

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**Influência da Presença de Fases Frágeis e da
Temperatura nas Propriedades de Propagação
de Trinca por Fadiga do Aço Inoxidável Duplex
UNS S31803**

Autor: **Jorge Teófilo de Barros Lopes**
Orientador: **Itamar Ferreira**

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**Influência da Presença de Fases Frágeis e da
Temperatura nas Propriedades de Propagação
de Trinca por Fadiga do Aço Inoxidável Duplex
UNS S31803**

Autor: Jorge Teófilo de Barros Lopes
Orientador: Itamar Ferreira

Curso: Engenharia Mecânica
Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Tese de doutorado apresentada à Comissão de Pós-Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2006
S.P. – Brasil

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

L881i Lopes, Jorge Teófilo de Barros
 Influência da presença de fases frágeis e da temperatura nas
 propriedades de propagação de trinca por fadiga do aço inoxidável duplex
 UNS S31803 / Jorge Teófilo de Barros Lopes.--Campinas, SP: [s.n.], 2006.

 Orientador: Itamar Ferreira.
 Tese (Doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de
 Engenharia Mecânica.

 1. Fadiga. 2. Aço inoxidável. 3. Aço – Tratamento térmico. 4. Baixas
 temperaturas. I. Ferreira, Itamar. II. Universidade Estadual de Campinas.
 Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

 Título em Inglês: Influence of the presence of the brittle phases and of the temperature on the
 fatigue crack propagation properties of the duplex stainless steel UNS S31803.

 Palavras-chave em Inglês: Fatigue, Stainless steel, Steel – Heat treatment, Low temperatures

 Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

 Titulação: Doutor em Engenharia Mecânica

 Banca examinadora: Itamar Ferreira, Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia, Rezende Gomes dos
 Santos, Dirceu Spinelli, Waldek Wladimir Bose Filho

 Data da defesa: 03/08/2006

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

TESE DE DOUTORADO

**Influência da Presença de Fases Frágeis e da
Temperatura nas Propriedades de Propagação de
Trinca por Fadiga do Aço Inoxidável Duplex
UNS S31803**

Autor: Jorge Teófilo de Barros Lopes

Orientador: Itamar Ferreira

**Prof. Dr. Itamar Ferreira, Presidente
Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP**

**Profa. Dra. Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia
Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP**

**Prof. Dr. Rezende Gomes dos Santos
Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP**

**Prof. Dr. Dirceu Spinelli
Universidade de São Paulo – EESC/USP**

**Prof. Dr. Waldek Wladimir Bose Filho
Universidade de São Paulo – EESC/USP**

Campinas, 03 de agosto de 2006

Dedicatória

Dedico este trabalho à minha esposa Rosimara, às minhas filhas Paula e Camila, aos meus pais Theophilo e Rosa e aos meus irmãos Maria do Carmo (in memoriam), Joaquim, Lindalva, Rosa Carolina, Paulo Roberto, Lucialva de Fátima, Raimundo Emílio, Rosângela Maria e Márcio Ricardo.

Agradecimentos

A DEUS, pois sem Ele nada seria possível.

Aos meus queridos e saudosos pais, Theophilo e Rosa, pelo apoio incondicional e estímulo em todos os momentos de minha vida.

À minha amada esposa Rosimara, companheira e amiga de todas as horas, e às minhas queridas filhas Paula e Camila, pela compreensão, ajuda e estímulo nos momentos mais difíceis.

Aos meus queridos irmãos e irmãs, Lindalva, Rosa, Paulo, Lucialva, Raimundo e Rosângela, pelo estímulo e apoio.

Ao meu orientador, prof. Dr. Itamar Ferreira, por acreditar em minha capacidade e pelo estímulo e orientação.

Aos meus amigos Arquimedes (in memorian), Salgado e Socorro, Fernando e Rosilena, Victor, Petronio e Delídio, pelos bons momentos de descontração e incentivo.

Ao Monsenhor Nelson Brandão Soares, por sua importante contribuição em minha educação e cultura.

Aos professores da Faculdade de Engenharia Mecânica (FEM/UNICAMP) que contribuíram para meu aperfeiçoamento técnico, em especial aos professores doutores Cecília Zavaglia, Rezende Gomes, Amauri Garcia, Sérgio Button, Ricardo Medrano (in memorian) e Celso Arruda.

Ao prof. Dr. Amauri Garcia do Departamento de Engenharia dos Materiais (DEMA/FEM/UNICAMP), pela utilização da infraestrutura do Laboratório de Solidificação, que tornou possível o tratamento térmico dos corpos de prova utilizados neste trabalho.

Aos companheiros de luta comum, Petronio, Fernando Sá, Quaresma, Cláudio, Pompeu, Peres, Orofino, Evaldo,IVALDO, Alexandre, Adalberto, Aldecir, Kleber e José Hilton.

Aos colegas José Eduardo (Zedu), Cláudio, Kleber e Rafael pelo auxílio técnico.

Aos professores do Departamento de Engenharia Mecânica (DEM/UFPA), pelo apoio e incentivo, em especial aos professores Mota, Eduardo, Quaresma, Newton, Celso, Carlos Umberto, Carmen, Lucier, Fátima e Fujiyama.

Ao amigo Roberto Possebon e família, pelo apoio e incentivo quando da minha estada em Campinas.

Ao Prof. Dr. João Sandoval de Oliveira Bittencourt, eterno orientador em todas as causas.

Às Peritas Oficiais Maria José, Virgínia e Regina, pela ajuda e incentivo.

A todos os funcionários da FEM/UNICAMP, especialmente ao José Luiz do Laboratório de Propriedades Mecânicas, Claudenete e Sérgio do Laboratório de Caracterização Microestrutural, Geraldo da Oficina do Departamento de Projetos Mecânicos (DPM) e Daniel da secretaria do DEMA, os quais foram imprescindíveis na realização deste trabalho.

Aos técnicos da Seção de Informática da FEM (SIFEM/FEM), especialmente à funcionária Raquel Garcia, pelo suporte técnico na área.

À Biblioteca Central da UNICAMP (BC/UNICAMP), especialmente às funcionárias da Biblioteca da Área de Engenharia (BAE), pela ajuda e atenção na busca das referências bibliográficas solicitadas.

À Eaton Ltda. – Divisão Transmissão, por permitir a realização de testes de análise superficial em seu laboratório.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela concessão de bolsa de estudo.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), pelo apoio concedido à pesquisa (nº 0313089-8) na forma de suporte financeiro ao trabalho.

Ao Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Pará (DEM/UFPA), pela minha liberação e apoio dado à realização do curso.

À Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação da Universidade Federal do Pará (PROPESP/UFPA), pelo empenho em atender aos nossos pedidos.

Ao Centro de Perícias Científicas “Renato Chaves”, pela minha liberação para a realização do curso, em especial ao seu diretor, Perito Oficial Joaquim Batista Freitas de Araújo, e ao diretor do Instituto de Criminalística, Perito Oficial Orlando Salgado Gouvêa, que muito me apoiaram.

À Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP) pela nova grande oportunidade e uso de suas instalações.

*No final, vencem os que oram, em vez
de temer, e agem em vez de lamentar*

Seicho Taniguchi

RESUMO

LOPES, Jorge Teófilo de Barros. *Influência da presença de fases frágeis e da temperatura nas propriedades de propagação de trinca por fadiga do aço inoxidável duplex UNS S31803*. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2006. 155 p. Tese (Doutorado).

Os aços inoxidáveis duplex (“*duplex stainless steels – DSS*”) fazem parte de uma classe de materiais com microestrutura composta por duas fases, normalmente a ferrita e a austenita, com frações volumétricas aproximadamente iguais. Estes materiais se caracterizam por apresentarem excepcional combinação de propriedades mecânicas, aliada a uma excelente resistência à corrosão sob condições críticas de trabalho, o que os torna uma alternativa disponível aos aços inoxidáveis austeníticos. Por esse motivo, os aços inoxidáveis duplex possuem um vasto campo de aplicações; no entanto, no que pese a versatilidade desses aços, proporcionada pela interessante combinação de elevadas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão, eles são menos apropriados que os austeníticos para aplicações acima de $+250^{\circ}\text{C}$, devido à precipitação de fases frágeis, e abaixo de -50°C , em virtude da fragilidade associada à fase ferrita. Em vista dessas limitações, o presente trabalho pretende estudar o comportamento do aço inoxidável duplex SAF 2205 (UNS S31803), no que se refere à taxa de propagação de trinca por fadiga e mecanismos de fratura na propagação de trinca por fadiga, quando submetido a diferentes temperaturas e a variação na sua microestrutura pela precipitação de fases frágeis, proporcionando, dessa forma, a análise da influência desses dois fatores limitantes do uso do material em termos de propriedades mecânicas. Foram realizados ensaios de propagação de trinca por fadiga em três temperaturas (ambiente, -20° e -50°C), com o material solubilizado e em quatro outras condições microestruturais com crescentes frações de fases precipitadas, principalmente Sigma e Chi. A fração volumétrica dessas fases foi obtida por meio de tratamentos isotérmicos a 850°C nos tempos de 5, 20, 35 e 100 minutos, tendo os seus valores variados entre 0,7% e 8,6%. Para a caracterização microestrutural do material foram utilizadas as técnicas de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura. Com relação à resistência à propagação de trinca por fadiga, observou-se um aumento para valores iniciais de ΔK em todas as condições estudadas; todavia, a inclinação da curva, medida por meio do parâmetro m da equação de Paris-Erdogan, aumentou com a elevação da fração volumétrica das fases precipitadas de tal forma que, na condição mais extrema, correspondente ao valor médio de 8,6% dessas fases, a taxa de propagação de trinca nos pontos finais da condição de validade do ensaio atingiu um valor superior em cerca de três vezes ao da condição não tratada, considerando valores próximos de ΔK . A temperatura, por sua vez, influenciou no sentido de também diminuir a taxa de propagação de trinca, principalmente na temperatura de -50°C , e aumentar a inclinação das curvas, proporcionando valores nas taxas de propagação aproximadamente iguais nos pontos finais de validade dos ensaios. Em relação aos mecanismos de fratura observou-se a fratura tipo alveolar, com tendência para aparência de clivagem pelo aumento da quantidade de fases frágeis, não tendo sido observadas modificações consideráveis no aspecto das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados em temperaturas negativas nos níveis em que foram adotadas neste trabalho.

Palavras-chave: Fadiga, aço inoxidável duplex, tratamento térmico.

Abstract

LOPES, Jorge Teófilo de Barros. *Influence of the presence of the brittle phases and of the temperature on the fatigue crack propagation properties of the duplex stainless steel UNS S31803*. Campinas: Faculty of Mechanical Engineering, State University of Campinas, São Paulo State, Brazil. 2006. 155 p. Doctoral Thesis.

Duplex stainless steels (DSS) are part of a materials class with microstructure composed by two phases, usually ferrite and austenite, which are present in approximately equal volume fractions. These materials are characterized by an exceptional combination of mechanical properties and an excellent corrosion resistance under critical conditions of work, that make them an available alternative to the austenitic stainless steels. For that reason, the duplex stainless steels have a wide field of applications; however, despite their versatile's nature, provided by the interesting combination of high mechanical properties and corrosion resistance, they are less appropriate than the austenitics for applications above +250°C, due to precipitation of brittle phases, and below -50°C, due to fragility associated to the ferrite phase. Because of those limitations, the present work purposes to study the behavior of the duplex stainless steel SAF 2205 (UNS S31803), concerning to the fatigue crack propagation rate and fracture mechanisms in the fatigue crack propagation when submitted to different temperatures and the variation in its microstructure, for the precipitation of brittle phases, providing, in that way, the analysis of the influence of those two factors that restrict the use of the material in terms of mechanical properties. Fatigue crack propagation tests were conduzed at three temperatures (+24°C, -20°C and -50°C), and under five material conditions (annealed and four microstructures with an increasing fraction of precipitate phases, mainly Sigma and Chi). The volume fraction of those phases was obtained from isothermal heat treatments for 850°C in the times of 5, 20, 35 and 100 minutes, having its values varied between 0.7% and 8.6%. The microstructural characterization was obtained by using optical and scanning electron microscopies. In regard to the fatigue crack propagation resistance, was observed an increase for initial values of ΔK in all the studied conditions. On the other hand, the slope of the curve, measure by means of the parameter m of the Paris-Erdogan equation, it increased with the elevation of the volume fraction of the precipitated phases, in such a way that, in the most extreme condition, corresponding to the medium value of 8.6% of those phases, the fatigue crack propagation rate in the final points of the condition of validity of the tests reached a value in about three times higher them the non treated condition, considering values of ΔK approximately the same. In its turn, the temperature decreased the crack propagation rate, mainly in the temperature of -50°C, and increased the slope of the curves, providing approximately the same value in the propagation's rates in the final points of validity of the tests. The fracture mechanism alveolar with trend for appearande cleavage was observed with increasing the fraction of brittle phases. The aspect of the fracture surfaces didn't present considerable modifications with the decrease of the test temperature at the levels in that were adopted in this work.

Keywords: Fatigue, duplex Stainless Steel, heat treatment.

Sumário

Lista de Figuras	iv
Lista de Tabelas	ix
Nomenclatura	xi
1- Introdução	1
1.1- Objetivos	4
2- Revisão bibliográfica	6
2.1- O Aço Inoxidável: Aspectos Gerais	6
2.2- Propagação de Trinca por Fadiga nos Metais: Considerações Teóricas e Práticas	11
2.2.1- A fadiga mecânica	11
2.2.2- Procedimentos para o estudo da fadiga	14
2.2.3- Leis fundamentais de propagação de trinca por fadiga	15
2.2.4- Fatores que influenciam a taxa de propagação de trinca por fadiga.....	23
2.2.5- Mecanismos de fratura na propagação de trinca por fadiga	31
2.2.6- Fechamento de trinca	36

2.2.7- Correlação entre o espaçamento das estrias com o crescimento macroscópico das trincas de fadiga	39
2.2.8- O ensaio de propagação de trinca por fadiga	42
2.3- O Aço Inoxidável Duplex	48
2.3.1- Aspectos gerais dos aços inoxidáveis duplex	51
2.3.2- Precipitação de fases nos aços inoxidáveis duplex	63
2.3.3- Taxas e mecanismos de fratura na propagação de trinca por fadiga nos aços inoxidáveis duplex	68
3- Material e Procedimento Experimental	73
3.1- Material	73
3.1.1- Condições microestruturais do aço inoxidável duplex	75
3.2- Análise microestrutural	77
3.2.1- Microscopia Óptica (MO).....	78
3.2.1.1- Caracterização de fases e precipitados.....	78
3.2.1.2- Fração volumétrica (FV) das fases precipitadas	78
3.2.2- Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	79
3.3- Análise fractográfica	80
3.4- Ensaio de propagação de trinca por fadiga	80
3.5- Correlação entre espaçamento de estrias e o crescimento macroscópico das trinca de fadiga	88
4- Resultados e Discussões	90
4.1- Considerações preliminares	90
4.2- Análise microestrutural	91

4.2.1- Microscopia óptica (MO)	91
4.2.2- Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	99
4.3- Comportamento à propagação de trincas por fadiga	103
4.4- Micromecanismos de fratura	115
4.5- Correlação entre a propagação macroscópica da trinca de fadiga e o espaçamento entre estrias	126
5- Conclusões e Sugestões para trabalhos futuros	131
5.1- Conclusões	131
5.2- Sugestões para trabalhos futuros	133
Referências bibliográficas	134
Anexo- Relatórios de ensaios	146

Lista de Figuras

2.1-	Efeito do teor de cromo sobre o campo austenítico do sistema Fe-C	7
2.2-	Seções uniformes dos diagramas de fases Fe-Cr-Ni para vários teores de cromo	8
2.3-	Diagrama de fase Fe-Cr	9
2.4-	Propagação microscópica e transgranular de uma trinca de fadiga	13
2.5-	Efeito do nível de tensão aplicado na taxa de propagação de uma trinca por fadiga	16
2.6-	Propagação de trinca por fadiga sob amplitude de carga constante	17
2.7-	Aspecto típico da relação $da/dN-\Delta K$	18
2.8-	Gráfico representativo da aplicação de carga para a determinação de da/dN	18
2.9-	Representação esquemática da influência do meio ambiente e frequência	25
2.10-	Representação esquemática da influência da razão de carga (R) na taxa de crescimento de trinca por fadiga	27
2.11-	Modo de propagação da trinca de fadiga em uma placa em modo I	29
2.12-	Representação esquemática da influência da espessura (B) no coeficiente m da lei de Paris	30
2.13-	Superfícies de fratura apresentando estrias	32
2.14-	Superfícies de fratura do aço inoxidável 305 em função de ΔK	34
2.15-	Possível mecanismo de crescimento de trinca por fadiga e formação de estrias	35
2.16-	Fechamento de trinca durante a propagação de trinca por fadiga	37
2.17-	Ilustração esquemática de vários mecanismos de fechamento de trinca	39
2.18-	Corpo de prova tipo C(T)	44
2.19-	Detalhes do entalhe e requisitos da pré-trinca	44
2.20-	Corpo de prova esquemático apresentando os pontos de localização do extensômetro referenciados na Tabela 2.2	46

2.21-	Seção transversal do sistema Fe-Cr-C para 6% de cromo	52
2.22-	Seção transversal do sistema Fe-Cr-C para 12% de cromo	53
2.23-	Seção transversal do sistema Fe-Cr-C para 18% de cromo	53
2.24-	Efeito do níquel sobre a estrutura de uma liga com 18%Cr	54
2.25-	Seção transversal do diagrama Fe-Cr-Ni para 70% de ferro	56
2.26-	Diagrama de Schaeffler	57
2.27-	Comparação entre a resistência ao impacto de aços inoxidáveis duplex e austenítico.....	61
2.28-	Diagrama de precipitação do aço inoxidável duplex UNS S31803	64
3.1-	Registro da temperatura do termopar e do controlador do forno em função do tempo, para o tratamento térmico na condição C4	76
3.2-	Simbologia dos planos e direções em relação à chapa do material	77
3.3-	Dimensões (em milímetros) e geometria dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga	82
3.4-	Máquina de ensaio MTS com o corpo de prova e o extensômetro devidamente instalados	83
3.5-	O extensômetro utilizado nos ensaios, e o corpo de prova instalado no respectivo dispositivo de fixação na máquina	83
3.6-	Câmara climática da MTS utilizada para os ensaios em baixas temperaturas	86
3.7-	Desenho do dispositivo de fixação do corpo de prova na máquina de ensaio	87
4.1-	Material na condição C0, ataque eletrolítico com ácido oxálico. MO.	91
4.2-	Material na condição C0, ataque eletrolítico com KOH. MO.	92
4.3-	Material na condição C0, ataque eletrolítico com ácido oxálico; observação do plano T com a direção L na horizontal e a direção S na vertical. MO.	92
4.4-	Material na condição C0, ataque eletrolítico com KOH; observação do plano T com a direção L na horizontal e a direção S na vertical. MO	93
4.5-	Material na condição C1, ataque eletrolítico com ácido oxálico. MO	94
4.6-	Material na condição C1, ataque eletrolítico com KOH. MO	94
4.7-	Material na condição C4, ataque eletrolítico com ácido oxálico. MO	95
4.8-	Material na condição C4, ataque eletrolítico com KOH. MO	95
4.9-	Micrografias do material dispostas sequencialmente nas diversas condições de tratamento, ataque eletrolítico com ácido oxálico. MO	96

4.10-	Evolução da FV das fases com o aumento no tempo de tratamento térmico	99
4.11-	Composição micrográfica tridimensional dos planos do material na condição C0, com observação por elétrons retroespalhados em amostra somente polida	100
4.12-	Material na condição C4 com a observação do plano L por elétrons retroespalhados em amostra somente polida	100
4.13-	Região II da curva de propagação de trinca por fadiga para o aço UNS S31803 na condição C0 e temperatura ambiente	103
4.14-	Curvas de propagação de trinca por fadiga para o material na condição C0, temperatura ambiente e diferentes valores de ΔK inicial.	104
4.15-	Curvas de propagação de trinca por fadiga para o material na condição C2, temperatura ambiente e diferentes valores de ΔK inicial	105
4.16-	Curvas de propagação de trinca por fadiga para o material na condição C4, temperatura ambiente e diferentes valores de ΔK inicial	105
4.17-	Curvas de propagação de trinca por fadiga, obtidas para as diversas condições microestruturais e temperatura ambiente	106
4.18-	Curvas de propagação de trinca por fadiga estendidas, obtidas para as diversas condições microestruturais e temperatura ambiente	107
4.19-	Curvas de propagação de trinca por fadiga para as condições microestruturais extremas C0 e C4	109
4.20-	Curvas de propagação de trinca por fadiga em função de ΔK nominal e ΔK_{ef}	111
4.21-	Curvas de propagação de trinca por fadiga para as condições extremas, à mesma temperatura	111
4.22-	Curvas de propagação de trinca por fadiga para a condição C0 nas três temperaturas analisadas	112
4.23-	Curvas de propagação de trinca por fadiga para a condição C2 nas três temperaturas analisadas.....	113
4.24-	Curvas de propagação de trinca por fadiga para a condição C4 nas três temperaturas analisadas	113
4.25-	Curvas de propagação de trinca por fadiga para as condições C0 a +24°C e C4 a -50°C	114
4.26-	Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C0 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=19,3 \text{ MPa.m}^{1/2}$	116
4.27-	Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C0 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=25 \text{ MPa.m}^{1/2}$	116

4.28-	Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C0 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=44,1 \text{ MPa.m}^{1/2}$	117
4.29-	Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C0 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=73,3 \text{ MPa.m}^{1/2}$ (valor fora do limite de predominância elástica do material)	117
4.30-	Identificação das fases ferrita e austenita na superfície de fratura de um corpo de prova na condição C0, utilizando-se análise por AED	118
4.31-	Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=18,2 \text{ MPa.m}^{1/2}$	119
4.32-	Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=22,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$	120
4.33-	Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=24,1 \text{ MPa.m}^{1/2}$	120
4.34-	Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=35,1 \text{ MPa.m}^{1/2}$	121
4.35-	Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=48,6 \text{ MPa.m}^{1/2}$	121
4.36-	Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=62,3 \text{ MPa.m}^{1/2}$	122
4.37-	Imagens seqüenciais comparativas das seções fraturadas de corpos de prova de propagação de trinca por fadiga nas condições C0 e C4, respectivamente, e temperatura de +24°C	123
4.38-	Imagens da seção fraturada de corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C0 e temperaturas de -20°C e -50°C, para três valores seqüenciais de ΔK aproximadamente iguais para as duas temperaturas	124
4.39-	Imagens da seção fraturada de corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperaturas de -20°C e -50°C, respectivamente, para três valores seqüenciais de ΔK aproximadamente iguais nas duas temperaturas	125
4.40-	Diagrama correlacionando a curva obtida no ensaio de propagação de trinca por fadiga de um dos corpos de prova na condição solubilizada e temperatura de +24°C, com os pontos calculados a partir dos espaçamentos entre estrias observadas na análise das fractografias	127

4.41- Imagens da superfície de fratura obtida por MEV, de um dos corpos de prova na condição solubilizada (C0) e ensaiado à temperatura de +24°C 128

4.42- Fractografia da seção correspondente a $\Delta K=49,9 \text{ MPa.m}^{1/2}$ mostrando a existência de estrias e coalescimento de microvazios 130

.....

Lista de Tabelas

2.1-	Valores de C e m para aços estruturais	22
2.2-	Coeficientes da flexibilidade para o corpo de prova tipo C(T) em função da posição de fixação do extensômetro	46
2.3-	Fração volumétrica de fases intermetálicas ($\sigma + \chi$) formadas em um aço inoxidável duplex SAF 2205 após vários tempos de envelhecimento (%)	66
2.4-	Reagentes que podem ser utilizados para caracterização de aços inoxidáveis	67
2.5-	Composições típicas das fases medidas por AED (% em peso)	68
3.1-	Composição química do aço inoxidável duplex utilizado (% em peso)	74
3.2-	Propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex utilizado	74
3.3-	Tratamento térmico das condições microestruturais do material utilizado no trabalho e a respectiva simbologia adotada	75
3.4-	Ataques eletrolíticos utilizados para revelar a microestrutura	78
3.5-	Limites de resistência e de escoamento do aço inoxidável duplex 2205, para as condições microestruturais e de temperatura de ensaio	88
4.1-	FV das fases presentes no aço duplex do tipo 2205 pela utilização do reagente ácido oxálico eletrolítico e observação nos três planos	97
4.2-	Fração volumétrica média das fases precipitadas nas diversas condições (%)	98
4.3-	Composição química do material e das fases presentes no aço inoxidável duplex UNS S31803 por meio de AED em amostras somente polidas (% em peso)	101
4.4-	FV das fases presentes no aço duplex do tipo 2205, nas Condições C0 e C4, calculadas a partir das composições do material e das fases obtidas por meio de AED em amostras somente polidas	102

4.5- FV das fases presentes no aço duplex do tipo 2205, nas condições C0 e C4, obtidas por microscopia ótica e a partir das composições do material e das fases por meio de AED em amostras somente polidas 103

4.6- Valores dos parâmetros *m* e *C* para as diversas condições de tratamento térmico e ensaio realizado à temperatura ambiente 108

4.7- FV de ferrita e austenita obtidas por meio de AED em vários pontos da superfície mostrada na Figura 4.28a 119

4.8- Composições químicas da fase Sigma presente no aço inoxidável duplex UNS S31803, na condição C4 e temperatura de 24°C, obtidas por meio de AED 122

.....

Nomenclatura

Letras Latinas

a	– comprimento da trinca	[mm]
B	– espessura do corpo de prova de propagação de trinca por fadiga	[mm]
C	– constante da lei de Paris	[m/ciclo]
E	– módulo de elasticidade	[GPa]
K	– fator de intensidade de tensões	[MPa.m ^{1/2}]
K	– Kelvin	
L	– plano do material (direção de laminação)	
m	– constante da lei de Paris	
N	– número de ciclos	
P	– carga	[N]
R	– razão de carga	
s	– segundos	
S	– plano do material (espessura da chapa)	
T	– plano do material (direção transversal)	
W	– extensão total da trinca	[mm]

.....

Letras Gregas

α	– fase Alfa (ferrita)
χ	– fase Chi
δ	– fase Delta (ferrita)
ε	– fase Epsilon (rica em Cu)
γ	– fase Gama (austenita)
π	– fase Pi
σ	– fase Sigma
σ	– tensão
τ	– fase Tau
υ	– abertura do extensômetro (COD)

.....

Abreviações

a₀	– comprimento inicial (original) da trinca	[mm]
a_c	– comprimento crítico da trinca	[mm]
AED	– análise da energia dispersiva	
°C	– graus Celsius (centígrados)	
C0	– condição inicial do material solubilizado a 1060°C (1333 K)	
C1	– condição do material tratado a 850°C (1123 K) por 25 minutos	
C2	– condição do material tratado a 850°C (1123 K) por 40 minutos	
C3	– condição do material tratado a 850°C (1123 K) por 55 minutos	
C4	– condição do material tratado a 850°C (1123 K) por 120 minutos	
CCC	– estrutura cristalina cúbica de corpo centrado	
CFC	– estrutura cristalina cúbica de face centrada	
COD	– deslocamento de abertura da trinca	[mm]
C(T)	– compacto em tração	
CTOD	– deslocamento de abertura da ponta da trinca	[mm]
da/dN	– taxa de propagação de trinca por fadiga	[m/ciclo]
FV	– fração volumétrica	
HC	– estrutura cristalina hexagonal compacta	
K_C	– tenacidade à fratura em condições de tensão plana	[MPa.mm ^{1/2}]
K_{max}	– fator de intensidade de tensões correspondente à abertura máxima do extensômetro	[MPa.mm ^{1/2}]
K_{min}	– fator de intensidade de tensões correspondente à abertura mínima do extensômetro	[MPa.mm ^{1/2}]
K_o	– fator de intensidade de tensão na abertura da trinca	[MPa.mm ^{1/2}]
K_{cl}	– fator de intensidade de tensão de fechamento da trinca	[MPa.mm ^{1/2}]
ΔK	– amplitude do fator de intensidade de tensão	[MPa.mm ^{1/2}]
ΔK_{th}	– amplitude do fator de intensidade de tensão limite	[MPa.mm ^{1/2}]
ΔK_{ef}	– amplitude do fator de intensidade de tensão efetivo	[MPa.mm ^{1/2}]
LT	– plano de fratura (plano de laminação com propagação da trinca na direção transversal)	
MET	– microscopia eletrônica de transmissão ou microscópio eletrônico de transmissão	
MEV	– microscopia eletrônica de varredura ou microscópio eletrônico de varredura	
MO	– microscopia ótica ou microscópio ótico	
N_f	– número de ciclos até a fratura	
P_{max}	– carga máxima correspondente à abertura máxima do extensômetro	[N]
P_{min}	– carga mínima correspondente à abertura mínima do extensômetro	[N]
P_o	– carga de abertura da trinca	[N]
P_{cl}	– carga de fechamento de trinca	[N]
ΔP	– amplitude de carga	[N]
ΔP_{ef}	– amplitude de carga efetivo	[N]
PRE	– “ <i>pitting resistance equivalent</i> ”	
S_y	– limite de escoamento	[MPa]

$S_{y0.2}$	– limite de escoamento pelo critério de 0,2% de deformação plástica	[MPa]
$S_{y1.0}$	– limite de escoamento pelo critério de 1,0% de deformação plástica	[MPa]
S_u	– limite de resistência à tração	[MPa]
TL	– plano de fratura (plano transversal com propagação da trinca na direção de laminação)	
ZTA	– zona termicamente afetada de juntas soldadas	
γ_2	– fase gama (austenita secundária)	
v_{max}	– abertura máxima do extensômetro	[mm]
v_{min}	– abertura mínima do extensômetro	[mm]

.....

Siglas

- AISI** – “*American Iron and Steel Institute*”
- ASME** – “*American Society of Mechanical Engineers*”
- ASTM** – “*American Society for Testing and Materials*”
- DIN** – “*Deutsche Industrie-Normen*”
- SAE** – “*Society of Automotive Engineers*”
- UNS** – “*Unified Numbering System*”

.....

Capítulo 1

Introdução

Os aços inoxidáveis duplex (“*duplex stainless steel – DSS*”) fazem parte de uma classe de materiais com microestrutura composta por duas fases, sendo estas normalmente a ferrita e a austenita, com frações volumétricas aproximadamente iguais. Esses materiais se caracterizam por apresentarem excepcional combinação de propriedades mecânicas, aliada a uma excelente resistência à corrosão sob condições críticas de trabalho, o que os torna uma alternativa disponível aos aços inoxidáveis austeníticos convencionais. Outra vantagem dos aços inoxidáveis duplex em relação aos austeníticos, está no fato deles possuírem menor conteúdo de níquel, tornando-os mais atrativos do ponto de vista econômico em muitas aplicações (KARLSSON, 1985), haja vista que sendo o níquel um elemento relativamente caro, a diminuição no seu conteúdo favorece uma redução no custo do ciclo de vida desses materiais comparativamente aos seus concorrentes mais diretos, os austeníticos. As boas propriedades mecânicas desses aços são devido à sua estrutura duplex: a ferrita é responsável pela resistência mecânica, enquanto que a austenita assegura a tenacidade do material (FLOREEN & HAYDEN, 1968). A exata quantidade de cada fase presente na microestrutura pode ser conseguida em termos da quantidade dos principais elementos de liga (Cr e Ni). A concentração desses elementos é ajustada usando o diagrama de equilíbrio ternário Fe-Ni-Cr, para obter uma microestrutura consistindo de iguais quantidades de ferrita e austenita. Além desses, outros elementos, como o N, Mo, Cu, Si, Mg e W, podem ser adicionados à liga para controlar o balanço estrutural e introduzir características de resistência à corrosão.

Por esses motivos, os aços inoxidáveis duplex possuem um vasto campo de aplicações, principalmente nas indústrias químicas e petroquímicas (IACOVIELLO *et al.*, 1999, CAPELLO *et al.*, 2002), nas indústrias de polpa e papel (IACOVIELLO *et al.*, 1999), nas indústrias de geração de energia (CHEN *et al.*, 2002), em reatores nucleares (TSENG *et al.*, 2003), em equipamentos de controle de poluição (MATEO *et al.*, 2002) e nos campos de alimentos e biomédico.

No entanto, no que pese a versatilidade desses aços, proporcionada pela interessante combinação de elevadas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão, associadas ao baixo custo relativo, eles são menos apropriados que os austeníticos em aplicações acima de +250°C, devido à precipitação de fases que fragilizam a ferrita, e abaixo de -50°C, em virtude da ferrita absorver pouca energia na fratura em baixas temperaturas.

A ferrita apresenta maior suscetibilidade às transformações de fase do que a austenita, em virtude do maior coeficiente de difusão associado à sua estrutura cristalina (CCC) e à alta concentração de Cr e Mo nela dissolvidos (DUPOIRON & AUDOUARD, 1996; ZUCATO *et al.*, 2002). Como consequência da instabilidade da ferrita, as fases secundárias podem ser formadas na faixa de temperatura de 300°C a 1000°C, durante recozimento isotérmico ou tratamento térmico incorreto. Nessa faixa de temperatura, os seguintes precipitados têm sido observados em adição à ferrita e à austenita: σ (Sigma), Cr₂N (nitreto de cromo), γ_2 (austenita secundária), χ (Chi), R, nitreto π , ε (Cu), M₇C₃ e M₂₃C₆ (JOSEFSSON *et al.*, 1991; ZUCATO *et al.*, 2002). Outros precipitados como as fases de Laves (η) e G e carbonetos como o M₆C também têm sido relatados, porém em menor escala. A fase Sigma é de importância fundamental, pois devido ser uma fase dura e frágil, a sua formação causa a perda de tenacidade do material, como também influencia o seu comportamento à corrosão; além disso, ela apresenta a cinética mais rápida no intervalo de temperaturas atingido durante a soldagem ou processos termomecânicos (PADILHA, 1994; KOBAYASHI, 1995). Dessa forma, os tratamentos térmicos, bem como a soldagem dos aços inoxidáveis duplex, exigem cuidados especiais e conhecimento prévio dos processos de precipitação de fases frágeis, visto que a perda de tenacidade provocada pela presença dessas fases, pode resultar em problemas quando da utilização de peças e componentes tratados ou soldados.

A boa soldabilidade é outra vantagem atribuída aos aços inoxidáveis duplex atuais, comparando-se a certos tipos de aços austeníticos comuns; todavia, a perda de resistência à corrosão e a fragilização desses materiais, decorrentes do que foi exposto anteriormente, poderão se manifestar caso não sejam seguidos os procedimentos de soldagem adequados (KARLSSON *et al.*, 1995).

Com relação à temperatura de trabalho, vários estudos têm sido desenvolvidos com o objetivo de verificar a influência dessa variável no comportamento mecânico dos aços inoxidáveis duplex. PINTO (2001) desenvolveu um trabalho no aço inoxidável duplex UNS S31803, com a finalidade de estudar o comportamento mecânico e os micromecanismos de fratura desse material, sob a influência tanto da temperatura de ensaios como da presença de fases frágeis precipitadas. O comportamento mecânico do material foi avaliado por meio das propriedades mecânicas de resistência mecânica, ductilidade, tenacidade, tenacidade à fratura e dureza, quantificadas por parâmetros extraídos dos ensaios mecânicos de tração, dureza, impacto e tenacidade à fratura, com o objetivo de se verificar quais os parâmetros/ensaios/propriedades que melhor detectariam os efeitos da temperatura e da fragilização metalúrgica no comportamento mecânico do material. Utilizando corpos de prova com frações volumétricas crescentes de precipitados, obtidas por meio de tratamentos térmicos controlados, e ensaiados nas temperaturas de +24°C, -20°C, -50°C e -90°C, ele concluiu que essas variáveis proporcionam uma influência considerável no comportamento mecânico e nos micromecanismos de fratura do material. No entanto, nada foi feito em termos do comportamento do aço inoxidável duplex UNS S31803 à propagação de trinca por fadiga, bem como sobre os micromecanismos de fratura relacionados com esse processo, quando o material é submetido a tais condições, o que motivou o trabalho ora desenvolvido.

O fenômeno da fadiga mecânica é, atualmente, uma das maiores preocupações dos profissionais que atuam nas áreas de projetos, construção e manutenção de máquinas, equipamentos e estruturas. À medida que o desenvolvimento tecnológico incorporou novos componentes e equipamentos como, por exemplo, nas indústrias automobilística e aeronáutica, submetidos continuamente a esforços dinâmicos e a vibrações, o fenômeno da fadiga passou a representar mais de 90% das causas de falhas em serviço de componentes metálicos. Esse

fenômeno ocorre após um tempo considerável do material em serviço e sem aviso prévio, sendo comum em componentes estruturais de veículos terrestres e aeronaves, pás de turbina, molas, lanças de guindastes, cabos de elevação e outros componentes ou máquinas, como também em implantes biomédicos e produtos que estão sujeitos constantemente a esforços repetitivos na forma de tração, compressão, flexão, vibração e expansão e contração térmicas, além de outros. Pela própria natureza do processo, algumas dessas falhas ocorrem de forma catastrófica, proporcionando prejuízos materiais de grande monta e, principalmente, ocasionando inúmeras vítimas, dependendo do tipo de equipamento e/ou do local onde este está sendo utilizado.

Sendo o aço inoxidável duplex um material de grande aplicação industrial, o conhecimento do seu comportamento à fadiga é de fundamental importância, haja vista que essas ligas são submetidas, em virtude de suas próprias aplicações, a processos de soldagem e tratamentos térmicos, bem como podem ser utilizadas em ambientes sujeitos à temperaturas das mais variadas que, como já mencionado, podem alterar de maneira significativa o comportamento mecânico desse material.

1.1 Objetivos

Considerando o exposto, o presente trabalho objetiva estudar o comportamento de um aço inoxidável duplex SAF 2205, especificação UNS S31803, em meio neutro, no que se refere à taxa de propagação de trinca por fadiga e mecanismos de fratura na propagação de trinca por fadiga, quando submetido a diferentes temperaturas de ensaio e a variação na sua microestrutura pela precipitação de fases frágeis. Este objetivo deverá ser alcançado por meio do desenvolvimento dos seguintes passos:

- a) Verificar a influência da precipitação de fases frágeis nas taxas de propagação de trinca por fadiga do material, com ênfase na precipitação da fase Sigma, sendo estudados para tal, além da condição solubilizada do material, como fornecido pelo fabricante, quatro outras condições com crescentes frações de fases precipitadas, para produzir diferentes graus de fragilização, obtidas por meio de tratamentos térmicos a 850°C nos tempos de 5, 20, 35 e 100 minutos;
- b) Verificar a alteração nas taxas de propagação de trinca por fadiga do material em função da

temperatura de ensaio, para todas as cinco condições microestruturais mencionadas acima e nas temperaturas ambiente, -20°C e -50°C , proporcionando, dessa forma, a análise da influência concomitante desses dois fatores limitantes do uso do material em termos de propriedades mecânicas;

c) Avaliar os mecanismos de fratura em função das condições microestruturais e temperaturas de ensaio estudadas;

d) Comparar os dados experimentais da propagação da trinca por fadiga com dados obtidos por análise fractográfica em MEV.

Capítulo 2

Revisão Bibliográfica

2.1 O Aço Inoxidável: Aspectos Gerais

Aço inoxidável é o termo empregado para identificar uma família de aços que contêm o elemento cromo em teores iguais ou superiores a 12% (BRESCIANI FILHO, 1986; BOTTREL COUTINHO, 1992; PADILHA, 1994; SMITH, 1999)¹, o que lhe confere a característica de elevada resistência à corrosão. Este alto teor de cromo confere ainda aos aços inoxidáveis, elevada resistência à oxidação, o que faz com que sejam também utilizados em aplicações que requeiram resistência ao calor e à fluência. De acordo com a teoria clássica, nesses aços o mecanismo de proteção contra a corrosão provocada pelo meio ambiente se dá pela formação de uma fina camada de óxido na superfície do material, conseqüente do contato com o oxigênio do ar, a qual apresenta características de ser contínua e muito aderente. Esse filme de óxido, por tais características, protege toda a superfície do aço inoxidável e, de maneira geral, a resistência contra a corrosão aumenta à medida que mais cromo é adicionado à liga.

Outros elementos, além do cromo, podem ser adicionados ao aço para que a sua resistência à corrosão seja elevada, tais como o níquel, o molibdênio, o vanádio, o tungstênio, entre outros, adequando-o às múltiplas aplicações, conforme o teor desses elementos.

¹ Alguns autores, como FREIRE (1983), ASKELAND &, PHULÉ (2003) e CALLISTER (2003), definem o valor mínimo de Cr no aço inoxidável como sendo 11%.

No que pese a característica protetora do cromo com relação à corrosão, a presença crescente desse elemento diminui a capacidade da liga de ser endurecível por têmpera, pois torna cada vez menor a região de estabilidade da austenita, aumentando, conseqüentemente, a região de estabilidade da ferrita (elemento alfa), conforme pode ser constatado pelo estudo do efeito do cromo na zona austenítica do diagrama Fe-C, mostrado por meio da Figura 2.1. Nesse diagrama, observa-se que à medida que o teor de cromo aumenta, a faixa de estabilidade da austenita diminui, até praticamente desaparecer para cerca de 20% do elemento, concluindo-se, portanto, que conforme o teor desse elemento é elevado, a composição das ligas Fe-C-Cr, que permitirá a obtenção de endurecimento total por têmpera, fica reduzida a limites cada vez mais estreitos.

