frio de 60% e 40% para 59% e 41,5%, respectivamente no PT e de 69% e 31% para 65,5% e 34,5%, respectivamente no PL. Inúmeros trabalhos reportam que há transformação de austenita em martensita induzida por deformação em AIDs lean, cuja fração aumenta para maiores graus de redução na espessura. Tavares *et al.*, (2006) e Bassani *et al.*, (2013) reportaram que uma redução de 60% na espessura ( $\epsilon = -0,92$ ) do AID UNS S31803 é responsável por apenas 2,8% de austenita que se transforma em martensita induzida por deformação. Considerando ser este um valor de deformação verdadeira próximo daquele aqui aplicado (50% de redução na espessura (de acordo com a Tabela 4.1,  $\epsilon = -0,69$ ), é possível que, se houve formação de martensita induzida por deformação, sua fração tenha sido bem baixa (menor do que 3%).

Figura 3.5 - Microestrutura do AID UNS S32304 depois de laminado a frio na transversal.  
Vistas com 200x de magnificação das seções



Legenda: a) plano de laminação (PR); b) plano transversal (PT); c) plano longitudinal (PL); d) em 3 dimensões.

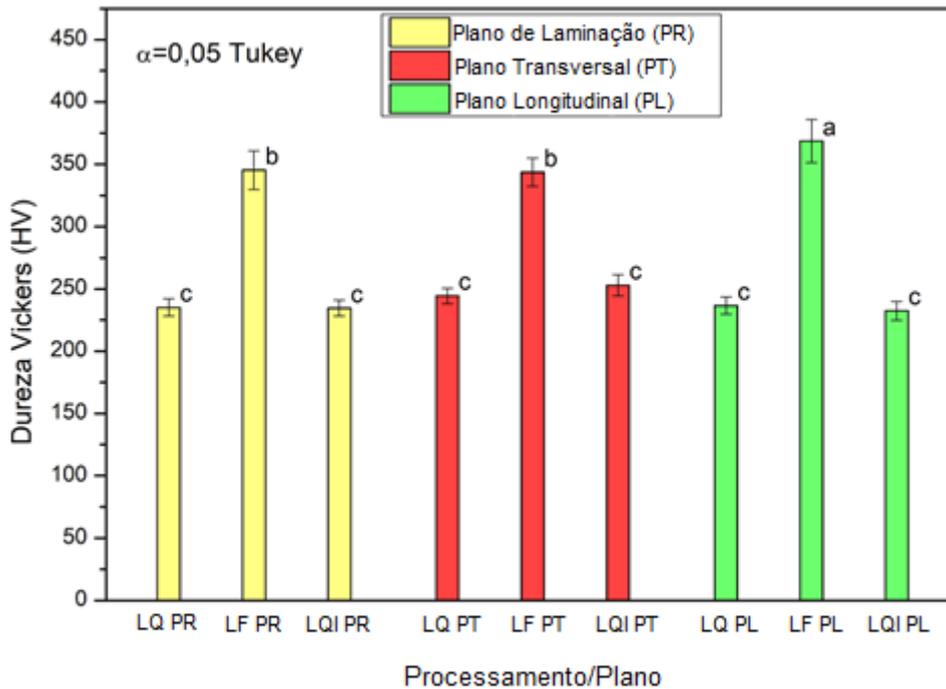
Fonte: O autor, 2024.

### 3.4 Propriedades mecânicas. Dureza.

A Figura 3.6 mostra as medidas de dureza para todas as seções do AID UNS S32304 nas condições LQI, LQ e LF. É possível observar que o recozimento posterior à laminação a quente não afeta de maneira significativa a dureza do material em nenhuma das seções analisadas. Isso se deve provavelmente, ao fato de que o recozimento posterior à laminação a quente apenas permite o processo de recuperação da ferrita responsável por aniquilar e reorganizar os defeitos internos em pequeno grau o que, por sua vez, não diminui a dureza de forma acentuada. Assim, o material laminado a quente industrial e laminado a quente pós laminação a quente anterior, apresenta dureza de, aproximadamente, 250 HV em

todas as seções. Além disso, os valores de dureza encontrados na seção longitudinal do AID UNS S32304 depois de laminado a quente com posterior recozimento estão de acordo com aqueles reportados pela literatura, ou seja, na faixa de 240-300HV (Duprez *et al.*, 2002).

Figura 3.6 - Medidas de dureza Vickers do AID UNS S32304



Nota: Condição industrial (laminado a quente e recozido), depois de laminado a quente sem posterior recozimento e depois de laminado a frio na transversal para todas os planos (PR, PT E PL).

Fonte: O autor, 2024.

Por outro lado, a dureza do material laminado a frio é 47% superior à do material laminado a quente e também laminado a quente industrial, independente da seção analisada. Estudos envolvendo a deformação plástica por laminação a frio de AIDs na mesma direção da laminação a quente prévia seguida de recozimento mostram valores de dureza para a condição deformada que são próximos àqueles aqui encontrados (em torno de 330 HV) (Bassani *et al.*, 2013; Malta *et al.*, 2019). Por exemplo, Santos *et al.* (2022) mostram que para uma redução de 60% laminado a frio, o AID UNS S32304 apresenta uma dureza de, aproximadamente, 397 HV. Esse mesmo material recozido a 600°C também apresentou uma dureza semelhante ao material estudado, aproximadamente 337HV.

Para esse grau de deformação plástica é possível considerar que o aumento de dureza se deve ao encruamento do material (ou seja, aumento da densidade de discordâncias

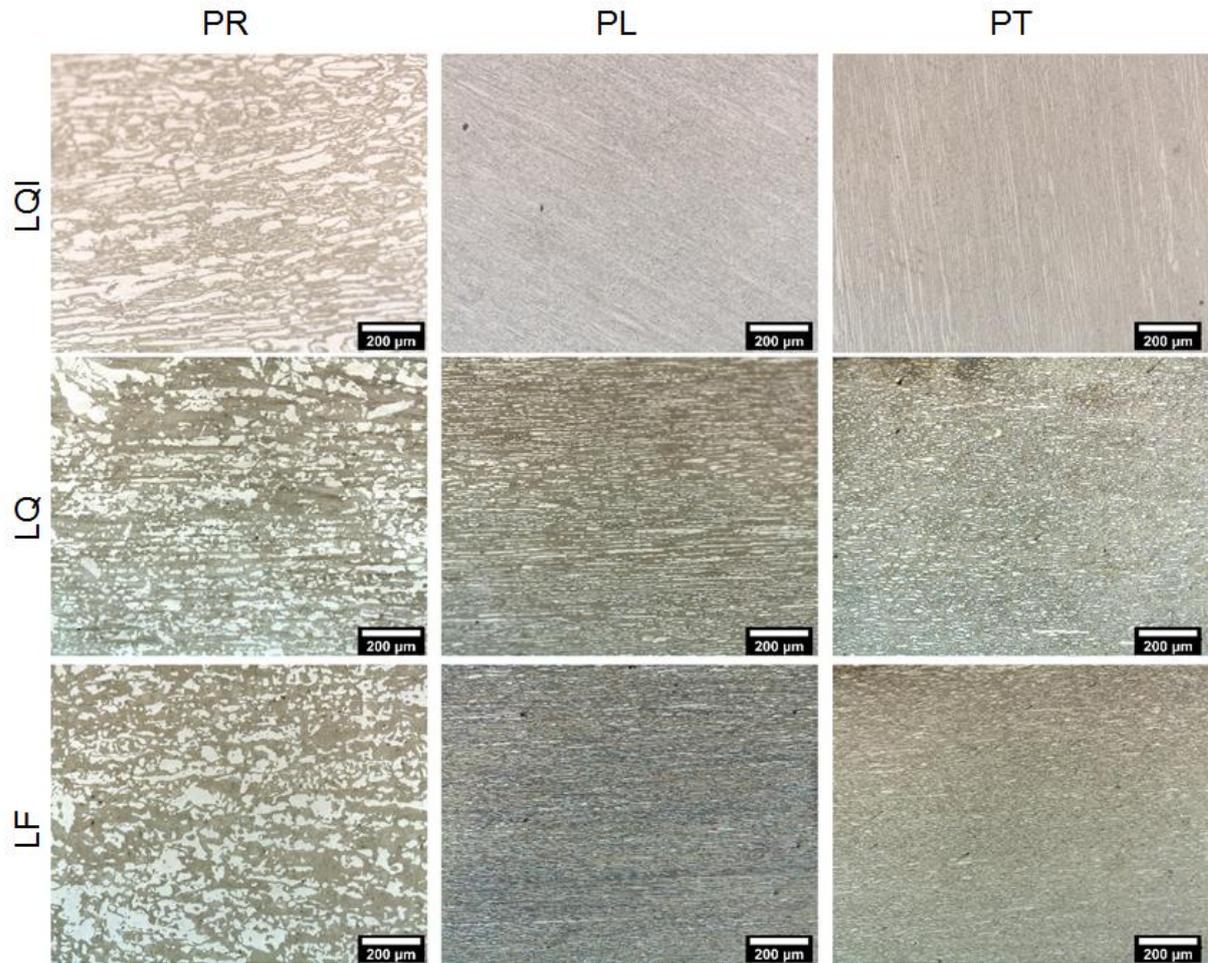
na microestrutura do aço, falhas de empilhamento e maclas). A alta dureza alcançada na condição de laminado a frio está associada à transformação induzida por deformação ( $\gamma - \alpha'$ ) e ao endurecimento por deformação (Maria, 2019; Assumpção, 2021).