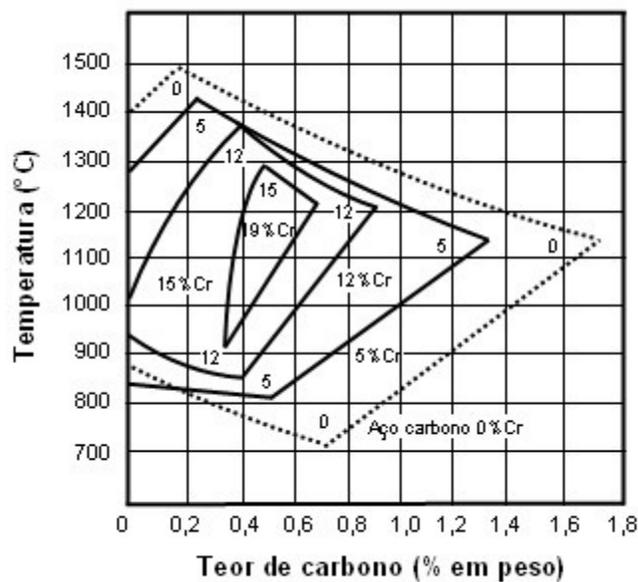


Figura 2.1 – Efeito do teor de cromo sobre o campo austenítico do sistema Fe-C (adaptada de CHIAVERINI, 2002).

O níquel, por sua vez, tem o efeito contrário ao do cromo (elemento gama), pois à medida que o seu teor é elevado, a zona de estabilidade da austenita aumenta a ponto de, com 8% de níquel, para baixos teores de carbono, as ligas apresentarem estrutura austenítica mesmo à temperatura ambiente. Assim, quando ambos os elementos estão presentes, resulta uma situação de compromisso, e as duas formas alotrópicas, austenita e ferrita, podem se desenvolver nas suas

temperaturas apropriadas (CHIAVERINI, 2002). A Figura 2.2 permite observar o efeito simultâneo dos elementos cromo e níquel na transformação alotrópica do ferro.

De acordo com a microestrutura que apresentam à temperatura ambiente, e com a possibilidade de endurecimento por precipitação, os aços inoxidáveis existentes podem ser classificados em quatro grandes grupos principais, facilitando a seleção do material e a sua adequação ao tipo de aplicação exigida, os quais são denominados de ferríticos, martensíticos, austeníticos e endurecíveis por precipitação (BRESCIANNI FILHO, 1986; BOTTREL COUTINHO, 1992, SMITH, 1998). Entretanto, a classificação mais simples e mais usada dos aços inoxidáveis leva em consideração somente a sua microestrutura (CHIAVERINI, 2002) e, dessa forma, apenas os três primeiros grupos serão aqui considerados.

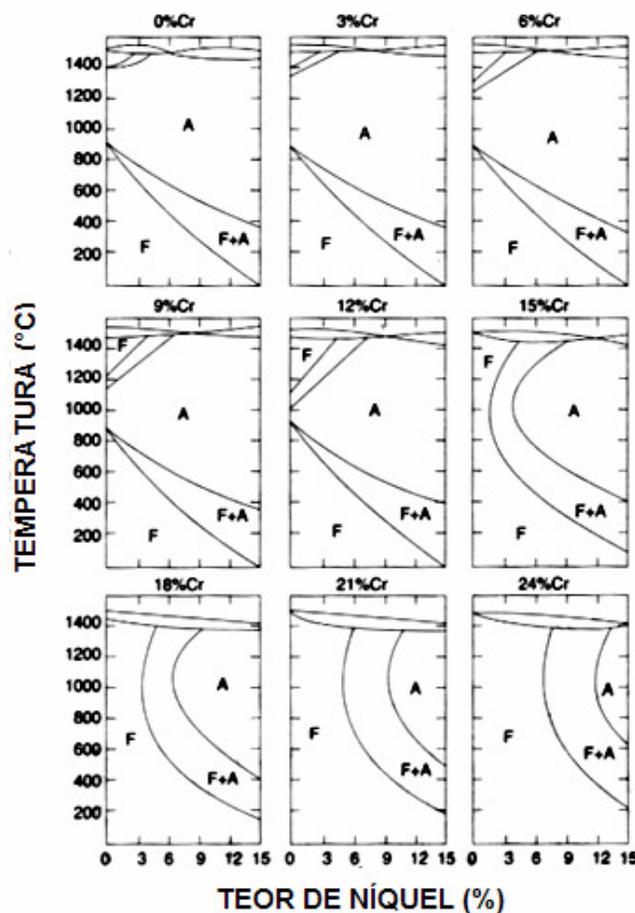


Figura 2.2 – Seções uniformes dos diagramas de fases Fe-Cr-Ni para vários teores de cromo (BAIN, 1932 *apud* CHIAVERINI, 2002).

Os *aços inoxidáveis ferríticos* são assim denominados porque a sua estrutura mantém-se essencialmente ferrítica (CCC, do tipo ferro- α) após os tratamentos térmicos normais. Esses aços estão compreendidos numa faixa de composição de cromo ampla correspondente à fase alfa, com cerca de 12 a 30% desse elemento, e possuem um teor de carbono máximo de 0,20%. O cromo, que também apresenta estrutura CCC, como a ferrita- α , amplia a região da fase α em detrimento da fase γ (austenita), tendo como conseqüência a formação de uma pequena região de estabilidade da austenita e um intervalo de composição ampla de existência da ferrita no diagrama de fases Fe-Cr (Figura 2.3). Assim, os aços ferríticos, por possuírem teores de cromo superiores a 12%, não sofrem a transformação CFC \rightarrow CCC durante o resfriamento, obtendo-se, para esses aços, soluções sólidas de cromo em ferro- α desde temperaturas elevadas.

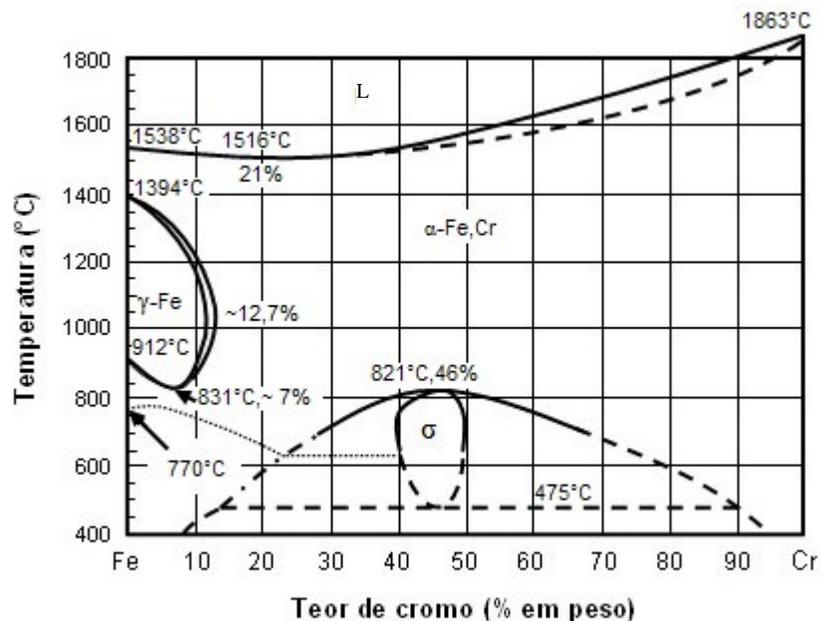


Figura 2.3 – Diagrama de fase Fe-Cr (adaptada de METALS HANDBOOK – ASM, 1973).

Como não contêm o elemento níquel, os aços ferríticos são relativamente baratos, sendo utilizados principalmente em aplicações que necessitem de materiais de boa resistência à corrosão e ao calor. De um modo geral, os aços inoxidáveis ferríticos podem ser utilizados em aplicações que não requeiram endurecimento, pois como o teor de carbono é baixo, a faixa austenítica fica totalmente eliminada e, em conseqüência, esses aços não são endurecíveis por têmpera.

Os *aços inoxidáveis martensíticos* são fundamentalmente ligas Fe-Cr com teor de cromo variando entre 12 e 17% e teor de carbono entre 0,15 e 1,00%. A adição de carbono nesta quantidade amplia a restrita região da fase gama, tornando possível a transformação martensítica a partir da estrutura austenítica com o tratamento de têmpera. Esses aços recebem a denominação de martensíticos em virtude de possuírem a capacidade de desenvolver uma estrutura martensítica quando submetidos ao tratamento de austenitização e têmpera. Em função da estrutura martensítica, tais aços apresentam elevada resistência mecânica e dureza; entretanto, a resistência à corrosão é relativamente baixa quando comparada aos aços do tipo ferríticos e austeníticos. Portanto, a seleção entre um aço ferrítico ou austenítico e um martensítico é feita em função do compromisso entre as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão (BRESCIANI FILHO, 1986).

Os *aços inoxidáveis austeníticos* são assim denominados em virtude de possuírem uma estrutura austenítica (CFC, tipo ferro- γ) mesmo à temperatura ambiente. São essencialmente ligas ternárias Fe-Cr-Ni, contendo cerca de 16 a 25% Cr e 7 a 20% Ni. A presença do elemento níquel, que tem uma estrutura CFC, impede a transformação CFC \rightarrow CCC no resfriamento, permitindo assim que a estrutura CFC se mantenha à temperatura ambiente.

Os aços inoxidáveis austeníticos normalmente têm melhor resistência à corrosão que os ferríticos e os martensíticos. No entanto, se essas ligas forem soldadas ou resfriadas lentamente a partir de temperaturas elevadas até o intervalo de 870°C a 600°C, elas podem se tornar suscetíveis à corrosão intergranular, devido à precipitação de carboneto de cromo nos contornos de grão. Isto pode ser evitado para alguns tipos de aço austenítico pela diminuição do teor de carbono para cerca de 0,03% (tipo 304L) ou pela adição de um elemento de liga, tal como o nióbio (tipo 347), para se combinar com o carbono da liga (SMITH, 1998; CHIAVERINI, 2002). A adição de molibdênio melhora a capacidade desses materiais de resistir à corrosão em soluções de cloretos (corrosão por pites).

Os aços inoxidáveis austeníticos apresentam elevada capacidade de deformação em função de sua estrutura cristalina CFC. Como estes materiais, por serem austeníticos, não são

endurecíveis por têmpera, o aumento da dureza e resistência mecânica somente será possível por encruamento; entretanto, à medida que o teor de níquel aumenta, o efeito do encruamento é menos pronunciado, tendo em vista a atuação estabilizadora deste elemento (CHIAVERINI, 2002).

A referência aos aços inoxidáveis pode ser feita através de várias normas internacionais ou utilizando-se de especificações internas de alguns fabricantes desses materiais. Atualmente, uma das designações mais utilizadas é a UNS (“*Unified Numbering System*”), a qual deve-se à “*American Society for Testing and Materials – ASTM*” e à “*Society Automotive Engineers – SAE*” (CHIAVERINI, 2002), e foi criada para unificar a designação e identificação de metais e ligas metálicas em uso comercial nos Estados Unidos da América. No caso dos aços, esse sistema unificado é composto de uma letra, que identifica a classe do aço, seguida de cinco algarismos, onde os dois primeiros identificam o tipo de aço e os três últimos, o teor de carbono na liga. Na sua maioria, os aços inoxidáveis são identificados pela letra “S”, e os aços inoxidáveis duplex comumente referidos como 2205, em virtude dos seus teores de cromo e níquel ($\approx 22\%Cr$ e $5\%Ni$), recebem a identificação S31803. Outra norma recentemente bastante utilizada é a “*DIN Werkstoff Number*”, em que os aços inoxidáveis do tipo 2205 são identificados como EN 1.4462. Dentre as especificações internas de fabricantes, uma comumente referida é a da “*AB Sandvik Steel*”, a qual identifica esse material como SAF2205.

2.2 Propagação de Trinca por Fadiga nos Metais: Considerações Teóricas e Práticas

2.2.1 A fadiga mecânica

A *American Society for Testing and Materials* (ASTM, 1993) define a fadiga como sendo um processo de alteração estrutural permanente, progressivo e localizado, que ocorre em um material sujeito a condições que produzem tensões e deformações cíclicas em um ponto ou em vários pontos, e que podem culminar em trincas ou fratura completa após um número suficiente de ciclos. Diz-se que o processo é progressivo, pois se verifica durante um certo período de tempo ou uso do material – no que pese algumas fraturas ocorrerem bruscamente, os mecanismos

envolvidos na ruptura do material podem estar presentes desde o início de serviço da peça ou estrutura –, e localizado, pois tem início em pequenas áreas do componente mecânico ou elemento estrutural, onde existem tensões e deformações elevadas, variações bruscas de geometria (concentração de tensões), tensões residuais, imperfeições do material e diferenciais de temperatura.

A fratura por fadiga sempre se inicia com uma pequena trinca que, sob aplicações repetidas de tensão, aumenta de tamanho. À medida que a trinca cresce, a seção transversal resistente da peça diminui, resultando em um aumento de tensão na seção. Finalmente, é atingido o ponto onde a seção resistente remanescente não é mais capaz de suportar a carga aplicada e a peça ou componente fratura. Portanto, para que haja fadiga é necessário que uma trinca seja nucleada em uma determinada região do material e que se propague, podendo conduzir a uma ruptura final.

Desta forma, o processo de fadiga pode ser dividido em três etapas sucessivas (BRANCO, 1985 e 1986; GDOUTOS, 1993; HERTZBERG, 1996): iniciação da trinca, caracterizando o que é chamado de fase I do processo, composta pela nucleação e crescimento microscópico da trinca (algumas vezes eliminada por defeitos já existentes no material); propagação da trinca, constituindo a fase II, caracterizada pelo crescimento macroscópico da trinca, associada com a sua instabilidade; e ruptura final, correspondente à fase III do processo, na qual a taxa de crescimento da trinca aumenta rapidamente conforme a instabilidade global do material se aproxima. A existência e extensão dessas fases dependem das condições da carga aplicada, geometria do corpo de prova, dimensão do defeito pré-existente e propriedades mecânicas do material.

Na fase I, a trinca de fadiga, uma vez nucleada, propaga-se na direção em que a tensão de cisalhamento é máxima, conforme esquematicamente representado na Figura 2.4. Frequentemente, o crescimento da trinca nessa fase se dá em um ângulo aproximado de 45° no plano xy em relação à direção de carregamento, o que corresponde à propagação do defeito inicial em planos sujeitos a valores elevados da tensão de cisalhamento. Quando a trinca da fase I atinge uma determinada dimensão, da ordem de alguns poucos diâmetros de grãos, ela muda de direção e passa a se propagar macroscopicamente e de uma maneira descontínua em uma direção normal à tensão

principal máxima, constituindo a fase II do processo, comportamento provavelmente governado pelo valor da tensão normal (BRANCO, 1986). Finalmente, atingido um valor crítico do comprimento da trinca, dá-se a ruptura instável final correspondente à fase III do processo.

A transição da fase I para a II é geralmente atribuída à redução da tensão de cisalhamento em relação à tensão normal na vizinhança da trinca (BRANCO, 1986), e está associada à mudança do sistema de deslizamento simples para o múltiplo (SWENSON, 1969).

A taxa de propagação da trinca na fase I é, em geral, muito pequena, da ordem de ângstrons por ciclo, comparadas com a taxa de propagação da fase II, da ordem de μm por ciclo.

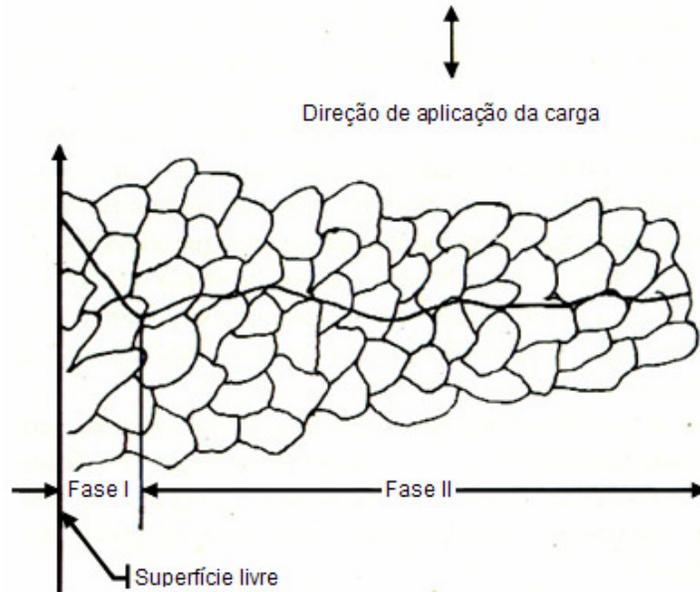


Figura 2.4- Propagação microscópica e transgranular de uma trinca de fadiga.

Grande parte das trincas de fadiga propaga-se através dos grãos cristalinos (trincas transgranulares); entretanto, no caso da resistência dos contornos de grãos ser baixa, pode também ocorrer propagação das trincas de fadiga intergranular.

2.2.2 Procedimentos para o estudo da fadiga

A preocupação com o fenômeno da fadiga reporta-se há meados do século XIX (FROST *et al.*, 1974; BRANCO, 1986; DOWLING, 1993) quando, com o desenvolvimento das máquinas a vapor e transportes mecânicos e com o uso mais intensivo de equipamentos mecânicos, as falhas nas partes móveis sujeitas a carregamentos repetidos, passaram a se tornar freqüentes, sem que os conhecimentos da época pudessem explicá-las. Os primeiros estudos conhecidos sobre fadiga são de autoria do engenheiro alemão August Wöhler e foram realizados em eixos de locomotivas da indústria ferroviária alemã, os quais fraturavam com freqüência nos anos de 1840 (BRANCO, 1985). A partir daí, um grande número de pesquisas estabeleceu a base para a elaboração de toda a teoria denominada fadiga de alto-ciclo, que prescreve sob que combinação de tensão e números de ciclos a falha ocorre, caracterizando, assim, a *metodologia S-N*. Dentre esses trabalhos merecem destaque o de Gerber e o de Goodman, realizados em 1874 e 1899, respectivamente, os quais elaboraram a metodologia para a determinação da vida de componentes solicitados por cargas flutuantes, bem como o de Miner, em 1945, que propôs a regra do dano acumulado (MANESCHY, 1999). A metodologia S-N, também denominada fadiga controlada por tensões cíclicas, é a ferramenta indicada para estimar a vida do componente quando os níveis de tensão e deformação estão dentro do limite elástico do material que o constitui, e o número de ciclos necessário para a falha é elevado (tipicamente maior que 10^4), que é o caso, por exemplo, dos componentes de máquinas rotativas e sistemas que sofrem elevadas vibrações, como rodas, eixos e rolamentos (GARCIA *et al.*, 2000).

Um outro procedimento de estudo da fadiga é dado em termos da correlação entre a deformação e o número de ciclos (*método ϵ -N*). Esse procedimento foi estabelecido a partir dos conceitos de fadiga de baixo-ciclo, introduzidos pelas pesquisas independentes de Coffin (1954) e Manson (1954 e 1955), e é a opção preferida, por exemplo, pela indústria nuclear (MANESCHY, 1999). A metodologia ϵ -N, também denominada fadiga controlada por deformações cíclicas, é a ferramenta indicada para a avaliação da vida do componente quando a magnitude da tensão é elevada e suficiente para produzir deformação plástica significativa nas zonas de concentração de tensões, sendo largamente empregada para componentes do núcleo de reatores nucleares,

componentes de turbinas e outros componentes sujeitos ocasionalmente a sobrecargas (GARCIA *et al.*, 2000), casos onde os eventos raramente ultrapassam a frequência de 10^4 ciclos.

Esses procedimentos, no entanto, não levam em consideração detalhes do modo de falha, nem a existência e crescimento de imperfeições iniciais no material, mas tentam determinar a vida em fadiga em termos de quantidades mensuráveis globais, como tensão aplicada, deformação, tensão principal etc., tendo a sua validade restrita ao instante em que uma trinca é iniciada. A partir daí, essas teorias tradicionais não mais descrevem o comportamento do material, e a previsão da vida em fadiga é obtida com a alternativa baseada na mecânica da fratura. Como os métodos $S-N$ e $\epsilon-N$ não fazem parte deste trabalho, somente a discussão do procedimento baseado na mecânica da fratura será tratado aqui.

2.2.3 Leis fundamentais de propagação de trinca por fadiga

Como já mencionado anteriormente, a vida em fadiga de um componente de engenharia pode ser considerada composta de três fases: a iniciação ou fase I, a propagação ou fase II e a fratura ou fase III. A propagação de trinca por fadiga, referida como fase II, representa uma grande porção da vida em fadiga de muitos materiais e estruturas de engenharia e, portanto, previsões mais precisas dessa fase são de extrema importância para a determinação da vida em fadiga. No presente trabalho, a análise do comportamento à fadiga do aço inoxidável duplex se deterá apenas à fase II do processo.

Os dados de propagação de trinca por fadiga podem ser obtidos por meio de ensaios de corpos de prova pré-trincados, submetidos à ação de um carregamento cíclico, resultando em alterações do tamanho da trinca durante o processo (crescimento da trinca), as quais são monitoradas e registradas como função do número de ciclos de aplicação de carga. As curvas geradas a partir desses dados relacionam, portanto, o tamanho da trinca, a , com o número de ciclos de aplicação da carga, N , em solicitações à amplitude de tensão constante, e são denominadas *curvas de propagação de trinca*.

A Figura 2.5 apresenta dois exemplos característicos de curvas de propagação de trinca obtidas para diferentes amplitudes de tensão ($\Delta\sigma_1 > \Delta\sigma_2$), na qual o tamanho da trinca aumenta com o número de ciclos. Considera-se que, em ambos os casos, a trinca se inicia a partir do mesmo entalhe ou defeito inicial (pré-trinca) de dimensão a_0 , propagando-se com uma taxa crescente da/dN até atingir uma dimensão crítica a_c . O valor a_c pode ser a espessura, a largura ou outra dimensão crítica do componente em que se dá a fratura ou propagação instável da trinca, após ser atingido um determinado número de ciclos N_f .

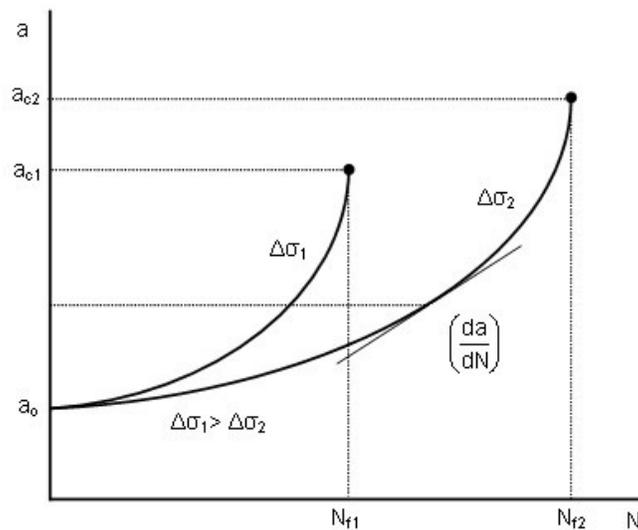


Figura 2.5- Efeito do nível de tensão aplicado na taxa de propagação de uma trinca por fadiga.

O gráfico mostra claramente que a amplitude do ciclo de tensão aplicado é um parâmetro importante do processo de propagação, pois para o nível de tensão maior ($\Delta\sigma_1$) a inclinação da curva aumenta, caracterizando o aumento na taxa de propagação, o mesmo não acontecendo com o tamanho crítico e o número de ciclos até a fratura, os quais diminuem ($a_{c1} < a_{c2}$ e $N_{f1} < N_{f2}$). Desta forma, o valor de a_c , que define a região de propagação da trinca, aumenta quando o nível de tensão diminui e, conseqüentemente, a zona de fratura final instável no componente será tanto maior quanto maior for o nível de tensão aplicada. É importante observar que, à medida que a trinca cresce, as taxas de propagação se elevam rapidamente, ocasionando um encurtamento na vida do componente à taxas alarmantes. Conclui-se deste fato, que a maior parte dos ciclos de

carregamento envolvidos na vida total do componente de engenharia é consumida durante as fases iniciais da extensão da trinca, quando esta é pequena e, talvez, não detectada.

A caracterização da trinca de fadiga pela mecânica da fratura baseia-se no conceito de *similaridade*, o qual implica que as condições na ponta da trinca sejam definidas unicamente por um parâmetro de carregamento, tal como o fator de intensidade de tensão. Sob certas condições, a propagação da trinca de fadiga pode ser caracterizada por esse fator.

Considerando uma trinca que cresça sob a ação de uma amplitude de tensão cíclica constante, uma zona de deformação plástica se forma na sua ponta e, à medida que se propaga, essa trinca deixa uma região com deformação plástica adjacente às suas faces, conforme ilustra a Figura 2.6. Se a zona plástica é suficientemente pequena para ser envolvida por uma zona de singularidade elástica, as condições na ponta da trinca são definidas unicamente pelo valor do fator de intensidade de tensão atuante, K , e a taxa de propagação da trinca é caracterizada pelos valores de K correspondentes às tensões mínima e máxima, K_{min} e K_{max} . Assim, é conveniente expressar a taxa de propagação de trinca por fadiga como função da amplitude do fator de intensidade de tensão, ΔK , desde que o tamanho da zona plástica dependa somente dos valores de K_{min} e K_{max} .

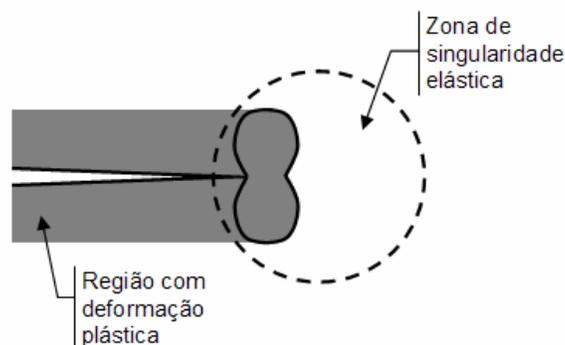


Figura 2.6- Propagação de trinca por fadiga sob amplitude de carga constante (Adaptada de ANDERSON, 1995).

Portanto, o estudo da propagação de trinca por fadiga faz-se, geralmente, analisando os resultados experimentais inseridos no diagrama que relaciona a taxa de propagação de trinca por ciclo de carga atuante, da/dN , com a amplitude do fator de intensidade de tensão em cada ciclo de

carga, ΔK . Esses diagramas têm, normalmente, o aspecto ilustrado na Figura 2.7, quando representados em coordenadas logarítmicas, $\log(da/dN)-\log(\Delta K)$, sendo que a carga aplicada é comumente sinusoidal com amplitude e frequência constantes, como mostra a Figura 2.8 (ANDERSON, 1995).

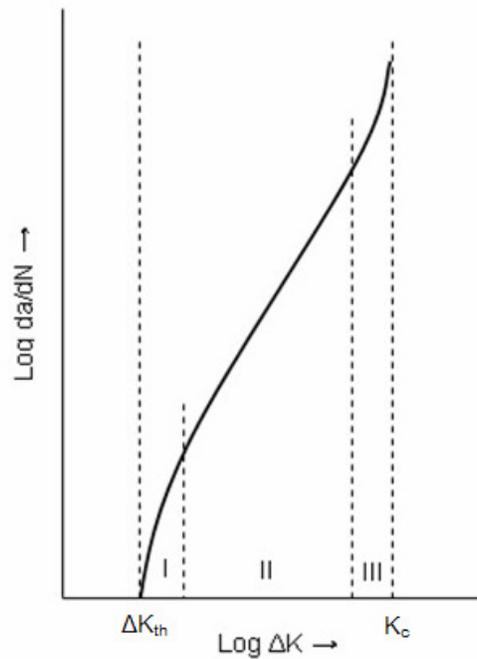


Figura 2.7- Aspecto típico da relação $da/dN-\Delta K$.

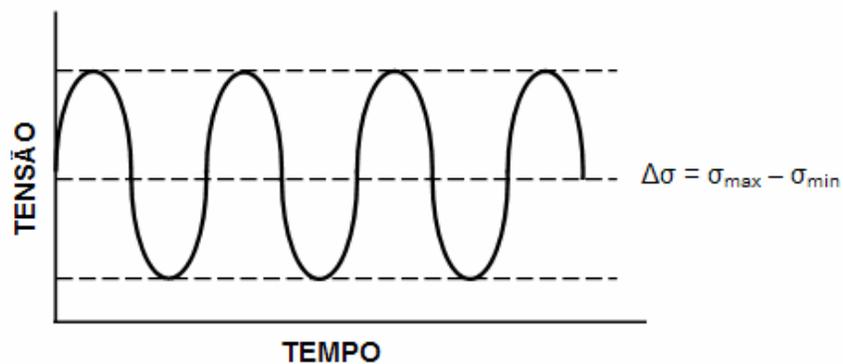


Figura 2.8- Gráfico representativo da aplicação de carga para a determinação de da/dN .

A taxa de propagação de trinca por fadiga pode ser determinada a partir das curvas de propagação de trinca utilizando-se métodos gráficos ou computacionais.

Com relação ao fator de intensidade de tensão, existem vários métodos para a sua determinação, sendo que os mais importantes são os analíticos, os numéricos e os experimentais. Atualmente, é bastante extenso o número de informações compiladas sobre a determinação de K , existindo assim várias referências que fornecem este parâmetro para uma grande variedade de situações (MURAKAMI, 1987; ANDERSON, 1995; HERTZBERG, 1996). No caso geral, K é dado pela equação

$$K = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (2.1)$$

na qual a é uma dimensão característica da trinca, σ a tensão nominal aplicada e Y um fator adimensional que é função da geometria do espécime e da trinca.

A amplitude do fator de intensidade de tensão, ΔK , é dada por

$$\Delta K = K_{max} - K_{min} \quad (2.2)$$

em que K_{max} e K_{min} são, respectivamente, os valores máximo e mínimo de K no ciclo de carregamento. Portanto, de acordo com a definição do fator de intensidade de tensão expressa na Equação 2.1, tem-se que

$$K_{max} = Y\sigma_{max}\sqrt{\pi a} \quad (2.3a)$$

$$K_{min} = Y\sigma_{min}\sqrt{\pi a} \quad (2.3b)$$

em que σ_{max} e σ_{min} são, respectivamente, as tensões máxima e mínima do ciclo de tensões.

Outro parâmetro importante no estudo da propagação de trinca por fadiga é a razão de carga, R , dada por

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad (2.4)$$

a qual pode ser definida em função do fator de intensidade de tensão, a partir das Equações (2.3) como

$$R = \frac{K_{min}}{K_{max}} \quad (2.5)$$

Assim, dois desses quatro parâmetros (K_{max} , K_{min} , ΔK ou R) são necessários para definir a amplitude do fator de intensidade de tensão durante o ciclo de carregamento.

Os resultados obtidos e publicados na literatura demonstram que a curva de propagação de trinca é uma função do fator de intensidade de tensão. A taxa de propagação da trinca é a variável mais importante, como se pode verificar na Figura 2.5 em que da/dN (inclinação da curva) também aumenta com o valor de a , como já mencionado anteriormente. Esta observação permite concluir que existe efetivamente uma relação entre a taxa de propagação de trinca, da/dN , e a amplitude do fator de intensidade de tensão correspondente no ciclo de carga, ΔK . Logo, ΔK é a variável mais importante que influencia a propagação de trinca por fadiga.

A curva representada na Figura 2.7 apresenta três regiões distintas. Na região I, a taxa de propagação da/dN depende pronunciadamente do fator de intensidade de tensão, havendo um valor de ΔK abaixo do qual não ocorrerá propagação de trinca ou esta não tem significado devido da/dN ser menor que 10^{-10} m/ciclo; a esse valor de ΔK denomina-se *fator de propagação limite* ou *fator de intensidade de tensão limite*, ΔK_{th} (ASTM, 2000). Na região II da curva, a relação $\log(da/dN)-\log(\Delta K)$ torna-se linear. Finalmente, na região III, correspondente à propagação instável da trinca, a curva inclina-se e o fator de intensidade de tensão máximo K_{max} no ciclo torna-

se igual ao fator de intensidade de tensão crítico K_c , levando a uma falha catastrófica do componente.

Diferentes relações baseadas na mecânica do contínuo quantitativa têm sido propostas na literatura para explicar a natureza do processo de propagação de trinca por fadiga. Essas relações são obtidas principalmente das correlações de dados experimentais, e muitas são da forma

$$\frac{da}{dN} \propto f(\sigma, a) \quad (2.6)$$

refletindo a importância do nível de tensão e do tamanho da trinca nas taxas de propagação de trinca por fadiga. Frequentemente, esta função assume a forma de uma relação de potência como

$$\frac{da}{dN} \propto \sigma^m a^n \quad (2.7)$$

na qual m e n são constantes que têm os seus valores variando entre 2 a 7 e 1 a 2, respectivamente, dependendo do modelo estudado.

Um dos primeiros modelos matemáticos de propagação de trinca por fadiga foi proposto por Head (GDOUTOS, 1993), o qual considera uma placa infinita com uma trinca central de comprimento $2a$ submetida a um carregamento sinusoidal $\pm\sigma$. Modelando os elementos do material em torno da ponta da trinca como barras elásticas encruadas e os elementos restantes como barras elásticas, ele chegou à relação

$$\frac{da}{dN} = C_I \sigma^3 a^{3/2} \quad (2.8)$$

na qual C_I é uma constante determinada experimentalmente, que depende das propriedades mecânicas do material.

Uma das leis de propagação de trinca por fadiga mais utilizada foi proposta por Paris e Erdogan (1963, *appud* BRANCO, 1985). A *lei de Paris*, como assim é comumente referida na literatura, foi a primeira relação obtida entre a taxa de propagação de trinca por fadiga, da/dN , e a amplitude do fator de intensidade de tensão, ΔK . Sua grande utilização decorre da simplicidade matemática que apresenta e também porque a sua extrapolação para a região I de propagação, onde se verifica a maior parte do processo, conduz a taxas de propagação superiores às reais, o que aumenta a margem de segurança da previsão do número de ciclos de fratura. A lei de Paris é determinada experimentalmente e, portanto, é uma relação de origem empírica dada pela Equação 2.9

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (2.9)$$

na qual C e m são constantes que dependem das variáveis materiais, meio ambiente, temperatura, frequência e tensão média (comumente expressa pela razão de carga dada pela Equação 2.4), e são determinadas empiricamente por meio da curva $\log(da/dN) - \log(\Delta K)$. Nesta curva, m representa a inclinação da região II (região retilínea) e C o valor de da/dN encontrado pela extensão da reta até ΔK igual a unidade. Valores de C e m para uma grande variedade de aços estruturais, por exemplo, são encontrados na literatura (ROLFE, 1977; OSGOOD, 1982), cujos limites superiores estão apresentados na Tabela 2.1. Estes valores devem ser utilizados nas avaliações da mecânica da fratura somente quando os dados da liga de interesse particular não estiverem disponíveis.

Tabela 2.1- Valores de C e m para aços estruturais

Tipo de aço	C^*	m
Aços austeníticos	$5,59 \times 10^{-12}$	3,25
Aços ferrítico-perlíticos	$6,87 \times 10^{-12}$	3,00
Aços martensíticos	$1,35 \times 10^{-10}$	2,25

Fonte: ROLFE, 1977; OSGOOD, 1982;

Obs.: * Valores convertidos para m/ciclo

A Equação 2.9 representa uma relação linear entre $\log(da/dN)$ e $\log(\Delta K)$ e é usada para descrever o comportamento da propagação de trinca por fadiga somente na região II do diagrama da Figura 2.7. Além disso, os valores preditos por essa relação são adequados para configurações geométricas e condições de carregamento específicas (o efeito da tensão média, carregamento e geometria do corpo de prova estão incluídos na constante C). Não obstante estas desvantagens, a lei de Paris tem sido largamente utilizada para prever o comportamento da propagação de trinca por fadiga em componentes de engenharia.

Como a lei de Paris só tem validade para traduzir o comportamento dos materiais no regime correspondente à região II de propagação da trinca, diversas equações têm sido deduzidas com base empírica ou analítica, capazes de descrever a relação $da/dN-\Delta K$ nas regiões I e/ou III do diagrama da Figura 2.7 (FORMAN *et al.*, 1963; ERDOGAN & RATWAMI, 1970; DONAHUE *et al.*, 1972; BRANCO, 1976). Como o presente trabalho tratará somente de dados experimentais levantados dentro da região de validade da lei de Paris, essas equações não serão aqui demonstradas.

2.2.4 Fatores que influenciam a taxa de propagação de trinca por fadiga nos metais

O diagrama $da/dN-\Delta K$ representado na Figura 2.7, refere-se a uma curva de propagação de trinca por fadiga obtida para um corpo de prova ensaiado ao ar ambiente, submetido a um ciclo de carga pulsante ($R=0$) e amplitude de carga e frequência constantes. A taxa de propagação de trinca, no entanto, depende de muitas variáveis que podem ser externas ou do próprio material. Assim, nos materiais metálicos, de um modo geral, os fatores mais comumente considerados na literatura que tendem a influenciar a propagação de uma trinca de fadiga são: material e tratamento térmico, meio ambiente, temperatura, tensão média, frequência e espessura. Esses fatores serão comentados resumidamente a seguir.

Como pode ser evidenciado na prática e demonstrado por diversos trabalhos apresentados na literatura, há *materiais* que são mais resistentes à propagação de trincas por fadiga do que outros. O *tratamento térmico*, por ser um fator controlador da microestrutura do material,

também influencia a taxa de propagação de trinca. Pode-se melhorar a resistência à propagação de trinca por fadiga submetendo o material a um tratamento térmico adequado. CHAN *et al.* (2003), em trabalho recente, demonstram a influência da microestrutura controlada por diversas condições de tratamento térmico na taxa de propagação de trinca em duas ligas de alumínio.

O *meio ambiente* pode afetar de maneira significativa o comportamento do material. É de conhecimento geral que as falhas em componentes de engenharia sujeitos a um ambiente agressivo podem ocorrer sob tensões bem abaixo daquelas em ambientes inertes ou relativamente inofensivos. Falhas sob tais condições envolvem uma interação complexa entre processos químicos, mecânicos e metalúrgicos. Geralmente os ambientes mais agressivos são as soluções de cloretos e iodetos, enquanto o menos agressivo é o ar seco (RHODES *et al.*, 1981); desta forma, a curva $da/dN-\Delta K$ desloca-se no sentido da seta indicada na Figura 2.9 que representa esquematicamente a influência do meio ambiente na taxa de propagação de trinca por fadiga (DONAHUE *et al.*, 1972; BRANCO, 1985; TSAY *et al.*, 2004). Observa-se, também, na Figura 2.9, que a diferença entre as taxas de propagação aumenta à medida que o valor de ΔK diminui, pois menores valores de ΔK correspondem a maiores tempos de ensaio, permitindo maior tempo de exposição do material ao meio ambiente agressivo, com o conseqüente aumento dos fatores deteriorantes. Uma das formas de amenizar os efeitos do meio ambiente sobre o comportamento de propagação de trinca por fadiga, consiste em adicionar elementos de liga que tornem o material mais resistente ao processo de corrosão e, conseqüentemente, mais resistente à propagação de trinca por fadiga (TSENG *et al.*, 2003).

Na maior parte dos sistemas metal – meio ambiente a taxa de propagação da trinca aumenta no meio corrosivo em relação à taxa de propagação no ar ou no vácuo. Vários mecanismos têm sido propostos para explicar a influência do meio ambiente na taxa de propagação de trinca. Assim, em alguns mecanismos, o efeito de aceleração da propagação pelo ambiente é atribuído à *fragilização pelo hidrogênio*. Outros mecanismos explicam a aceleração provocada pelo ambiente em termos de aumento da taxa de *dissolução anódica* na extremidade da trinca. Embora se aceite atualmente que os efeitos principais do meio ambiente nos aços de alta resistência sejam devidos à fragilização pelo hidrogênio, em muitos outros materiais como, por exemplo, no alumínio, é

possível que os processos anódico e catódico atuem em conjunto quando se têm ambientes aquosos ou, pelo menos, úmidos (BRANCO, 1986). No caso de soluções ou ambientes saturados em que se formam películas ou filmes recobridores do metal (passivação), a contribuição do ambiente para o trincamento pode ser considerada como uma função da interação entre: a taxa de ruptura do filme de óxido pelas discordâncias que emergem na extremidade da trinca, a taxa de passivação, a taxa de dissolução anódica e a taxa de produção de hidrogênio (pela reação catódica ou pela presença do gás) (BRANCO, 1986). Os dois últimos acontecimentos só têm consistência em momentos em que a extremidade da trinca apresente superfícies limpas ou desprotegidas.

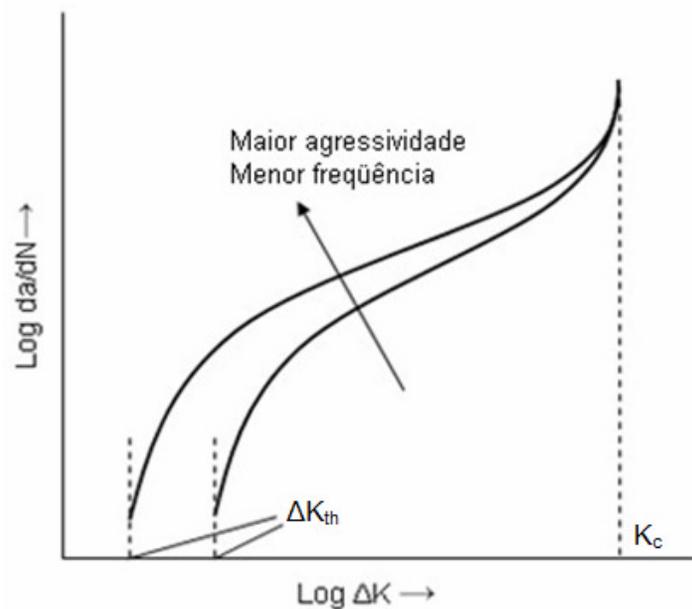


Figura 2.9- Representação esquemática da influência do meio ambiente e frequência (adaptada de BRANCO, 1985).

O crescimento de trinca é determinado pela deformação plástica cíclica na ponta da trinca. A deformação plástica, por sua vez, é geralmente fortemente dependente da *temperatura*; quanto maior a *temperatura*, mais fácil fica deformar plasticamente o material; portanto, é possível esperar que o crescimento da trinca em temperaturas mais elevadas seja também mais fácil que em temperaturas mais baixas. Desta forma, sob condições idênticas, a taxa de propagação de trinca em temperaturas mais elevadas será maior do que em temperaturas menores.

Algumas condições limitantes no que foi observado acima, no entanto, devem ser consideradas. A primeira está relacionada ao meio ambiente. Nenhum efeito do meio ambiente pode ser garantido somente com testes em vácuo ou ambiente inerte. O efeito competitivo do fechamento de trinca induzido por óxido pode ocorrer e a taxa de propagação de trinca pode decrescer com o aumento da temperatura (YUEN *et al.*, 1984). A segunda limitação é concernente à transição dúctil – frágil nos aços. Esta transição em temperaturas baixas conduz a um considerável aumento na taxa de crescimento e a um decréscimo substancial na tenacidade à fratura em condições de tensão plana, K_c . A terceira limitação diz respeito ao crescimento da trinca em altas temperaturas. Neste caso, o processo de *creep* pode prevalecer e o tratamento do crescimento de trinca puramente em termos de fadiga perde o sentido.

A *tensão média* (normalmente expressa pela razão de carga, R) também altera o posicionamento das curvas $da/dN-\Delta K$, podendo em certos materiais deslocá-las no sentido indicado na Figura 2.10 quando o seu valor aumenta (SAE, 1988; IACOVIELLO *et al.*, 1999; PARK & LEE, 2000; FURUKAWA, 2000; BAIK & KIM, 2001; ZHAO & MUTOH, 2001; EL-SHABASY & LEWANDOWSKI, 2004). Assim, em muitos casos, o aumento do valor de R causa maiores taxas de propagação de trinca para o mesmo ΔK , conforme ilustrado na Figura 2.10.

O conhecimento dos efeitos da tensão média sobre a taxa de propagação de trinca por fadiga é importante particularmente onde a amplitude de carga é variável ou irregular, caso geralmente encontrado em serviço. Se os dados sobre os efeitos de R para uma liga de interesse não estão disponíveis, eles podem ser gerados por meio de ensaios tais como aqueles desenvolvidos para $R=0$. Se isto não é possível, relações como as Equações 2.10 e 2.11, podem ser usadas para para estimar os efeitos da tensão média na curva de propagação de trinca por fadiga, com base nos dados adquiridos para $R=0$ (SAE, 1988):

$$\frac{da}{dN} = \frac{A(\Delta K)^m}{(1-R)K_c - \Delta K} \quad (2.10)$$

$$\frac{da}{dN} = \frac{B(\Delta K - \Delta K_{th})^p}{(1-R)K_c - \Delta K} \quad (2.11)$$

onde m , p , A e B são constantes obtidas experimentalmente e ajustadas dos dados da curva de propagação de trinca para $R=0$. A relação 2.10 é denominada equação de FORMAN (BRANCO, 1985). A Equação 2.11 representa uma tentativa para encontrar o efeito de $R>0$ sobre a amplitude do fator de intensidade de tensão limite, ΔK_{th} . Os efeitos de $R<0$ (carga mínima compressiva no ciclo de carregamento) nas taxas de crescimento de trinca são desprezíveis ou causam aumentos em relação ao comportamento para $R=0$, que são geralmente menores que um fator de dois.

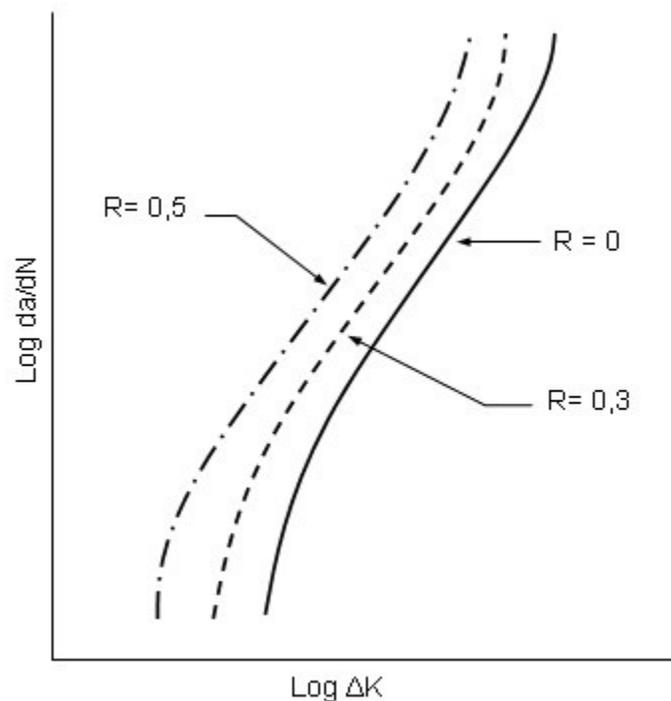


Figura 2.10- Representação esquemática da influência da razão de carga (R) na taxa de crescimento de trinca por fadiga (adaptada de SAE, 1988).

A influência da *freqüência de carregamento* está relacionada com o meio ambiente e vice-versa. Quando o meio ambiente é agressivo, a sua influência é mais notória no caso de baixas freqüências, onde o tempo de aplicação da carga é conseqüentemente elevado, havendo assim, mais tempo disponível para o ataque do meio. O efeito da freqüência combinado com o meio

ambiente é análogo ao da agressividade do meio ambiente e também fará deslocar as curvas $da/dN-\Delta K$ no sentido da seta representada na Figura 2.9 quando a frequência diminuir. Esse comportamento foi observado em aços carbono e ligas de alumínio (BRANCO, 1976).

Para ambientes inertes como, por exemplo, o ar seco, inexistente a ação do meio ambiente e, portanto, o efeito da frequência de carregamento na taxa de propagação de trinca deve-se somente à sensibilidade do material à taxa de deformação. Os resultados experimentais obtidos para ensaios realizados em várias frequências em meio inerte, visando avaliar este fator, são contraditórios, sendo observados três tipos básicos de comportamento (MUSUVA & RADON, 1979): materiais não sensíveis à taxa de deformação, em que a taxa de propagação independe da frequência; materiais sensíveis à taxa de deformação, onde da/dN aumenta com a diminuição da frequência em uma faixa de ΔK bastante extensa; materiais sensíveis à taxa de deformação, onde da/dN aumenta com a diminuição da frequência em uma faixa de ΔK bastante extensa, somente a partir de uma frequência de transição.

Em estudos realizados à temperatura ambiente, YOKOBORI & SATO (1976) na liga de alumínio 2024-T3 e no aço SM-50, e IACOVIELLO *et al.* (1999) no aço inoxidável duplex UNS S31803, mostram que, para estes materiais, a taxa de propagação de trinca por fadiga aumenta com o decréscimo da frequência de aplicação da carga.

Outra variável muito importante na propagação de trinca por fadiga é a *espessura* do componente. É de se esperar que a espessura influencie o comportamento à fadiga por meio do seu efeito tanto na tenacidade como na sensibilidade do material ao ambiente associada à transição do modo de fratura do estado plano de deformação para o do estado plano de tensão. Essa transição, esquematicamente representada na Figura 2.11, ocorre geralmente em placas de pequena ou média espessura. Nesta geometria em que K aumenta com o comprimento da trinca, na fase inicial de propagação (região I e grande parte da região II) os valores de K garantem um estado plano de deformação e a trinca propaga-se em um plano perpendicular à tensão aplicada σ . À medida que a trinca avança e que K se aproxima de K_c , instante em que se dá a propagação instável, o estado plano de tensão começa a tornar-se predominante e o plano de propagação gira

sensivelmente 45° em relação ao eixo de aplicação da carga, o que é característico do estado plano de tensão.

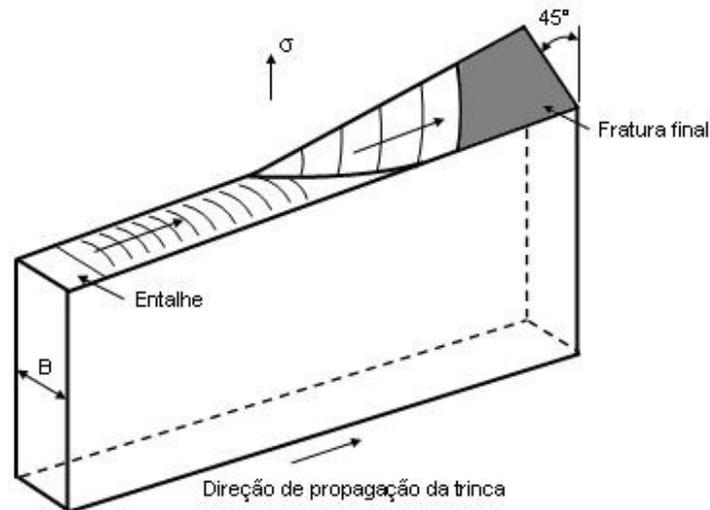


Figura 2.11- Propagação de trinca por fadiga em uma placa em modo I (adaptada de BRANCO, 1986).

Para espessuras muito finas o estado plano de tensão prevalece, e a propagação da trinca dá-se em um plano inclinado em relação à direção de tensão. Neste caso, a transição referida anteriormente, ou não se verifica ou ocorre para valores muito baixos de ΔK (região I de propagação). Nas espessuras muito elevadas já é possível assegurar um estado plano de deformação em todas as regiões de propagação, e a trinca propaga-se em um plano normal à tensão aplicada, podendo a propagação instável (fratura) ser caracterizada pela tenacidade K_{Ic} que é inferior ao valor de K_c do estado plano de tensão.

No estado plano de deformação para o mesmo valor nominal de ΔK , a trinca propaga-se com maior taxa do que no estado plano de tensão (DONAHUE *et al.*, 1972), pois o mecanismo de fratura é essencialmente contínuo e predominante no modo I (abertura das faces da trinca), enquanto que no estado plano de tensão a propagação dá-se no modo misto (I e II). Desta forma, reduz-se o valor de K_I na ponta da trinca e a taxa de propagação será menor.

Considerando-se que a lei de Paris traduz a relação entre da/dN e ΔK , conclui-se que o valor do expoente m nessa equação será mais elevado para espessuras mais elevadas (estado plano de deformação) e mais baixo para as espessuras baixas (estado plano de tensão). A Figura 2.12 ilustra, de forma esquemática, esta tendência que é confirmada de modo geral pelos resultados experimentais. Nos aços em estado plano de deformação os valores de m variam de 3 a 4,5, enquanto que em estado plano de tensão varia de 2 a 3.

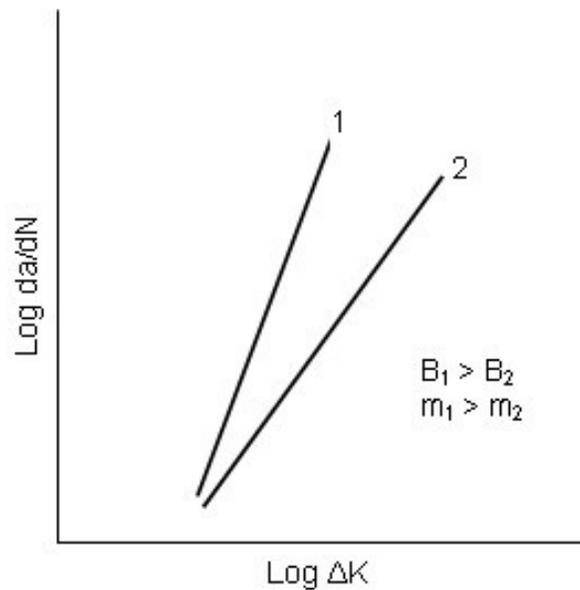


Figura 2.12- Representação esquemática da influência da espessura (B) no coeficiente m da lei de Paris.

Nas espessuras intermediárias em que se verifica a transição do estado plano de deformação para o estado plano de tensão, o diagrama $da/dN-\Delta K$ deverá apresentar uma redução na inclinação da reta a partir do valor de ΔK de transição entre os dois modos de deformação. Nas espessuras mais elevadas, em que não se verifica a transição, a inclinação do diagrama será constante.

PARK & LEE (2000) estudando os efeitos da espessura na taxa de propagação de trinca por fadiga para o aço inoxidável 304, realizaram ensaios em corpos de prova com espessuras de 3, 6 e 25 mm, de onde concluíram que a taxa de propagação é uma função da espessura do corpo de

prova e aumenta com esta, confirmando, dessa forma, que com o aumento da espessura do corpo de prova o estado de tensão na ponta da trinca se aproxima das condições de deformação plana e, portanto, a taxa de propagação da trinca torna-se mais elevada.

Outras variáveis, como a história do carregamento, a deformação plástica e a tenacidade do material, por exemplo, também exercem influência na taxa de propagação de trinca; entretanto, estes fatores não serão aqui discutidos.

2.2.5 Mecanismos de fratura na propagação de trincas por fadiga

A propagação de trinca por fadiga na fase II (Figura 2.4) apresenta diversos mecanismos que são específicos dessa fase. Segundo CROOKER *et al.* (1976), os três mecanismos mais comuns são: formação de estrias dúctil ou frágil, coalescência de microvazios e microclivagem. Os materiais dúcteis apresentam fundamentalmente a propagação por estrias e coalescência de microvazios, enquanto que a microclivagem ocorre frequentemente em materiais de alta resistência ou frágeis (BRANCO, 1985).

Grande importância tem sido dada ao mecanismo de formação de estrias (DIETER, 1981). As estrias surgem em superfícies de fratura por fadiga de diversos materiais, tais como os metálicos de estruturas CCC, CFC e HC e muitos materiais poliméricos, e se formam paralelamente ao avanço da frente da trinca (HERTZBERG, 1996); assim, em contraste com a fase I, a superfície de fratura da fase II apresenta seqüências de estrias que dão um aspecto característico a essa superfície, conforme pode ser observado na Figura 2.13.

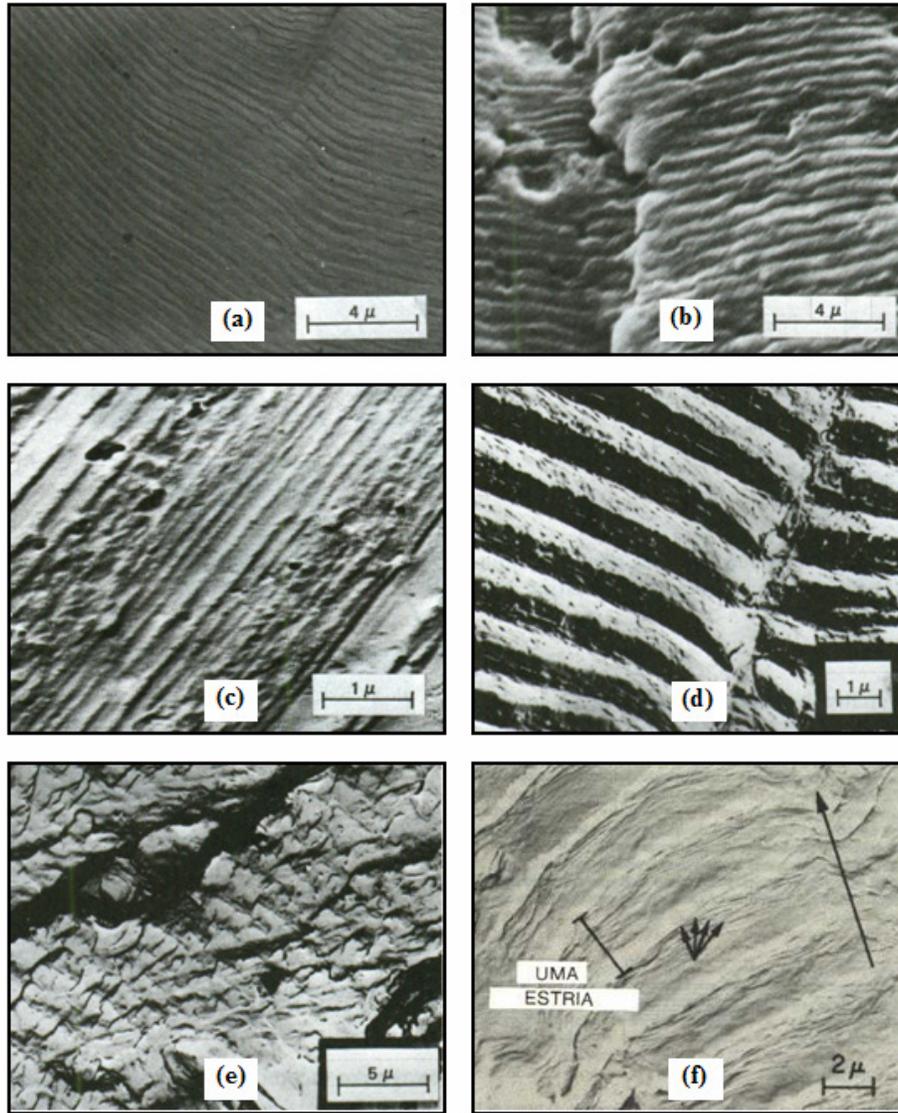


Figura 2.13 – Superfícies de fratura apresentando estrias: carregamento constante, (a) observação em Microscópico Eletrônico de Transmissão – MET, (b) observação em Microscópico Eletrônico de Varredura – MEV; (c) carregamento aleatório, MET; (d) estrias dúcteis, MET; (e) estrias frágeis, MET; (f) medida de uma estria (f). (a, b, c, adaptadas de HERTZBERG, 1996; d,e, adaptadas de MILLAN & HERTZBERG, 1968, *apud* HERTZBERG, 1996; f, adaptada de LAIRD, 1967, *apud* DIETER, 1981).

Cada estria representa o avanço incremental da frente da trinca produzido por um ciclo de carregamento e a extensão deste avanço varia com a amplitude de carga (FORSYTH & RYDER, 1961), conforme ilustra a Figura 2.13f. Assim, a quantidade de estrias produzida na superfície de fratura é igual ao número de ciclos de aplicação em um dado nível de tensão, e para níveis de

tensão mais elevados os espaçamentos entre as estrias produzidas são maiores (MCMILLAN & PELOUX, 1967, *apud* KLESNIL & LUKÁŠ, 1992).

A presença de estrias na superfície de fratura constitui prova irrefutável de que a falha foi causada por fadiga (FORSYTH & RYDER, 1960); no entanto, a propagação da trinca pode ocorrer sem a formação dessas estrias (HERTZBERGER, 1996). Em níveis elevados de ΔK é comum a coalescência de microvazios (HERTZBERGER, 1967, *apud* HERTZBERGER, 1966), característica de fraturas dúcteis, e em níveis muito baixos de ΔK , diversos materiais apresentam a aparência de clivagem com formação de facetas (BRANCO, 1986), conforme é mostrado na Figura 2.14 no caso do aço inoxidável 305. Para níveis intermediários de ΔK , de um modo geral é observado que a densidade relativa de estrias varia com o estado de tensão e composição da liga (HERTZBERG, 1996) e, particularmente, em materiais com baixa tenacidade, o mecanismo de crescimento de trinca por fadiga pode ter contribuição de modos de fratura diferentes do mecanismo por formação de estrias (LINDLEY, 1976), podendo ocorrer, nesses casos, mecanismos mistos de fratura, os quais dependem do estado de tensão, tipo de sollicitação, microestrutura da liga e meio ambiente (BRANCO, 1986); esses mecanismos de fratura são a clivagem, a fratura intergranular e a coalescência de microvazios (LINDLEY, 1976; BEACHEM, 1965; ASM, 1978).

Vale ressaltar que a não observação das estrias na superfície de fratura por fadiga pode ocorrer devido a um espaçamento muito pequeno que não consiga ser visível pelos métodos de resolução utilizados, ou por ductilidade na ponta da trinca insuficiente para produzir por deformação plástica uma estria grande o suficiente para ser observada, ou ainda pela própria extinção das estrias decorrente de algum tipo de dano da superfície do material (DIETER, 1981). Por outro lado, as estrias apresentadas na forma da Figura 2.14, nem sempre são claramente definidas como as ilustradas na Figura 2.13; devido tanto a efeitos ambientais e/ou metalúrgicos, como por condições de serviço, tais como abrasão das duas superfícies de fratura geradas, as estrias podem se apresentar de forma contínua ou descontínua, claramente ou pobremente definidas, e retilíneas ou curvas.

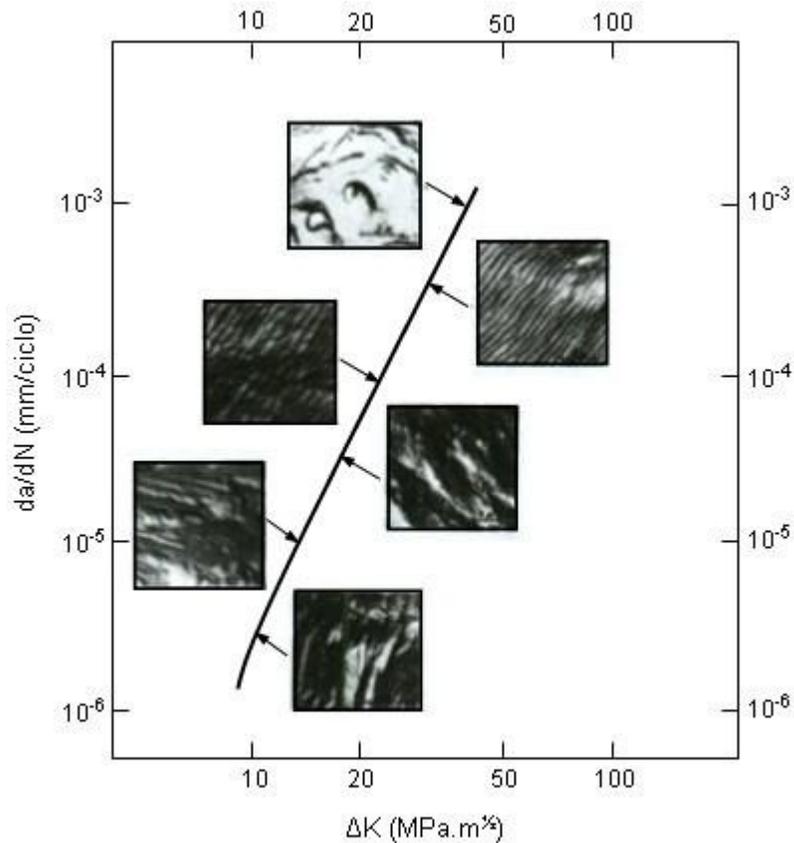


Figura 2.14 – Superfícies de fratura do aço inoxidável 305 em função de ΔK (adaptada de HERTZBERG & MILLS, 1976, *apud* HERTZBERG, 1996).

Uma vez iniciada, a trinca cresce por um mecanismo similar ao mostrado esquematicamente na Figura 2.15 (SAE, 1988). Durante o carregamento, a ponta afilada da trinca causa uma alta concentração de tensão e elevadas tensões de cisalhamento na região próxima, provocando deformação plástica por deslizamento. O deslizamento ocorre primeiro em um ou mais planos que levam ao arredondamento da ponta da trinca (estágios A-D). Nesses estágios, observa-se que a trinca cresce de uma quantidade Δa , e que este crescimento é sempre uma consequência geométrica do deslizamento. Após o descarregamento e novo afilamento da ponta da trinca o processo se repete (estágios E-K), causando novamente um pequeno crescimento Δa da ordem de 10^{-5} a 10^{-3} mm, mas o bastante para proporcionar uma propagação substancial da trinca após muitos ciclos. O padrão regular de variação na forma da ponta da trinca, algumas vezes leva à formação de estrias na superfície de fratura (Figura 2.15b). Grupos sucessivos de 5 ciclos de carregamento intercalados com um ciclo de diferente magnitude são nitidamente refletidos na

forma de estrias. Isto abre a possibilidade de estimar a taxa de propagação de trinca por ciclo, a partir da simples medição do espaçamento das estrias na micrografia da superfície de fratura, conforme será discutido posteriormente.

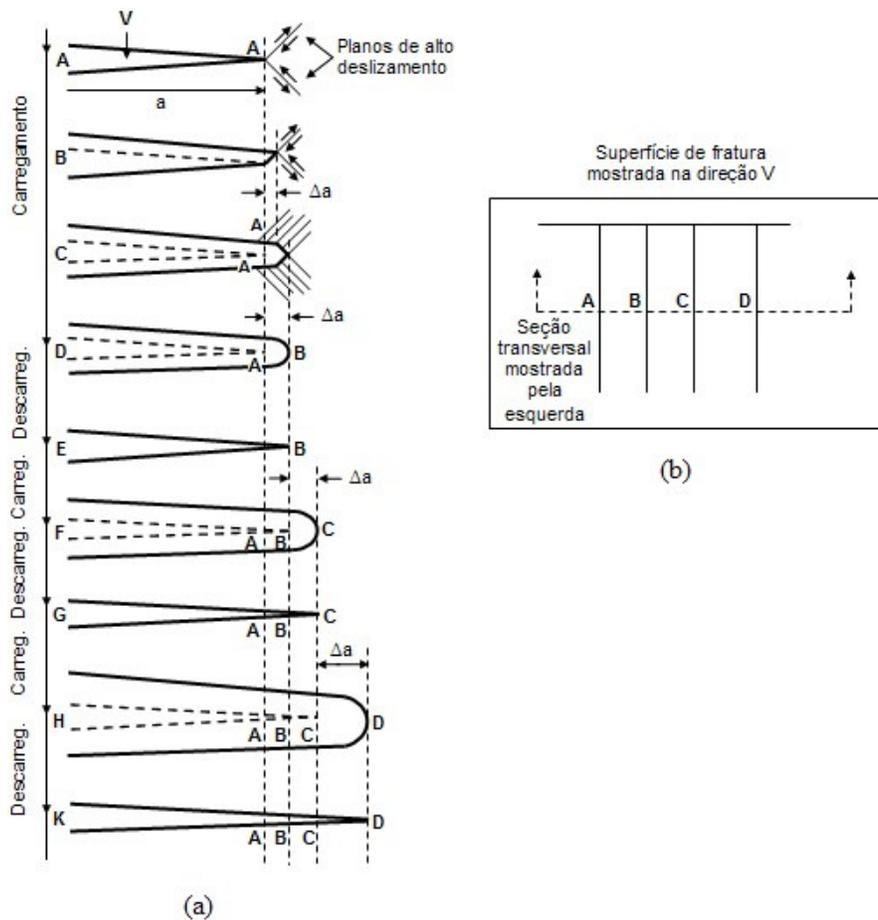


Figura 2.15- Possível mecanismo de crescimento de trinca por fadiga e formação de estrias: (a) Seção transversal; (b) Observação da direção V na superfície de fratura. (adaptada de SAE, 1988).

A morfologia das estrias de fadiga é bastante variada, conforme mostra a Figura 2.13. Os motivos dessas diferentes formas não estão absolutamente claros, no entanto elas são frequentemente associadas com o meio ambiente onde os ensaios de propagação de trincas por fadiga são realizados (HERTZBERG, 1996); em ambientes agressivos, as estrias de fadiga são

relativamente planas e apresentam uma aparência de clivagem, porém, em ambiente inerte tendem a surgir com aspecto mais dúctil.

Embora a morfologia das estrias possa ser afetada pelo ambiente de serviço da peça ou componente, mudanças definitivas e pronunciadas podem ser observadas na aparência das mesmas após a exposição em atmosferas oxidantes ou corrosivas (HERTZBERG, 1996); por exemplo, estrias de fadiga podem ser completamente eliminadas como resultado de suas exposição a altas temperaturas (ambiente oxidante). Na temperatura ambiente, com o decorrer do tempo, as estrias de fadiga tornam-se cada vez mais difíceis de serem detectadas, diminuindo assim, a quantidade de informações obtidas da análise da superfície de fratura do material, particularmente no caso dos aços ligas (HERTZBERG, 1996).

2.2.6 Fechamento de trinca

O fenômeno do fechamento de trinca foi primeiramente reconhecido por ELBER (1971, *apud* NYSTRÖM *et al.*, 1992). Observando o comportamento da flexibilidade elástica de vários corpos de prova, ele constatou que na fase de descarregamento em um ciclo de fadiga, a trinca fechava-se antes da carga aplicada ser anulada. Esse fenômeno foi denominado de *fechamento de trinca*.

Em função do fechamento de trinca, um incremento de carga de tração deve ser aplicado em acréscimo ao recarregamento da força mínima do ciclo de fadiga, antes que a trinca esteja completamente aberta novamente. Portanto, o fechamento de trinca produz um mecanismo por meio do qual o fator de intensidade de tensão cíclico efetivo próximo à ponta da trinca, ΔK_{ef} , difere do valor de ΔK nominal. Desta forma, a informação sobre a magnitude do efeito do fechamento de trinca é essencial para a compreensão e interpretação do comportamento do crescimento de trinca observado (ASTM, 2000).

Elber postulou que o fechamento de trinca reduziu a taxa de propagação em função da diminuição da amplitude do fator de intensidade de tensão efetivo, ΔK_{ef} , como pode ser verificado

na Figura 2.16, a qual ilustra o conceito de fechamento de trinca. Quando um corpo de prova é ciclicamente carregado entre K_{max} e K_{min} , as faces da trinca entram em contato para valores do fator de intensidade de tensão abaixo daquele no qual a trinca abre, K_o . Assumindo que a fase do ciclo que está abaixo de K_o não contribui para o crescimento da trinca por fadiga, Elber definiu a amplitude de fator de intensidade de tensão efetivo pela Equação 2.12, como também introduziu uma relação entre ΔK_{ef} e ΔK , dada pela fração efetiva U , expressa pela Equação 2.13, e propôs uma modificação na equação de Paris-Erdogan, conforme mostra a Equação 2.14, a qual tem sido utilizada com razoável sucesso na correlação dos dados de propagação de trinca por fadiga em várias razões de carga (ANDERSON, 1995).

$$\Delta K_{ef} = K_{max} - K_o \quad (2.12)$$

$$U \equiv \frac{\Delta K_{ef}}{\Delta K} = \frac{K_{max} - K_o}{K_{max} - K_{min}} \quad (2.13)$$

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K_{ef}^m \quad (2.14)$$

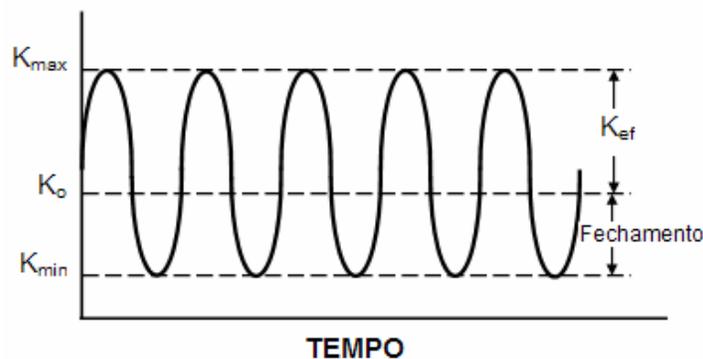


Figura 2.16- Definição da amplitude do fechamento de trinca durante a propagação de trinca por fadiga (Adaptada de ANDERSON, 1995).

Uma estimativa de ΔK_{ef} pode ser obtida experimentalmente pela determinação da carga mínima na qual a trinca é aberta (carga de abertura, P_o) e, se $P_o > P_{min}$, utiliza-se a amplitude da carga efetiva ($\Delta P_{ef} = P_{max} - P_o$) nas expressões para o cálculo da amplitude do fator de intensidade de tensão, em vez da amplitude de carga ($\Delta P = P_{max} - P_{min}$) (ASTM, 2000).

Uma grande quantidade de dados experimentais e modelos teóricos relacionados com o fechamento de trinca têm sido discutidos na literatura. Existem várias fontes de fechamento de trinca (KLESNIL & LUKÁŠ, 1992; NYSTRÖM *et al.*, 1992; ANDERSON, 1995), entre elas as consideradas mais importantes são: fechamento induzido por plasticidade, fechamento induzido por óxido e fechamento induzido por rugosidade. Os mecanismos destas fontes estão mostrados esquematicamente na Figura 2.17 e serão descritos resumidamente a seguir:

a) Fechamento induzido por plasticidade: O contato prematuro entre as faces da trinca é devido ao deslocamento residual permanente que surge das zonas plásticas anteriores, na contra-mão do rastro do crescimento da trinca. O fechamento induzido por plasticidade executa seu papel sob condições de tensão plana, isto é, para corpos de prova finos. Para corpos de prova espessos, a propagação de trinca ocorre sob condições de deformação plana e o fechamento é restrito à parte da superfície na vizinhança da trinca;

b) Fechamento induzido por óxido: A presença de produtos de corrosão de todas as espécies no interior das trincas em crescimento resulta no aprisionamento de suas superfícies. Há diferentes espécies de produtos de corrosão, como por exemplo, partículas de óxidos formadas durante fadiga à alta temperatura ou camadas de óxidos formadas à temperatura ambiente, os quais se tornam mais espessos em função de oxidação por atrito, isto é, travamento e reforma contínua do óxido atrás da ponta da trinca devido ao contato repetido entre as superfícies de fratura, surgindo deslocamentos microscópicos no modo II e fechamento induzido por plasticidade;

c) Fechamento induzido por rugosidade: O efeito do fechamento induzido por rugosidade está associado à topografia da superfície de fratura. Como a superfície de fratura nunca é polida, a sua rugosidade natural também causa contato prematuro das faces da trinca. O fechamento ocorre quando os deslocamentos de abertura na ponta da trinca tornam-se comparáveis com o tamanho das asperezas da superfície de fratura. O modelamento das espécies de fechamento (tanto quanto o

fechamento induzido por óxido) é baseado no cálculo do efeito de aprisionamento das asperezas nas superfícies da trinca. Essas asperezas podem ser microestruturais ou óxidos. Várias pesquisas têm mostrado que existe uma relação entre o tamanho de grão e o grau de fechamento de trinca; maiores tamanhos de grãos proporcionam maiores níveis de fechamento (KANG *et al.*, 1998; ANTUNES *et al.*, 2000).

O nível de fechamento de trinca é uma das maiores diferenças entre as trincas pequenas e as trincas longas. No caso de trincas muito pequenas o fechamento está ausente, devido ao rastro limitado dessas trincas.

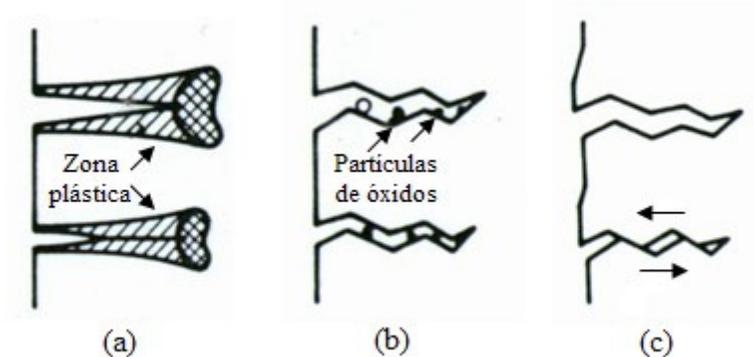


Figura 2.17- Ilustração esquemática de vários mecanismos de fechamento de trinca: Fechamento induzido por plasticidade (a), fechamento induzido por óxido (b) e fechamento induzido por rugosidade (c). (adaptada de SURESH & RITCHIE, 1984).

2.2.7 Correlação entre o espaçamento das estrias com o crescimento macroscópico das trincas de fadiga

Como mencionado anteriormente, as estrias representam a posição da frente da trinca após cada ciclo de carregamento e a sua largura ou espaçamento pode ser utilizado para medir a taxa de propagação da trinca em uma determinada posição na superfície de fratura. Desta forma, é possível obter, para um dado nível de ΔK , razoáveis correlações entre a taxa de propagação de trinca medida macroscopicamente nos respectivos ensaios e a medida microscopicamente por meio do espaçamento entre as estrias individuais na análise da superfície de fratura do material.

Teoricamente a taxa de propagação macroscópica deveria ser igual à taxa de propagação microscópica para um mecanismo de formação de estrias puro; no entanto, problemas relacionados às condições metalúrgicas e à observação das estrias por meio da microscopia eletrônica, provocam desvios entre essas taxas. Em primeiro lugar, é difícil identificar precisamente o tamanho da trinca na região da superfície onde a medida do espaçamento entre as estrias foi feita – o nível de tensão só pode ser computado se o tamanho da trinca for conhecido. Em muitas falhas relatadas em serviço, as estrias microfotografadas estão presentes sem identificação da localização precisa da região da superfície de fratura. Em vários experimentos em condições de intensidade de tensão constante, o espaçamento entre estrias em uma região da superfície de fratura pode variar de um fator de 2 a 4, o que é resultado do fato da formação de estrias ser um evento altamente localizado e dependente tanto do fator de intensidade de tensão como das condições metalúrgicas – o avanço da trinca pode ser travado pela presença de precipitados ou outras heterogeneidades (BEACHEM, 1965). Por outro lado, o espaçamento entre estrias adjacentes depende do ângulo de incidência do feixe de elétrons relativo à orientação da amostra no microscópio eletrônico de transmissão, ou seja, o observador vê uma imagem projetada da amostra. A principal razão para a dispersão nas medidas do espaçamento entre estrias no interior de uma amostra, para um nível de ΔK específico, entretanto, foi atribuído inicialmente a fatores metalúrgicos tais como variações na orientação dos grãos e distribuição de inclusões. Desta forma, para se alcançar uma estimativa significativa da taxa de propagação de trinca, por exemplo, muitas medidas do espaçamento entre estrias devem ser realizadas para um tamanho específico de trinca, bem como devem ser feitas medidas de diferentes posições de comprimento de trinca, minimizando assim os desvios provocados pelos fatores mencionados.

Deve-se acrescentar ainda, que na propagação macroscópica de trinca por fadiga podem ocorrer diversos mecanismos de fratura, como mostrado pela Equação 2.15 (HERTZBERG, 1996; BRANCO, 1996), o que também impõe desvios na estimativa da taxa de propagação microscópica quando se considera na análise somente o mecanismo de formação de estrias.

$$\left(\frac{da}{dN} \right)_{\text{macroscópico}} = Af_1(K)_{\text{estrias}} + Bf_2(K)_{\text{microvazios}} + Cf_3(K)_{\text{clivagem}} + Df_4(K)_{\text{corrosão}} + \dots \quad (2.15)$$

Apesar destas limitações, em muitos casos as informações obtidas a partir da análise das estrias detectadas em uma superfície de fratura podem ser de grande utilidade.

Considerando que o espaçamento entre estrias é igual ao crescimento da trinca por ciclo, da/dN , várias correlações entre esses espaçamentos e a variação do fator de intensidade de tensão na ponta da trinca têm sido propostas na literatura. A Equação 2.16 mostra a correlação identificada por BATES & CLARK (1969, *apud* HERTZBERG, 1996) para qualquer liga metálica.

$$\text{Espaçamento entre estrias} \approx 6 \left(\frac{\Delta K}{E} \right)^2 \quad (2.16)$$

Como pode ser observado, o expoente da Equação 2.16 é aproximadamente igual a 2, enquanto o expoente m da relação de Paris-Erdogan, mostrada na equação 2.9, depende das variáveis materiais, meio ambiente, temperatura, frequência e tensão média, e pode variar entre 1 e 7, aproximadamente. Portanto, na maioria dos casos não se pode esperar que haja concordância entre as taxas de propagação de trinca experimental e as calculadas a partir dos espaçamentos entre estrias.