Para análise dos resultados de dureza, foi utilizado o teste estatístico de Tukey, que consiste em um teste estatístico usado para fazer comparações múltiplas entre as médias de diferentes grupos, após realizar uma ANOVA (Análise de Variância), ajudando a identificar quais grupos são significativamente diferentes uns dos outros.

A análise estatística de Tukey com  $\alpha = 0,05$  de critério de confiabilidade e três réplicas, para os dados de dureza Vickers contra os planos principais do processo de laminação indica que há apenas três diferenças significativas para as condições: (a) LF PL; (b) LF PR = LF PT; e (c) LQ PR = LQI PR = LQ PT = LQI PT = LQ PL = LQI PL. A dureza devido ao processamento a frio causa o maior endurecimento, casos a e b. No plano longitudinal, caso a, é o que tem a mais alta dureza. Este plano é formado pelas direções de laminação e transversal curta. Ademais, a dureza medida nos seis planos principais das condições LQI e LQ é estatisticamente nula.

A Figura 3.7 mostra as microestruturas de uma mesma seção do AID UNS S32304 depois de submetido aos três processos anteriormente apresentados: LQI, LQ e LF. É importante observar que a seção longitudinal da chapa depois de LQ torna-se aquela transversal da chapa depois de LF enquanto que a seção transversal da chapa depois de LQ torna-se aquela longitudinal da chapa depois de LF. Assim, é possível notar que a seção longitudinal da condição LQ passa de uma microestrutura bandeada bastante achatada e alongada para outra também com lamelas fortemente achatadas e refinadas, porém com aspecto mais fragmentado e ondulado.

Figura 3.7 - Microestruturas de AID UNS S32304



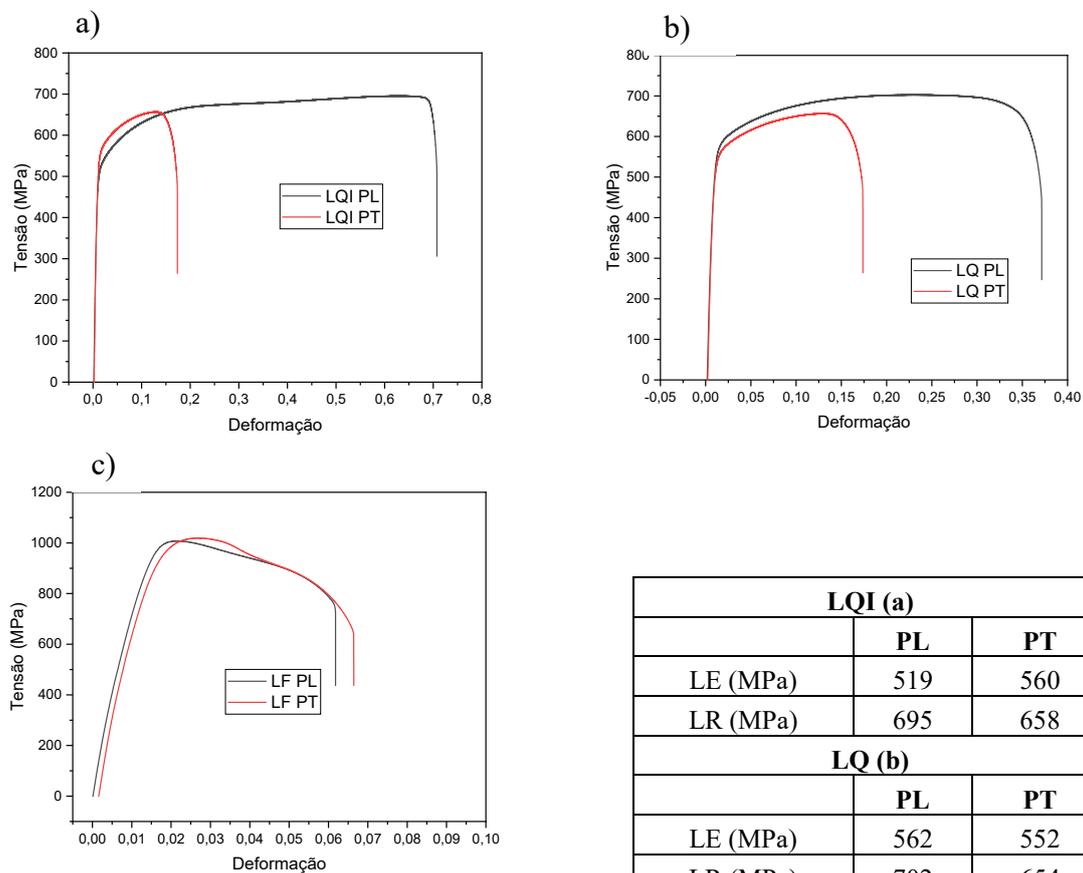
Nota: Condições LQI, LQ e LF, visualizadas com ampliação de 200x para todas as seções.  
Fonte: O autor, 2024.

Da mesma maneira, a seção transversal anteriormente apresentando grãos achatados, porém fragmentados na condição LQ passa a apresentar lamelas mais compridas e mais finas. Neste sentido, percebe-se que a etapa de laminação a frio na transversal a partir de uma microestrutura com fases bastante alinhadas foi efetiva em fragmentar os grãos de forma a manter valores de dureza similares em todas as seções analisadas, conduzindo para um material com propriedades mecânicas mais aparentemente isotrópicas. Geralmente isso não é observado em materiais laminados a frio de maneira convencional que, por sua vez, geram materiais com propriedades mais diferenciadas na seção longitudinal apenas. Esta rotação de 90° entre as etapas de laminação não é convencional.

### 3.5 Caracterização da resistência mecânica. Ensaio de Tração

As Figuras 3.8 mostram as curvas de tensão-deformação típicas de ensaios de tração em amostras de aço submetidas a diferentes processos de conformação (laminação a quente industrial, laminação a quente e laminação a frio). O ensaio uniaxial de tração foi aplicado perpendicularmente aos planos indicados. Os resultados revelam informações importantes sobre a influência do processamento nas propriedades mecânicas e na isotropia do material.

Figura 3.8 - Curvas tensão vs deformação



Nota: Ensaio de tração não padronizado aplicado perpendicularmente aos planos PL e PT.

Fonte: Próprio Autor, 2024.

A análise dos resultados obtidos nos ensaios de tração revela a influência significativa dos diferentes processos de laminação e da orientação do corpo de prova nas propriedades mecânicas do aço. A anisotropia, característica inerente aos materiais laminados, é evidente nos resultados de laminação a quente industrial e laminação a quente, com variações nas propriedades mecânicas de acordo com os planos (PL, PT).

A laminação a frio (LF) com rotação a 90° em relação ao processamento prévio LQ, aumenta a resistência mecânica, tanto em termos de limite de escoamento (LE) quanto de limite de resistência à tração (LR) em todos os planos observados. Esse resultado é atribuído ao encruamento e refino da microestrutura promovidos pela deformação a frio, que aumentam a densidade de discordâncias e dificultam seu movimento, resultando em um material mais resistente. Observa-se também que a similaridade nos resultados de tensão e deformação para essa rota de processamento sugere a isotropia do aço.

A ductilidade, ou seja, a capacidade de deformação antes da fratura, também varia com a laminação e orientação para os processos de laminação a quente industrial e laminação a quente. Nas condições LQI e LQ, o aço apresenta maior ductilidade no plano longitudinal (PL) e menor no plano transversal (PT), indicando anisotropia, ou seja, propriedades mecânicas que variam conforme a direção. No entanto, quando rotacionado e laminado a frio os resultados de deformação apresentam similaridade, insinuando isotropia.

Os resultados obtidos neste estudo corroboram com as conclusões de Moura *et al.* (2021), que também investigaram as propriedades do aço inoxidável duplex UNS S32304, porém laminado a frio unidirecional. Foi encontrado por Moura *et al.* uma resistência de aproximadamente 1000 MPa para as amostras laminadas a frio com 30% e 63% de redução, resultado esse semelhante ao encontrado neste estudo para as direções PT e PL laminadas a frio transversal.

Comparando os dois trabalhos, podemos sugerir que, quando o material é laminado a frio acontece um aumento em sua resistência, e que o processamento termomecânico é fundamental para otimizar suas propriedades mecânicas. No entanto, é importante ressaltar que, diferentemente do trabalho de Moura *et al.* (2020), neste estudo, a chapa foi rotacionada em 90° após a laminação a quente, antes da laminação a frio.

Em um estudo de 2021, Assumpção *et al.* (2016) analisaram o aço duplex 2205 e descobriram que a forma como o aço é processado afeta sua resistência. Ele observou que o aço laminado a quente, apresentou um limite de resistência (LR) de 767 MPa e um limite de escoamento (LE) de 596 MPa. Por outro lado, quando o aço passou por um processo adicional de laminação a frio unidirecional, que o torna mais resistente, esses valores aumentaram

significativamente. O limite de escoamento subiu para 915 MPa e o limite de resistência para 1362 MPa.

Comparando com o material em estudo, vimos que a laminação a quente resulta em características bem parecidas com as encontradas por Assumpção em 2021. No entanto, há resultados diferentes quando se trata de laminação a frio. O limite de escoamento do material estudado neste trabalho (660 MPa) é bem diferente do material analisado por Assumpção *et al.* (2016) (915 MPa). No limite de resistência, o material estudado neste trabalho também mostrou ser menos resistente (1007 MPa) em comparação ao deles (1362 MPa).

Em resumo, a laminação a quente parece seguir um padrão e o processo de laminação a frio, em ambos materiais, tiveram um aumento na resistência.

De acordo com os estudos de Rodrigues, (2019), que realizou ensaios em amostras de aço inoxidável duplex UNS S32304 submetidas a diferentes níveis de laminação a frio (0%, 4%, 12%, 17% e 22% de redução de espessura na direção da laminação), foram encontrados os seguintes resultados: O limite de escoamento e a resistência à tração máxima aumentaram com o aumento da laminação a frio. O limite de escoamento aumentou de 600 MPa para 929 MPa, e a resistência à tração máxima aumentou de 753 MPa para 960 MPa, após 22% de redução de espessura. O alongamento total diminuiu com o aumento da laminação a frio. O alongamento total caiu de 45% para cerca de 15%, após 22% de redução de espessura.

Esses resultados indicam que a laminação a frio causa um endurecimento por deformação no aço, resultando em maior resistência mecânica, mas com perda de ductilidade.

Ao analisar os resultados dos ensaios de tração, pode-se observar que tanto o processamento de laminação a quente industrial quanto laminação a quente, em nossos estudos resultaram em valores que caracterizam o aço como anisotrópico. No entanto, os ensaios realizados com os corpos de prova laminados a frio rotacionado evidenciaram a anisotropia do material.

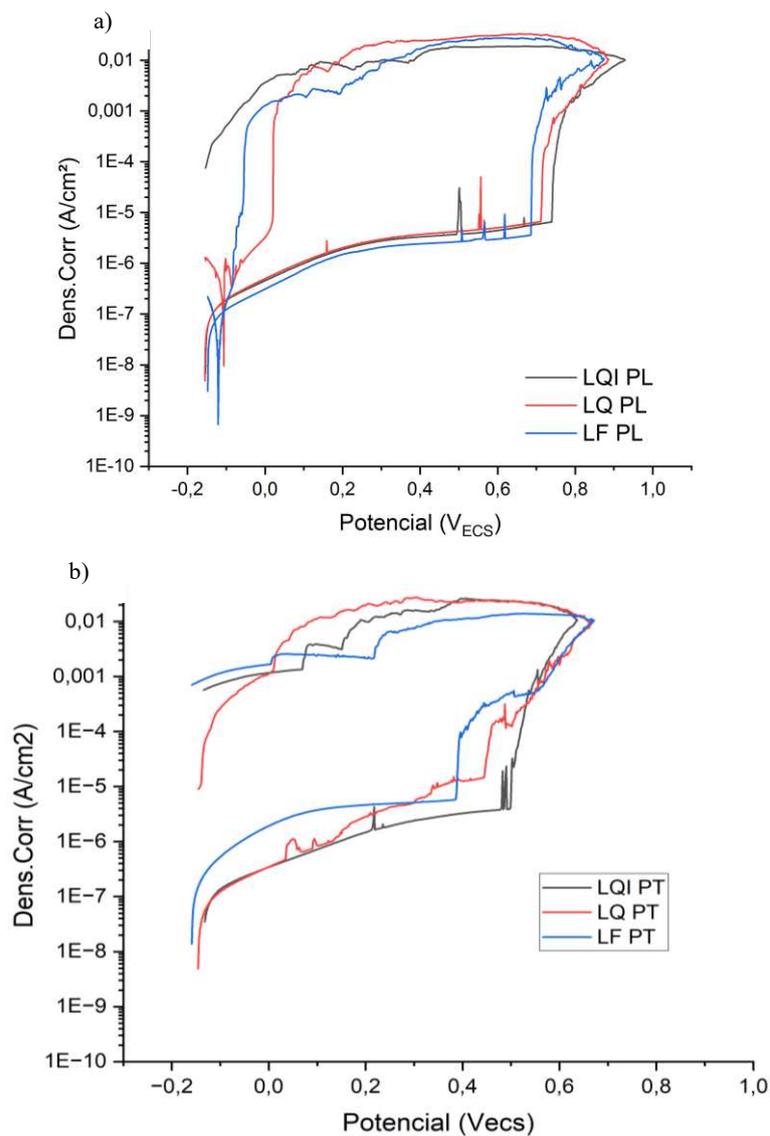
Fazendo uma comparação dos resultados de dureza dos planos PT e PL encontramos diferença estatística apenas no processo de laminação a frio. Quanto aos resultados dos ensaios de resistência à tração, não é possível usar análise estatística por falta de réplicas, entretanto, a maior diferença percentual ocorreu para o limite de escoamento dos ensaios de tração no processo de laminação LQI da ordem de 8%.

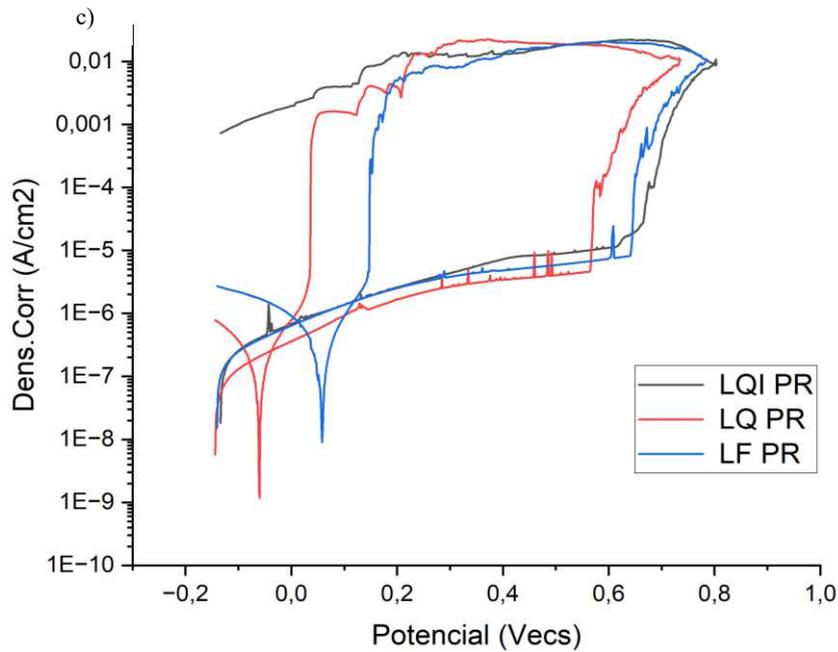
### 3.6 Ensaios eletroquímicos de corrosão

#### 3.6.1 Ensaios de corrosão em 3,5% NaCl em massa

A Figura 3.9 exibe as curvas de polarização obtidas após manter as amostras por uma hora no potencial de circuito aberto. A varredura começou 50 mV abaixo do potencial de corrosão e quando a densidade de corrente atingiu 10 mA/cm<sup>2</sup>, houve a reversão do potencial rumo ao potencial de corrosão. O meio corrosivo usado foi 3,5% NaCl em meio aquoso.

Figura 3.9 - Curva de polarização a 1,0 mV/s com reversão do potencial em 10 mA/cm<sup>2</sup>





Fonte: O autor, 2024.