LENETS & BELLOWS (2000), estudando a vida em fadiga para a liga de titânio Ti-6Al-4V, concluíram que a previsão de vida para este material, baseada nas medidas do espaçamento entre estrias, apresenta muito boa concordância com os dados experimentais disponíveis. Na análise das curvas $da/dN - \Delta K$ levantadas para esse estudo, verificaram também existir razoáveis concordâncias entre a taxa de propagação de trinca convertida das medidas do espaçamento de estrias (taxa microscópica) e os dados de da/dN registrados durante o ensaio (taxa macroscópica), para os mesmos intervalos de ΔK .

YOKOBORI & SATO (1976), estudaram o efeito da frequência de carregamento sobre a taxa de propagação de trinca por fadiga e o espaçamento entre estrias, na liga de alumínio 2024-T3 e no aço SM-50. A partir da análise da superfície de fratura de corpos de prova submetidos a

ensaios de fadiga, realizados à temperatura ambiente e sob várias frequências de carregamento, eles expressaram esse efeito por meio de relações experimentais, como também verificaram que a fórmula da taxa de propagação de trinca obtida experimentalmente tem exatamente o mesmo tipo da indicada pela teoria dinâmica do deslocamento da propagação de trinca por fadiga.

Outras aplicações utilizando o espaçamento entre estrias observadas nas superfícies de fratura por fadiga têm sido demonstradas na literatura como, por exemplo, no estudo de corpos de prova da liga de alumínio Al2024-T3 rebitados, escolhidos para a avaliação do conceito de tamanho da falha inicial equivalente em componentes aeronáuticos (MOREIRA *et al.*, 2005), e no desenvolvimento de um método para estimar a carga de serviço em componentes de liga Al2017-T4 (FURUKAWA, 2000). Neste segundo caso, pode-se verificar também uma razoável concordância entre a taxa de propagação de trinca baseada nos espaçamentos de estrias observados nas superfícies de fratura (taxa microscópica) e os valores de da/dn obtidos a partir do ensaio de propagação de trinca por fadiga (taxa macroscópica).

Na prática interessa estimar o valor do nível de tensão a que a peça ou componente foi submetido, caso não seja possível calculá-la. Se for conhecido o comprimento da trinca na posição que é feita a leitura do espaçamento das estrias, é possível estimar o valor da amplitude do coeficiente de tensão naquela região da superfície de fratura por meio da Equação 2.17.

$$\Delta\sigma = \frac{\Delta K}{Y\sqrt{\pi a}} \quad (2.17)$$

derivada da Equação 2.1, onde ΔK é determinado a partir das expressões de correlação estimadas para o material.

2.2.8 O ensaio de propagação de trinca por fadiga

O ensaio de propagação de trinca por fadiga é padronizado pela “*American Society for Testing and Materials*”, por meio da norma ASTM E 647 (2000). Esse ensaio permite a

determinação das taxas de crescimento de trinca desde valores próximos ao limite mínimo do fator de intensidade de tensão até o seu valor máximo onde ocorre a instabilidade controlada da trinca. Os resultados são expressos em termos da amplitude do fator de intensidade de tensão (ΔK) na ponta da trinca, definido pela teoria da mecânica de fratura elástica linear (MFEL).

Os materiais que podem ser ensaiados por essa norma não estão limitados pela espessura ou pela resistência, desde que os corpos de prova possuam espessura suficiente para impedir flambagem, como também dimensões planares suficientes para permanecerem predominantemente elásticos durante o ensaio. Para que isto seja garantido, a norma estabelece vários tipos de corpos de prova com configurações definidas, cujas dimensões são proporcionais e calculadas em função de uma espessura mínima estabelecida para os mesmos.

O ensaio de propagação de trinca por fadiga consiste no carregamento cíclico de corpos de prova entalhados, que tenham sido satisfatoriamente pré-trincados em fadiga. O tamanho da trinca é medido visualmente ou por outro método equivalente (flexibilidade, diferença de potencial elétrico etc), como função do número de ciclos de fadiga, e esses dados são submetidos à análise numérica para estabelecer a taxa de crescimento da trinca, da/dN , que será expressa em função da amplitude do fator de intensidade de tensão, ΔK , o qual é calculado das expressões baseadas nas análises de tensão da mecânica da fratura elástica linear. Os entalhes também são padronizados pela norma ASTM E 647 (2000).

Os corpos de prova utilizados neste trabalho são do tipo *compacto em tração*, $C(T)$, cuja configuração e dimensões estão mostradas na Figura 2.18 (ASTM, 2000). O entalhe adotado é denominado *reto* e os seus detalhes bem como os requisitos da pré-trinca de fadiga encontram-se ilustrados na Figura 2.19.

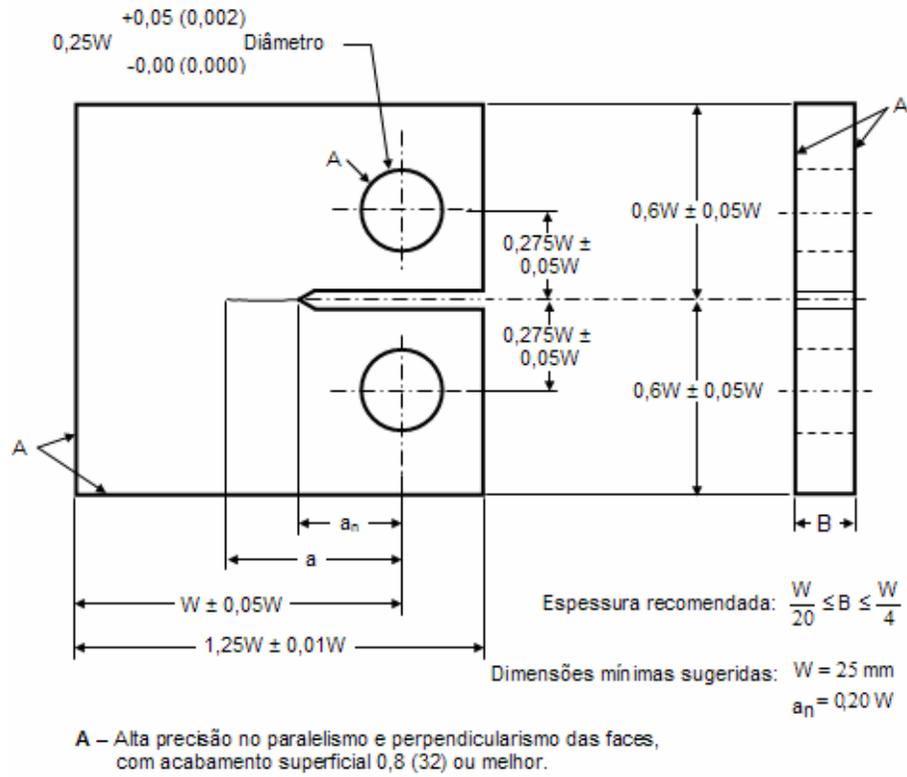


Figura 2.18- Corpo de prova tipo C(T) (adaptada de ASTM, 2000).

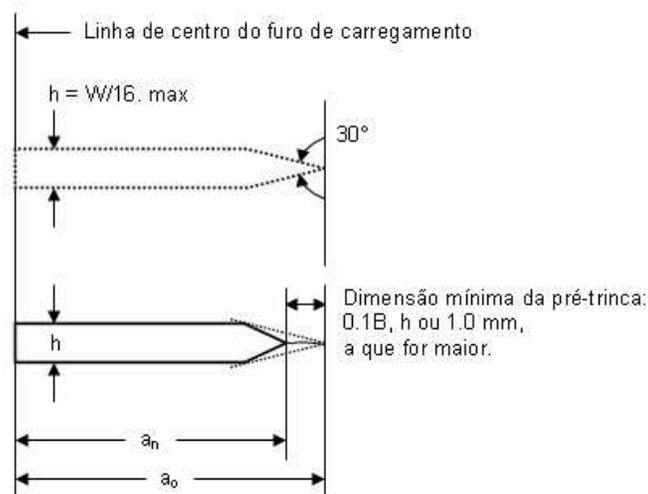


Figura 2.19- Detalhes do entalhe e requisitos da pré-trinca (adaptada de ASTM, 2000).

O cálculo da amplitude do fator de intensidade de tensão, ΔK , a partir dos valores do comprimento da trinca em cada momento, correspondente a uma dada taxa de propagação de trinca, da/dN , é feito utilizando-se a Equação 2.18 (ASTM, 2000).

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B\sqrt{W}} \cdot \frac{(2+\alpha)}{(1-\alpha)^{3/2}} (0,886 + 4,64\alpha - 13,32\alpha^2 + 14,72\alpha^3 - 5,6\alpha^4) \quad (2.18)$$

na qual $\alpha = a/W$, com a expressão válida para $a/W \geq 0,2$.

Para a determinação do tamanho da trinca durante o ensaio, um método bastante utilizado é o da *flexibilidade*. Este método permite relacionar o tamanho da trinca com o valor da abertura do entalhe registrado por um extensômetro (“*clip-on-gage*”) em cada momento do ensaio (COD). A relação entre a flexibilidade e o tamanho da trinca é dada pela expressão 2.19 (ASTM, 2000).

$$\frac{a}{W} = C_0 + C_1 u_x + C_2 u_x^2 + C_3 u_x^3 + C_4 u_x^4 + C_5 u_x^5 \quad (2.19)$$

na qual C_0, C_1, C_2, C_3, C_4 e C_5 são os coeficientes da flexibilidade e u_x é obtido da Equação (2.20).

$$u_x = \frac{l}{\left[\sqrt{\frac{BEv}{P} + l} \right]} \quad (2.20)$$

em que B é a espessura do corpo de prova, E o módulo de Young, v a abertura do extensômetro (COD) e P a carga aplicada. Os valores dos coeficientes da flexibilidade variam de acordo com o tipo de corpo de prova e com a posição de fixação do extensômetro no mesmo. A Tabela 2.2 apresenta os valores desses coeficientes para o caso de corpos de prova do tipo C(T) em várias posições referenciadas na Figura 2.20.

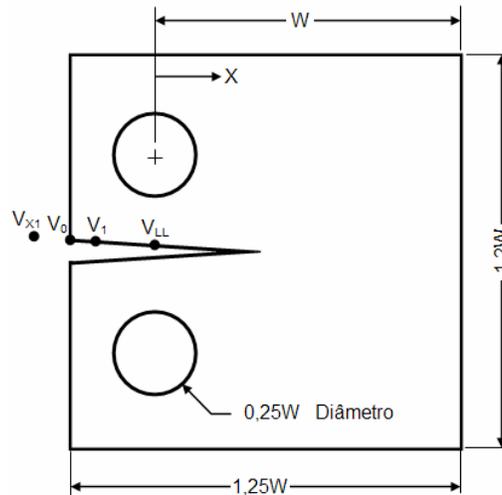


Figura 2.20- Corpo de prova esquemático apresentando os pontos de localização do extensômetro referenciados na Tabela 2.2 (adaptada de ASTM, 2000).

Tabela 2.2- Coeficientes da flexibilidade para o corpo de prova tipo C(T) em função da posição de fixação do extensômetro.

Posição do extensômetro	Distância do centro do furo (X/W)	C ₀	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄	C ₅
V _{X1}	- 0,3450	1,0012	- 4,9165	23,057	- 323,91	1798,3	- 3513,2
V _o	- 0,2500	1,0010	- 4,6695	18,460	- 236,82	1214,9	- 2143,6
V ₁	- 0,1576	1,0008	- 4,4473	15,400	- 180,55	870,92	- 1411,3
V _{LL}	0	1,0002	- 4,0632	11,242	- 106,04	464,33	- 650,68

Fonte: Norma ASTM E 647, 2000.

O método da *Secante* é uma das técnicas recomendadas pela norma ASTM E 647 (2000) para a redução dos dados obtidos nos ensaios de propagação de trinca por fadiga. Este método envolve o cálculo da inclinação da linha entre dois pontos de dados adjacentes na curva $a \times N$, e é formalmente expresso como

$$\left(\frac{da}{dN} \right)_{\bar{a}} = \frac{(a_{i+1} - a_i)}{(N_{i+1} - N_i)}. \quad (2.21)$$

Como o valor de da/dN computado é uma média da taxa de propagação da trinca no intervalo $(a_{i+1} - a_i)$, o tamanho médio da trinca, $\bar{a} = 1/2 (a_{i+1} - a_i)$, é normalmente usado para calcular ΔK .

Outra técnica de redução recomendada pela norma é o método *Polinomial*. Ele envolve o ajuste de um polinômio de segunda ordem (parábola) para o conjunto de $2n + 1$ pontos de dados sucessivos, onde n é comumente igual a 1, 2, 3 ou 4. A forma da equação para o ajustamento dos dados é a seguinte:

$$\hat{a} = b_0 + b_1 \left(\frac{N_i - C_1}{C_2} \right) + b_2 \left(\frac{N_i - C_1}{C_2} \right)^2 \quad (2.22)$$

na qual

$$-1 \leq \left(\frac{N_i - C_1}{C_2} \right) \leq 1; \quad (2.23)$$

b_0 , b_1 e b_2 são parâmetros de regressão determinados pelo método dos mínimos quadrados no intervalo $a_{i-n} \leq a \leq a_{i+n}$; \hat{a}_i é o valor ajustado do tamanho da trinca para N_i ; e os parâmetros C_1 e C_2 são calculados por

$$C_1 = \frac{1}{2} (N_{i-n} + N_{i+n}) \quad (2.24a)$$

$$C_2 = \frac{1}{2} (N_{i+n} - N_{i-n}). \quad (2.24b)$$

A taxa de crescimento em N_i é obtida da derivada da parábola expressa pela Equação 2.22, a qual é dada por

$$\left(\frac{da}{dN} \right)_{\hat{a}_i} = \left(\frac{b_1}{C_2} \right) + \frac{2b_2(N_i - C_1)}{C_2^2}. \quad (2.25)$$

Como mencionado anteriormente, para que os resultados dos ensaios sejam válidos de acordo com a norma ASTM E 647 (2000) é necessário que o corpo de prova se mantenha

predominantemente elástico para todos os valores da força aplicada. No caso dos corpos de prova tipo C(T), a condição de validade dos dados obtidos durante o ensaio é dada pela relação

$$(W - a) \geq \left(\frac{4}{\pi} \right) \left(\frac{K_{max}}{\sigma_{YS}} \right)^2 \quad (2.26)$$

na qual $(W - a)$, denominado de ligamento, é a extensão não trincada do corpo de prova, e σ_{YS} é o limite de escoamento pelo critério de 0,2% de deformação plástica pelo método “offset”, determinada na mesma temperatura de realização do ensaio.

Vários parâmetros podem ser obtidos nos ensaios de propagação de trinca por fadiga, os quais representam certas características da propagação de trinca. Esses parâmetros serão sintetizados a seguir:

- Fator de intensidade de tensão limite, ΔK_{th} : é o valor assintótico de ΔK no qual da/dN se aproxima de zero. Para muitos materiais ΔK_{th} é definido como o valor de ΔK correspondente à taxa de propagação de trinca igual a 10^{-10} m/ciclo;
- Taxa de propagação de trinca por fadiga, da/dN : é a taxa de crescimento da trinca causada por carregamento em fadiga e expressa em termos da média da extensão da trinca por ciclo;
- Gradiente K normalizado, $C = (1/K).dK/da$: é a fração da taxa de variação de K com o aumento do tamanho da trinca.

2.3 O Aço Inoxidável Duplex

Há várias décadas que muitos esforços têm sido empreendidos no sentido de produzir aços inoxidáveis que apresentem as características favoráveis tanto da microestrutura ferrítica como da austenítica (OLSSON e LILJAS, 1996) e com uma relação custo/benefício vantajosa. Os aços inoxidáveis denominados de duplex (“duplex stainless steel – DSS”) estão entre os aços inoxidáveis de graus austeníticos e ferríticos, combinando as melhores propriedades mecânicas e de resistência à corrosão de ambos (IACOVIELLO *et al.*, 1999).

A norma ASTM E7 (1997) define uma estrutura duplex como aquela formada por duas fases. Essa definição é complementada por SOLOMON & DEVINE (1983), os quais dizem que o termo duplex é reservado para ligas onde as fases constituintes estão presentes em frações volumétricas substanciais e se apresentam na forma de grandes volumes relativamente separados, para diferenciar daquelas ligas em que uma das fases está presente como um fino precipitado dentro da fase maior.

Os aços inoxidáveis foram desenvolvidos na Europa, nas primeiras décadas do século passado, após 1910. Em 1927, Bain e Griffiths apresentaram diagramas de fase do sistema Fe-Cr-Ni e descreveram ligas com estrutura duplex austenítica-ferrítica, contendo 22-30% de Cromo e 1,2-9,7% de níquel (SOLOMON & DEVINE, 1983, OLSSON & LILJAS, 1996). Os aços inoxidáveis duplex, no entanto, tiveram a sua produção iniciada na década de 30, com o desenvolvimento de dois aços inoxidáveis ferrítico-austeníticos, com o principal objetivo de reduzir o problema da ocorrência de corrosão intergranular nos aços inoxidáveis austeníticos (OLSSON & LILJAS, 1996). Um desses aços era ligado com cromo e níquel, enquanto o outro apresentava ainda molibdênio em adição com a finalidade de aumentar a sua resistência à corrosão. No sentido de manter o balanço na relação ferrita-austenita, o conteúdo de níquel foi elevado para compensar a adição de molibdênio. Esses aços possuíam essencialmente o mesmo conteúdo de carbono que os aços austeníticos, entretanto apresentaram uma clara melhora na resistência à corrosão intergranular, enquanto que a resistência à corrosão uniforme era igual ou melhor que aqueles aços.

O primeiro aço ferrítico-austenítico continha 60-70% de ferrita após recozimento entre 1000-1050°C (OLSON & LILJAS, 1996). A microestrutura duplex proporcionou maior resistência mecânica em relação aos aços austeníticos, e os aços com esse tipo de estrutura apresentaram boa fundibilidade. Nos anos 40, durante a Segunda Guerra Mundial, a escassez de materiais, especialmente de níquel, reduziu o interesse nos aços inoxidáveis duplex. No início dos anos 50, a escassez de níquel incentivou o desenvolvimento de aços inoxidáveis com menores teores deste elemento, proporcionando, conseqüentemente, o aperfeiçoamento dos aços duplex. Os produtos desenvolvidos naquela época, no entanto, não apresentavam boa tenacidade, o que

foi associado ao não reconhecimento da necessidade dos tratamentos de solubilização seguidos de resfriamento rápido para evitar a nucleação de precipitados. Apesar da solução da crise de escassez do níquel em meados dos anos 50, pouco se avançou no estudo dos aços duplex. Nos anos 70, foi desenvolvido um aço inoxidável contendo 22% de cromo, com a finalidade de resolver o problema de sensibilidade à corrosão intergranular apresentada pelos aços duplex de baixo carbono ($< 0,03\%$) quando submetidos à soldagem (na zona termicamente afetada). Em relação aos aços duplex anteriores, essa liga continha um alto conteúdo de molibdênio e ainda nitrogênio adicionado; entretanto, estudos posteriores mostraram que composições mais precisas, especialmente um maior conteúdo de nitrogênio, eram a melhor solução para os problemas apresentados pelos aços duplex soldados, o que justifica os aços mais modernos conterem normalmente de 0,15 a 0,20% de nitrogênio (OLSON & LILJAS, 1996). A partir dessa época, com o desenvolvimento de novos processos utilizados na fabricação dos aços inoxidáveis duplex, foi possível a produção desses aços com composições e propriedades controladas e com baixos teores de impurezas. Os aços inoxidáveis duplex com 22% de cromo (UNS S31803) possuem maior resistência mecânica e melhor resistência à corrosão que outros tipos de aço duplex, e apresentam-se como uma alternativa de baixo custo em muitas aplicações (OLSON & LILJAS, 1996).

O desenvolvimento dos aços inoxidáveis duplex vem resultando, nos últimos anos, na sua crescente utilização, principalmente em aplicações industriais que requeiram maior resistência à corrosão, maior resistência à oxidação e tenacidade adequada, dos que as apresentadas pelos aços inoxidáveis austeníticos. A combinação de altos limites de resistência e tenacidade aliada à excelente resistência à corrosão no intervalo de temperatura entre -50 a $+250^{\circ}\text{C}$ (CAPELLO *et al.*, 2002), são propriedades importantes, especialmente em materiais utilizados em instalações químicas e petroquímicas (IACOVIELLO *et al.*, 1999); adicionalmente à alta resistência mecânica e excelente resistência à corrosão, os aços inoxidáveis duplex também apresentam boa condutibilidade térmica (IACOVIELLO *et al.*, 1999), soldabilidade e boa fundibilidade (MAY *et al.*, 2002), pouca susceptibilidade à propagação de trincas por corrosão sob tensão e à corrosão intergranular (MAY *et al.*, 2002), permitindo que esses materiais tenham um vasto campo de

aplicações em outros ramos da indústria, como na produção de papel (IACOVIELLO *et al.*, 1999), equipamentos de controle de poluição, indústrias de alimentos e no campo biomédico.

2.3.1 Aspectos gerais dos aços inoxidáveis duplex

A estrutura bifásica ferrítica-austenítica, característica dos aços inoxidáveis duplex, é determinada, sobretudo, pelos teores de ferro, cromo e níquel, mas outros elementos também colaboram na manutenção dessa estrutura à temperatura ambiente.

Entre os domínios de fase da austenita e da ferrita há uma estreita região $\alpha + \gamma$ que pode ser usada para produzir estruturas bifásicas ou duplex nos aços inoxidáveis. Para que estas estruturas possam ser obtidas há necessidade de se conseguir um equilíbrio adequado entre os elementos estabilizadores da fase α (elementos alfa-gêneos – Cr, Mo, Ti, Nb, Si e Al) e os elementos estabilizadores da fase γ (elementos gama-gêneos – C, Mn, Ni e N); as proporções exatas de α e γ , no entanto, são determinadas pelo tratamento térmico (HONEYCOMBE, 1984).

O diagrama de equilíbrio binário Fe-Cr, na Figura 2.3, mostra que o elemento cromo reduz fortemente a região da fase γ , a ponto de, para teores aproximadamente acima de 13%Cr, as ligas binárias apresentarem-se ferríticas em qualquer temperatura, enquanto que no intervalo de 12 a 13%Cr passa a existir um pequeno domínio $\alpha + \gamma$. A ferrita é geralmente designada como ferrita- δ , pois nestes aços esta fase existe desde o ponto de fusão até a temperatura ambiente, sem qualquer descontinuidade. O elemento carbono ao ser adicionado à liga binária torna o sistema Fe-Cr ainda mais complexo. A introdução de teores crescentes de cromo na liga Fe-C tem como efeito mais importante a diminuição da faixa de existência da austenita, conforme já mostrado na Figura 2.1, pois isto irá influenciar na redução da composição das ligas Fe-C-Cr que permitirá a obtenção de endurecimento total por têmpera. Entretanto, dois outros efeitos não menos importantes podem ser observados. A análise dos diagramas das Figuras 2.21, 2.22 e 2.23, correspondentes às seções transversais do diagrama Fe-Cr-C, mostra que à medida que o teor de cromo é elevado, além da redução da região austenítica, ocorre também o alargamento da região de duas fases $\alpha + \gamma$ até certos limites, e a produção de carbonetos na estrutura. A precipitação de

carbonetos é importante, pois certos aços austeníticos com teores elevados de cromo (entre 16% e 20%) podem tornar-se quebradiços pelo esfriamento muito lento, admitindo-se que esse fenômeno seja associado a uma precipitação de carbonetos (CHIAVERINI, 2002). Por outro lado, um dos carbonetos que se formam, o $M_{23}C_6$, pode influenciar de forma significativa na resistência à corrosão dos aços inoxidáveis austeníticos (HONEYCOMBE, 1984).

O níquel, quando adicionado a uma liga que possua baixo teor de carbono e teor de cromo de 18%, provoca a expansão do domínio da fase γ . Com cerca de 8%Ni, a fase γ torna-se estável mesmo à temperatura ambiente, originando assim, o grupo de aços inoxidáveis austeníticos na composição 18%Cr-8%Ni. Esta composição especial corresponde ao menor teor de níquel capaz de tornar a austenita estável à temperatura ambiente.

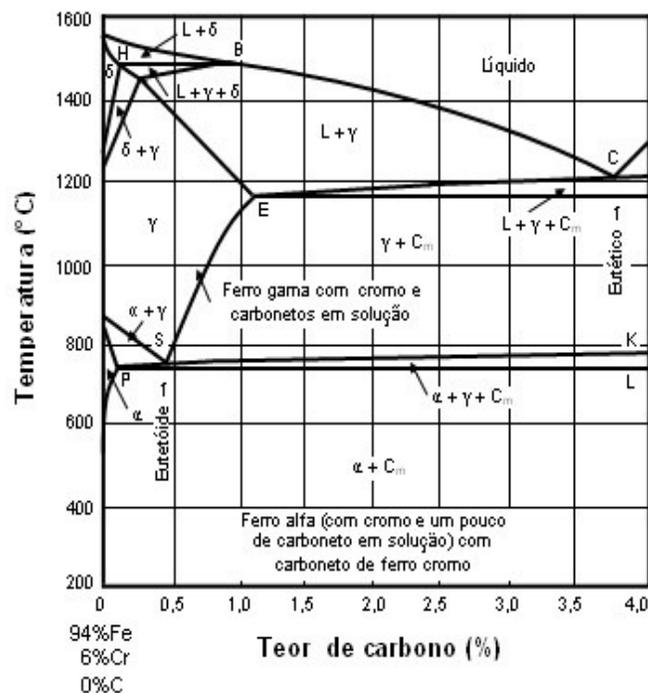


Figura 2.21- Seção transversal do sistema Fe-Cr-C para 6% de cromo (adaptada de THUM, 1935, *apud* CHIAVERINI, 2002).

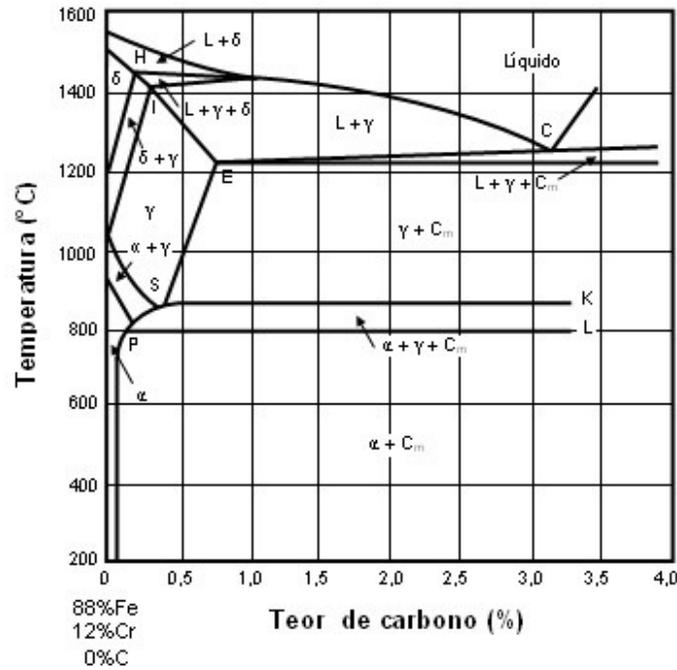


Figura 2.22- Seção transversal do sistema Fe-Cr-C para 12% de cromo (adaptada de THUM, 1935, *apud* CHIAVERINI, 2002).

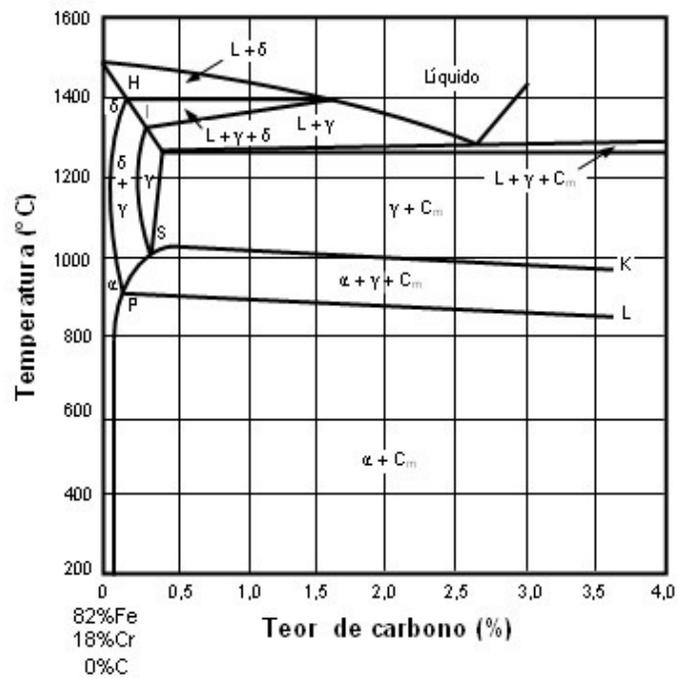


Figura 2.23- Seção transversal do sistema Fe-Cr-C para 18% de cromo (adaptada de THUM, 1935, *apud* CHIAVERINI, 2002).

A Figura 2.24 mostra que, a princípio, a liga 18-8 seria ferrítica à temperatura ambiente, no estado de equilíbrio; entretanto, em função das condições de sua fabricação, o equilíbrio não é geralmente alcançado, e essa liga, na realidade, é austenítica às temperaturas de serviço.

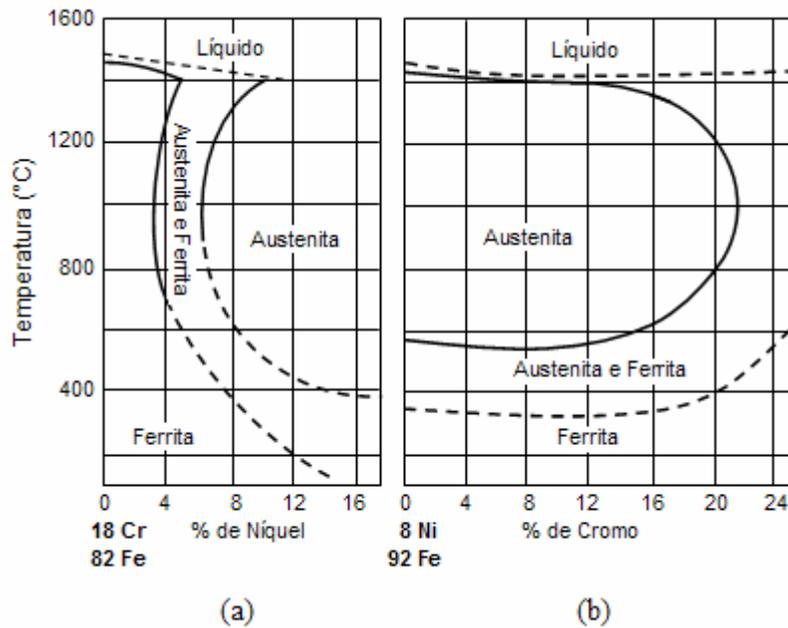


Figura 2.24- Efeito do níquel sobre a estrutura de uma liga com 18%Cr (a) e do cromo sobre uma liga com 8%Ni (b) (adaptada de CHIAVERINI, 2002).

Se o teor de cromo for superior ou inferior a 18%, mais níquel será necessário adicionar para reter a austenita à temperatura ambiente, pois se a retenção não for total, haverá a formação de martensita. Portanto, a austenita estável pode ser definida como aquela que apresenta a temperatura M_s inferior à temperatura ambiente. A Figura 2.21 também mostra que o carboneto $M_{23}C_6$ ocorre aproximadamente abaixo de 900°C ; contudo, se o aço for aquecido entre 1100°C e 1150°C , este carboneto dissolve-se e, na têmpera subsequente, obter-se-á uma austenita isenta de precipitados. Se for feito um aquecimento posterior no intervalo de 550°C a 750°C haverá a precipitação de $M_{23}C_6$, preferencialmente nos contornos de grãos.

O manganês também expande a região da austenita e, como elemento gamagêneo, pode ser utilizado em substituição ao níquel, mas em concentrações maiores, pois não é tão poderoso quanto.

O nitrogênio, tal como o carbono, é um poderoso elemento gamagêneo, e ambos dissolvem-se intersticialmente na austenita. São os mais poderosos endurecedores por solução sólida existentes, mas o nitrogênio tem menor tendência de provocar corrosão intergranular. O limite de concentração do nitrogênio é de 0,25%, o que quase duplica a tensão de escoamento de um aço austenítico (HONEYCOMBE, 1984).

Na maioria dos aços inoxidáveis duplex o teor de ferro é de aproximadamente 70% (SOLOMON & DEVINE, 1983), e a análise do diagrama de equilíbrio Fe-Cr-Ni para esta porcentagem de ferro, apresentado na Figura 2.25, mostra que para uma estrutura duplex ser possível nos aços inoxidáveis, o teor de cromo deve variar entre 22 e 28% e o de níquel entre 2 e 8%, para aquele teor de ferro. Os diagramas dos sistemas Fe-Cr-Ni ditam a natureza das fases presentes em ligas fundidas quando o processo de solidificação ocorre em equilíbrio, e dessa forma, as estruturas duplex serão obtidas se os teores desses elementos estiverem em uma faixa que proporcione uma composição da liga dentro do campo $\alpha + \gamma$ dos diagramas. Contudo, na maioria das ligas duplex fundidas e nas zonas termicamente afetadas (ZTA's) das regiões de solda, as composições estão fora dessa faixa, em virtude do caráter de não equilíbrio na solidificação e, nesses casos, dependendo da composição da liga, uma das duas estruturas (ferrita ou austenita) pode solidificar em primeiro lugar e na seqüência do resfriamento a outra é formada (SOLOMON & DEVINE, 1983, PADILHA & GUEDES, 1994). Nos aços inoxidáveis duplex convencionais com baixos teores de carbono primeiramente é formada a ferrita e, na seqüência do processo, a austenita, sendo que essa transformação é reversível, podendo ocorrer durante tratamentos térmicos ou ciclos de soldagem, com a temperatura e a cinética de transformação dependentes da composição química da liga (DUPOIRON & AUDOUARD, 1996).

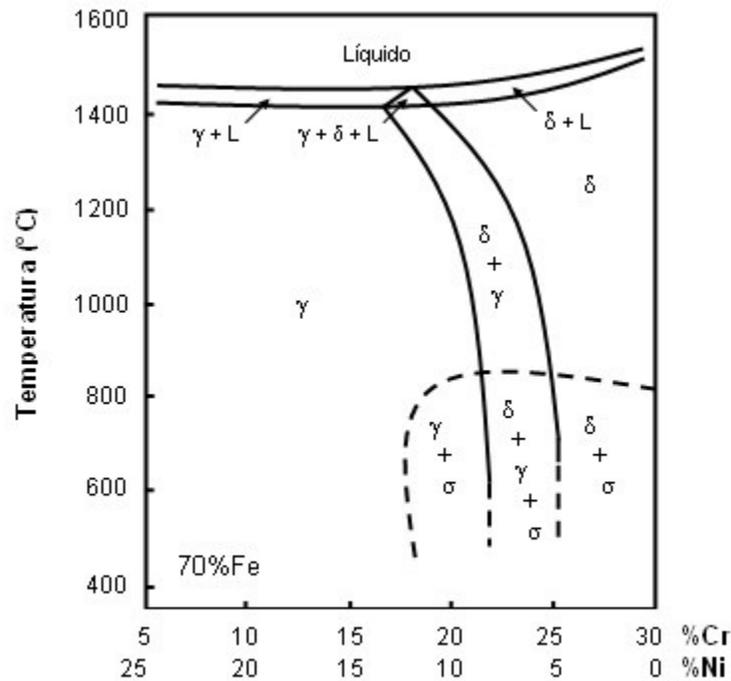


Figura 2.25- Seção transversal do diagrama Fe-Cr-Ni para 70% de ferro (adaptada de SCHAFMEISTER & ERGANG, 1938/1939, *apud* PADILHA & GUEDES, 1994).

Os aços inoxidáveis em geral apresentam em sua composição outros elementos, além do ferro, do cromo e do níquel, conforme anteriormente mencionado, que influenciam a formação de suas estruturas. Portanto, os diagramas Fe-Cr-Ni não podem prever a quantidade exata de ferrita, porquanto não levam em consideração esses elementos. Um dos processos considerados mais convenientes de representar o efeito de diversos elementos na estrutura básica dos aços inoxidáveis é o Diagrama de Schaeffler, ilustrado na Figura 2.26. Este diagrama mostra os campos de ferrita, austenita e martensita, além dos campos de combinação destas fases, em função do cromo e do níquel equivalentes. O cromo equivalente representa a relativa eficiência dos elementos alfa-gêneos em estabilizar a ferrita, enquanto que o níquel equivalente representa a relativa eficiência dos elementos gama-gêneos em estabilizar a austenita. Várias expressões de cálculo para os equivalentes de cromo e níquel têm sido propostas na literatura, e as variações observadas entre elas podem ser atribuídas às diferentes técnicas e composições químicas empregadas para a sua determinação, o que poderia causar diferentes efeitos relativos nos diversos elementos (PADILHA & GUEDES, 1994). Expressões mais gerais para os equivalentes de cromo

e níquel foram propostas por Schneider (PADILHA & GUEDES, 1994) como: Cr equivalente = $Cr + 2Si + 1,5Mo + 5V + 1,5Al + 1,75$ e Ni equivalente = $Ni + Co + 0,5Mn + 0,3Cu + 25N + 30C$.

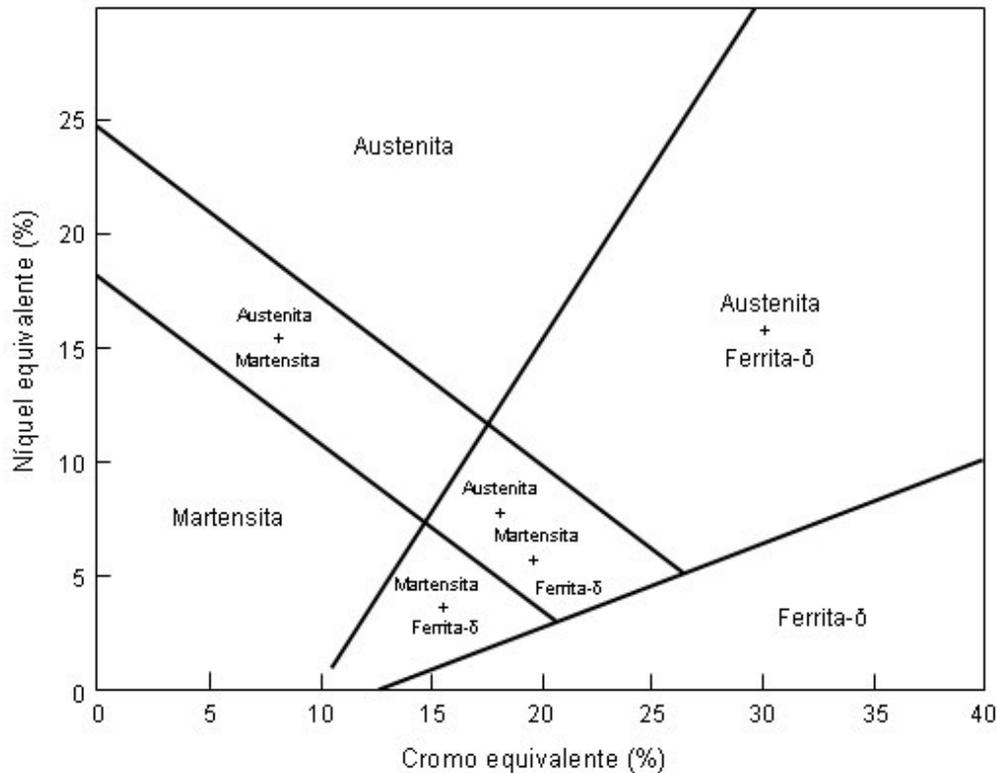


Figura 2.26- Diagrama de Schaeffler (SCHNEIDER, 1960, *apud* HONEYCOMBE, 1984).

Os diagramas de Schaeffler, no entanto, não podem prever a porcentagem de ferrita em aços inoxidáveis duplex trabalhados, pois foram desenvolvidos a partir da fundição e refletem a ferrita formada após a solidificação. Para esses aços existem outros diagramas semelhantes ao de Schaeffler, como o de PRYCE & ANDREWS (1960), desenvolvidos para aços inoxidáveis trabalhados a quente na temperatura de 1150°C (SOLOMON & DEVINE, 1983).

Os aços inoxidáveis duplex são trabalhados a quente tipicamente na faixa de 1000-1200°C, ou seja, em uma região de fases $\alpha + \gamma$, sendo que as temperaturas acima dessa faixa podem causar problemas de oxidação e, abaixo dela, podem resultar em precipitações associadas à fragilização.