O número de resistência equivalente ao pite (PREN) pode ser calculado pela expressão  $PREN = 1 \times Cr\% + 3,3 \times Mo\% + 16 \times N\%$ , em massa (Chen *et al.*, 2021). Para a liga em estudo, o PREN do aço UNS S32304 é 25,6. Os aços super duplex têm PREN entre 40 a 50 apresentando muito maior resistência o pite, porém, mesmo com esta alta resistência elas não são imunes a pite (Sunghwan *et al.*, 2023) principalmente em meios contendo haletos, como os cloretos.

Os resultados evidenciam a suscetibilidade à corrosão por pites em relação às diversas seções da chapa laminada (planos longitudinal, transversal e de laminação) e ao tipo de laminação (a quente originada da indústria - LQI, a quente pós-industrial - LQ e a frio com rotação a 90° - LF). Na figura 4.9-a, referente aos planos longitudinais, não há diferença significativa entre as curvas. Os resultados da figura 4.9-b expressam a reatividade dos planos transversais à polarização anódica. Nota-se que há uma equivalência entre as condições LQI e LQ, mas uma pequena melhora em relação ao tratamento LF. Possivelmente a microestrutura mais refinada tenha mais bem homogeneizado a distribuição química e com isto elevando o potencial de pite. No mesmo sentido, a repassivação após reversão do potencial ocorre em potenciais mais elevados. Deve ser ressaltado, entretanto, que a corrosão localizada tem sempre uma distribuição estatística, de modo que a quantidade de pites estáveis nucleados varia, e dependendo da quantidade e profundidade dos pites, a sua repassivação é afetada por estas características.

As curvas anódicas apresentam uma tendência à passivação com ocorrência de alguns transientes metaestáveis, isto é, picos anódicos ainda dentro da faixa de potencial de passivação. Os pites metaestáveis indicam processos de depassivação seguidos da repassivação. No potencial de pite, formam-se pites estáveis, que só se repassivam em potenciais mais baixos. Ao atingir o potencial de pite, e com a reversão do potencial, entretanto, a corrente continua elevada, indicando que os pites continuam ativos até mesmo para potenciais próximos do potencial de corrosão.

A análise das curvas potenciodinâmicas cíclicas revela a influência da seção relativamente às direções de laminação expostas ao meio corrosivo e do tipo de laminação na suscetibilidade do aço duplex UNS S32304 à corrosão. As amostras expostas ao meio corrosivo pelo plano transversal (PT) exibem maior densidade de corrente de passivação e potencial de pite mais negativo, indicando, por estes parâmetros, maior suscetibilidade em comparação com as outras seções PL e PR. Essa diferença pode ser atribuída à orientação dos grãos e à distribuição de elementos na microestrutura, que são afetadas pela direção de laminação.

Com relação aos dados da Figura 3.9, pode-se argumentar que no plano de laminação (PR), a curva de polarização do aço laminado a quente industrial (LQI PR) mostra um aumento moderado na densidade de corrente anódica com o aumento do potencial, indicando certa suscetibilidade à corrosão intergranular, mas com reatividade controlada. A laminação a quente pós-industrial (LQ PR) apresenta um comportamento similar, porém com um ligeiro aumento na densidade de corrente, sugerindo maior suscetibilidade. A laminação a frio (LF PR) exibe a maior densidade de corrente, indicando maior suscetibilidade à corrosão intergranular.

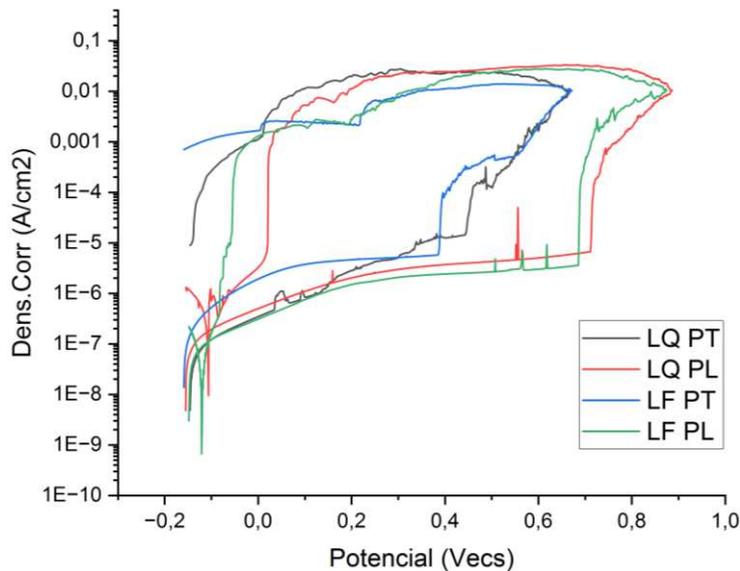
A Figura 3.9 a) apresenta amostras laminadas longitudinalmente, a laminação a quente industrial (LQI PL) mostra menor densidade de corrente, sugerindo menor suscetibilidade à corrosão intergranular. A laminação a quente pós-industrial (LQ PL) exibe um aumento na densidade de corrente, indicando maior suscetibilidade em comparação com LQI PL. A laminação a frio (LF PL) apresenta a maior densidade de corrente, evidenciando a maior suscetibilidade entre as amostras laminadas longitudinalmente. A Figura 3.9 b), apresenta amostras laminadas transversalmente, a laminação a quente industrial (LQI PT) exibindo densidade de corrente moderada, indicando suscetibilidade intermediária à corrosão intergranular. A laminação a quente pós-industrial (LQ PT) mostra maior densidade de corrente do que LQI PT, indicando maior suscetibilidade. A laminação a frio (LF PT)

apresenta a maior densidade de corrente, demonstrando maior suscetibilidade entre as amostras laminadas transversalmente.

O tipo de laminação também exerce um papel importante. As amostras laminadas a frio (LF) apresentam menor densidade de corrente de corrosão e potencial de pite mais positivo, indicando maior resistência à corrosão por pite em relação às amostras laminadas a quente (LQ). A laminação a frio promove o encruamento, refinando a microestrutura e aumentando a resistência mecânica, o que contribui para a maior resistência à corrosão.

Entre os processamentos LQ e LF, os planos PL e PT invertem devido à rotação a 90° e a figura 3.10 mostra estas quatro condições.

Figura 3.10 - Curvas de polarização dos planos que são rotacionados: LQ PL → LF PT e LQ PT → LF PL



Fonte: O autor, 2024.

As amostras submetidas à laminação a frio (LF) exibem consistentemente as maiores densidades de corrente, indicando maior suscetibilidade à corrosão intergranular em todas as seções de laminação. As amostras laminadas a quente, tanto industrial (LQI) quanto pós-industrial (LQ), mostram melhor resistência à corrosão por pite, sendo que a laminação a quente industrial (LQI) tende a apresentar a menor suscetibilidade na maioria dos casos. A direção de laminação também influencia os resultados, mas a diferença mais pronunciada é observada no tipo de laminação aplicada. Esses resultados são essenciais para a escolha do

tipo de laminação a ser utilizado, dependendo da aplicação final do aço duplex UNS S32304, especialmente onde a resistência à corrosão por pites em meios cloretados é um fator crítico.

A Tabela 3.2 apresenta resultados de ensaios de corrosão por pite no aço duplex UNS S32304. Os ensaios foram realizados em amostras submetidas a diferentes condições de laminação (a quente advinda da indústria, a quente pós-industrial e a frio com rotação a 90°) e em diferentes direções de laminação (longitudinal, transversal longa e transversal curta). As medidas são de potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) e potencial de pite ( $E_{pite}$ ), ambos em milivolts (mV x ECS).

Tabela 3.2 - Potenciais de corrosão e de pite

		LQI PR	LQI PL	LQI PT	LQ PR	LQ PL	LQ PT	LF PR	LF PL	LF PT
$E_{corr}$ (mV)	Média	-153,78	-163,54	-117,86	-139,84	-154,78	-146,01	-172,69	-21,46	-144,61
	Desvpad	27,83	14,44	21,21	5,82	8,60	—	45,82	128,8	13,65
$E_{pite}$ (mV)	Média	579,25	727,62	381,67	570,78	627,92	446,63	641,81	596,61	255,29
	Desvpad	123,59	16,31	168,71	79,13	100,65	—	—	86,12	185,68

Fonte: O autor, 2024.

A maioria dos pontos apresenta valores médios de  $E_{corr}$  negativos em relação ao eletrodo padrão de calomelanos saturado, com destaque para LF PL com o valor médio menos negativo (-21,46 mV x ECS), sugerindo menor tendência à corrosão geral. O desvio padrão mais alto é observado em LF PL (128,8 mV), indicando maior variabilidade nos valores de  $E_{corr}$  nesse ponto.

Em relação ao potencial de pite ( $E_{pite}$ ), LQI PL apresenta o maior valor médio (727,6 mV), indicando maior resistência à corrosão por pite, enquanto LF PT apresenta o menor valor médio (255,3 mV), sugerindo maior suscetibilidade. Os desvios padrão são consideravelmente altos para a maioria dos pontos, indicando grande variabilidade na iniciação da corrosão por pite.

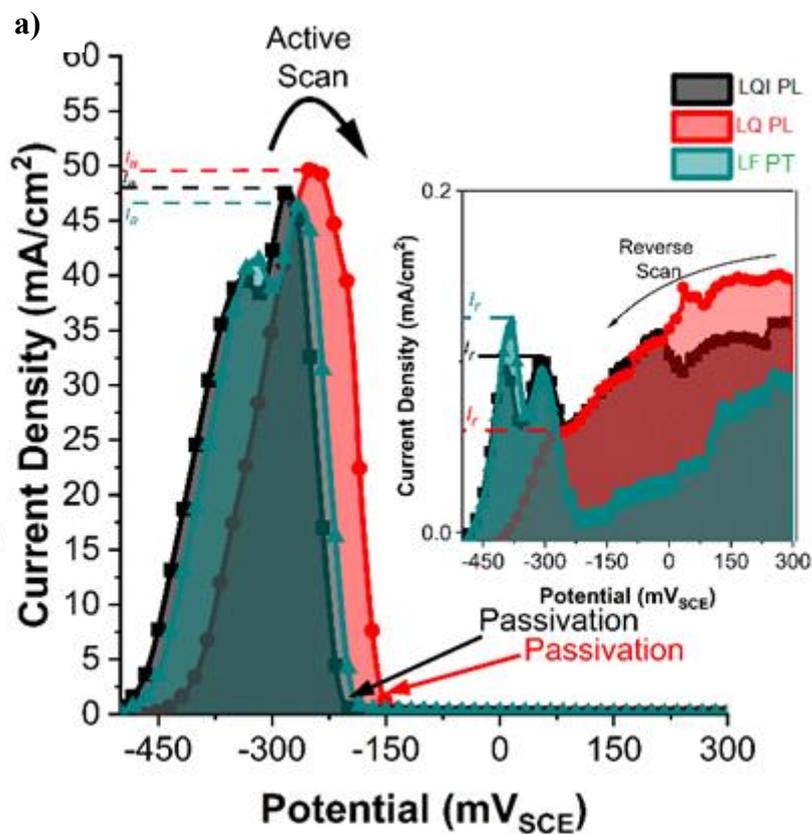
No entanto, podemos inferir que as variações nos valores de  $E_{corr}$  e  $E_{pite}$  entre os pontos podem ser atribuídas a diferentes microestruturas, variação da composição química entre as fases austenita e ferrita e a tensões residuais resultantes das condições de processamento.

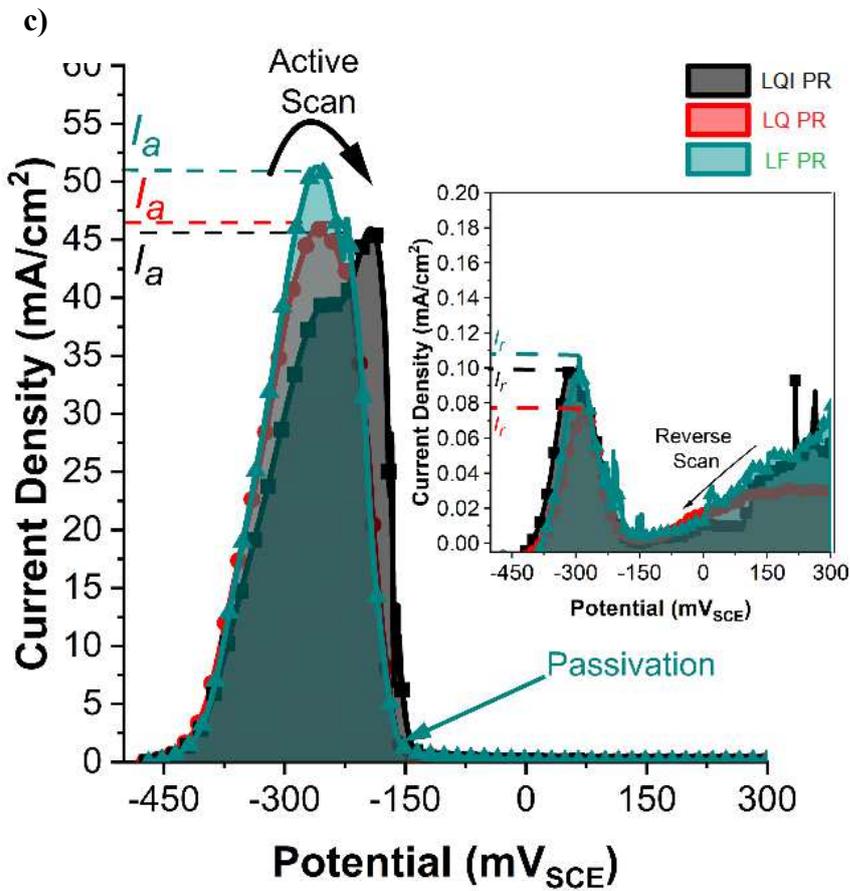
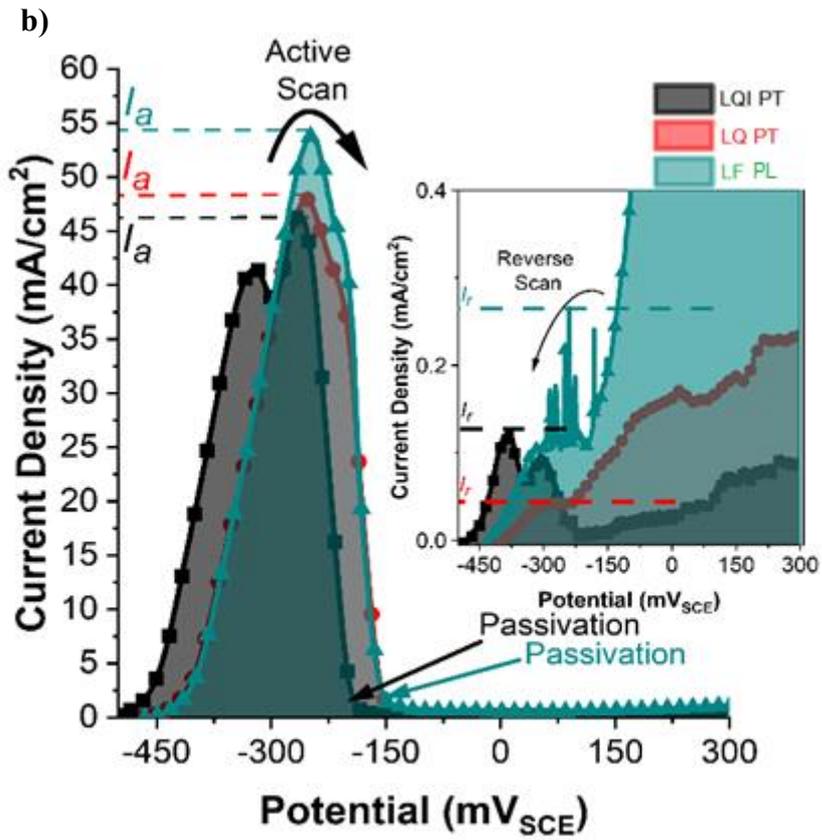
LF PL apresenta menor tendência à corrosão geral, enquanto LQI PL apresenta maior resistência à corrosão por pite. LF PT apresenta maior suscetibilidade à corrosão por pite e alta variabilidade nos valores de  $E_{corr}$ .

### 3.6.2 Ensaio de corrosão reativação potenciocinética de duplo loop (DL-EPR)

A Figura 3.11 exibe os resultados do ensaio de reativação potenciocinética de duplo loop (DL-EPR) em amostras de aço duplex UNS S32304 submetidas a diferentes condições de laminação. Estes resultados evidenciam a suscetibilidade à corrosão intergranular (CIG) dos planos longitudinal, transversal e de laminação dos processos de conformação. A solução de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) e tiocianato de potássio ( $KSCN$ ) é normalmente usada para estimar o grau de sensitização de aço inoxidável austenítico como AISI 304 (UNS S30400) mas também usada para aços com microestrutura mais complexas como duplex e superduplex

Figura 3.11 - Curva de Reativação Potenciocinética de Duplo Loop (DL-EPR)





Fonte: O autor, 2024.

Os resultados dos ensaios de reativação potenciocinética de duplo loop (DL-EPR) apresentados na figura revelam a suscetibilidade à corrosão intergranular (CIG) de amostras de aço duplex UNS S32304 submetidas a diferentes condições de laminação, considerando os planos: longitudinal (PL), transversal (PT) e de laminação e o tipo de laminação (PR) (a quente advinda da indústria, a quente pós-industrial e a frio com rotação a 90°).