O subsequente tratamento de solubilização, normalmente realizado entre 1050-1100°C e com resfriamento posterior rápido, assegura que o aço permaneça inteiramente duplex e sem fases secundárias precipitadas, que podem ser algumas vezes formadas no estágio de trabalho a quente. A deformação plástica do trabalho mecânico resulta em uma estrutura com grãos alongados na direção de laminação e no desenvolvimento da textura, o que freqüentemente leva a uma grande anisotropia das propriedades mecânicas (NILSSON, 1992). De acordo com a ASTM A790 (1995), a temperatura de solubilização do aço UNS S31803 está na faixa de 1020-1100°C. A estrutura dos produtos trabalhados é, portanto, determinada pela composição química e pela temperatura de solubilização (CHARLES, 1991). Segundo DUPOIRON & AUDOUARD (1996), um correto balanço da relação entre austenita e ferrita (entre 40% e 55% de ferrita) e a manutenção da sua estabilidade são uns dos pontos-chave dos modernos aços inoxidáveis duplex, sendo a porcentagem de nitrogênio um parâmetro essencial nesse aspecto.

CHARLES (1995) divide os aços inoxidáveis duplex trabalhados em três classes distintas, sendo que essas classes são em parte definidas em função do *PRE* (“*Pitting resistance equivalent*”), ou seja, um parâmetro experimental que avalia a resistência do material à corrosão por “pite”. Esse parâmetro é apresentado como função das porcentagens dos elementos Cr, Mo e N, que são conhecidos como elementos que aumentam a resistência à corrosão por “pite” em ligas Fe-Cr-Ni. Segundo NILSSON (1992), esse parâmetro é geralmente definido pela Equação 2.27.

$$PRE = \%Cr + 3,3(\%Mo) + k(\%N), \quad (2.27)$$

na qual k é um número entre 10 e 30, sendo o valor de 16 mais freqüentemente usado. Embora esse parâmetro tenha algumas limitações por incluir somente o efeito de três elementos de liga, ele oferece um modo rápido e útil de estimar a resistência à corrosão por pite (NILSSON, 1992). Mais especificamente para aços austeníticos, LILJAS & NILSSON (1999) citam que o k tem sido relatado estar entre 13 e 70, contudo sendo o valor de 30 utilizado para a indicação do *PRE* de várias ligas, inclusive algumas duplex. Nas várias referências consultadas sobre aço duplex, observa-se o fator de 16 para o nitrogênio como o mais utilizado para o cálculo do *PRE*. Independente disso, os duplex que apresentam esse parâmetro *PRE* maior que 40 são

normalmente chamados de *superduplex*. Com relação às classes propostas por CHARLES (1995), tem-se:

a) o aço de composição 23%Cr-4%Ni-0,10%N (tipo 2304), sem adição de Mo, sendo um material econômico que, para a maioria das aplicações, pode ser usado para substituir os austeníticos AISI 304 e 316;

b) o aço de composição 22%Cr-5%Ni-3%Mo-0,17%N (tipo 2205), que pode ser considerado como um aço inoxidável duplex padrão, e cuja porcentagem de nitrogênio tem sido recentemente aumentada para promover uma melhora na sua resistência à corrosão por “pite”. Sua resistência à corrosão encontra-se entre a do austenítico da classe AISI 316 e a do superaustenítico com 5-6% de Mo;

c) os superduplex ($PRE > 40$), contendo 25%Cr-6,8%Ni-3,7%Mo-0,27%N, com ou sem adições de Cu e W, são especialmente indicados para aplicações que requerem alta resistência mecânica e alta resistência à corrosão em ambientes extremamente agressivos. A resistência à corrosão é equivalente à dos superausteníticos com 5-6% de Mo. Quando as propriedades de corrosão requeridas são menores ($36 < PRE < 40$), devem ser consideradas as ligas duplex de 25% Cr com adições de 3% Mo e 0,22% N, que são menos propensas à formação de fases intermetálicas do que os superduplex.

Em relação às classes apresentadas, NILSSON (1992) faz uma divisão na classe dos duplex com 25% de Cr (letra c), separando-os com relação ao *PRE*, ou seja, uma classe de duplex com a faixa de *PRE* de 30 a 39, e outra de super duplex, com *PRE* maior que 40.

Os aços inoxidáveis duplex, como já mencionado, apresentam propriedades de resistência mecânica, de um modo geral, superiores às dos aços inoxidáveis austeníticos. Essa superioridade é conseguida em parte devido à própria estrutura bifásica, por meio do aproveitamento das características favoráveis de cada uma das microestruturas, e em parte porque a estrutura duplex origina um refinamento do tamanho do grão, conseqüente da formação das estruturas duplex no estado sólido e às suas características de encruamento e recristalização, assim como às limitações de crescimento de grão.

A melhor combinação de resistência à corrosão e resistência mecânica dos aços duplex é obtida quando a relação ferrita-austenita é estabelecida no valor de 1:1 (CAPELLO *et al.*, 2002). Esta relação proporciona maiores limites de escoamento e de resistência à tração dos aços inoxidáveis duplex em relação aos aços inoxidáveis austeníticos, além de boa ductilidade e tenacidade. Em ligas trabalhadas, o balanço 50% ferrita – 50% austenita é geralmente obtido por meio da combinação de elementos de liga e uma especificação adequada da temperatura da solução de tratamento térmico após a produção (CAPELLO *et al.*, 2002).

Os aços inoxidáveis duplex recebem a adição de elementos com o objetivo de melhorar as suas propriedades, interferindo no balanço microestrutural, porém cada um desses elementos também atua de forma específica como segue (CHIAVERINI, 2002):

- O cromo e o níquel são os elementos fundamentais no sentido de conferir resistência à corrosão;
- O molibdênio, entre 0,2 e 5,0%, melhora as resistências à corrosão generalizada, à corrosão localizada (por pites) e à corrosão em frestas;
- O nitrogênio, entre 0,1 e 0,35%, melhora a resistência à corrosão localizada, além de elevar a resistência mecânica;
- O cobre, até 4%, melhora a resistência à corrosão e favorece o endurecimento por precipitação;
- O tungstênio, até 1,2%, melhora a resistência à corrosão;
- O manganês, entre 0,5 e 5%, eleva as resistências à corrosão e ao desgaste abrasivo;
- O silício, entre 0,5 e 5,0%, melhora as resistências à corrosão, ao calor e ao desgaste;
- O carbono, entre 0,01 e 0,5%, eleva as resistências mecânica e ao desgaste.
- O cobalto melhora a soldabilidade e a resistência ao desgaste;
- O nióbio melhora as resistências à corrosão e ao desgaste;
- O titânio e o alumínio favorecem o endurecimento por precipitação.

A seleção do tipo adequado do aço inoxidável duplex, baseado principalmente no teor de cromo, varia de acordo com o campo de aplicação, em função, sobretudo, da maior ou menor resistência à corrosão, resistência à oxidação e tenacidade requeridas.

A tenacidade dos aços inoxidáveis duplex, após o tratamento de solubilização seguido de resfriamento muito rápido, varia de boa a muito boa. Contudo, essa propriedade é influenciada pela presença de elementos de liga que, quando adicionados simultaneamente, provocam precipitação de numerosas fases nesses aços. Portanto, nos casos em que a tenacidade é uma característica importante, há que se levar em consideração a ação dos elementos de liga que, se por um lado elevam a dureza do aço inoxidável duplex, por outro provocam a diminuição da sua tenacidade.

A tenacidade dos aços inoxidáveis duplex também é fortemente influenciada pela temperatura. A Figura 2.27 mostra a variação da tenacidade (medida através da resistência ao impacto) com a temperatura para dois aços inoxidáveis, sendo um duplex e o outro austenítico. Como pode ser observado no diagrama, a energia absorvida pelo aço duplex diminui consideravelmente por volta de -50°C , quando comparada com a do aço austenítico na mesma temperatura, o que se deve ao fato da fase ferrita, presente no primeiro, apresentar uma transição de fratura dúctil para fratura frágil a baixas temperaturas.

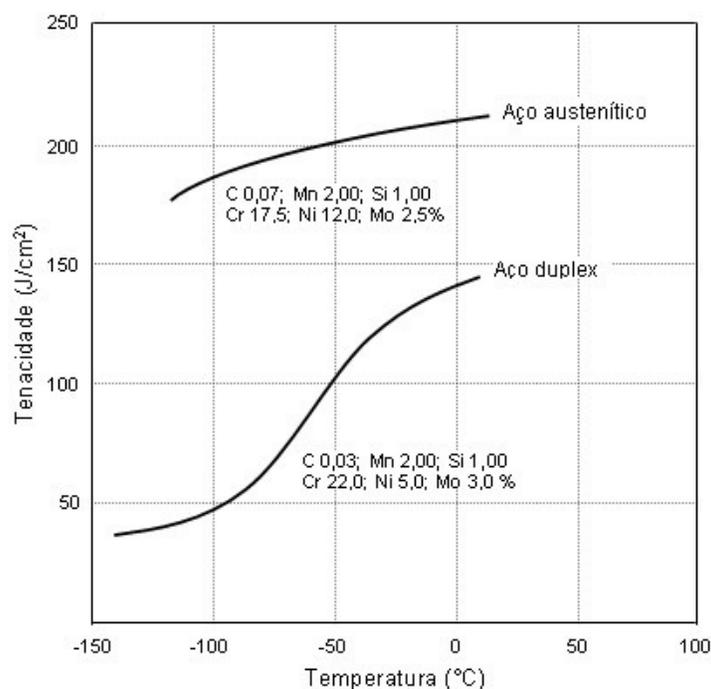


Figura 2.27- Comparação entre a resistência ao impacto de aços inoxidáveis duplex e austenítico (REICH *et al.*, 1992, *apud* CHIAVERINI, 2002).

A utilização cada vez maior dos aços inoxidáveis duplex, anteriormente referida, principalmente em aplicações que exigem grande responsabilidade, deve-se ao fato desses materiais apresentarem propriedades superiores quando comparadas às de outros aços inoxidáveis. As principais aplicações ocorrem nas indústrias químicas e petroquímicas (IACOVIELLO *et al.*, 1999, CAPELLO *et al.*, 2002), nas indústrias de polpa e papel (IACOVIELLO *et al.*, 1999), nas indústrias de geração de energia (CHEN *et al.*, 2002), em equipamentos de controle de poluição (MATEO *et al.*, 2002), como também nos campos de alimentos e biomédico. Algumas das aplicações desse material são enumeradas a seguir (CHIAVERINI, 2002):

- Indústria de processamento químico: tubulações, bombas, tanques de produtos químicos, extratores de uréia, agitadores e trocadores de calor, evaporação salina, sistemas de refrigeração de água do mar;
- Indústria de polpa e papel: digestores, pré-aquecedores, evaporadores, equipamento de branqueamento etc;
- Indústria de geração de energia (fóssil e nuclear): reauecedores, tubos de injeção de alta velocidade em poços geotérmicos, trocadores de calor etc;
- Indústria de extração de petróleo e gás (in e off-shore): resfriadores, tubulações e linhas de distensão, estruturas e revestimento, transporte de gás sulfuroso, bombas de injeção de água salgada, sistemas de refrigeração, bombas diversas, separadores, vasos de pressão etc.

Os produtos de aços inoxidáveis duplex podem ser obtidos através de vários processos, tais como fundição, laminação, forjamento e extrusão. Para uma determinada composição química, o tipo de processo e os parâmetros específicos de processamento podem afetar distintamente a microestrutura intrínseca e as características mecânicas dos produtos obtidos. Como os processos de conformação são normalmente realizados em altas temperaturas, pelo menos em seus primeiros estágios, as diferentes respostas mecânicas da ferrita e da austenita sob condições de trabalho a quente podem levar à formação de trincas. Estudos têm sido realizados no sentido de analisar o comportamento do fluxo plástico de aços inoxidáveis duplex com diferentes teores de nitrogênio e sob condições de trabalho a quente (CABRERA *et al.*, 2003).

2.3.2 Precipitação de fases nos aços inoxidáveis duplex

No que pese os aços inoxidáveis duplex com microestrutura ferrítica-austenítica possuírem melhor resistência à corrosão que os aços inoxidáveis austeníticos, e propriedades mecânicas superiores às dos aços inoxidáveis ferríticos (REICK *et al.*, 1992), a exposição a temperaturas mais elevadas provoca a formação de fases em suas microestruturas que causam freqüentemente a perda de tenacidade e o decréscimo na resistência à corrosão. Fases frágeis ricas em Cr (como por exemplo σ , χ e R), fase CCC rica em Cr (α'), carbonetos, nitretos, precipitados de Cu e martensita têm sido observados. Com exceção da martensita, todos esses precipitados são formados dentro da ferrita ou em contornos de grão, principalmente contornos α/γ (SOLOMON & DEVINE, 1983).

A ferrita apresenta maior suscetibilidade às transformações de fase do que a austenita, em virtude do maior coeficiente de difusão associado à sua estrutura cristalina (CCC) e à alta concentração de Cr e Mo nela dissolvidos (DUPOIRON & AUDOUARD, 1996). Como conseqüência da instabilidade da ferrita, as fases secundárias podem ser formadas na faixa de temperatura de 300°C a 1000°C (MACHADO, 1999), como observado na Figura 2.28 (SEDRIKS, 1996). Nessa faixa de temperatura, os seguintes precipitados têm sido observados em adição à ferrita e à austenita: σ (Sigma), Cr_2N (Nitreto de cromo), γ_2 (austenita secundária), χ (Chi), R, nitreto π , ε (Cu), M_7C_3 e M_{23}C_6 (JOSEFSSON *et al.*, 1991). Além desses, outros precipitados como as fases de Laves (η) e G, além de outros carbonetos como o M_6C também tem sido relatados, porém em menor escala.

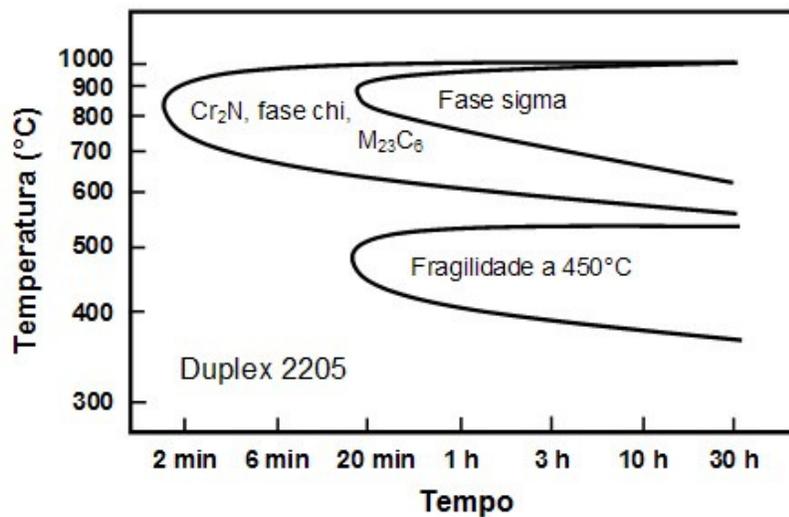


Figura 2.28- Diagrama de precipitação do aço inoxidável duplex UNS S31803 (adaptada de SEDRIKS, 1996).

Dentre as alterações estruturais ou precipitações que podem ocorrer nos aços inoxidáveis duplex do tipo 2205, em torno de 850°C, aqui serão enfocados somente os precipitados σ e χ , pois nas situações impostas no presente trabalho, outros precipitados como carbonetos e nitretos aparecem com reduzidas dimensões e quantidades (PINTO, 2001):

a) Fase Sigma (σ): De todas as fases que podem se formar nos aços inoxidáveis duplex, a σ é a mais importante por causa da sua grande influência na tenacidade e na resistência à corrosão (NILSSON, 1992). A fase σ possui uma estrutura cristalina tetragonal (NILSSON, 1992) e é de natureza muito dura e frágil. A sua formação causa a diminuição da tenacidade do aço inoxidável (MACHADO, 1999; PINTO, 2001), como também consome cromo e molibdênio, o que leva a uma redução na quantidade desses elementos, resultando na diminuição da resistência à corrosão do material (MAEHARA *et al.*, 1983). Em ligas binárias Fe-Cr a fase σ está presente somente abaixo de aproximadamente 820°C e a sua formação é muito lenta, necessitando de horas para ocorrer; no entanto, isso não acontece na maioria dos aços duplex, pois o Mo é estabilizador dessa fase, permitindo a sua formação em altas temperaturas (950°C). Os aços inoxidáveis duplex que contém Mo e formam fase σ em altas temperaturas necessitam ser resfriados rapidamente para evitar essa precipitação (SOLOMON & DEVINE, 1983). Segundo MAEHARA *et al.* (1983), a precipitação de fase σ em aços inoxidáveis duplex ocorre principalmente por meio da

decomposição eutetóide da ferrita em fase σ e austenita secundária ($\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$). A formação da fase σ nos aços inoxidáveis duplex é influenciada por diversos fatores, relacionados ou não com a composição química, e entre esses podem ser destacados os seguintes:

- Os elementos ferritizantes, em geral, favorecem a formação da fase σ ; o Mo, por exemplo, que é adicionado ao aço inoxidável duplex no sentido de melhorar a resistência à corrosão localizada, favorece a formação dessa fase (MAEHARA *et al.*, 1983); o W, adicionado com o mesmo propósito, também favorece essa formação; entretanto, a substituição do Mo pelo W na liga diminui consideravelmente a quantidade de fase σ formada (KANG *et al.*, 1998);
- O Ni acelera a cinética de precipitação da fase σ , o que pode ser atribuído à redução da fração de ferrita (o Ni é um elemento austenitizante) e, conseqüentemente, ao aumento da concentração dos elementos formadores da fase σ (Cr e Mo) na ferrita (KIM *et al.*, 1998; NILSSON, 1992; MAEHARA *et al.*, 1983);
- Quanto menor o tamanho de grão maior será a tendência de formação da fase σ ;
- Regiões de mais alta energia, como os contornos de grão e interfaces, favorecem a formação da fase σ (MACHADO, 1999); essa precipitação ocorre, freqüentemente, em junções triplas ou nos contornos de fase α/γ (NILSSON, 1992);
- Durante o resfriamento do tratamento de solubilização, a nucleação da fase σ pode ocorrer em interfaces α/γ , bem como em partículas de $M_{23}C_6$ pré-formadas nas interfaces ou dentro da ferrita (CHEN & YANG, 2001);
- Altas temperaturas de recozimento causam o aumento do tamanho de grão, reduzindo assim, a tendência à formação da fase σ ; por outro lado, em temperaturas mais altas, pode ocorrer a formação de ferrita de alta temperatura, o que facilita a formação desta fase durante o tratamento de envelhecimento.

b) Fase Chi (χ) : A fase χ é de natureza frágil e tem um efeito desfavorável na tenacidade e nas propriedades de corrosão, mas seu efeito é muitas vezes difícil de ser separado da fase σ , uma vez que essas duas fases freqüentemente coexistem. Possui uma estrutura cúbica ordenada com uma composição de $Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$ (SOLOMON & DEVINE, 1983), com um parâmetro de rede aproximadamente igual a 3 vezes o da ferrita (NILSSON, 1992). Nos aços inoxidáveis duplex, a fase intermetálica χ é comumente encontrada em temperaturas na faixa de 700 a 900°C, usualmente em menores quantidades que a fase σ , o que a faz comparativamente menos

importante, contudo o seu efeito não pode ser desprezado. Tratamentos de envelhecimento entre 600 e 700°C por mais de 6 a 10 horas também podem resultar na formação dessa fase. A alta porcentagem de Mo presente na fase χ , muitas vezes por volta de 20%, faz com que essa fase apareça com contraste maior do que a fase σ , quando observadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV) (NILSSON,1992).

A Tabela 2.3 relaciona os valores apresentados por CORTIE & JACKSON (1997) e PINTO (2001) para as frações volumétricas de fases intermetálicas (Sigma + Chi) formadas em um aço inoxidável duplex SAF 2205, envelhecido a 850°C em vários tempos de tratamento.

Tabela 2.3- Fração volumétrica de fases intermetálicas ($\sigma + \chi$) formadas em um aço inoxidável duplex SAF 2205 após vários tempos de envelhecimento (%).

Tempo (minutos)	5	10	15	20	30	35	40	50	60	100	120	360	1440
Cortie & Jackson (1967)	-	< 0,01	2,00	-	5,00	-	8,00	-	14,00	-	20,00	25,00	28,00
Pinto (2001)	0.88	-	-	1,71	-	3,49	-	5,30	-	10,70	-	-	-

A Tabela 2.4 mostra, conforme apresentado por VANDER VOORT (1989), alguns ataques químicos que podem ser utilizados para revelar a microestrutura de aços inoxidáveis com observação por microscopia ótica (MO), permitindo a visualização de fases, precipitados e contornos de grão.

Além da MO, várias outras técnicas podem ser utilizadas para caracterização desses materiais, como os raios X, a microscopia eletrônica de varredura (MEV) e a microscopia eletrônica de transmissão (MET), por exemplo, sendo que elas naturalmente se completam, como na análise de qualquer outro material. Dentro dessas outras técnicas, a imagem feita por elétrons retroespalhados e a análise por energia dispersiva (AED) no MEV, são apresentadas por alguns pesquisadores como eficientes ferramentas para a diferenciação das fases σ e χ em aços inoxidáveis duplex, principalmente devido ao maior teor de Mo da fase χ . Com relação à análise

da composição química das fases pela AED, a Tabela 2.5 mostra um resumo com resultados obtidos por vários autores para a composição de algumas fases presentes no material duplex.

Tabela 2.4- Reagentes que podem ser utilizados para caracterização de aços inoxidáveis.

Reagente	Composição	Aplicação	Tempo de ataque	Temperatura de ataque	Diferença de potencial	Observações
Marble	4 g de CuSO ₄ , 20 ml de HCl , 20ml de H ₂ O	Contorno de grão Fase σ	-	Ambiente	-	-
Murakami	10g de K ₃ Fe(CN) ₆ , 10 g de KOH (ou 7 g NaOH), 100 ml H ₂ O	Carbonetos Fase σ , Fase δ	1 minuto > 3 minutos	Ambiente 80 °C	-	-
Ácido Oxálico (ataque eletrolítico)	10 g de ácido oxálico, 100 ml de H ₂ O	Carbonetos Contorno de grão Fase σ	15-30 seg. 45-60 seg. Após 6 seg.	Ambiente	6 V dc	-
KOH (ataque eletrolítico)	56 g de KOH, 100 ml de H ₂ O	Fase σ Fase δ	3 segundos (σ vermelho /marrom e δ azulado)	Ambiente	1,5 a 3 V dc	χ igual à σ se presente no material
HNO ₃ (ataque eletrolítico)	60 ml de HNO ₃ , 40 ml de H ₂ O	Contorno de grão	2 a 5 minutos	Ambiente	1,1 V dc	Não revela maclas de recozimento
Glyceregia	15 ml de HCl, 10 ml Glycerol, 5 ml HNO ₃	Ataque geral	-	Ambiente	-	-
Vilella	1 g de Ácido Pícrico, 5 ml de HCl 100 ml de Etanol	Martensita Ataque geral	1 minuto	Ambiente	-	Revela α e γ

Fonte: VANDER VOORT (1989).

Tabela 2.5- Composições típicas das fases medidas por AED (“EDS”) (% em peso).

Fase	Fe	Cr	Ni	Mo	Si	Mn	Material e condição	Referência
σ	55	34	4	6	1	-	22%Cr (soldagem)	Karlsson <i>et al.</i> (1995)
χ	49	28	3	18	1-2	-		
R (<)	33-38	16-30	3-5	27-39	3-4	-		
R (>)	36-43	25-26	3-4	25-26	2-3	-		
σ	54,5 ± 0,5	31,0 ± 0,3	3,8 ± 0,5	9,7 ± 0,2	-	1,0 ± 0,7	SAF 2507 (850°C por 10 minutos)	Nilsson & Wilson (1993)
χ	47,8 ± 0,5	26,2 ± 0,3	2,9 ± 0,5	23,1 ± 0,2	-	-		
Cr ₂ N	21,4 ± 0,5	71,5 ± 0,3	1,1 ± 0,5	6,0 ± 0,2	-	-		
σ	bal.	28,90	3,25	7,30	0,80	1,00	SAF 2205 (800°C por 2 horas)	Jackson & Matthews (1991)
χ	bal.	25,31	3,03	13,98	0,78	1,34		
α	bal.	25,45	3,46	3,89	0,62	1,27		
γ	bal.	21,33	6,59	2,21	0,05	1,17		
Nom.	bal.	21,70	5,45	2,98	0,38	1,54		
σ	-	29	-	7,0	0,8	-	SAF 2205 (800°C por 2 horas)	Jackson <i>et al.</i> (1993)
χ	-	25	-	14,0	0,8	-		
σ	-	29	-	6,5	0,8	-	UR45N (750°C por 15 horas)	
χ	-	23	-	16,5	1,3	-		
σ	-	27	-	9,0	0,5	-	Liga * (750°C por 15 horas)	
χ	-	23	-	20,0	1,0	-		
σ	59,9 ± 0,3	29,2 ± 0,4	2,2 ± 0,1	8,7 ± 0,4	-	-	Tipo 2205 (850°C por 20 horas)	Kim <i>et al.</i> (1998)
σ	56 ± 1	30 ± 1	3,3 ± 0,3	8,2 ± 1,0	1,0 ± 0,1	1,5 ± 0,2	Liga ** (950°C por 1 hora e 30 minutos)	Jimenez <i>et al.</i> (2000)
σ	56,53 ± 0,8	30,46 ± 0,33	2,83 ± 0,28	7,54 ± 0,53	0,65 ± 0,09	1,99 ± 0,22	SAF 2205 (850°C por 1 hora e 40 minutos)	Pinto (2001)
χ	53,92 ± 1,41	26,18 ± 0,97	2,72 ± 0,52	14,45 ± 1,59	0,66 ± 0,07	2,06 ± 0,21		

Observação: bal. (balanço); Nom. (Nominal); SAF 2205 (marca comercial da Sandvik), composição nominal Fe-22Cr-5,5Ni-3Mo-1,5Mn-0,4Si-0,16N; UR45N (marca comercial da Creusot-Loire), composição nominal Fe-22Cr-5,7Ni-2,8Mo-1,7Mn-0,4Si-0,13N; * Liga experimental de Composição nominal Fe-22Cr-2,2Ni-3,1Mo-4,4Mn-0,5Si-3,0Cu-0,14N; ** Liga de Composição nominal Fe-22,5Cr-6,0Ni-3,0Mo-0,6Si-1,4Mn.

2.3.3 Taxas e mecanismos de fratura na propagação de trinca por fadiga nos aços inoxidáveis duplex

MAKHLOUF *et al.* (2003), estudando o comportamento do crescimento de trinca por fadiga de um aço inoxidável duplex EN X6CrNiMoCu 25-6 no ar à temperatura ambiente e em água do mar artificial aquecida a 70°C, concluíram que as taxas de crescimento na água do mar foram da ordem de 1,8 vezes maiores do que as obtidas quando o meio ambiente era o ar, com o valor do expoente m mudando de 2,74 para 3,84 para os dois meios, respectivamente. Estes resultados comprovam o que já foi discutido anteriormente, que a agressividade do meio atua no sentido de aumentar as taxas de propagação de trinca. Concluíram, também, que a superfície de fratura do material obtida por fadiga no ar é predominantemente transgranular e composta basicamente de estrias de fadiga dúcteis em ambas as fases e em todos os níveis de ΔK . Outra observação feita pelos autores é que, no ar ambiente, os espaçamentos entre estrias na austenita eram compatíveis com as taxas de crescimento macroscópico, enquanto que os espaçamentos entre estrias na ferrita eram 4 vezes maiores que a taxa de crescimento macroscópico. Em água do mar artificial, a trinca propagou-se por estrias de fadiga dúcteis somente na austenita, enquanto que na ferrita ocorreu fratura por clivagem. Nesse ambiente, para valores elevados de ΔK , observaram que as estrias de fadiga com aspecto frágil controlavam o processo de crescimento e os espaçamentos entre estrias na ferrita eram compatíveis com as taxas de crescimento macroscópico; já os espaçamentos entre estrias na austenita ficaram menores que as taxas de crescimento macroscópico.

ITURGOYEN & ANGLADA (1997) estudaram a influência do tratamento de envelhecimento em temperaturas intermediárias (275, 325, 375, 425 e 475°C) na propagação de trinca por fadiga em um aço inoxidável duplex AISI 329 (UNS S32900), laminado a 950-1000°C na forma de barras de seção quadrada e resfriadas ao ar, e também na forma de barras de seção circular solubilizadas a 1100°C por 1 hora e resfriadas em água. Ambos os ensaios foram conduzidos em duas razões de carga diferentes (0,1 e 0,5). As barras de seção quadrada foram ainda submetidas à solubilização por 2 horas a 1000°C, sendo posteriormente resfriadas em água com o objetivo de aumentar a fração de austenita; as barras de seção circular foram recozidas por 1 hora a 1000°C, buscando-se homogeneizar a microestrutura. Eles verificaram que as taxas de

propagação de trinca por fadiga tornaram-se mais sensíveis à variação do fator de intensidade de tensão no aço na condição envelhecida. Verificaram ainda, que no material recozido, tanto a ferrita quanto a austenita apresentaram estrias marcantes e similares. Após o envelhecimento, o mecanismo de fratura da ferrita mudou para a aparência de clivagem, enquanto o mecanismo de fratura da austenita permaneceu como estrias com aspecto dúctil. No envelhecimento por 25 horas a 475°C, as estrias ainda eram visíveis em ambas as fases, entretanto na ferrita estas estrias possuíam uma aparência de clivagem com maior separação entre elas. Após envelhecimento por mais de 100 horas a 475°C, o mecanismo de propagação de trinca por fadiga observado na ferrita foi de aparência de clivagem, enquanto que na austenita a deformação ocorreu pelo mecanismo de estrias.

IACOVIELLO *et al.* (1999), estudaram a propagação de trinca por fadiga em um aço inoxidável duplex 22Cr5Ni (UNS S31803), solubilizado por 1 hora a 1050° ou submetido a tratamento de envelhecimento por 1000 horas em duas condições de temperatura diferentes (375°C e 475°C) ou por 1 hora a 800°C. Os corpos de prova foram ensaiados considerando as orientações de carregamento LT e TL, e em três razões de tensão diferentes (0,1, 0,5 e 0,75), com exceção do tratamento a 800°C, que foi ensaiado somente na orientação LT e com razão de tensão igual a 0,5. No material solubilizado, verificaram que as taxas de crescimento de trinca mostraram um pequeno aumento com a razão de carga, R , sendo esta tendência particularmente mais evidente na região I da curva, onde os valores de ΔK_{th} aumentaram com o decréscimo de R , devido ao efeito de fechamento de trinca (plasticidade da ponta da trinca, formação de óxidos e/ou rugosidade induzida na superfície de fratura). Verificaram, também, que para R constante nenhum efeito da direção de carregamento sobre a taxa de propagação foi detectada e, por conseguinte, nenhuma anisotropia pode ser associada ao fenômeno da fadiga. Com relação aos micromecanismos de fratura na propagação de trinca nestas condições, constataram que não ocorreram modificações significativas nas superfícies de fratura obtidas com diferentes razões de carga, e que o micromecanismo mais evidente foi a formação de estrias, principalmente na austenita. Também citam que para esta condição de tratamento térmico, a separação entre estrias deve ser função da taxa de crescimento de trinca. Para o material envelhecido, os autores concluíram que a propagação de trinca por fadiga é marcadamente influenciada tanto pelas baixas

(375°C e 475°C) como pela alta (800°C) temperaturas de fragilização, e que nas temperaturas de fragilização menores (375°C ou 475°C) a razão de carga R influencia o crescimento da trinca de fadiga no sentido de diminuir ΔK_{th} e aumentar as taxas de crescimento de trinca quando o seu valor é aumentado. Ainda comparando os dois níveis de temperatura de tratamento, os autores citam que as taxas de propagação de trinca nos corpos de prova tratados a alta temperatura (800°C) foram significativamente maiores, e que essa influência é quase insignificante na região I, porém se torna mais evidente nas regiões II e III da propagação. Citam também, que para ΔK e R constantes, os dados obtidos a 475°C mostraram maior taxa de crescimento de trinca em relação ao material tratado a 375°C. As análises das superfícies de fratura evidenciaram uma forte influência das modificações estruturais nos micromecanismos de propagação de trinca; a decomposição espinoidal da ferrita, observada para estas condições, proporcionou o aumento da fragilização dos seus grãos e, como conseqüência, as fraturas mostraram pequenas áreas frágeis (clivagem) nos grãos deste constituinte. A precipitação da fase σ e de carbonetos nos contornos de grãos α/α e α/γ , obtida no tratamento a 800°C por 1 hora, proporcionou maior fragilização do aço, e as áreas de clivagem observadas na ferrita apresentaram trincas secundárias. Contudo, para todos os tratamentos térmicos considerados, concluem, as trincas se propagaram formando ligamentos nos grãos de austenita, os quais fraturaram por deslizamento dúctil, gerando estrias dúcteis.

KANG *et al.* (1998) estudaram o efeito da adição de tungstênio em substituição ao molibdênio e do tratamento térmico no comportamento à propagação de trinca por fadiga nos aços inoxidáveis duplex (ferrítico–austenítico). Nesse estudo, quatro diferentes ligas de composição básica 25,5Cr–6Ni–3,5Mo foram utilizadas, onde o Mo foi substituído por W nas seguintes relações, mantendo-se o PRE em 41: 3,5Mo–0W, 2,5Mo–1,5W, 1,5Mo–3,0W e 1,0Mo–3,6W. Foram produzidas chapas de 12 mm de espessura destas ligas por meio de laminação a 1100°C, com microestruturas constituídas por volumes aproximadamente iguais de ferrita e austenita, as quais foram tratadas a 1100°C por 10 minutos para dissolver fases secundárias. Posterior tratamento de envelhecimento isotérmico a 900°C por 30 minutos foi executado para avaliar os efeitos microestruturais resultantes da composição da liga. Os autores concluíram que a microestrutura e as propriedades de propagação de trinca por fadiga das ligas

homogeneizadas foram basicamente insensíveis à variação do conteúdo de W. Para as ligas envelhecidas, entretanto, a taxa de propagação de trinca aparente foi elevada de forma significativa, sendo isto atribuído ao fechamento de trinca induzido por rugosidade causada por falha intergranular devido à precipitação de fases frágeis nos contornos de grãos da microestrutura do material, ocorrida durante o tratamento de envelhecimento. Com o aumento do conteúdo de W, a quantidade e o tamanho das fases frágeis σ e χ decresceram e a ductilidade das ligas envelhecidas aumentou.

Capítulo 3

Material e Procedimento Experimental

3.1 Material

O material utilizado para estudo neste trabalho foi um aço inoxidável duplex do tipo 2205, de especificação UNS S31803, o qual foi fabricado pela empresa Sandvik Steel, na forma de chapa laminada com dimensões de 1500 mm de comprimento por 500 mm de largura e 15 mm de espessura, tendo recebido, de acordo com o certificado do produto, tratamento de solubilização a 1060°C (1333 K) seguido de resfriamento rápido em água. As Tabelas 3.1 e 3.2, respectivamente, apresentam a composição química e as propriedades mecânicas deste material, informadas no certificado do produto, bem como os valores normalizados pela *American Society for Testing and Materials* para esse tipo de aço (ASTM A 790 790M/2003) e os encontrados na literatura. As referidas tabelas também apresentam os valores obtidos nas análises químicas e ensaios mecânicos efetuados por PINTO (2001) no material retirado da mesma chapa utilizada neste trabalho, com o intuito de comparar as características do produto adquirido com os valores normalizados e os fornecidos pela literatura.

Tabela 3.1- Composição química do aço inoxidável duplex utilizado (% em peso).

Descrição	Fe	C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S	Mo	Nb	N
(1)	bal.	0,030 máx.	2,00 máx.	1,00 máx.	21,0- 23,0	4,5- 6,5	0,030 máx.	0,020 máx.	2,5- 3,5	-	0,08-0,20
(2)*	-	< 0,030	-	-	22	5,3	-	-	-	-	0,17
(3)*	-	0,018	-	-	22,1	5,8	-	-	3,0	-	0,17
(4)*	-	< 0,030	-	-	22	5	-	-	-	-	0,17
(5)	-	0,0224	1,71	0,27	22,43	5,55	< 0,020	0,0007	3,36	< 0,010	0,1694- 0,1711
Certificado	-	0,017	1,56	0,40	22,59	5,32	0,021	0,0005	2,85	0,013	-

Obs.: (1) Washko & Aggen (1990) e ASTM A 790/A 790M (2003); (2) Nilsson (1992); (3) Nyström *et al.* (1992); (4) Olsson & Liljas (1996); (5) Pinto (2001). * Valores nominais da composição.

Tabela 3.2- Propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex utilizado neste trabalho.

Descrição	S _{y0,2} (MPa)	S _{y1,0} (MPa)	S _u (MPa)	El _t (%)
(1)	≥ 450	-	≥ 620	≥ 25
(2)	≥ 450	-	680-880	≥ 25
(3) (Direção transversal)	541	607	764	33,6
Certificado (Direção transversal)	614	-	772	36

Obs.: (1) Washko & Aggen (1990) e ASTM A790 (1995); (2) Nilsson (1992); (3) Pinto (2001).

3.1.1 Condições microestruturais do aço inoxidável duplex 2205

Verificou-se por meio da revisão da literatura, que a formação das fases Sigma (σ) e Chi (χ) no aço inoxidável duplex SAF 2205 ocorre mais rapidamente na faixa de temperatura de 850°C (1123K) a 900°C (1173K). Verificou-se, também, que as condições de tratamento térmico que proporcionam a precipitação dessas fases no referido aço inoxidável, em diferentes e crescentes quantidades suficientes à consecução dos objetivos deste trabalho, foram estabelecidas pelo envelhecimento do material na temperatura de 850°C (1123K), em tempos que variaram entre 5 e 100 minutos. Com base nesses estudos, quatro tempos de tratamento térmico foram selecionados para produzir microestruturas com diferentes porcentagem de fases precipitadas, compondo com aquela do material conforme fornecido pelo fabricante, cinco condições microestruturais, as quais estão descritas na Tabela 3.3 juntamente com a simbologia adotada. A seleção dessas condições microestruturais permitiu, portanto, variações de frações de fases fragilizantes desde zero até grandes porcentagens, visto que, pelas referências consultadas, pequenas quantidades de fases precipitadas já ocasionam sensíveis alterações no comportamento mecânico do material.

Tabela 3.3 Tratamento térmico para a obtenção das condições microestruturais do material utilizado no trabalho e a respectiva simbologia adotada.

Condição	Temperatura	Tempo total	Aquecimento	Patamar
C1	850°C (1123K)	25 minutos	± 20 minutos	± 5 minutos
C2	850°C (1123K)	40 minutos	± 20 minutos	± 20 minutos
C3	850°C (1123K)	55 minutos	± 20 minutos	± 35 minutos
C4	850°C (1123K)	120 minutos	± 20 minutos	± 100 minutos
C0	Material solubilizado a 1060°C (1333K), conforme fornecido pelo fabricante.			

Para a realização dos tratamentos térmicos, os corpos de prova foram colocados em um suporte feito de cantoneiras de aço carbono, ficando apoiados e afastados uns dos outros para permitir uma troca de calor mais uniforme durante o aquecimento. Para cada condição foram tratados 12 corpos de provas, em duas etapas de 6; exceto para a condição C4, que só teve 6 corpos de prova, os quais foram tratados de uma única vez. Todos os corpos de prova tratados

apresentavam sobremetal, e após os tratamentos térmicos para a precipitação de fases fragilizantes, foram usinados por eletroerosão nas dimensões finais, visando promover superfícies livres de óxidos e lisas, conforme estabelece a norma ASTM E 647 (ASTM, 2000). As características dos corpos de prova estão descritas no item 3.4 deste capítulo.

Os tratamentos térmicos para a precipitação das fases fragilizantes σ e χ , nas diversas condições mencionadas, consistiram de um aquecimento a 850°C (1123K) pelos tempos descritos na Tabela 3.3, seguidos de um rápido resfriamento em água, para se evitar a precipitação de outras fases. Para o aquecimento à temperatura indicada, utilizou-se um forno de resistência elétrica, marca EDG, modelo FC-1, com controlador EDGCON 5P. No resfriamento foi utilizado um recipiente com 250 litros de água; a temperatura da água foi monitorada, verificando-se que ela se manteve praticamente constante nos tratamentos. O tempo de aquecimento dos vários conjuntos de corpos de prova, conforme consta na Tabela 3.3, foi determinado pelo registro da temperatura de um termopar inserido no centro de um corpo de prova de teste dimensionalmente similar àqueles utilizados nos ensaios de propagação de trinca, sendo o registro feito simultaneamente com a temperatura do controlador do forno, conforme mostra a Figura 3.1 especificamente para o caso da condição C4.