Na Figura 3.11 c que apresenta as amostras no plano de laminação (PR), observa-se que as curvas de densidade de corrente em função do potencial para a laminação a quente industrial (LQI PR) apresentam picos significativos de densidade de corrente em torno de -250 mV. Esses picos indicam uma alta suscetibilidade à CIG. As amostras submetidas à laminação a quente pós-industrial (LQ PR) mostram um comportamento similar, com densidade de corrente ligeiramente menor, mas ainda indicando alta suscetibilidade à CIG. Em contraste, as amostras laminadas a frio (LF PR) exibem picos de densidade de corrente levemente menores, sugerindo uma suscetibilidade à CIG um pouco reduzida, embora ainda presente.

Na Figura 3.11 a) que representa as amostras no plano longitudinal (PL), as curvas para a laminação a quente industrial (LQI PL) apresentam picos de densidade de corrente em torno de -250 mV, semelhantes aos observados para as amostras laminadas no transversal curta, indicando uma alta suscetibilidade à CIG. As amostras submetidas à laminação a quente pós-industrial (LQ PL) exibem um comportamento similar ao das amostras LQI PL com picos de densidade de corrente ligeiramente menores. Já as amostras laminadas a frio (LF PL) mostram picos de densidade de corrente menores em comparação com as amostras laminadas a quente, sugerindo uma suscetibilidade à CIG relativamente menor.

Na Figura 3.11 b) que mostra as amostras no plano transversal (PT), as curvas para a laminação a quente industrial (LQI PT) mostram picos em torno de -250 mV, indicando alta suscetibilidade à CIG. As amostras submetidas à laminação a quente pós-industrial (LQ PT) apresentam picos de densidade de corrente similares aos de LQI PT, com uma leve redução. As amostras laminadas a frio (LF PT) exibem picos de densidade de corrente menores, sugerindo uma suscetibilidade à CIG menor em comparação com as amostras laminadas a quente.

Resumindo, os resultados indicam que todas as amostras apresentam picos significativos de densidade de corrente em torno de -250 mV, o que sugere a presença de sensibilização para o caso LF PL. No entanto, a magnitude dos picos varia conforme o tipo de laminação. As amostras submetidas à laminação a quente, tanto industrial (LQI) quanto pós-industrial (LQ), tendem a apresentar picos mais altos de densidade de corrente, indicando uma

maior suscetibilidade à CIG. Por outro lado, as amostras laminadas a frio (LF) mostram picos de densidade de corrente menores, sugerindo uma suscetibilidade ligeiramente reduzida à CIG.

Estes dados são importantes para determinar a melhor condição de laminação para aplicações onde a resistência à corrosão intergranular é um fator crítico. A escolha do tipo de laminação deve levar em consideração esses resultados para garantir a durabilidade e a integridade do aço duplex UNS S32304 em ambientes suscetíveis à corrosão intergranular.

A tabela 3.3 exibe as razões de corrente do ensaio de reativação potenciocinética de duplo loop (DL-EPR) para amostras de aço duplex UNS S32304 submetidas a diferentes condições de laminação. A razão  $I_r/I_a$  (corrente de reativação/corrente de ativação) indica a suscetibilidade à corrosão intergranular (CIG). Esta razão  $I_r/I_a$  é um parâmetro crítico para avaliar a propensão do material à corrosão intergranular, cujos valores mais altos indicam maior suscetibilidade pois a superfície adjacente aos contornos de grão não tem cromo suficiente para manter a passivação.

Tabela 3.3 - Ensaio de Reativação Potenciocinética de Duplo Loop (DL-EPR)

AMOSTRA	$I_r/I_a$ (%)	INTERPRETAÇÃO
LQI PL	0,28	Não sensitizado
LQI PT	0,43	Não sensitizado
LQI PR	0,34	Não sensitizado
LQ PL	0,29	Não sensitizado
LQ PT	0,40	Não sensitizado
LQ PR	0,22	Não sensitizado
LF PL	0,21	Não sensitizado
LF PT	0,60	Não sensitizado
LF PR	0,46	Não sensitizado

Fonte: O autor, 2024.

Para as amostras laminadas a frio nas direções transversal longa (LF PL) e transversal curta (LF PR), os valores de  $I_r/I_a$  são 0,60 e 0,46, respectivamente. Embora esses valores sejam menores que os da laminação a frio longitudinal, ainda indicam uma suscetibilidade considerável à CIG. A redução nos valores de  $I_r/I_a$  em comparação com a laminação longitudinal sugere que a orientação da laminação afeta a suscetibilidade à corrosão, com a direção longitudinal sendo a mais crítica.

As amostras submetidas à laminação a quente pós-industrial (LQ) apresentam valores de Ir/Ia mais baixos em todas as direções: 0,29 para longitudinal (LQ PL), 0,4 para transversal longa (LQ PT) e 0,22 para transversal curta (LQ PR). Esses resultados indicam uma menor suscetibilidade à CIG em comparação com as amostras laminadas a frio. A menor suscetibilidade das amostras LQ em todas as direções sugere que a laminação a quente pós-industrial contribui para uma maior resistência à corrosão intergranular.

As amostras submetidas à laminação a quente industrial (LQI) também mostram valores baixos de Ir/Ia: 0,28 para longitudinal (LQI PL), 0,43 para transversal longa (LQI PT) e 0,34 para transversal curta (LQI PR). Esses resultados são comparáveis aos das amostras laminadas a quente pós-industrial, indicando uma resistência semelhante a CIG. No entanto, a direção transversal apresenta um ligeiro aumento no valor de Ir/Ia sugerindo uma pequena variação na suscetibilidade dependendo da direção de laminação.

A análise detalhada da Tabela 3.3 revela que a laminação a quente, tanto industrial quanto pós-industrial, oferece melhor resistência à CIG em todas as direções de laminação. Esses resultados são fundamentais para orientar a escolha do processo de laminação e a direção apropriada, dependendo das exigências de resistência à corrosão intergranular para aplicações específicas do aço duplex.

Em comparação, Assumpção *et al.* (2023) investigaram o aço duplex lean 2304, que foi laminado a frio até 75% de redução de espessura, seguido por recozimento isocrônico em várias temperaturas (900 °C a 1100 °C por 180 s). Os ensaios de corrosão utilizados foram a polarização potenciodinâmica cíclica e a espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS) em solução de NaCl 3,5% a 22±2 °C. Os resultados mostraram que a maior resistência à corrosão foi observada após recozimento a 1000 °C por 180 s, com a laminação a frio reduzindo o potencial de pite. A análise eletroquímica indicou uma densidade de corrente passiva na ordem de 106 A/cm<sup>2</sup>, com o recozimento a altas temperaturas refinando os grãos e aumentando a resistência. As imagens de MEV revelaram que os pites nucleavam principalmente nas interfaces  $\alpha/\gamma$ , com a ferrita se tornando a fase menos resistente após a laminação a frio.

Ambos os trabalhos utilizaram métodos eletroquímicos, mas com enfoques ligeiramente diferentes: o seu artigo utiliza DL-EPR para medir a suscetibilidade à CIG, enquanto o estudo de Assumpção *et al.* (2023) utiliza polarização potenciodinâmica cíclica e EIS para analisar a resistência à corrosão. Em termos de resultados de corrosão, seu artigo indica que a laminação a frio, especialmente na direção longitudinal, aumenta significativamente a suscetibilidade à CIG, com valores de Ir/Ia altos, especialmente 3,53 para

LF PL. O estudo de Assumpção *et al.* (2023) mostra que a laminação a frio reduz o potencial de pite, mas que o recozimento a 1000°C melhora significativamente a resistência à corrosão.

Podemos concluir que a análise comparativa revela que ambos os estudos oferecem *insights* valiosos sobre a suscetibilidade à corrosão dos aços duplex sob diferentes condições de tratamento. Ambos os enfoques sejam complementares e proporcionam uma compreensão mais abrangente da resistência à corrosão dos aços duplex, eles são essenciais para aplicações industriais e melhorias nos processos de conformação.

Ao analisar comparativamente os resultados obtidos neste estudo e os apresentados por Figueiredo *et al.* (2019) podemos observar diferenças significativas na suscetibilidade à corrosão intergranular (CIG) do aço duplex UNS S32304. Enquanto nossos resultados, obtidos por meio do ensaio de reativação potenciocinética de duplo loop (DL-EPR), indicam que a laminação a quente convencional aumenta a suscetibilidade à CIG, Figueiredo *et al.* (2019) observaram que a laminação acumulada a quente (ARB) melhora a resistência à CIG.

Essa divergência pode ser atribuída às diferenças nos processos de laminação investigados. A laminação convencional a quente, utilizada em nosso estudo, pode levar à formação de precipitados de cromo nos contornos de grão devido à alta temperatura e ao tempo de exposição prolongado, resultando em um aumento da suscetibilidade à CIG. Por outro lado, o ARB, um processo de deformação severa que envolve múltiplos ciclos de laminação com alta deformação, pode refinar a microestrutura, dissolver os precipitados de cromo e homogeneizar a distribuição de elementos de liga, promovendo a formação de uma camada passiva mais estável e protetora nos contornos de grão.

Além disso, a laminação a frio, investigada em nosso estudo, demonstrou diminuir a suscetibilidade à CIG em comparação com a laminação a quente convencional. Esse resultado pode ser explicado pelo encruamento induzido pela laminação a frio, que aumenta a densidade de discordâncias e dificulta a difusão de cromo para os contornos de grão, inibindo a formação de precipitados deletérios.

A suscetibilidade à CIG do aço duplex UNS S32304 é influenciada pelo tipo específico de processo de laminação a quente utilizado. A laminação convencional a quente pode aumentar a suscetibilidade à CIG, enquanto a laminação acumulada a quente (ARB) pode ter o efeito oposto, melhorando a resistência à CIG. Adicionalmente, a laminação a frio também pode ser uma estratégia eficaz para mitigar a suscetibilidade à CIG em comparação com a laminação a quente convencional.

## CONCLUSÕES

- 1) Os resultados obtidos demonstram que a laminação a frio transversal promoveu um material com propriedades mais isotrópicas relativo a propriedade mecânica de resistência a tração em função de uma microestrutura mais homogênea em todos os planos analisados.
- 2) Ensaio eletroquímico revelou que o aço processado por laminação a frio transversal apresentou quase nenhuma suscetibilidade à corrosão intergranular em todos os processamentos e planos analisados.
- 3) A laminação a frio transversal demonstrou ser uma técnica promissora para otimizar as propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex UNS S32304, conferindo-lhe maior resistência e isotropia. No entanto, é fundamental considerar o impacto negativo na ductilidade, especialmente em aplicações que exigem alta deformação plástica.

## **ESTUDOS FUTUROS**

Pesquisas futuras podem investigar o efeito de diferentes parâmetros de laminação a frio transversal, como temperatura e grau de redução, nas propriedades do aço UNS S32304. Além disso, a investigação de tratamentos térmicos posteriores à laminação a frio pode ser uma estratégia interessante para melhorar a ductilidade e a resistência à corrosão do material, sem comprometer significativamente sua resistência mecânica.

## REFERÊNCIAS

- ABINOX. Tratamento Térmico dos Aços Inoxidáveis Austeníticos e Ferríticos. Disponível em: <https://abinox.org.br/duplex/>. Acesso em: 07 fev. 2024.
- ALVAREZ-ARMAS, I.; DEGALLAIX-MOREUIL, S., eds., Duplex Stainless Steels, Wiley-ISTE, 2009.
- ALVAREZ-ARMAS, I. Duplex stainless steels: brief history and some recent alloys. Recent Patents on Mechanical Engineering, v. 1, n. 1, p. 51-57, 2008. Acesso em: 21 mar. 2024.
- APERAM INOX BRASIL. Duplex UNS 32304. Disponível em: <https://brasil.aperam.com/wp-content/uploads/2015/11/Duplex-UNS-32304-A%C3%A7o-Inoxid%C3%A1vel-Duplex.pdf>. Acesso em: 10 jan. 2024.
- ARTHUSO, E., C., M. Influência da taxa de deformação e da temperatura na ductilidade a quente do aço inoxidável duplex UNS S32304. 2013. 106 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.
- ASSUMPÇÃO, R. F. Influência da homogeneização, laminação a frio e temperaturas de recozimento na microestrutura, propriedades mecânicas e propriedades passivas do aço inoxidável duplex 2205. Dissertação de mestrado, Universidade Federal de Ouro Preto, 2021.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM A240/A240M – 12: Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications, 2012.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM A262–14: Standard Practices for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels, 2014.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM G61-86: Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron-, Nickel, or Cobalt-Based Alloys, 2014.
- BASSANI, P., BREDA, M., BRUNELLI, K., MÉSZÁROS, I., PASSARETTI, F., ZANELATO, M. & CALLIARI, I. Characterization of a Cold-Rolled 2101 Lean Duplex Stainless Steel. Microscopy and Microanalysis, v. 19, p. 988–995, 2013.
- BREDA, M., BRUNELLI, K., GRAZZI, F., SCHERILLO, A., & CALLIARI, I. Effects of Cold Rolling and Strain-Induced Martensite Formation in a SAF 2205 Duplex Stainless Steel. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 46, p. 577-586, 2015.
- BUNGE, H. J, Texture analysis in materials science: mathematical methods, 1982.

CHEN, D.; DONG, C.; MA, Y.; JI, L.; GAO, L.; LI, X. Revealing the inner rules of PREN from electronic aspect by first-principles calculations, Corrosion Science 189, 109561, 2021.

CIHAL, V.; STEFEC, R., On the development of the electrochemical potentiokinetic method. Electrochimica Acta, v. 46, p. 3867-3877, 2001.

DAMIN, K., V., S., GENEROSO, D., J., NETO, F., C. Aços Inoxidáveis Duplex: Uma Breve Visão. Revista Liberato, Novo Hamburgo, v. 18, n. 29, p. 113-129, jan. /jun. 2017.

DANDEKAR, T.; KUMAR, A.; KHATIRKAR, R.; MAHADULE, D.; AYYAPPAN, G. Multistep Cross Rolling of UNS S32101 Steel: Microstructure, Texture, and Magnetic Properties. Journal of Materials Engineering and Performance, 30, 2916 – 2929, 2021.

DAVIS, J. R. (Ed.). Gray Iron. In: ASM Handbook, v.1: Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys. 10th ed. Materials Park. Ohio: ASM International, p. 2150, 1990.

DAVIS, J. R. (Ed.). Materials Park. Ohio: ASM International, 1994.

DIETER, G.E; BACON, D., Mechanical Metallurgy, Singapura: Mc-Graw Hill Book Company, 1988.

DUPREZ, L., DE COOMAN, B.C. & AKDUT, N. Deformation behavior of duplex stainless steel during industrial hot rolling. Steel Research, 73, 531-538, 2002.

ESMAILZADEH, S.; ALIOFKHAZRAEI, M.; SARLAK, H. Interpretation of cyclic potentiodynamic polarization test results for study of corrosion behavior of metals: A review. Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces, v. 54, n. 5, p. 976-989, 2018.

FARGAS, G., AKDUT, N., ANGLADA, M. MATEO, A. Reduction of Anisotropy in Cold-Rolled Duplex Stainless-Steel Sheets by Using Sigma Phase Transformation. Metallurgical and Materials Transactions A, 42, 3472–3483, 2011.

FARGAS, G., AKDUT, N., ANGLADA, M., MATEO, A. Microstructural evolution during industrial rolling of a duplex stainless steel. ISIJ International, v. 48, n. 11, p. 1596-1602, 2008.

FEDOROV, A.S., ZHITENEV, A.I., STREKALOVSKAYA, D.A., KUR, A.A. ALKHIMENKO, A.A. Quantitative Description of Duplex Stainless Steels Microstructure Using Selective Etching. Metals, 11, 1750, 2021.

FIGUEIREDO, R. P., OLIVEIRA, M. C. L., CETLIN, P. R. Microstructural characterization and corrosion behavior of UNS S32304 duplex stainless steel processed by accumulative roll bonding. Materials Science and Engineering: A, 761, 138041, 2019.

FOLKHARD, E. Welding Metallurgy of Stainless Steels - Springer-Verlag, New York, 1988.

FRANCIS, R.; BYRNE, G. Duplex Stainless Steels - Alloys for the 21st Century. Metals, 11, 836, 2021.

GONÇALVES, Karina Aparecida Martins Barcelos; OLIVEIRA, Tarcísio Reis de; SANTOS, Dagoberto Brandão. Textura cristalográfica e propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis duplex UNS S31803 e UNS S32304 após laminação a frio e recozimento. In: 12º Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável, 2015.

GUNN, R. N., Duplex Stainless Steel, Microstruture, Properties and Application. 2 ed, Cambridge, Abington Publishing, 1997.

HUMPHREYS, F.J. and HATHERLY, M., Recrystallization and Related Annealing Phenomena. Second Edition, 2004.

HUTCHINSON W B; SCHILIPPENBACH U V; JONSON J. Texture and Anisotropy in Duplex Stainless Steels SS 2377. Proceedings of Duplex Stainless Steel. (1-2), 1986.