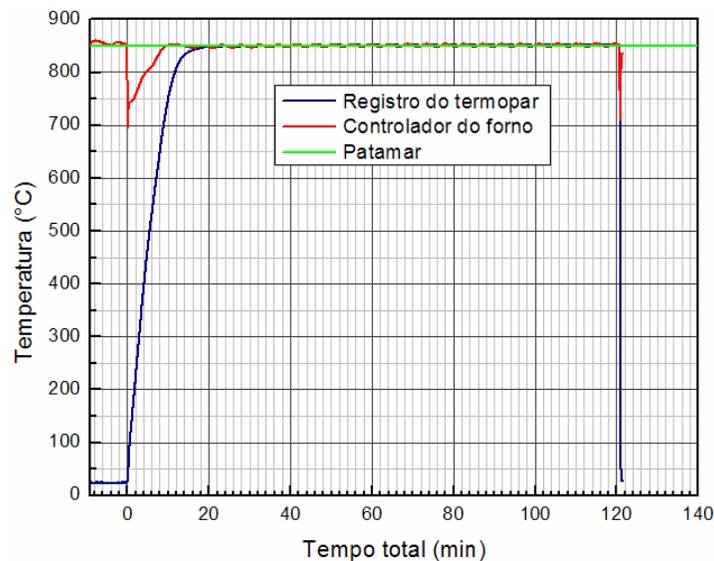


Figura 3.1- Registro da temperatura do termopar e do controlador do forno em função do tempo , para o tratamento térmico na condição C4.

3.2 Análise microestrutural

As análises microestruturais foram realizadas com o objetivo de se constatar e quantificar as fases precipitantes, observando-se os três planos do material (L, T e S). Para a convenção dos planos e direções foi observado o critério adotado pela ASTM E 1823 (1996), de modo a se manter um único padrão em todo o trabalho, tanto para os planos de fratura quanto para a análise microestrutural, conforme simbologia exemplificada na Figura 3.2. Nas figuras onde forem necessários, serão citados o plano analisado e as outras duas direções. No exemplo da área destacada da Figura 3.2, que representa a maior parte das análises feitas, ela seria mencionada como análise do plano L com a direção T na horizontal e a direção S na vertical, representadas por LT e LS, respectivamente.

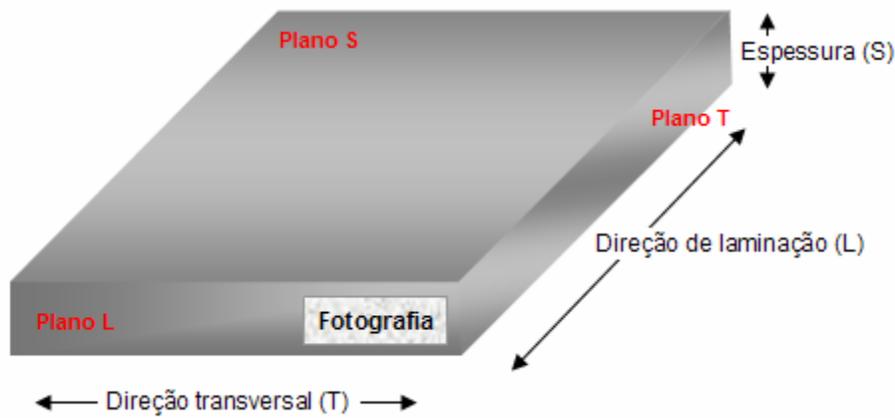


Figura 3.2- Simbologia dos planos e direções em relação à chapa do material.

As fotografias inseridas na tese para ilustrar a discussão de detalhes específicos podem não refletir as características microestruturais quantificadas, pois essas foram calculadas pela amostragem aleatória de várias regiões do material. Para a caracterização microestrutural do material foram utilizadas as técnicas da microscopia ótica e da microscopia eletrônica de varredura. A quantificação das fases presentes no material foi obtida somente por meio da microscopia ótica, cujos resultados foram comparados com os obtidos por PINTO (2001) para corpos de prova retirados da mesma chapa e nas mesmas condições de tratamento térmico ora utilizado neste trabalho, o qual usou, além da microscopia ótica, diversas outras técnicas de

caracterização microestrutural; a proximidade dos valores comparados torna desnecessário efetuar as demais técnicas.

3.2.1 Microscopia ótica (MO)

3.2.1.1 Caracterização de fases e precipitados

A caracterização da microestrutura do aço inoxidável duplex, nas diversas condições, foi feita por meio de ataques eletrolíticos, utilizando-se dois reagentes. Esses ataques estão indicados na Tabela 3.4, na qual também consta a aplicação de cada um deles e os parâmetros de eletrólise. As amostras, após serem embutidas em baquelite, foram lixadas utilizando-se uma seqüência de lixas 220, 320, 400, 600, 1200. Posteriormente, foram feitos polimentos utilizando-se pasta de diamante de 6 μm e 1 μm , sendo em alguns casos utilizada a pasta de 0,5 μm . Para os dois reagentes, as amostras eram atacadas e novamente polidas pelo menos uma vez antes do ataque definitivo. Os ataques foram feitos utilizando-se uma fonte Polipower Struers ajustada aos parâmetros indicados na Tabela 3.4, de acordo com os valores apresentados por VANDER VOORT (1989) na Tabela 2.4. Após o ataque, as amostras eram mergulhadas em água, depois em álcool e secadas com ar quente.

Tabela 3.4- Ataques eletrolíticos utilizados para revelar a microestrutura.

Reagente	Composição	Aplicação	Tempo (segundos)	Voltagem (Corrente obtida)
ÁCIDO OXÁLICO	10 g de ácido oxálico	Revelar as fases presentes	1 a 15	6 V dc (2,5 A)
	100 ml de H ₂ O			
KOH	56 g de KOH	Revelar as fases presentes	3 a 5	2 V dc (0,1 A)
	100 ml de H ₂ O			

3.2.1.2 Fração volumétrica (FV) das fases precipitadas

A fração volumétrica (FV) das fases foi determinada em amostras atacadas com ácido oxálico. Foi utilizado um microscópio óptico da marca Neophot 32 para as aquisições das imagens e um analisador de imagens Quantimet 500 acoplado ao referido microscópio para a quantificação

das fases. Essa análise foi feita marcando-se as fases pela diferença de tonalidade. As imagens foram obtidas utilizando-se aumentos de 250 vezes, o que representava uma área de análise de aproximadamente $72900 \mu\text{m}^2$ ($270 \times 270 \mu\text{m}$). Foram utilizadas 10 imagens para a determinação da FV das fases para cada condição.

Para a condição C0 foi feita a medição de FV da ferrita e da austenita. Nesse caso, os valores encontrados para as duas fases também foram normalizados para que a soma delas dessem 100%. Isso se deve ao fato das fases terem sido individualmente marcadas para o cálculo da sua fração. Para as demais condições, as fases precipitadas e a austenita foram determinadas pela marcação na imagem, sendo a ferrita determinada pela diferença entre a soma das fases medidas e 100%. Esse procedimento foi adotado devido à pequena diferença encontrada na análise da condição C0. Pelo fato desse método determinar uma medida volumétrica a partir de observações feitas no plano e por se tratar de uma microestrutura muito orientada, foi também calculado a FV pela observação dos planos S e T, já que o plano L foi adotado como padrão.

3.2.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Imagens utilizando elétrons retroespalhados (“*back-scattered electron*”) permite a observação de um maior ou menor contraste nas fases presentes. Isso se dá em função do número atômico dos elementos que compõem as fases. A observação dos elétrons retroespalhados foi utilizada para a diferenciação das fases presentes no material, principalmente entre as fases Sigma e Chi, as quais apresentam significativa diferença no teor de molibdênio.

A análise da composição química foi feita utilizando-se o sistema de análise de energia dispersiva (AED – “*EDS*”) acoplado ao MEV, de acordo com os parâmetros apropriados para tensão, corrente do feixe, entre outros. Primeiramente optou-se pela identificação dos elementos e depois, por sua quantificação, sendo que nesta utilizou-se os elementos identificados mais os especificados na norma do material, menos os elementos leves (C, N) e os com teores abaixo do limite de detecção (P, S). Para a análise geral do material foram feitas trinta medições em duas amostras, em várias áreas de varredura e com aumento de 1000 vezes. As demais análises foram

feitas pontualmente, com base em trinta pontos distribuídos igualmente entre uma amostra na condição solubilizada (C0) e uma na condição envelhecida a 850°C pelo tempo total de 120 minutos (C4), sendo estes pontos definidos pela observação da imagem gerada por elétrons retroespalhados. Procurou-se fazer as medições na região central de fases com maiores dimensões, para se evitar a interferência das fases adjacentes. Essas análises da composição foram chamadas de semiquantitativas, uma vez que não foram utilizadas amostras-padrão de composição para os elementos. No caso de fases precipitadas e inclusões muito pequenas a obtenção de bons resultados ficou prejudicada, pois apesar de ser chamada de pontual, essa análise atua em uma região ao redor do ponto, com dimensão de alguns μm , a qual é excitada pelo feixe de elétrons, o que permite, em certas medições, a influência das fases vizinhas. Para o condicionamento estatístico da grande quantidade de medições obtidas para cada fase utilizou-se o procedimento de Chaveneut (TAYLOR, 1997), visando rejeitar ou manter alguns resultados considerados questionáveis.

3.3 Análise fractográfica

As análises das superfícies de fratura dos corpos de prova foram feitas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) marca JEOL, modelo JXA 840A, por meio da observação direta da superfície de fratura e da utilização da imagem obtida com a detecção dos elétrons secundários no sistema de aquisição de imagens marca NORAN, modelo System Six. Foram observadas as fraturas de pelo menos dois corpos de prova para cada condição microestrutural e temperatura de ensaio.

3.4 Ensaios de propagação de trinca por fadiga

Foram feitos ensaios de propagação de trinca por fadiga em três temperaturas diferentes com os objetivos de se cobrir uma ampla faixa de temperatura de ensaio e de se obter razoáveis alterações no comportamento do material à propagação de trinca por fadiga. As temperaturas de ensaio foram definidas em +24°C (297K), -20°C (253K) e -50°C (223K). As duas primeiras temperaturas definidas foram a ambiente (+24°C), estabelecida como padrão, e a de -50°C, por

ser a indicada nas referências como o limite inferior para utilização do material. A temperatura de -20°C foi definida por estar aproximadamente no meio do intervalo entre as duas primeiras e também por ser uma temperatura de ensaio muito utilizada, principalmente em análises com relação à soldagem.

Os corpos de prova para o ensaio de propagação de trinca por fadiga foram confeccionados de acordo com o que estabelece a norma ASTM E 647 (ASTM, 2000), de onde foi adotado o tipo compacto em tração (CT) com entalhe reto, os quais apresentam as configurações e dimensões como mostradas nas Figuras 2.18 e 2.19, respectivamente. Os corpos de prova foram cortados da chapa por meio de eletroerosão a fio, ficando parte do entalhe já com as dimensões finais, enquanto as outras dimensões foram deixadas com sobremetal para acabamento após o tratamento térmico. Foi estabelecido o plano de fratura L para a retirada dos corpos de prova, os quais, após o corte, foram tratados termicamente conforme cada condição microestrutural, sendo em seguida feito, também por eletroerosão a fio, o resto do entalhe e os furos de atracação na máquina de ensaio. Finalmente, foram fresados na largura (B) para a dimensão final, sendo o acabamento nas laterais feito por retífica. A Figura 3.3b mostra a forma final dos corpos de prova utilizados neste trabalho, cujas dimensões estão ilustradas no desenho da Figura 3.3a.

Os ensaios de propagação de trinca por fadiga foram realizados em uma máquina servo-hidráulica marca MTS, modelo 810, com controle Test Star II; célula de carga MTS, modelo 661.21B-03, com capacidade de 10.000 N; extensômetro (“*clip-on-gauge*”) MTS, modelo 632.02C-20, com comprimento inicial de 5 mm, abertura de 3 mm; e temperatura de utilização entre -100°C (173K) e $+150^{\circ}\text{C}$ (423K). A Figura 3.4 mostra a máquina de ensaio MTS, com o corpo de prova e o extensômetro devidamente instalados, e a Figura 3.5 destaca o extensômetro referenciado.

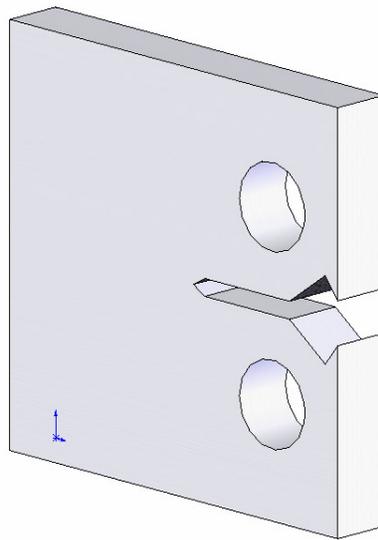
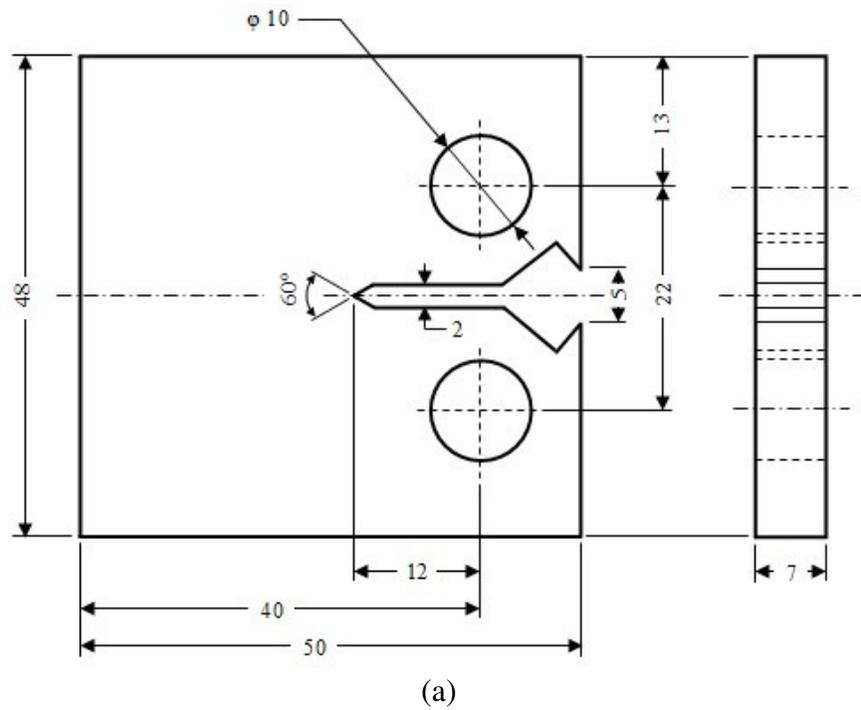


Figura 3.3- Dimensões (em milímetros) e geometria dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga (ASTM, 2000) (a); Desenho esquemático tridimensional dos corpos de prova. (ASTM, 2000).

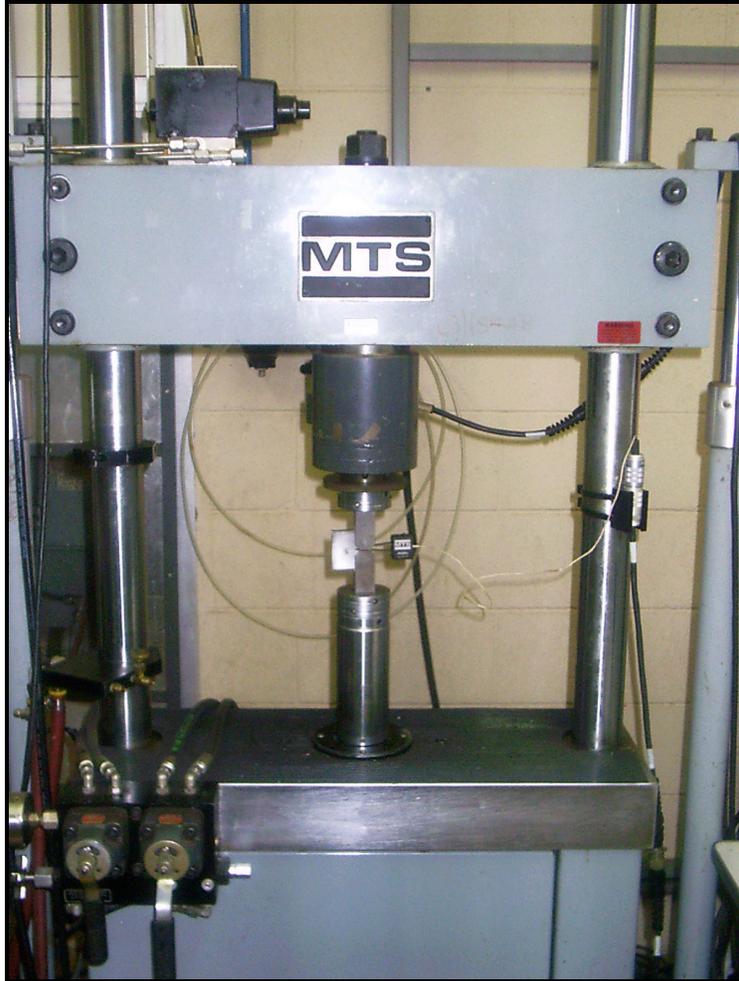


Figura 3.4- Máquina de ensaio MTS com o corpo de prova e o extensômetro devidamente instalados.

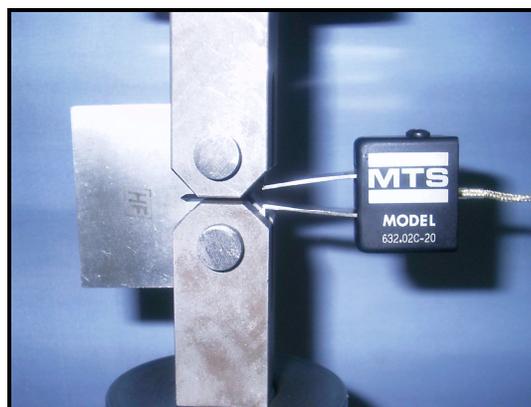


Figura 3.5- O extensômetro utilizado nos ensaios, e o corpo de prova instalado no respectivo dispositivo de fixação na máquina.

Primeiramente, foram nucleadas as pré-trincas de fadiga, utilizando-se o ensaio com controle de K_{max} , com razão de carga de 0,1 e frequência de 20 Hz. Posteriormente, foram executados os ensaios propriamente ditos, utilizando-se o controle de amplitude de carga, tomando-se os mesmos valores de razão de carga e frequência.

Como o levantamento das curvas de propagação de trinca por fadiga a partir de uma taxa próxima a 10^{-10} m/ciclo, correspondente ao ΔK_{th} (ASTM, 2000), implicaria em um tempo de ensaio muito longo, e considerando que o objetivo desta parte do trabalho é o de comparar as diversas curvas da taxa de propagação de trinca por fadiga do material, levantadas sob a influência das condições microestruturais e de temperatura, decidiu-se trabalhar em patamares de ΔK dentro dos limites da região II da curva de propagação, correspondente à lei de Paris, e na maior extensão possível desta região para um tempo de ensaio exequível, haja vista a grande quantidade de corpos de prova a serem ensaiados e do elevado volume de nitrogênio necessário quando da realização dos testes nas temperaturas negativas. Desta forma, foram realizados ensaios nas várias condições microestruturais, variando-se o valor do fator de intensidade de tensão máximo final ($K_{max\ final}$) para a pré-trinca e, indiretamente, a carga máxima (P_{max}) para o ensaio, adotando-se, finalmente, o valor de $15\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ($\approx 474\text{ N}/\text{mm}^{3/2}$) como o limite mínimo para o $K_{max\ final}$ da pré-trinca. Com relação à carga P_{max} dos ensaios, foram utilizados valores superiores à carga P correspondente ao $K_{max\ final}$ da pré-trinca, conforme estabelece a norma ASTM E 647 (ASTM, 2000) como uma das condições de validação dos testes. Para algumas situações, entretanto, valores mais elevados de $K_{max\ final}$ da pré-trinca foram utilizados em vista da sua não nucleação com o valor anteriormente adotado. Vale salientar que as nucleações das pré-trincas foram feitas sempre à temperatura ambiente.

À medida que os ensaios eram executados, o equipamento registrava em uma tabela, simultaneamente, o número de ciclos (N) para o qual havia crescimento da trinca, os valores correspondentes de K_{min} , K_{max} , P_{min} , P_{max} e as aberturas mínima e máxima do extensômetro (COD). Após a execução dos ensaios e a partir dos dados tabelados, o software de controle do equipamento procedia ao cálculo dos pontos válidos das curvas de propagação de trinca por fadiga, $da/dN - \Delta K$, quando da seleção do método de ajuste, sendo adotado para este trabalho o

polinomial de sete pontos; os valores obtidos foram registrados em outra tabela, de onde confeccionou-se a curva $da/dN - \Delta K$ utilizando-se o software *Origin*[®]. As curvas completas dos ensaios foram levantadas utilizando-se as técnicas demonstradas na seção 2.2.6 com a ajuda de um software desenvolvido especificamente para tal, visto que o apresentado pelo controle da máquina de ensaio é inacessível ao operador. Nos ensaios em que se optou pelo levantamento da influência do fechamento de trinca, após a sua execução também era feito no software de controle do equipamento o selecionamento do método de cálculo da carga de fechamento de trinca, P_{cl} , a qual era adicionada à tabela dos dados, juntamente com o correspondente valor de K_{cl} , o que permitiu a determinação ΔK_{ef} e a construção da curva $da/dN - \Delta K_{ef}$.

Foram executados, no mínimo, três ensaios para cada condição microestrutural e de temperatura, observando-se o que foi considerado anteriormente. As curvas de propagação de trinca selecionadas para o estudo comparativo nas cinco condições microestruturais e nas três temperaturas, foram as levantadas com os valores de ΔK inicial próximos, conforme será justificado no capítulo posterior.

Para os ensaios em baixas temperaturas utilizou-se a câmara climática da MTS, modelo 651.12C com controlador MTS 409.80, Figura 3.6, que usa nitrogênio líquido para refrigeração e resistências para o aquecimento, a qual possui uma faixa de temperatura de utilização entre -129°C (144K) e $+315^{\circ}\text{C}$ (588K). Durante esses ensaios, o termopar do controlador da câmara climática era colocado em contato com o corpo de prova. Um termopar, modelo Salvterm 1200K, foi fixado próximo à região do centro do corpo de prova, com o intuito de se comparar a temperatura no interior da câmara com a medida no espécime. Enquanto o termopar do controlador da câmara registrava temperaturas variando em $\pm 1^{\circ}\text{C}$, o outro termopar registrava, para os mesmos ensaios, temperaturas mais altas em aproximadamente 2°C , ou seja -18°C e -48°C . Nos ensaios à temperatura ambiente, o termopar de controle registrava temperaturas variando em $\pm 2^{\circ}\text{C}$.



Figura 3.6- Câmara climática da MTS utilizada para os ensaios em baixas temperaturas.

Para a fixação dos corpos de prova na máquina de ensaios MTS foram utilizados dispositivos construídos especificamente para as suas dimensões, de acordo com a norma ASTM E 647 (2000), cujo desenho está ilustrado na Figura 3.7. Esses dispositivos eram primeiramente fixados nos atuadores da máquina MTS por meio de extensões rosqueadas, e os corpos de prova eram fixados nesses dispositivos utilizando-se pinos transversais. A Figura 3.6 destaca o conjunto dispositivo/corpo de prova instalado na máquina de ensaios.

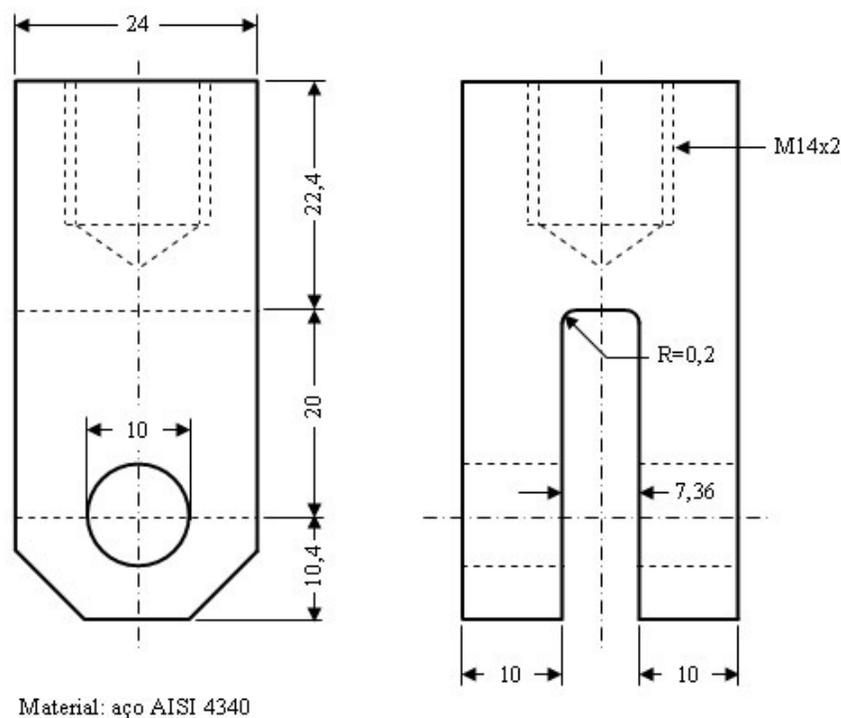


Figura 3.7- Desenho do dispositivo de fixação do corpo de prova na máquina de ensaios (dimensões em milímetros).

Após a colocação dos corpos de prova na câmara climática e o posicionamento do extensômetro e dos termopares, a câmara era fechada e esperava-se um certo tempo até a estabilização da temperatura do registrador do controlador da câmara, sendo esse tempo de aproximadamente cinco minutos para os ensaios a -50°C e três minutos para os ensaios a -20°C . Após essa estabilização, ainda eram esperados mais cinco minutos para garantir que todo o corpo de prova atingisse a temperatura desejada, sendo então iniciado o ensaio.

A condição de validade do ensaio de propagação de trinca por fadiga para cada condição microestrutural e de temperatura foi calculada pela Equação 2.23. Apesar das variações observadas nas frações volumétricas de fases precipitadas, os limites escoamento ($S_{y0,2}$) utilizados nessa equação foram os determinados por PINTO (2001), os quais estão mostrados na Tabela 3.5. O módulo de elasticidade (E) foi considerado igual para todas as condições microestruturais e temperaturas, apesar de pequenas alterações que pudesse provocar no valor dos parâmetros,

sendo adotado para ele o valor de 196 GPa ($\approx 20.000 \text{ kgf/mm}^2$), também conforme os estudos de PINTO (2001).

Tabela 3.5- Limites de resistência e de escoamento do aço inoxidável duplex 2205, para as condições microestruturais e de temperatura de ensaio.

Condição microestrutural	Temperatura °C (K)	$S_{y0,2}$ MPa	S_u MPa
C0	+24 (297)	516 ± 5	741 ± 3
	-20 (253)	581 ± 7	813 ± 6
	-50 (223)	621 ± 16	868 ± 6
C1	+24 (297)	471 ± 3	732 ± 7
	-20 (253)	541 ± 14	821 ± 12
	-50 (223)	581 ± 9	872 ± 6
C2	+24 (297)	475 ± 6	742 ± 6
	-20 (253)	508	829
	-50 (223)	572 ± 6	884 ± 6
C3	+24 (297)	473 ± 6	743 ± 5
	-20 (253)	596 ± 47	840 ± 5
	-50 (223)	570 ± 8	892 ± 3
C4*	+24 (297)	486 ± 12	761 ± 6
	-20 (253)	-	-
	-50 (223)	558 ± 17	901 ± 6

Fonte: PINTO (2001). Obs.: * C4 é equivalente à condição C5 da referência.

3.5 Correlação entre espaçamento de estrias e o crescimento macroscópico das trincas de fadiga

As análises das superfícies de fratura dos corpos de prova com a finalidade de se observar estrias, também foram realizadas em fractografias obtidas no microscópio eletrônico de varredura (MEV) por observação dos elétrons secundários. Inicialmente, foi analisada a área da superfície de

fratura cuja posição distava 3 mm da origem da trinca, correspondendo, portanto, à distância de 1 mm do fim da pré-trinca, com ampliação de 1500 vezes. A partir da observação de grupos de estrias, eram feitas ampliações daquele ponto da área até uma magnitude que permitisse, posteriormente, a medição dos espaçamentos entre as estrias adjacentes na fractografia. O comprimento da trinca, o valor de ΔK e a taxa de propagação da trinca foram considerados constantes e igualmente aplicáveis para qualquer ponto da superfície de fratura da área observada (LENETS e BELLOWS, 2000). Foi considerada ideal a magnitude que exibia um número de estrias sucessivas que tivessem, na fractografia, espaçamentos entre picos variando de 1 e 5 mm, conforme sugerido por CONNORS (2003). Este procedimento foi repetido para toda a superfície de fratura, a partir da origem até o final da trinca, nas áreas dispostas em intervalos de 1 mm. Com as fractografias selecionadas, procedeu-se diretamente à contagem do número de estrias no grupo, correspondente ao número de ciclos, bem como a medição do espaçamento total do grupo de estrias, cujo valor foi dividido pela magnitude de ampliação da fotografia para se obter o espaçamento real do grupo. Quando a área pesquisada apresentava mais de um grupo de estrias dentro das condições ideais de observação, o espaçamento entre estrias da área era tomado como o valor médio dos espaçamentos dos vários grupos. De posse do posicionamento do grupo de estrias, espaçamento total real e número de estrias, calculou-se os valores de ΔK e de da/dN utilizando-se um software especialmente desenvolvido para tal, para cada região observada, permitindo assim, o levantamento da curva microscópica de propagação de trinca por fadiga para comparação com a curva obtida no ensaio.

Capítulo 4

Resultados e Discussões

4.1 Considerações preliminares

Inicialmente será apresentada, no item 4.2, a análise microestrutural do material, utilizando a técnica da microscopia ótica (MO) e da Microscopia eletrônica de varredura (MEV). Em seguida, no item 4.3, será analisado o comportamento à propagação de trinca por fadiga do material sob a influência da porcentagem de fases frágeis e da temperatura de ensaio. O item 4.4 será dedicado à avaliação dos mecanismos de fratura por fadiga. Finalmente, no item 4.5 será discutida a correlação entre a propagação macroscópica da trinca de fadiga com o espaçamento entre estrias observadas nas superfícies de fratura de alguns corpos de prova ensaiados. Cada item será discutido à medida que for sendo apresentado e quando se fizer necessário na complementação dos outros itens.

As figuras ilustrativas das micrografias que serão mostradas neste capítulo, referem-se à observação do plano L com a direção T na horizontal e a direção S na vertical, ou seja, uma seção transversal, de acordo com a designação sugerida pela ASTM E 3 (ASTM, 2001). No caso das imagens das superfícies de fratura obtidas por meio de MEV, pela própria condição dos ensaios, as fractografias referem-se à observação do plano L com a direção de propagação da trinca ocorrendo na direção T e da esquerda para a direita. Aquelas situações que não estiverem colocadas nessas configurações serão definidas apropriadamente. As fotografias obtidas para as

condições analisadas estão identificadas pela temperatura de ensaio e pela nomenclatura da condição (C0 a C4).

4.2 Análise microestrutural

4.2.1 Microscopia Óptica (MO)

As Figuras 4.1 e 4.2 apresentam as microestruturas do material na condição C0 (solubilizado, tal como fornecido pelo fabricante) obtidas pelo ataque eletrolítico com ácido oxálico e KOH, respectivamente. Observa-se, nessas figuras, que a microestrutura apresenta-se livre de precipitados. Essa microestrutura é característica de aços inoxidáveis duplex trabalhados, sendo composta por uma matriz ferrítica e ilhas de austenita, estando alongada na direção de laminação. Os dois ataques revelaram o contorno das fases ferrita e austenita e, em ambos os casos, a fase mais escura é a ferrita e a mais clara a austenita. Observa-se também, na Figura 4.1, que em algumas regiões a austenita apresenta maclas de recozimento, o que está de acordo com as observações de IACOVIELLO *et al.* (1999) para um aço do tipo 2205 na condição solubilizada.

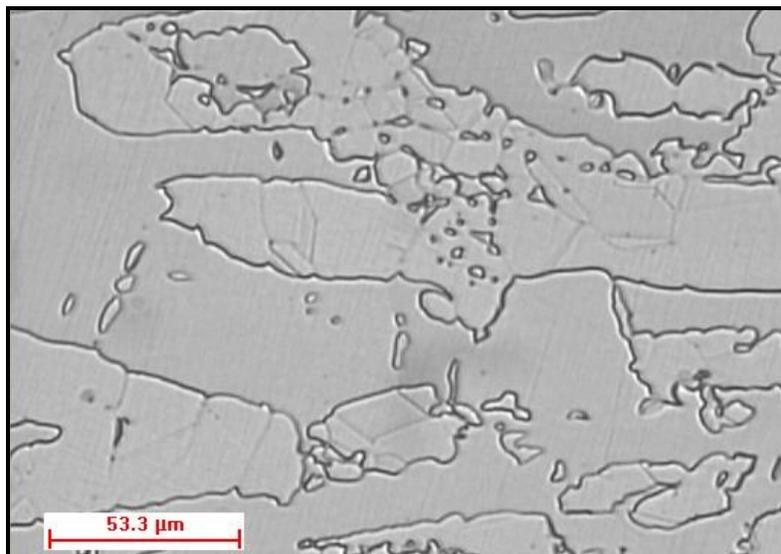


Figura 4.1- Material na condição C0, ataque eletrolítico com ácido oxálico. MO.

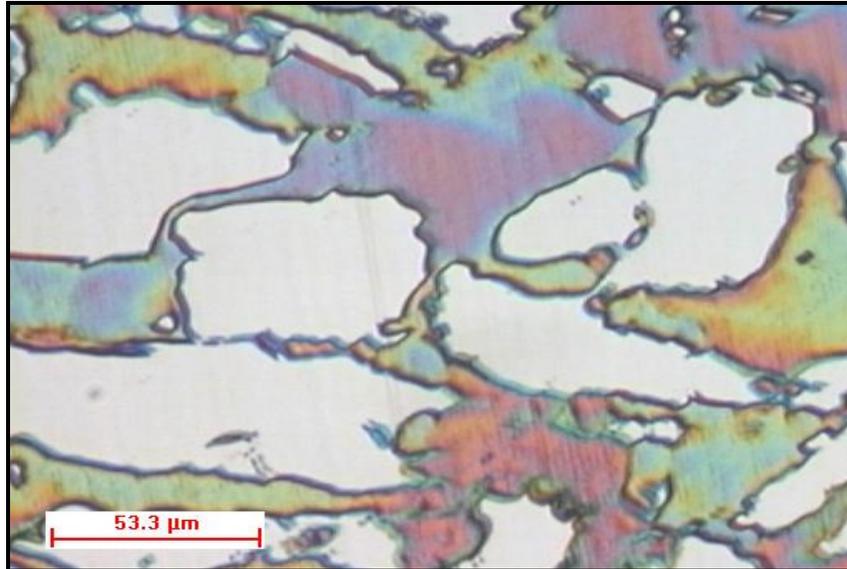


Figura 4.2- Material na condição C0, ataque eletrolítico com KOH. MO.

As Figuras 4.3 e 4.4 mostram micrografias obtidas com ambos os ataques para a condição C0, relativas à observação do plano T com a direção L na horizontal e a direção S na vertical, ficando bem caracterizada a direção de laminação da chapa.

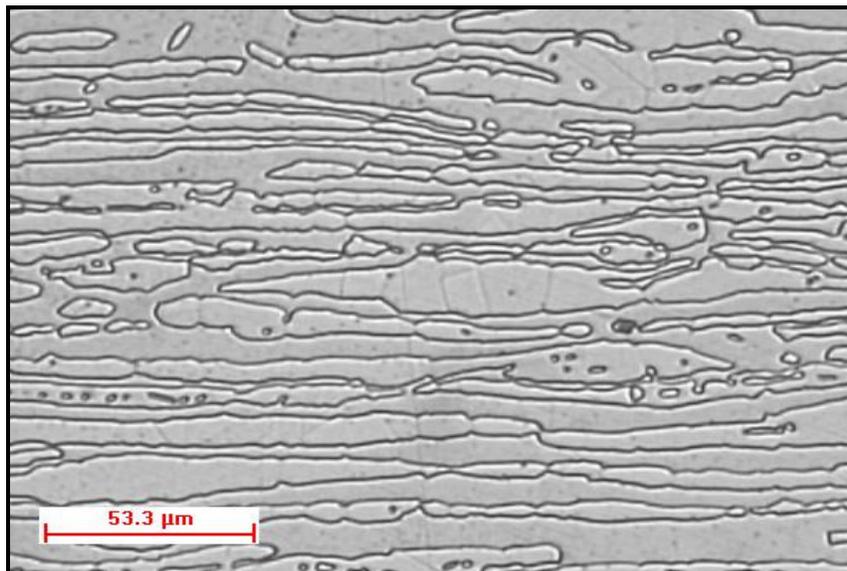


Figura 4.3- Material na condição C0, ataque eletrolítico com ácido oxálico; observação do plano T com a direção L na horizontal e a direção S na vertical. MO.

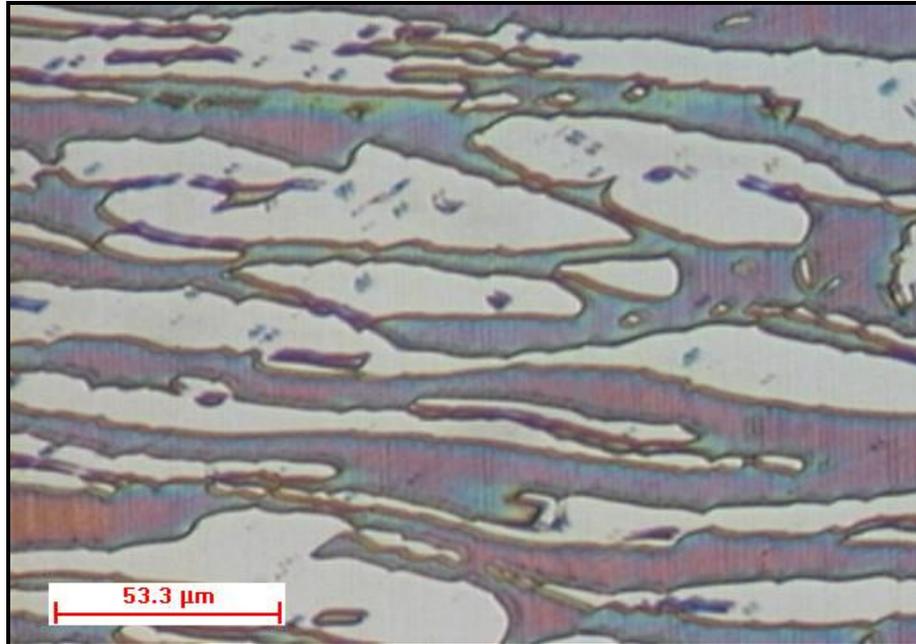


Figura 4.4- Material na condição C0, ataque eletrolítico com KOH; observação do plano T com a direção L na horizontal e a direção S na vertical. MO.

As Figuras 4.5 e 4.6 mostram as microestruturas da condição envelhecida C1 obtidas por ataque eletrolítico com ácido oxálico e com KOH, respectivamente, onde se observa pequena quantidade de uma fase de cor preta, adicional às fases ferrita e austenita e precipitada nos contornos delas. Considera-se que as fases precipitadas possam ser, pelos tratamentos térmicos realizados no material e pela resposta aos ataques utilizados, fases intermetálicas, principalmente σ e χ , e também pequenos carbonetos e nitretos (PINTO, 2001).

As Figuras 4.7 e 4.8 ilustram as microestruturas da condição C4 obtidas por ataque eletrolítico com ácido oxálico e com KOH, respectivamente. No ataque com ácido oxálico, a austenita é revelada na cor mais clara, a ferrita na cor mais escura e as fases precipitadas na cor preta. No ataque com KOH, a austenita é revelada na cor branca, a ferrita em multicolor e as fases precipitadas na cor preta.

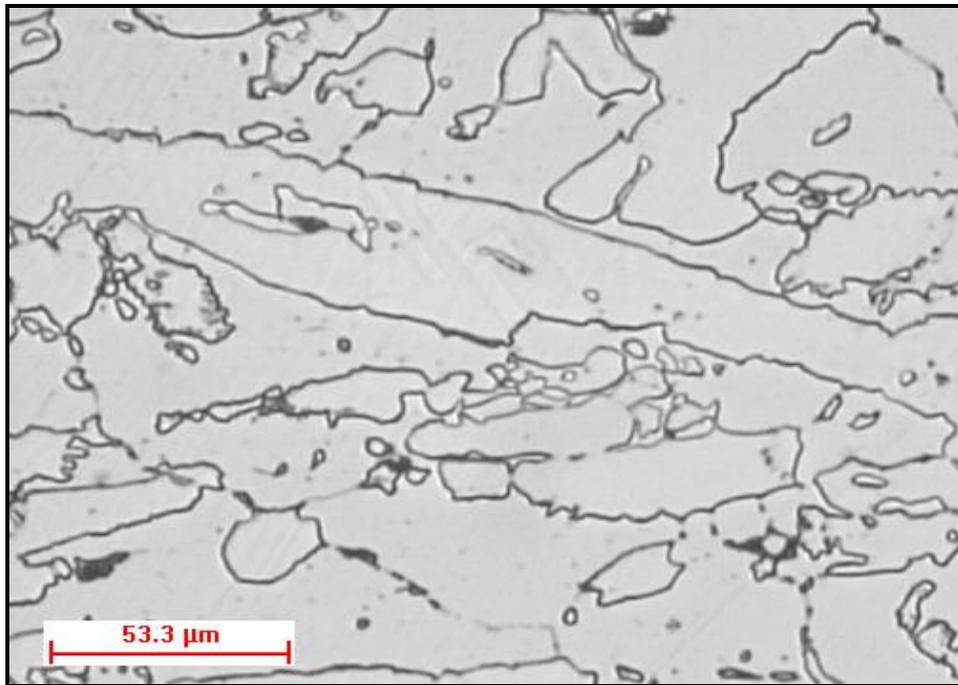


Figura 4.5- Material na condição C1, ataque eletrolítico com ácido oxálico. MO.