IMAO, T., Thermomechanical Processing of High-strength Low-alloy Steels, 1988.

INTERNATIONAL STANDARD. ISO 12732. Corrosion of metals and alloys - Electrochemical potentiokinetic reactivation measurement using the double loop method, 2006.

JURA, J.; BAUDIN, T.; MATHON, M.H.; SWIATNICKI, W.; PENELLE, R., Microstructure and Texture Analysis in a Cold-Rolled Austenitic-Ferritic Steel with Duplex Structure, Mater. Sci. Forum. 408–412, 1359–364, 2009.

KEICHEL, J.; FOCT, J.; GOTTSTEIN, G., Deformation and Annealing Behavior of Nitrogen Alloyed Duplex Stainless Steels. Part I: Rolling, ISIJ Int. 43, 1781–1787, 2003.

LIMA, Daniela BIANCHI PONCE LEON DE. Efeitos da energia de soldagem na microestrutura do aço inoxidável superduplex UNS S32750. 2011. 138 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2011.

LIMA, N. B. DE *ET AL*. Deformation and recrystallization textures in duplex stainless steel. Materials Science Forum, v. 408-412, p. 1353–1358, 2002.

LIU, Z., HAN, Y., WU, Z., SUN, J., ZU, G., ZHU, W., RAN, X. Microstructures and mechanical properties of cold-rolled 21Cr lean duplex stainless steel with medium to high cold rolling reductions. Materials Today Communications, 33, 104860, 2022.

MALTA, P.O., CONDÉ, B.L., ASSUMPÇÃO, R.F., PERASOLI, D.B., SICUPIRA, D.C. & SANTOS, D.B. Effect of Annealing Temperature on Mechanical Behavior, Pitting Resistance and Grain Boundary Character of a 2304 Lean Duplex Stainless Steel. Metallurgical and Materials Transactions A, 50, 2665–2677, 2019.

MARIA, G.G.B. Avaliação da transformação martensítica induzida por deformação, e sua transformação reversa e sua influência nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex 2304. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2019.

MCCAFFERTY, Edward. Introduction to Corrosion Science. Springer, P 382, 2010.

MCGUIRE, Michael. Stainless Steels for Design Engineers. ASM International, 2008.

METALS HANDBOOK COMMITTEE. ASM Handbook, vol. 1, Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys. 10th ed. 1990, ASM International. p. 2150,1990.

MOURA, A. N.; ALCANTARA, C. M.; OLIVEIRA, T. R.; CUNHA, M. A.; MACHADO, M. L. P. Effect of cold rolling reduction on texture, recrystallization and mechanical properties of UNS S32304 Lean Duplex stainless steel. Materials Science & Engineering A, v. 802, p. 140577, 2021.

MOURA, A.N. DE, ROSA NETO, C.A., CASTRO, N.A., VIEIRA, E.A., ORLANDO, M.T.D.A. Microstructure, crystallographic texture and strain hardening behavior in hot tensile tests of UNS S32304 Lean Duplex stainless steel. Journal of Materials Research and Technology, 12, 1065–1079. Elsevier, 2021.

MOURA, A.N., L.N.O. FAVARATO, A. ITMAN FILHO, C.M. ALCÂNTARA, M.A. CUNHA, T.R. OLIVEIRA, M.L.P. MACHADO, Study of the recrystallization and crystallographic texture evolution during final annealing of UNS S32304 Lean Duplex stainless steel, Mater. Charact. 130, 39–49, 2017.

NICKEL DEVELOPMENT INSTITUTE; American Iron And Steel Institute. Design guidelines for the selection and use of stainless steel. [S. l.]: Specialty Steel Industry of the United States, 52 p. (Designers' handbook series, n. 9014), 1993.

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

OUTOKUMPU O. Handbook of stainless steels Finland: Outokumpu Oyj; 2013.

PECKNER, Donald; BERNSTEIN, I. M. Handbook of Stainless Steels. McGraw-Hill Book Company, 1977.

PEGUET, L.; MALKI, B.; BAROUX, B. Influence of cold working on the pitting corrosion resistance of stainless steels. Corrosion Science, v. 49, n. 1, p. 22-38, 2007.

PRAMANIK, S.; BERA, S.; GHOSH, S. K. Influence of cold rolling on microstructural evolution in 2205 duplex stainless steel. Steel Research International, v. 85, n. 5, p. 776–783, 2014.

RODRIGUES, D. G., BRAGA MARIA, G. G., VIANA, N. A. L., & SANTOS, D. B. Effect of low cold-rolling strain on microstructure, texture, phase transformation, and mechanical properties of 2304 lean duplex stainless steel. Materials Characterization, 150, 138–149, 2019.

RODRIGUES, D.G., GIANINI, G., MARIA, B., APARECIDA, N., VIANA, L. Effect of low cold rolling strain on microstructure, texture, phase transformation, and mechanical properties of 2304 lean duplex stainless steel. Materials Characterization v. 150, p. 138-149, 2019.

SANDIM, M.J.R., SOUZA FILHO, I.R., MOTA, C.F.G.S., ZILNYK, K.D. SANDIM, H.R.Z. Microstructural and magnetic characterization of a lean duplex steel: Strain-induced

martensite formation and austenite reversion. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 517, 167370, 2021.

SANTOS, R.M., RODRIGUES, D.G., DIAS SANTOS, M.L., SANTOS, D.B. Martensite reversion and strain hardening of a 2304 lean duplex stainless steel subjected to cold rolling and isochronous annealing at low temperatures. Journal of Materials Research and Technology, 16, 168–186, 2022.

SCULLY, J. R.; KELLY, R. G. An electrochemical test for detecting the intergranular corrosion susceptibility of a duplex stainless steel. Corrosion, v. 42, p. 537, 1986.

SCULLY, J. R.; TAYLOR, D. W. Electrochemical Methods of Corrosion Testing, ASM Handbook, Vol 13, ASM International, 1993.

SHAHRIAR SHARAFI, Microstructure of Super-Duplex Stainless Steels, Department of Materials Science and Metallurgy, St. Edmund College, Cambridge, 1993.

SILVA, Marcela Alves; BATISTA, Beatriz Araújo; BATISTA, Luana Araújo. Caracterização de um aço inoxidável duplex em comparação a aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos em relação à microestrutura e propriedades mecânicas em tração. 71º Congresso Anual da ABM - Internacional e 16º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, Rio de Janeiro. Anais: ABM, 2016. p. 1571-1576, 2016.

SMITH, William F. Princípios de Ciência e Engenharia dos Materiais. 3ª ed. - McGraw-Hill, 1998.

SOLOMON, H.D., DEVINE, T.M. Duplex stainless steels - a tale of two phases. IN: Lula, R. A. (Ed.) Proc. Conf. Duplex Stainless Steels'82, ed. ASM, Materials Park, OH, EUA, p.693-756, 1984.

SUNGHWAN, OH; DOHYUNG, KIM; KYUNGCHUN, KIM, DOO-IN, KIM; WONSUB, CHUNG; BYUNG-HYUN, SHIN. The effect of surface roughness on re-passivation and pitting corrosion of super duplex stainless steel UNS S 32760. International Journal of Electrochemical Science, v. 18, p. 100351, 2023.

TAVARES, S.S.M., DA SILVA, M.R., PARDAL, J.M., ABREU, H.F.G., GOMES, A.M. Microstructural changes produced by plastic deformation in the UNS S31803 duplex stainless steel. Journal of Materials Processing Technology, 180, 318–322, 2006.

TAVARES, S.S.M., DA SILVA, M.R., PARDAL, J.M., OLIVEIRA C.A.S., Martensitic transformation induced by cold deformation of lean duplex stainless steel UNS S32304, Mater. Res. 17, 381–385, 2014.

UMEMURA, Fumio; AKASHI, Masatsune; KAWAMOTO, Teruaki., Electrochemical Reactivation Method. Evaluation of IGSCC Susceptibility of Austenitic Stainless Steels Using Electrochemical Reactivation Method. Corrosion Engineering, v. 29, n. 4, p. 163-169, 1980.

WEISBRODT-REISCH A; BRUMMER M; HADLER B; WOLBANK B; WERNER E.A. Influence of temperature, cold deformation on the microstructural stability of a nitrogen alloyed duplex stainless steel. Materials Science and Engineering A., 416: 1-10, 2006.

WILLIAM C. LESLIE. The Physical Metallurgy of Steels. Hemisphere Publishing Corporation, 1981.

WOLYNEC, S. Técnicas eletroquímicas em corrosão. Editora da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

ZHANG, Y.S.; ZHU, X.M.; ZHONG, S.H. Effect of alloying elements on the electrochemical polarization behavior and passive film of Fe–Mn base alloys in various aqueous solutions. Corrosion Science, 46, 4,853–876, 2004.