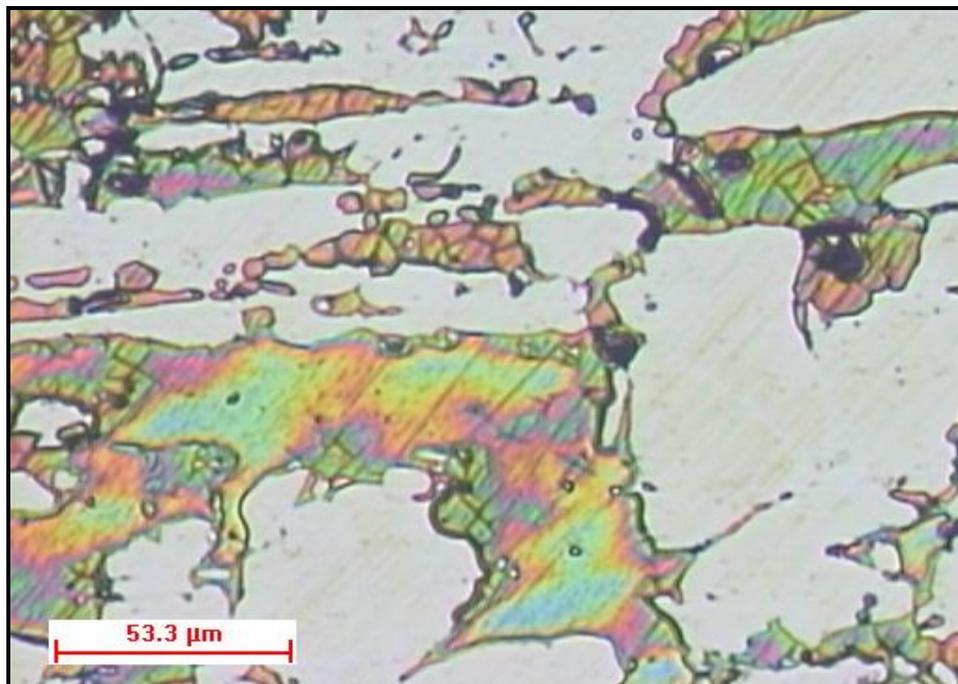


Figura 4.6- Material na condição C1, ataque eletrolítico com KOH. MO.

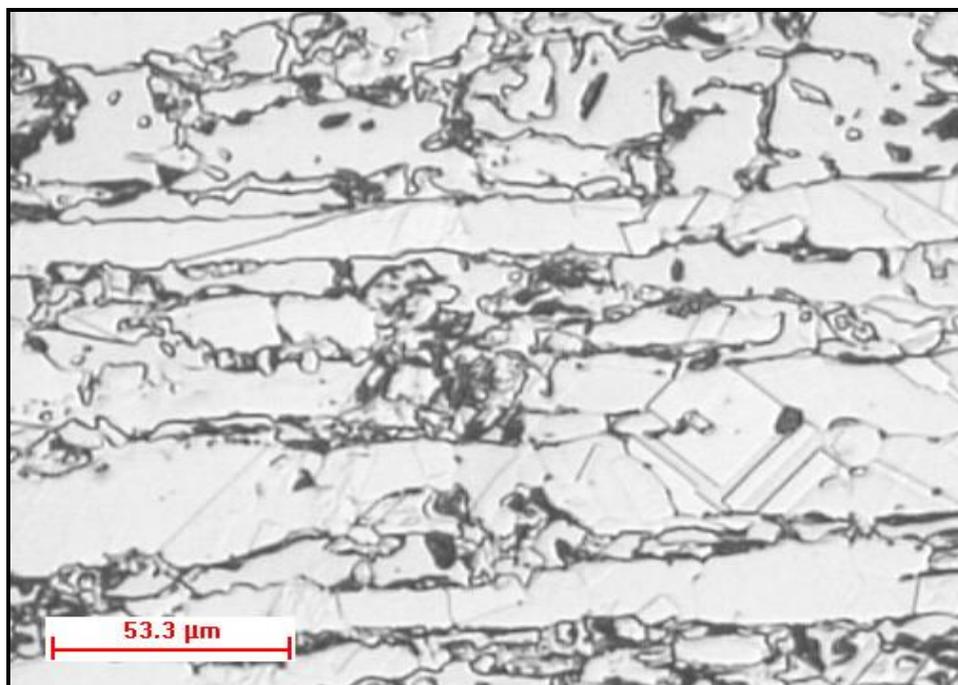


Figura 4.7- Material na condição C4, ataque eletrolítico com ácido oxálico. MO.

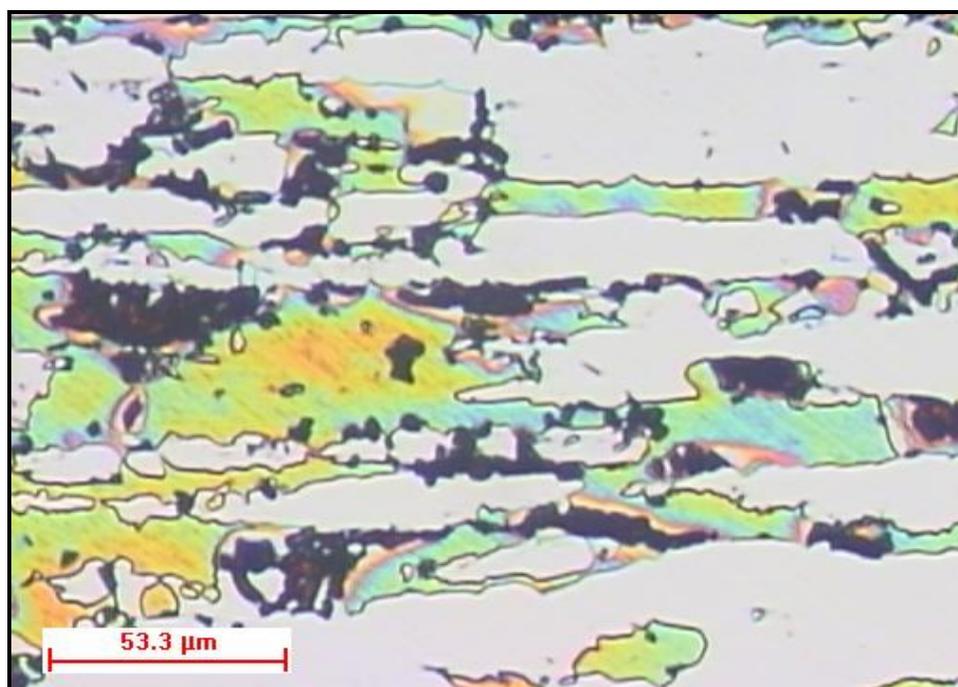


Figura 4.8- Material na condição C4, ataque eletrolítico com KOH. MO.

A Figura 4.9 apresenta micrografias seqüenciais das diversas condições de tratamento térmico obtidas por ataque eletrolítico com ácido oxálico, ficando bem caracterizada a tendência do aumento da quantidade de fases precipitadas com o aumento do tempo de tratamento, o que está de acordo com os estudos de PINTO (2001).

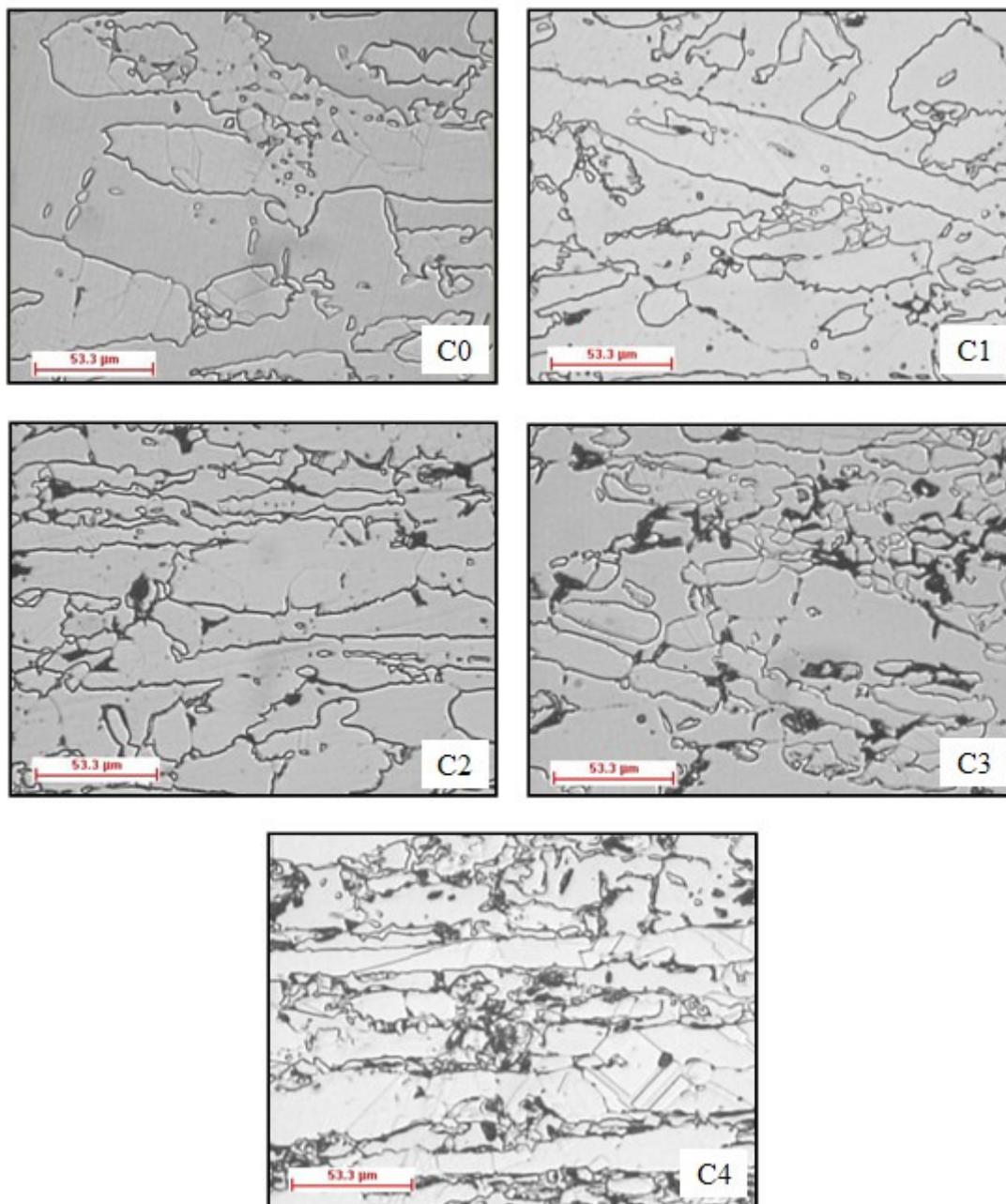


Figura 4.9- Micrografias do material dispostas seqüencialmente nas diversas condições de tratamento, ataque eletrolítico com ácido oxálico. MO.

Ressalte-se também, que em todas as figuras observadas a precipitação das fases durante o tratamento de envelhecimento ocorreu nos contornos de grãos, conforme citado por MACHADO (1999), principalmente nos contornos de fase α/γ como observado por NILSSON (1992).

A Tabela 4.1 mostra a quantificação da fração volumétrica (FV) das fases presentes no material. Esses valores foram obtidos considerando que as fases atacadas são a fase σ , presente em grande volume, conforme citado por IACOVIELLO (1999), e a fase χ , desprezando-se os carbonetos e nitretos que, nessa situação, normalmente possuem dimensões reduzidas (PINTO, 2001). Portanto, os valores das fases precipitadas apresentados na Tabela 4.1 representam a soma da FV das fases σ e χ .

Tabela 4.1- FV das fases presentes no aço duplex do tipo 2205 pela utilização do reagente ácido oxálico e observação nos três planos.

Condição	Fase	Fração volumétrica (%) [*]		
		Plano L	Plano T	Plano S
C0	Ferrita	55,2 ± 3,2	-	-
	Austenita	45,3 ± 2,9	-	-
	$\sigma + \chi$	0	0	0
C1	Ferrita	51,5 ± 3,0	-	-
	Austenita	47,6 ± 2,7	-	-
	$\sigma + \chi$	0,8 ± 0,3	0,9 ± 0,3	0,7 ± 0,2
C2	Ferrita	50,2 ± 2,2	-	-
	Austenita	48,9 ± 2,8	-	-
	$\sigma + \chi$	1,7 ± 0,3	1,7 ± 0,4	1,6 ± 0,4
C3	Ferrita	48,9 ± 2,3	-	-
	Austenita	50,0 ± 3,1	-	-
	$\sigma + \chi$	2,7 ± 1,2	2,8 ± 1,2	2,7 ± 1,0
C4	Ferrita	39,8 ± 2,7	-	-
	Austenita	51,9 ± 3,0	-	-
	$\sigma + \chi$	8,6 ± 2,1	8,9 ± 3,0	8,0 ± 2,1

Obs.: ^{*} média ± desvio padrão.

Observa-se na Tabela 4.1 que a FV das fases precipitadas apresentou pouca variação quando medida nos diferentes planos. Convém ressaltar que uma microfotografia específica pode não refletir a FV do material. Isso é devido à observação de que a precipitação de fases secundárias ocorre em bandas e não uniformemente distribuída por toda a amostra, sendo que isso explica uma maior dispersão dos valores medidos em algumas situações. Também se verifica que as quantidades de FV de fases precipitadas mostradas na Tabela 4.1 estão de acordo com as obtidas por PINTO (2001), considerando-se a grande dispersão dos valores medidos.

Para as correlações das propriedades de propagação de trinca por fadiga com a quantidade de fases fragilizantes precipitadas será utilizado como FV, para cada condição microestrutural, os valores encontrados com o ataque de ácido oxálico, mostrados na Tabela 4.1, considerando-se a análise do plano L do material, visto que os ensaios de propagação de trinca por fadiga foram todos conduzidos nesse plano. Portanto, para efeito de análise dos parâmetros de propagação de trinca por fadiga, os valores que quantificam as fases precipitadas nas condições de tratamento térmico estudadas estão apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Fração volumétrica média das fases precipitadas nas diversas condições (%).

Condição	C0	C1	C2	C3	C4
FV ($\sigma + \chi$)	0	0,7	1,7	2,8	8,6

Verifica-se, pelos dados apresentados na Tabela 4.1, que além do aumento da FV das fases precipitadas, houve uma diminuição da porcentagem de ferrita e um aumento da porcentagem de austenita com o aumento do tempo de tratamento, o que fica mais bem ilustrado no gráfico da Figura 4.10. Este gráfico mostra a evolução das FV das fases com o aumento do tempo de envelhecimento, para todas as condições estudadas, com base nos valores mostrados na Tabela 4.1, considerando o plano L e ataque eletrolítico com ácido oxálico. De acordo com PINTO (2001), o aumento da austenita ocorre em função da diminuição dos elementos ferritizantes na ferrita ao redor da fase σ , sendo que essa ferrita, empobrecida de Cr e Mo, transforma-se em austenita secundária (γ_2).

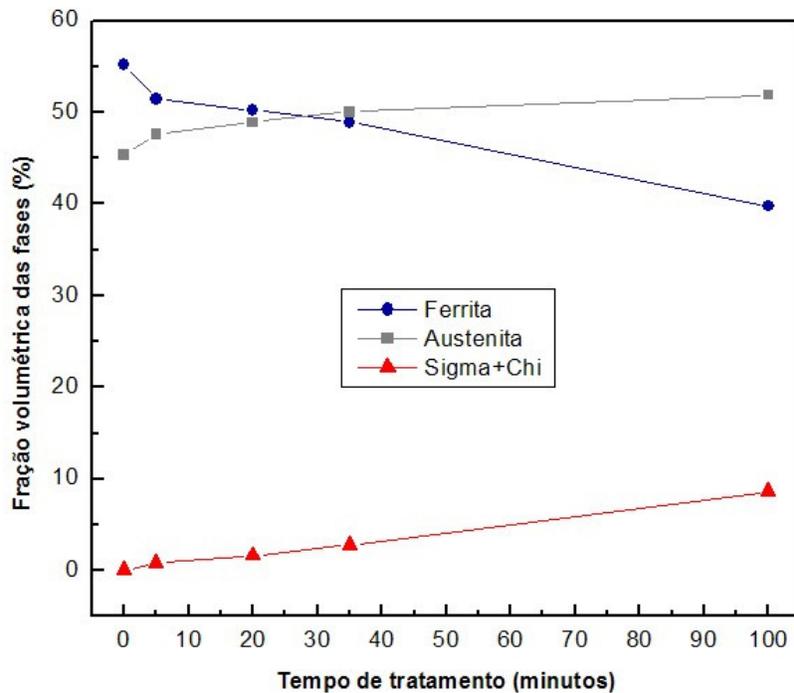


Figura 4.10- Evolução da FV das fases com o aumento no tempo de tratamento térmico.

4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A análise microestrutural foi feita, também, por meio do MEV. Nesta análise foram utilizadas imagens de elétrons retroespalhados e análise da composição pela AED.

Como já mencionado no item 3.2.2, uma imagem dos elétrons retroespalhados permite a observação de um maior ou menor contraste nas fases presentes em função do número atômico dos elementos que compõem essas fases.

A Figura 4.11 ilustra uma composição tridimensional micrográfica dos três planos mutuamente perpendiculares do material (L, T e S), observados por meio de imagem de elétrons retroespalhados para a condição C0, onde a ferrita é a fase mais escura.

A Figura 4.12 mostra uma foto obtida por meio da imagem de elétrons retroespalhados para a condição C4, observando-se o plano L do corpo de prova, onde se verifica basicamente todos os elementos microestruturais encontrados no material para as diversas condições estudadas, exceto

para a C0. Com base na análise por energia dispersiva (AED), a fase χ na figura é formada pelas áreas de aspecto mais claro (branco), a fase σ aparecendo na cor cinza bem clara, a ferrita aparecendo como um cinza escuro, e a austenita na cor cinza mais escura que a σ , porém mais clara que a ferrita.

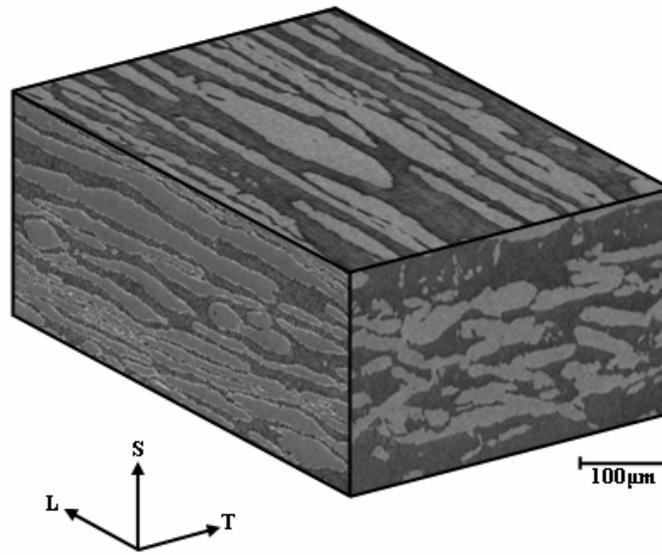


Figura 4.11- Composição micrográfica tridimensional dos planos do material na condição C0, com observação por elétrons retroespalhados em amostra somente polida.

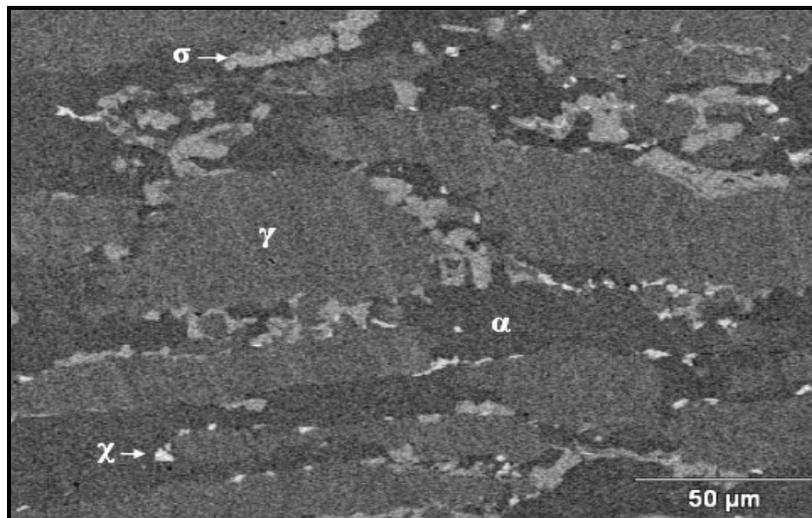


Figura 4.12- Material na condição C4 com a observação do plano L por elétrons retroespalhados em amostra somente polida.

A Tabela 4.3 apresenta as composições químicas por meio da AED para o material e para as fases presentes no mesmo, nas condições microestruturais extremas (C0 e C4), obtidas conforme os procedimentos descritos no item 3.2.2 e por meio de análises feitas em amostras somente polidas.

Tabela 4.3- Composição química do material e das fases presentes no aço inoxidável duplex UNS S31803 por meio de AED em amostras somente polidas (% em peso).

Condição	Fase	Elementos quantificados (% em peso) *					
		Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Mo
-	Geral	67,13 ± 0,56	23,23 ± 0,26	5,16 ± 0,33	1,74 ± 0,24	0,44 ± 0,05	2,35 ± 0,20
C0	Ferrita	66,09 ± 0,63	24,67 ± 0,40	4,01 ± 0,22	1,87 ± 0,24	0,45 ± 0,05	2,91 ± 0,22
	Austenita	67,63 ± 0,92	21,62 ± 0,30	6,57 ± 0,47	1,94 ± 0,29	0,36 ± 0,04	1,88 ± 0,29
C4	Ferrita	67,13 ± 0,57	25,29 ± 0,62	3,25 ± 0,26	1,51 ± 0,22	0,48 ± 0,08	2,34 ± 0,28
	Austenita	68,20 ± 0,36	21,43 ± 0,39	6,54 ± 0,12	2,00 ± 0,10	0,35 ± 0,07	1,60 ± 0,04
	Sigma	58,96 ± 0,51	29,48 ± 0,49	3,01 ± 0,36	1,86 ± 0,21	0,59 ± 0,07	5,83 ± 0,31
	Chi	56,28 ± 0,88	26,02 ± 0,06	2,57 ± 0,14	1,62 ± 0,20	0,69 ± 0,05	12,79±0,82

Obs: * Média ± desvio padrão.

A análise dos valores da Tabela 4.3 permite destacar importantes observações com respeito às fases fragilizantes presentes no material. Pode-se verificar que os teores de Mo nas fases σ e χ seguem a tendência dos apresentados na Tabela 2.5 para o mesmo aço, confirmando, portanto, a caracterização dessas fases. Observa-se também que o teor de Cr na fase σ é maior que na fase χ , confirmando mais uma vez o que foi apresentado na Tabela 2.5.

A partir dos valores da composição geral do material e das fases presentes nas condições C0 e C4, listados na Tabela 4.3, pode-se estimar a FV de cada uma dessas fases por meio do balanço dos elementos químicos. No caso da condição C0, as quantidades de ferrita e de austenita, únicas fases presentes nessa condição, podem ser obtidas pela média dos valores determinados por cada um dos sistemas formados pela equação da soma dos teores das duas fases (100%) e por uma das

equações correspondentes ao balanço de cada elemento no material. Na condição C4, onde coexistem quatro fases principais, a FV de cada uma das fases será obtida do sistema formado pela equação da soma total dos teores relativos às quatro fases (100%) e pelas equações correspondentes ao balanço de três elementos do material.

A Tabela 4.4 relaciona a FV das fases presentes no material, nas condições C0 e C4, estimadas pelo procedimento acima descrito. A análise desses valores na condição C0 demonstra uma boa aproximação com relação aos teores obtidos por microscopia ótica e expressos na Tabela 4.1. Na condição C4, observa-se maiores diferenças entre os valores dos teores das fases comparativamente aos obtidos por microscopia ótica, em função da não consideração da existência de outras fases em menores quantidades no material, no entanto, mantém-se nessa condição a relação de predominância entre os teores dos elementos em cada uma das fases, confirmando mais uma vez o que foi apresentado na Tabela 4.1.

Tabela 4.4- FV das fases presentes no aço duplex do tipo 2205, nas Condições C0 e C4, calculadas a partir das composições do material e das fases obtidas por meio de AED em amostras somente polidas.

Condição	Fase	Fração volumétrica (%)
C0	Ferrita	55,34
	Austenita	44,66
C4	Ferrita	33,66
	Austenita	58,96
	Sigma	4,68
	Chi	2,71

A Tabela 4.5 mostra a análise comparativa da FV das fases presentes no material, obtidas por microscopia ótica e a partir das composições por meio de AED.

Tabela 4.5- FV das fases presentes no aço duplex do tipo 2205, nas condições C0 e C4, obtidas por microscopia ótica e a partir das composições do material e das fases por meio de AED em amostras somente polidas.

Condição	AED*			MO		
	Ferrita	Austenita	$\sigma + \chi$	Ferrita	Austenita	$\sigma + \chi$
C0	55,3	44,7	-	55,2	45,3	-
C4	33,7	59,0	7,4	39,8	51,9	8,6

Obs.: * Valores arredondados.

4.3 Comportamento à propagação de trincas por fadiga

A Figura 4.13 mostra parte da região II da curva de propagação de trinca por fadiga obtida para o aço UNS S31803 na condição microestrutural solubilizada (condição C0) e à temperatura ambiente, com da/dN dado em m/ciclo e ΔK em $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

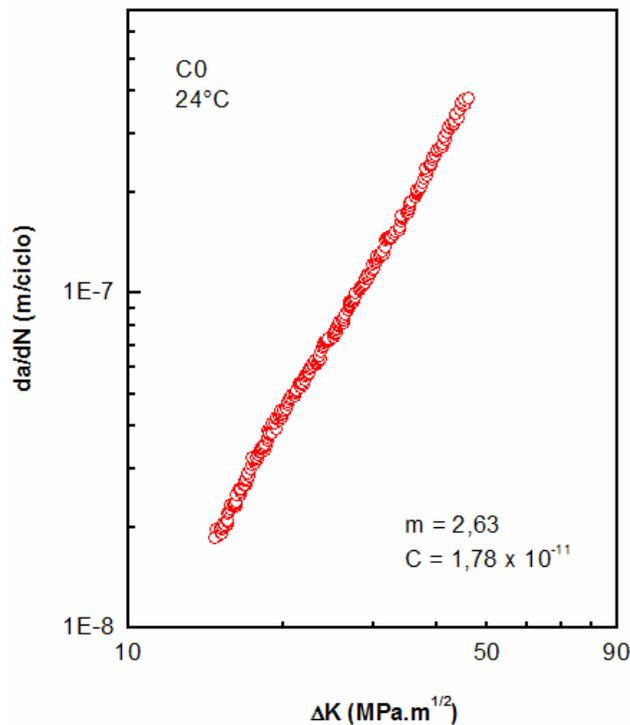


Figura 4.13- Região II da curva de propagação de trinca por fadiga para o aço UNS S31803 na condição C0 e temperatura ambiente.

Os valores dos parâmetros m e C da relação de Paris-Erdogan estimados para a referida curva são iguais a 2,63 e $1,78 \times 10^{-11}$, respectivamente, o que está coerente com os resultados dos estudos de IACOVIELLO *et al.* (1999) desenvolvidos em um aço inoxidável duplex 22Cr5Ni apresentando outras condições microestruturais comparativamente à condição solubilizada.

Como mencionado e justificado na seção 3.4, o valor da carga máxima, P_{max} , utilizada no levantamento das curvas de propagação de trinca por fadiga considerados neste trabalho, foi adotado a partir de ensaios preliminares realizados nas várias condições microestruturais estudadas e à temperatura ambiente, variando-se o fator de intensidade de tensão máximo (K_{max}) da pré-trinca, visando obter-se dados dentro da região II da curva de propagação. No caso dos ensaios efetuados nos corpos de prova na condição C0, a forma das curvas obtidas para os diversos valores de P_{max} mostraram não sofrer influência deste parâmetro, mantendo-se sempre a proximidade da relação $da/dN-\Delta K$, conforme ilustra a Figura 4.14. Nas outras condições microestruturais ensaiadas, todavia, essa relação alterou-se bastante no início dos ensaios; para correspondentes valores de ΔK as curvas com P_{max} maiores iniciaram o processo com taxas de propagação menores, mantendo-se próximas para valores mais elevados de ΔK , o que fica bem evidenciado nas Figuras 4.15 e 4.16, correspondentes às condições C2 e C4, respectivamente.

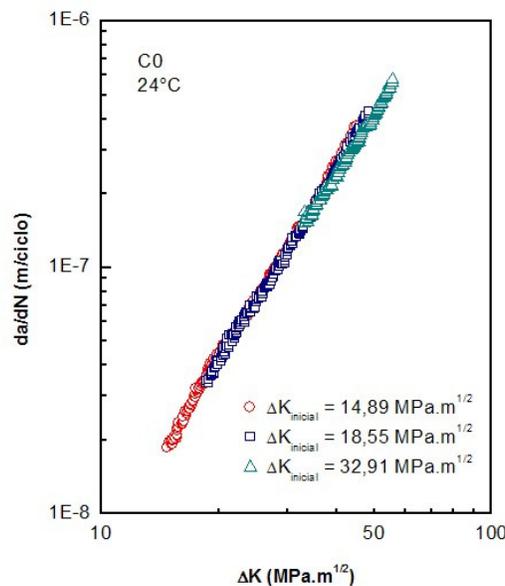


Figura 4.14- Curvas de propagação de trinca por fadiga para o material na condição C0, temperatura ambiente e diferentes valores de ΔK inicial.

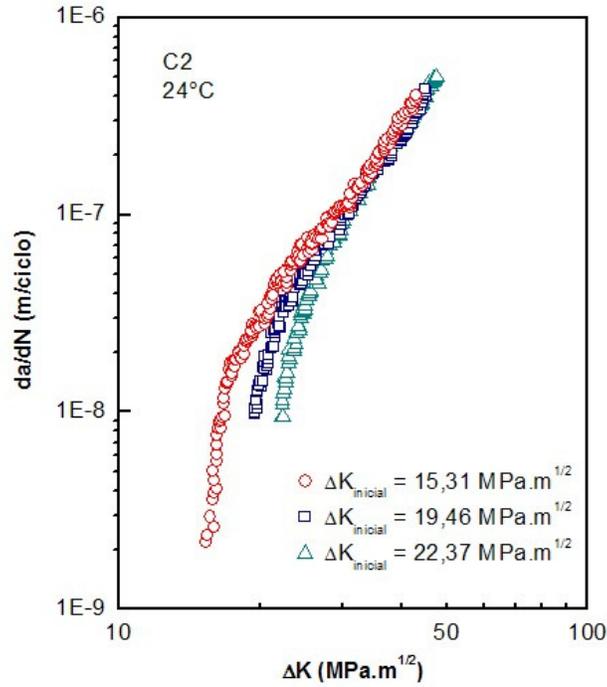


Figura 4.15- Curvas de propagação de trinca por fadiga para o material na condição C2, temperatura ambiente e diferentes valores de ΔK inicial.

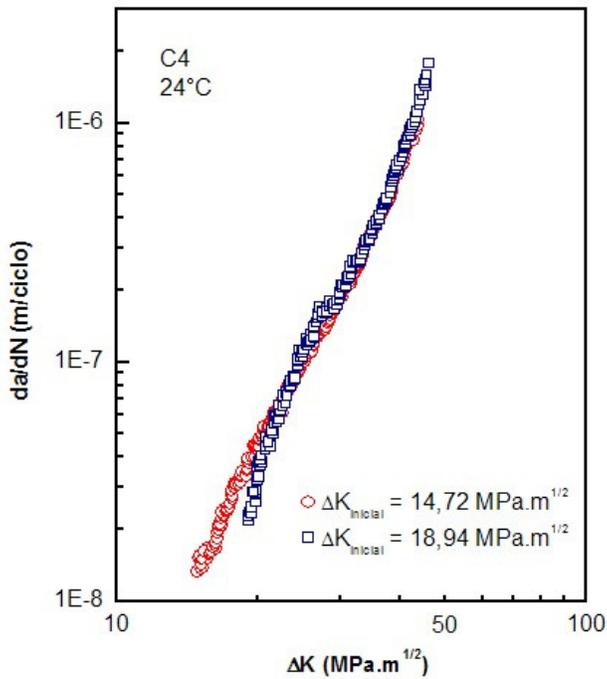


Figura 4.16- Curvas de propagação de trinca por fadiga para o material na condição C4, temperatura ambiente e diferentes valores de ΔK inicial.

Os resultados dos ensaios de propagação de trinca por fadiga para as cinco condições microestruturais analisadas neste trabalho, obtidos à temperatura ambiente e com os valores de ΔK inicial aproximadamente iguais, são comparadas no gráfico da Figura 4.17.

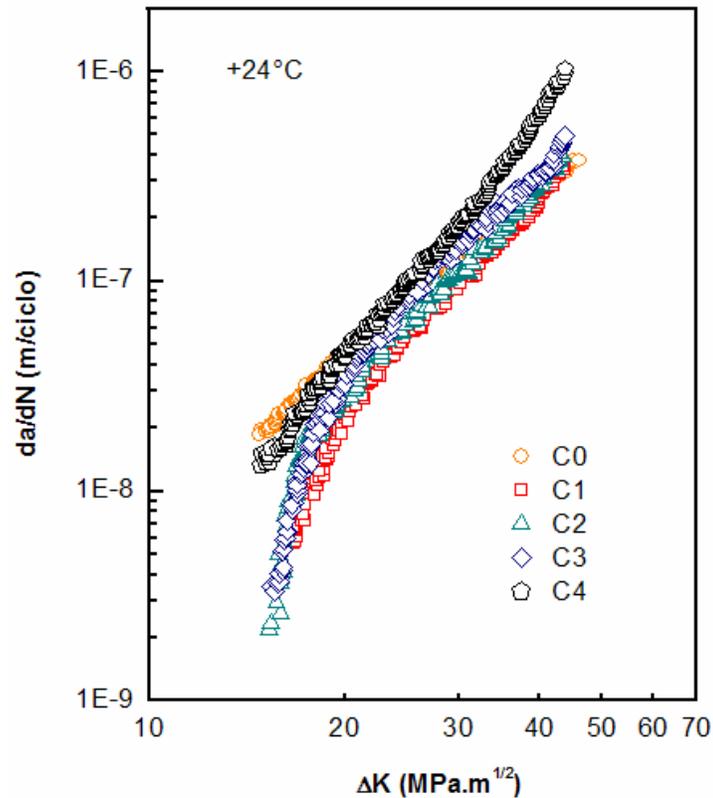


Figura 4.17- Curvas de propagação de trinca por fadiga, obtidas para as diversas condições microestruturais e temperatura ambiente.

Em todas as curvas mostradas pode-se observar que para valores menores de ΔK as taxas de propagação de trinca no material que apresenta fases fragilizantes estão abaixo da obtida para o material solubilizado. A partir de um determinado valor de ΔK para cada condição, o qual decresce com o aumento da FV de fases precipitantes, as taxas de crescimento de trinca para o material envelhecido passam a ser equivalentes, nos casos de C1 e C2, ou superiores, nos casos de C3 e C4, às do material na condição C0. Verifica-se também, que o grau de crescimento dessas taxas mostra uma elevação com o aumento da FV das fases frágeis, e que essa diferença aumenta para ΔK maiores, o que obedece a mesma tendência dos resultados de MARROW e KING (1994)

e IACOVIELLO *et al.* (1999) obtidos para aços inoxidáveis duplex. Essas observações ficam mais fáceis de serem visualizadas quando se considera as curvas de propagação de trinca estendidas até a quase ruptura total dos corpos de prova, mostradas na Figura 4.18; esses pontos extras, apesar de estarem fora da condição de validade dada pela Equação 2.23, que garante a manutenção da predominância elástica do corpo de prova para todos os valores da força aplicada durante o ensaio, permitem uma melhor comparação das curvas no que se refere à influência da presença de fases frágeis no material.

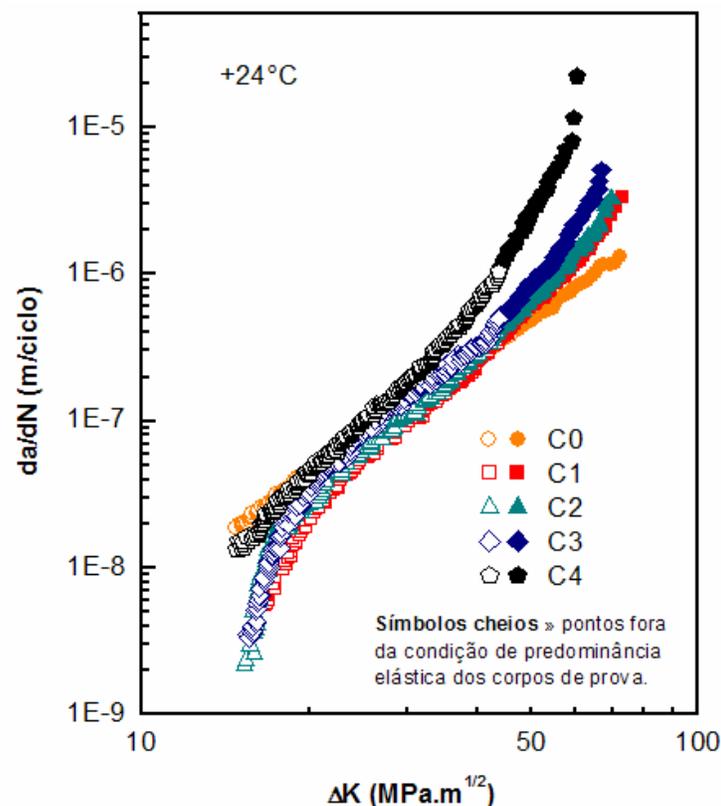


Figura 4.18- Curvas de propagação de trinca por fadiga estendidas, obtidas para as diversas condições microestruturais e temperatura ambiente.

As Figuras 4.17 e 4.18 ilustram, também, que pequenas quantidades de fases fragilizantes já são suficientes para promover variações na taxa de propagação de trinca por fadiga no material.

Outra observação importante da Figura 4.18, é a tendência de redução do ΔK_{max} na fratura com a elevação da fração volumétrica de fases intermetálicas, o que corresponde à redução da

tenacidade à fratura do material, o que está de acordo os ensaios específicos realizados por PINTO (2001) para o mesmo aço.

A influência das condições de tratamento térmico na região II da curva de propagação de trinca por fadiga fica mais evidente ainda quando se analisa os parâmetros m e C da relação de Paris-Erdogan para as demais condições de tratamento estudadas, os quais também estão mostrados na Tabela 4.6. Pela variação desses parâmetros, verifica-se que as taxas de propagação de trinca foram sensíveis ao aumento da FV de fases precipitadas no material, de tal forma que no caso da condição C4, na qual se tem a maior quantidade dessas fases, o valor do parâmetro m foi significativamente maior quando comparado com o do material solubilizado. A inclinação da curva $da/dN-\Delta K$ (valor do parâmetro m) para a condição C4 está em torno de 4,64, enquanto que a do material na condição solubilizado é aproximadamente igual a 2,63, o que demonstra considerável diferença no comportamento do material para essas condições extremas, ilustradas isoladamente na Figura 4.19; próximo ao limite de validação das curvas, a taxa de propagação da trinca para o material na condição C4 chega a ser cerca de três vezes maior que na condição C0, para valores de ΔK próximos em ambas as condições.

Tabela 4.6- Valores dos parâmetros m e C para as diversas condições de tratamento térmico e ensaio realizado à temperatura ambiente.

Condição	m	C
C0	2,63	$1,78 \times 10^{-11}$
C1	3,71	$2,69 \times 10^{-12}$
C2	3,75	$2,40 \times 10^{-12}$
C3	4,03	$1,35 \times 10^{-12}$
C4	4,64	$3,16 \times 10^{-13}$

Obs.: Valores de C em m/ciclo.

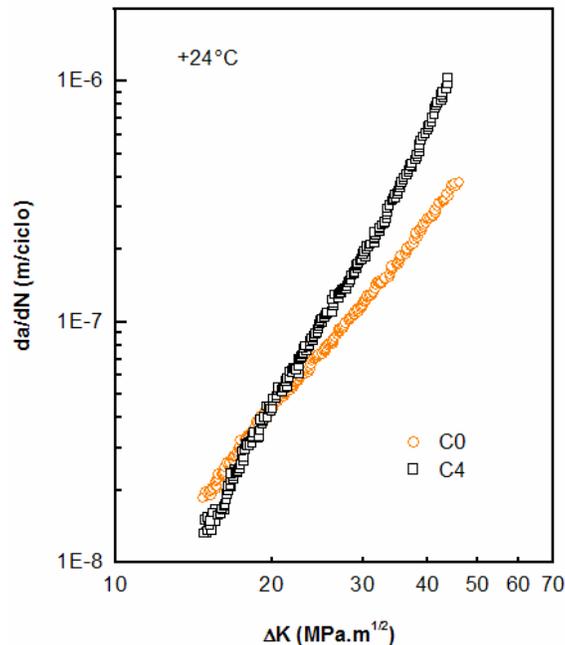


Figura 4.19- Curvas de propagação de trinca por fadiga para as condições microestruturais extremas C0 e C4.

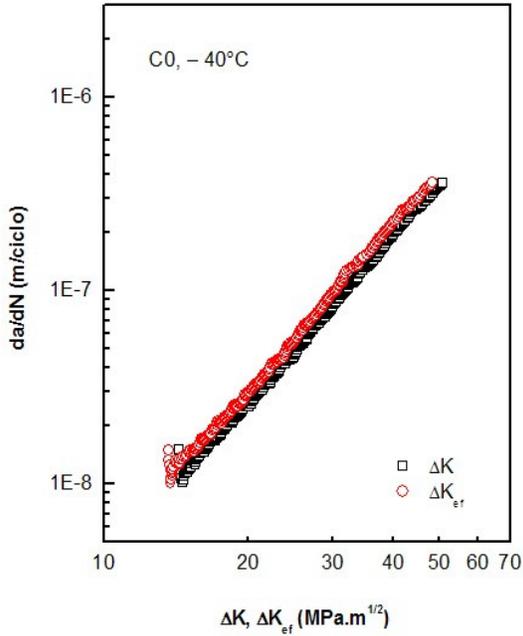
A variação no comportamento da taxa de propagação de trinca por fadiga, proporcionada pelo aumento no volume de fases frágeis precipitadas, principalmente σ e χ , conforme demonstrada nas Figuras 4.17 a 4.19, pode ser interpretada da seguinte forma. As características microestruturais impostas ao material pela formação de fases frágeis, que por sua própria natureza o enfraquecem como um todo, diminuem a sua tenacidade, proporcionando a elevação da variação observada na taxa de propagação de trinca nessas condições, relativamente ao processo na condição solubilizada. À medida que a fração volumétrica das fases fragilizantes aumenta, mais regiões do material fragilizarão e, conseqüentemente, maior será a inclinação da curva de propagação de trinca. Por outro lado, a presença de fases frágeis nos contornos de grãos onde geralmente se formam, enfraquecem essas regiões, permitindo que a trinca também se propague por elas, fazendo com que constituam, pelo menos parcialmente, a superfície de fratura do material, que ficará mais rugosa em algumas áreas. Dessa forma, quanto maior a FV de fases frágeis no material, maior será também a rugosidade das suas superfícies de fratura. A conseqüência deste fato é o aumento da influência do fenômeno do fechamento de trinca induzido por rugosidade, conforme pode ser constatado na Figura 4.20, onde são mostrados os gráficos das

taxas de propagação de trinca por fadiga em função de ΔK nominal e ΔK efetivo, ΔK_{ef} , ($\approx \Delta K - K_{cl}$), para o material nas condições C0 e C4, respectivamente, levantadas à mesma temperatura.

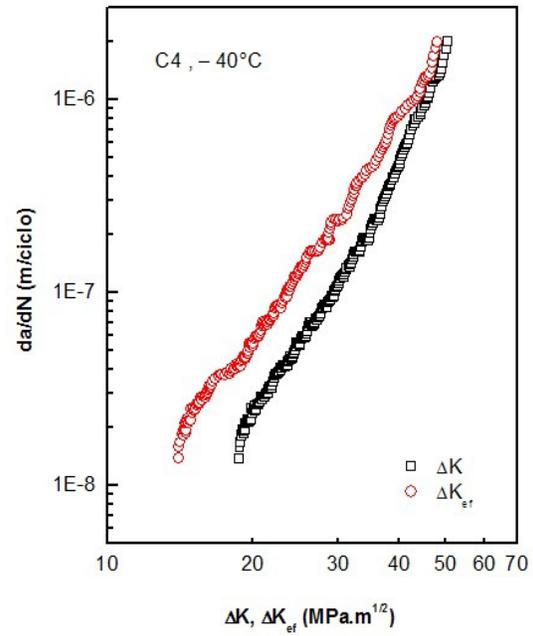
Nas curvas da Figura 4.20a, correspondentes à condição sem fases frágeis precipitadas, observa-se pouca influência do fechamento de trinca, caracterizada pela proximidade entre os valores de ΔK nominal e ΔK_{ef} ; as curvas da Figura 4.20b, levantadas para a condição extrema C4, entretanto, possuem uma discrepância muito maior entre elas, o que vem confirmar o aumento da influência do fechamento de trinca com a presença de fases frágeis na estrutura do material.

Essa influência também pode ser evidenciada por meio da Figura 4.21, a qual compara as curvas de propagação de trinca nas duas condições extremas e à mesma temperatura, considerando o fechamento de trinca (Figura 4.21a) ou desprezando esse fator (Figura 4.21b). Verifica-se, então, que se a propagação de trinca por fadiga não fosse influenciada pelo fechamento induzido por rugosidade, as taxas de crescimento de trincas seriam muito mais elevadas com a presença de fases fragilizantes no material.

Depreende-se, portanto, que a influência da presença de fases frágeis observada no comportamento da taxa de propagação de trinca por fadiga nos aços inoxidáveis duplex SAF2205, é decorrente da competição entre dois fatores. Por um lado, o fechamento de trinca induzido por rugosidade atua no sentido de sempre elevar a resistência à propagação no início do processo; todavia, à medida que o valor de ΔK aumenta, a influência do fechamento de trinca diminui, passando a prevalecer a fragilidade do material que cresce com a elevação da fração volumétrica de fases precipitadas. O balanço desse compromisso é o nível de elevação da taxa de propagação de trinca demonstrada na Figura 4.20, quando se compara os resultados do processo obtidos para o material na condição microestrutural C4 relativamente à condição solubilizada recebida do fabricante.

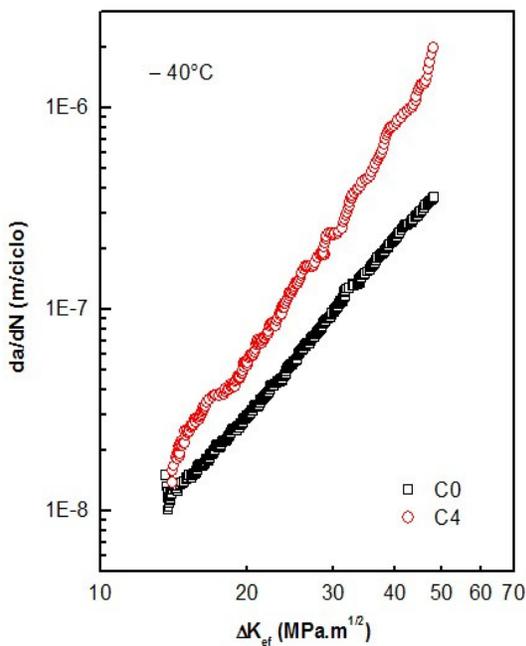


(a)

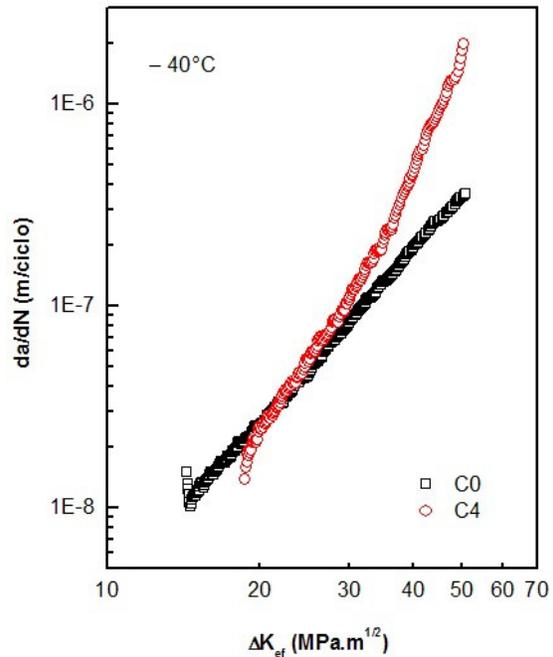


(b)

Figura 4.20- Curvas de propagação de trinca por fadiga em função de ΔK nominal e ΔK_{ef} : condição C0 (a); condição C4 (b).



(a)



(b)

Figura 4.21- Curvas de propagação de trinca por fadiga para as condições extremas, à mesma temperatura: com fechamento de trinca (a); sem fechamento de trinca (b).

O comportamento das curvas de propagação de trinca por fadiga com relação à variação de P_{max} ou ΔK inicial observado no material contendo fases frágeis precipitadas e ilustrado nos gráficos das Figuras 4.14 a 4.16, também pode ser explicado por meio do fenômeno do fechamento de trinca induzido por rugosidade. Como o tamanho da trinca no início do processo é pequeno, a influência da rugosidade superficial imposta ao material envelhecido, pela presença de fases fragilizantes, tenderá a ser maior, o que proporcionará o aumento de K_{cl} e o conseqüente fechamento de trinca induzido por rugosidade superficial. Desta forma, a resistência à propagação da trinca terá um ganho a mais no início do processo; entretanto, à medida que a trinca se desenvolve, o efeito do fechamento de trinca inicial diminui rapidamente, fazendo com que as taxas de crescimento se recuperem com elevada variação e atinjam os valores normais para a condição envelhecida analisada.

As Figuras 4.22, 4.23 e 4.24 apresentam a influência da temperatura de ensaio na taxa de propagação de trinca por fadiga para o material solubilizado e nas condições C2 e C4, respectivamente.

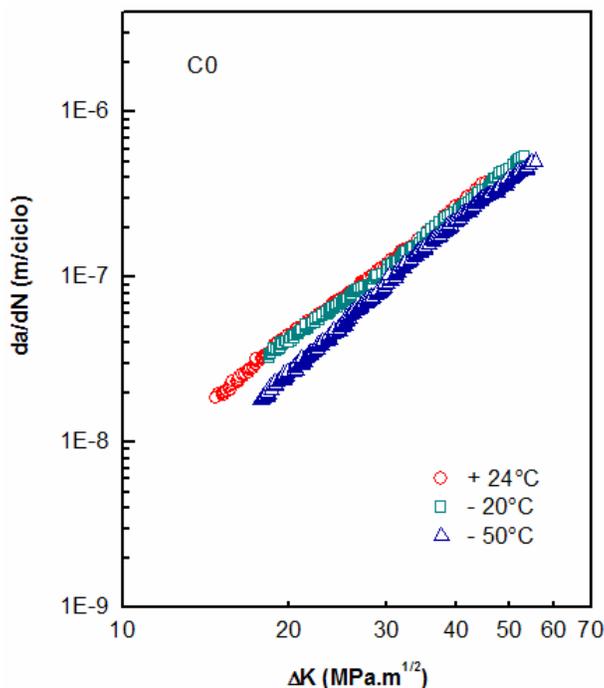


Figura 4.22- Curvas de propagação de trinca por fadiga para a condição C0 nas três temperaturas analisadas.

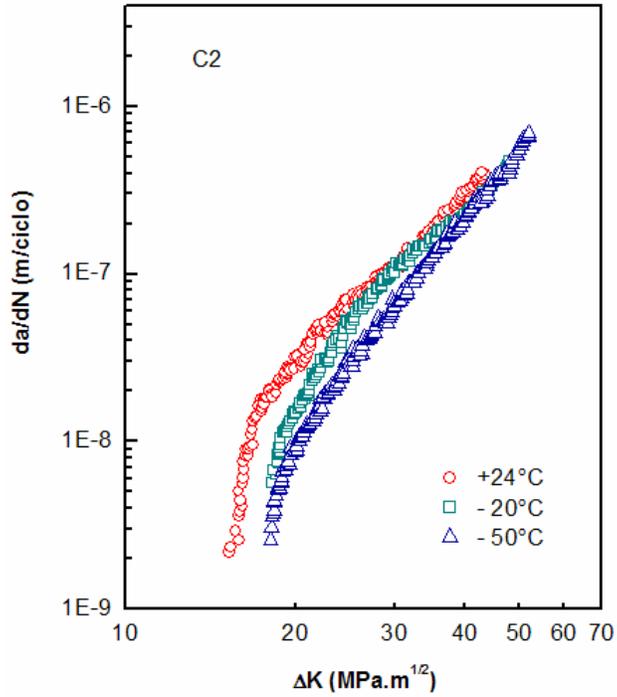


Figura 4.23- Curvas de propagação de trinca por fadiga para a condição C2 nas três temperaturas analisadas.

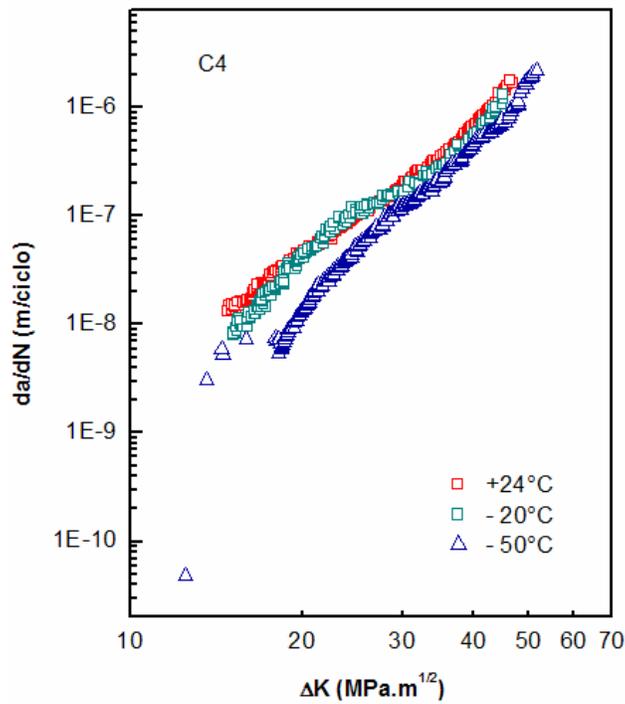


Figura 4.24- Curvas de propagação de trinca por fadiga para a condição C4 nas três temperaturas analisadas.

Observa-se, em todos os casos, que a temperatura de -20°C praticamente não altera a taxa de propagação da trinca, no que pese o aumento da fração volumétrica das fases fragilizantes. Na temperatura de -50°C ; entretanto, verifica-se que essa influência destaca-se no sentido de reduzir os valores da taxa de propagação de trinca, como também de elevar a sua variação com ΔK , o que está de acordo, respectivamente, com os estudos de MARROW & KING (1994), sobre os mecanismos de propagação de trinca por fadiga no aço inoxidável duplex Zeron 100, e de EL-SHABASY & LEWANDOSKY (2003), sobre os efeitos de vários parâmetros na taxa de propagação de trinca por fadiga de um aço eutetóide perlítico. Assim, o abaixamento da temperatura proporciona o aumento da resistência à propagação de trinca no material; contudo as variações das taxas de crescimento de trinca também serão elevadas, tendendo à se equipararem, em todas as três condições microestruturais, com as obtidas à temperatura ambiente, à medida que ΔK cresce.

A título de comparação, a Figura 4.25 destaca o comportamento das curvas de propagação de trinca por fadiga para o material na condição C0 a $+24^{\circ}\text{C}$ e na condição mais extrema com relação à presença de fases precipitadas, C4, e de temperatura, -50°C .

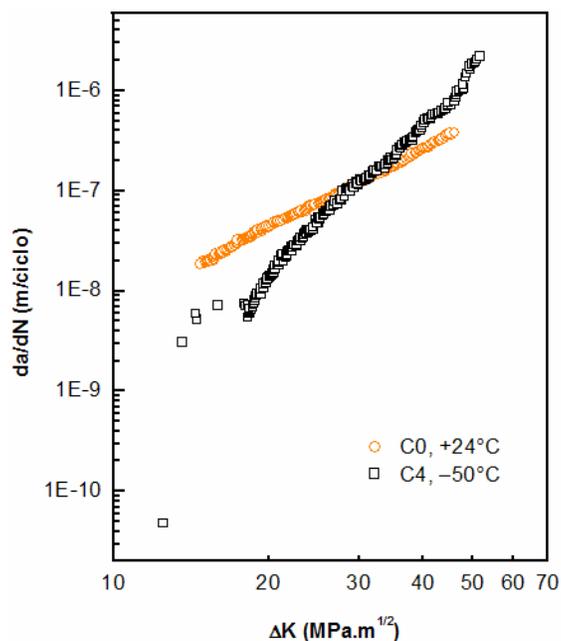


Figura 4.25- Curvas de propagação de trinca por fadiga para as condições C0 a $+24^{\circ}\text{C}$ e C4 a -50°C .

O aumento da resistência à propagação de trinca observada nos ensaios realizados à temperatura de -50°C , conforme mostrado nas Figuras 4.22 a 4.24, ocorre, como já mencionado no Capítulo 2, pelo fato do crescimento da trinca ser determinado pela deformação plástica cíclica na ponta da trinca; como a resistência à deformação plástica se eleva com o abaixamento da temperatura, a resistência à propagação de trinca também se elevará. Por outro lado, particularmente nos casos do aço, um outro fator influenciado pela temperatura está relacionado à transição dúctil-frágil no comportamento à deformação plástica do material. Essa transição, em temperaturas baixas, conduz a um considerável aumento na taxa de crescimento de trinca, o que é caracterizado pela elevação do parâmetro m da equação de Paris-Erdogan. Portanto, a influência do abaixamento da temperatura no comportamento à propagação de trinca no aço inoxidável duplex tipo 2205, se dá em função da alteração de dois fatores; o aumento da resistência à deformação plástica na ponta da trinca, que dificulta o processo, e a transição dúctil-frágil deste material que ocorre próximo à temperatura de -50°C , que tende a elevar a variação da taxa de propagação da trinca.

4.4 Micromecanismos de fratura

As Figuras 4.26 a 4.29 mostram imagens obtidas no MEV, de seções medianas da região fraturada (plano L e direção T), de um dos corpos de prova na condição solubilizada C0 e ensaiado na temperatura de $+24^{\circ}\text{C}$, correspondentes a quatro valores de ΔK . Como mencionado no início deste capítulo, a direção de propagação da trinca para todas as imagens mostradas, salvo dito em contrário, ocorrerá na horizontal e da esquerda para a direita.

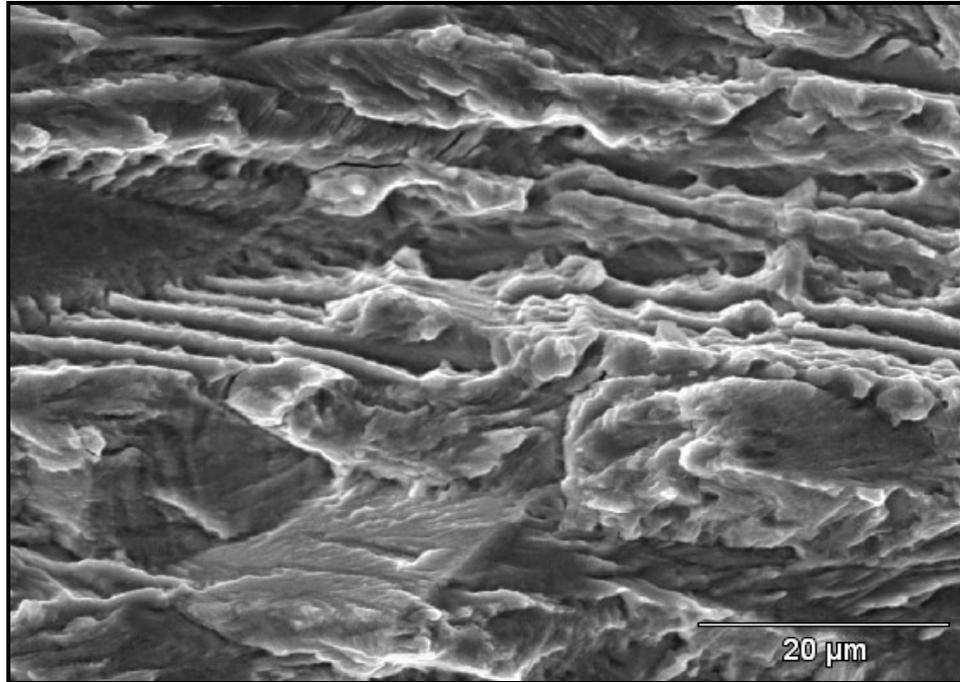


Figura 4.26- Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C0 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=19,3 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

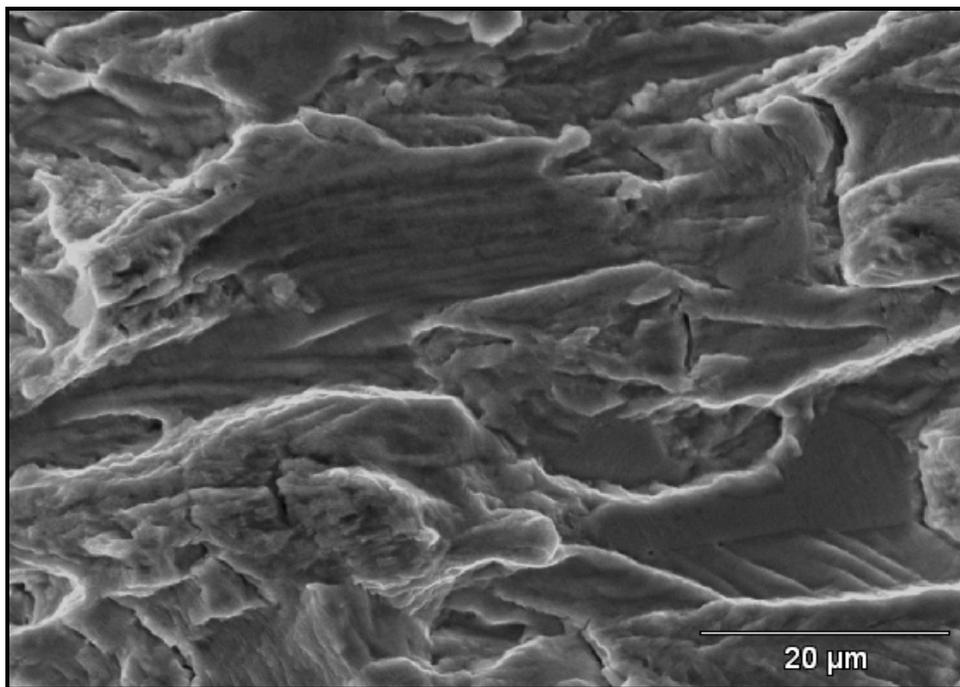


Figura 4.27- Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C0 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=25 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

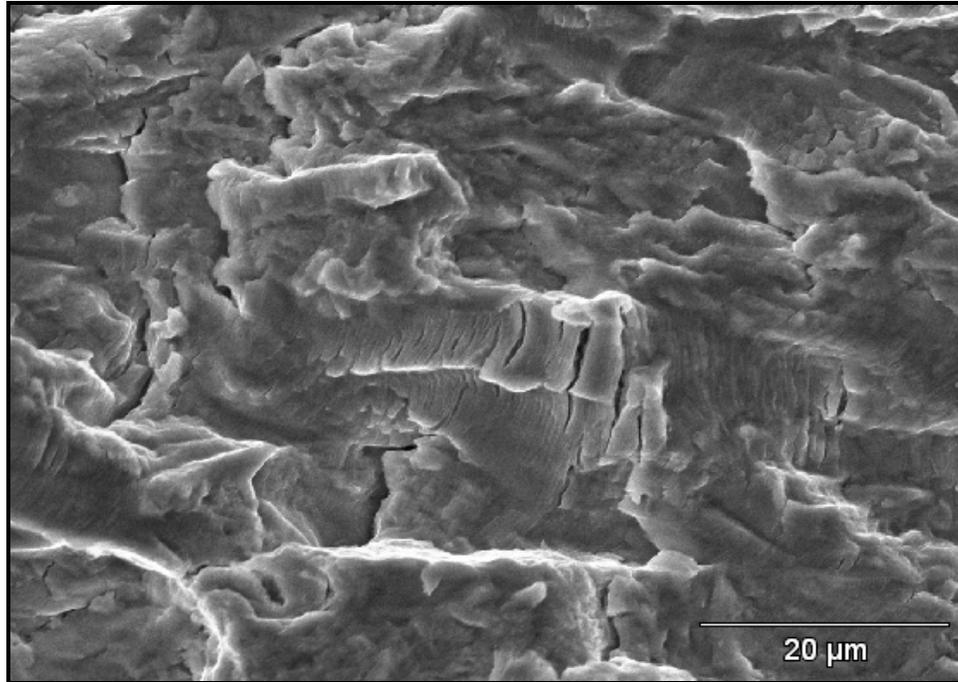


Figura 4.28- Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C0 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=44,1 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

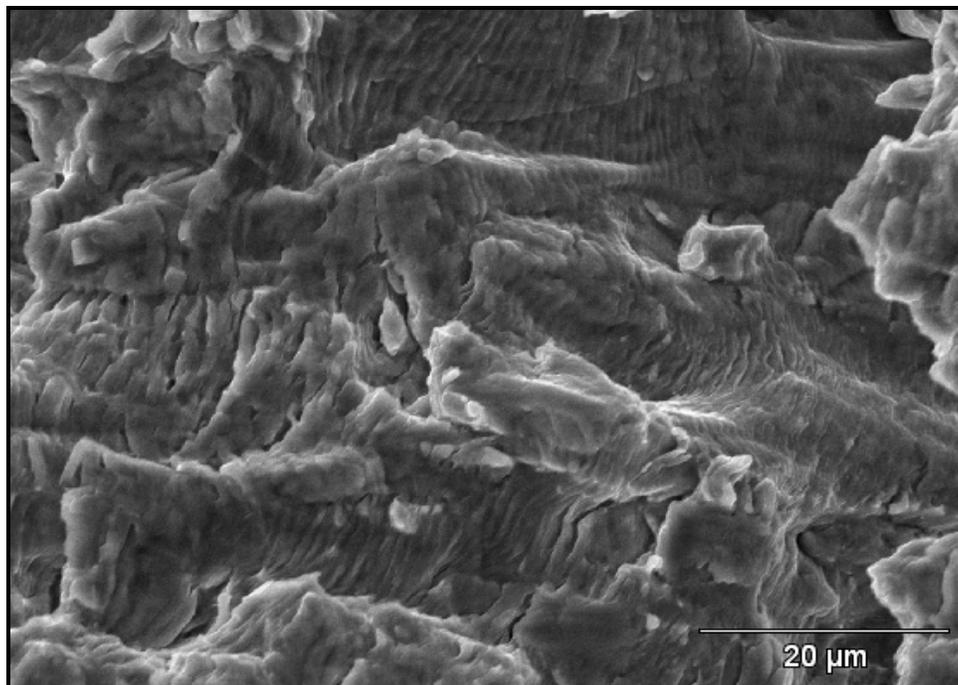


Figura 4.29- Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C0 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=73,3 \text{ MPa.m}^{1/2}$ (valor fora do limite de predominância elástica do material).

Observa-se nas figuras apresentadas, que o micromecanismo mais evidente na propagação da trinca é a formação de estrias dúcteis, tanto na austenita como na ferrita, e que estas estrias ficam mais claras de serem visualizadas à medida que o valores de ΔK se elevam.

A identificação da superfície de fratura das fases ferrita e austenita foi feita utilizando-se análise por energia dispersiva (AED), baseando-se na razão Cr/Ni (MAKHLOUF *et al.*, 2003), a qual é maior para a ferrita, conforme pode ser verificado dos gráficos da Figura 4.30, relativos a um dos resultados da análise para a superfície também ilustrada na Figura 4.30, bem como da Tabela 4.7, que relaciona os valores médios da análise para vários pontos da mesma superfície. A análise por AED também comprova que a fase austenita corresponde à área que apresenta estrias mais finas, confirmando assim, os estudos de IACOVIELLO *et al.* (1999) e MAKHLOUF *et al.* (2003). Essa diferença no espaçamento entre estrias das duas fases pode ser explicada pelo fato da austenita apresentar menor resistência mecânica quando comparada à ferrita.

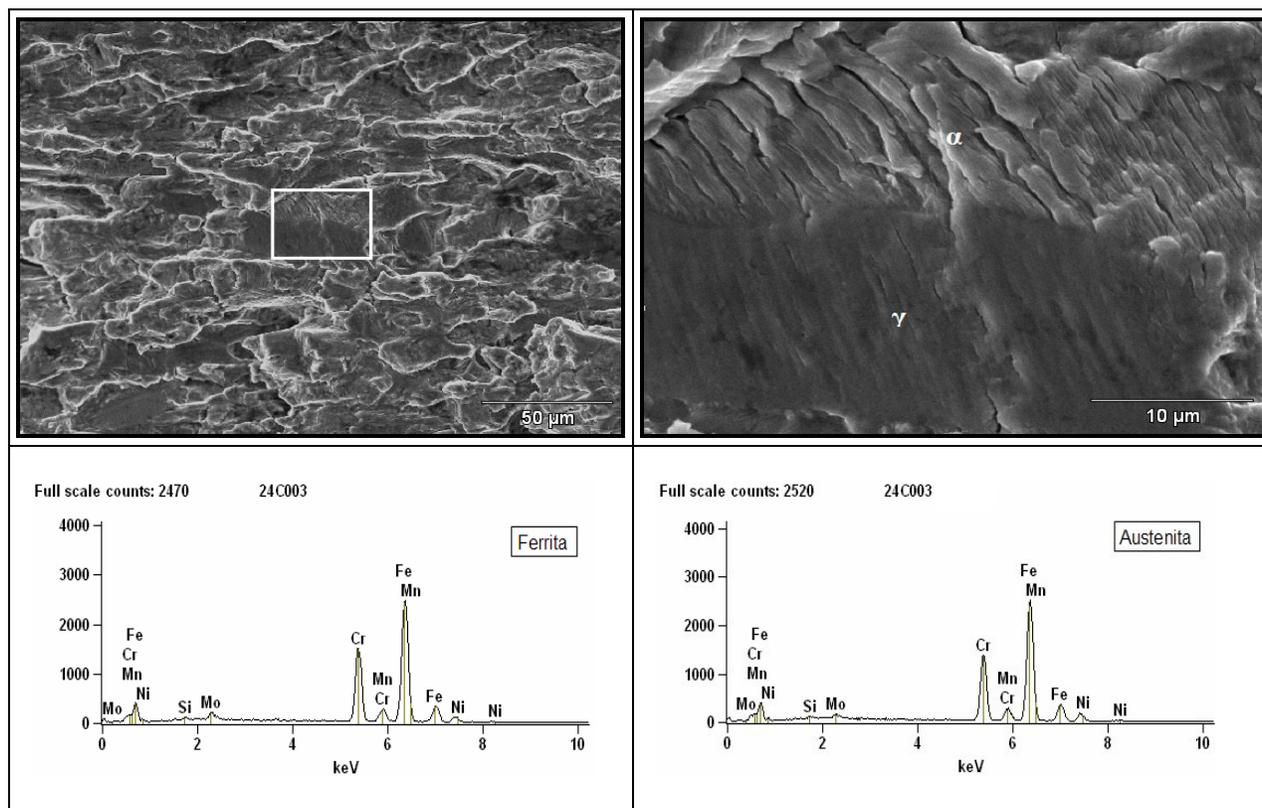


Figura 4.30- Identificação das fases ferrita e austenita na superfície de fratura de um corpo de prova na condição C0, utilizando-se análise por AED.

Tabela 4.7- FV d e ferrita e austenita obtidas por meio de AED em vários pontos da superfície mostrada na Figura 4.28.

Fase	Elementos quantificados (% em peso) *					
	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Mo
Ferrita	66,37 ± 0,53	24,70 ± 0,27	4,06 ± 0,35	1,42 ± 0,16	0,55 ± 0,05	2,89 ± 0,17
Austenita	67,88 ± 0,52	22,41 ± 0,26	6,27 ± 0,32	1,46 ± 0,16	0,37 ± 0,06	1,83 ± 0,16

Obs: * Média ± desvio padrão.

As Figuras 4.31 a 4.36 apresentam imagens obtidas no MEV, de seções medianas da região fraturada (plano L e direção T) de um dos corpos de prova na condição extrema C4 e ensaiado na temperatura de +24°C, correspondentes a seis valores de ΔK .

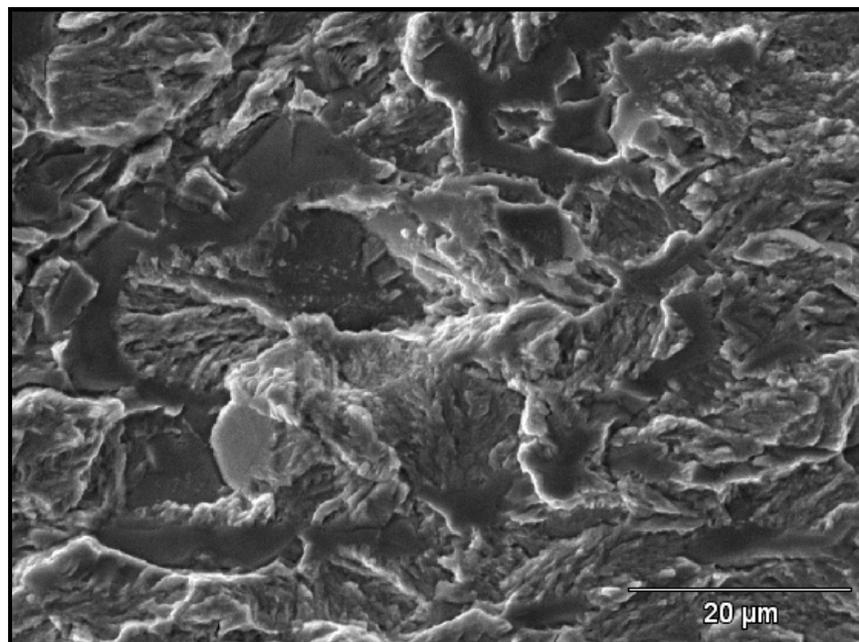


Figura 4.31- Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=18,2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

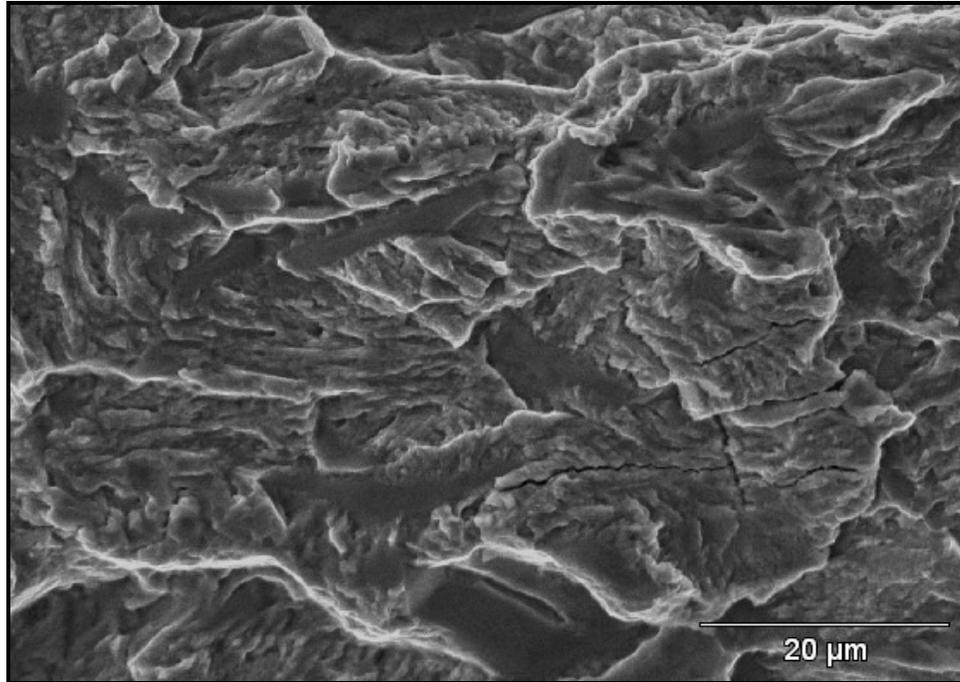


Figura 4.32- Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=22,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

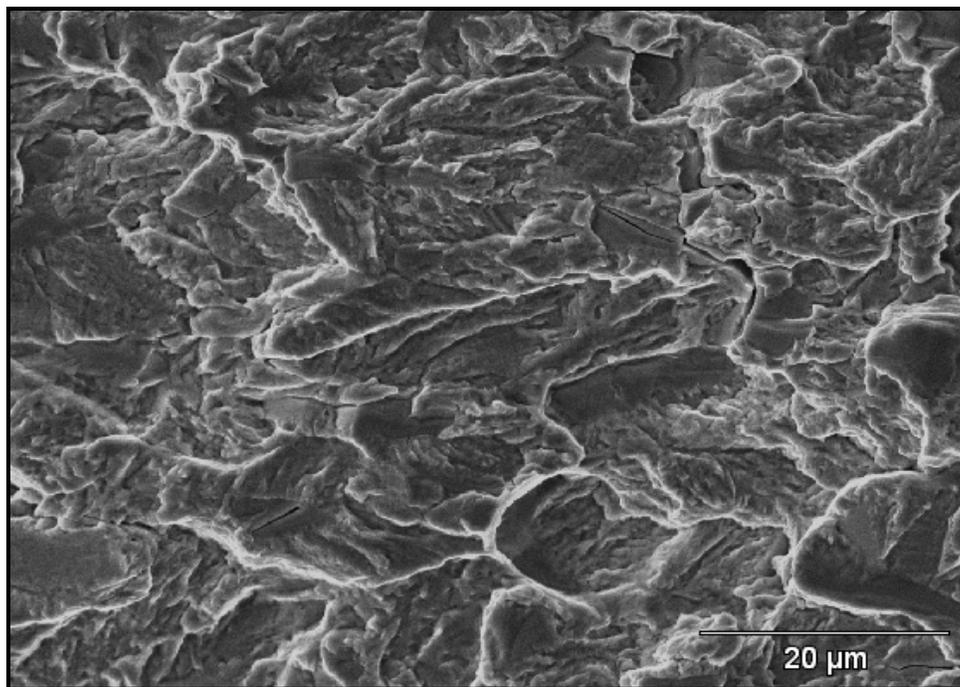


Figura 4.33- Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=24,1 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

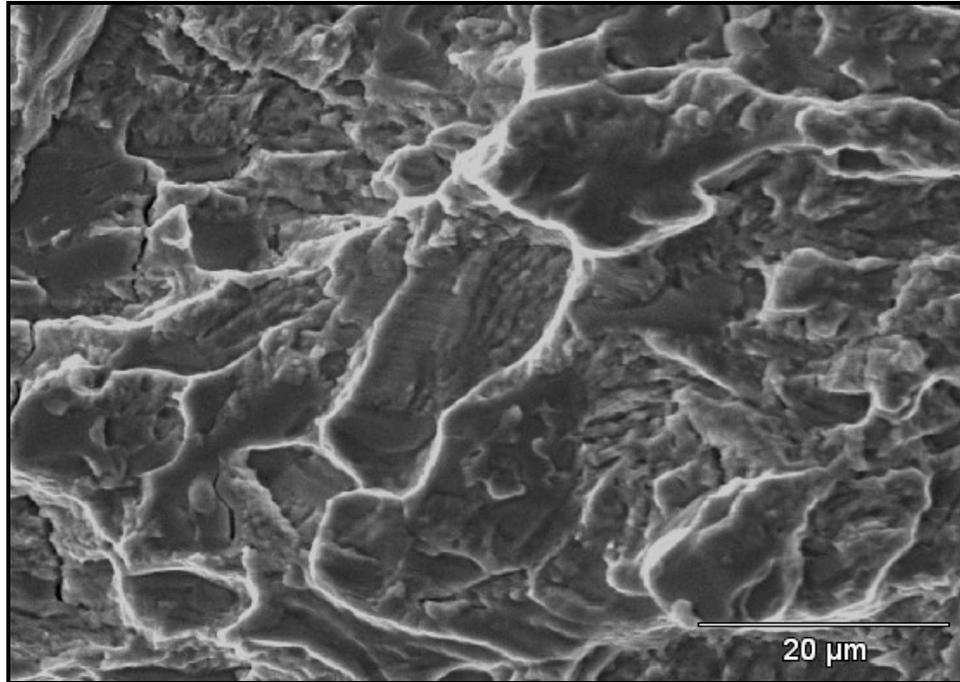


Figura 4.34- Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=35,1 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

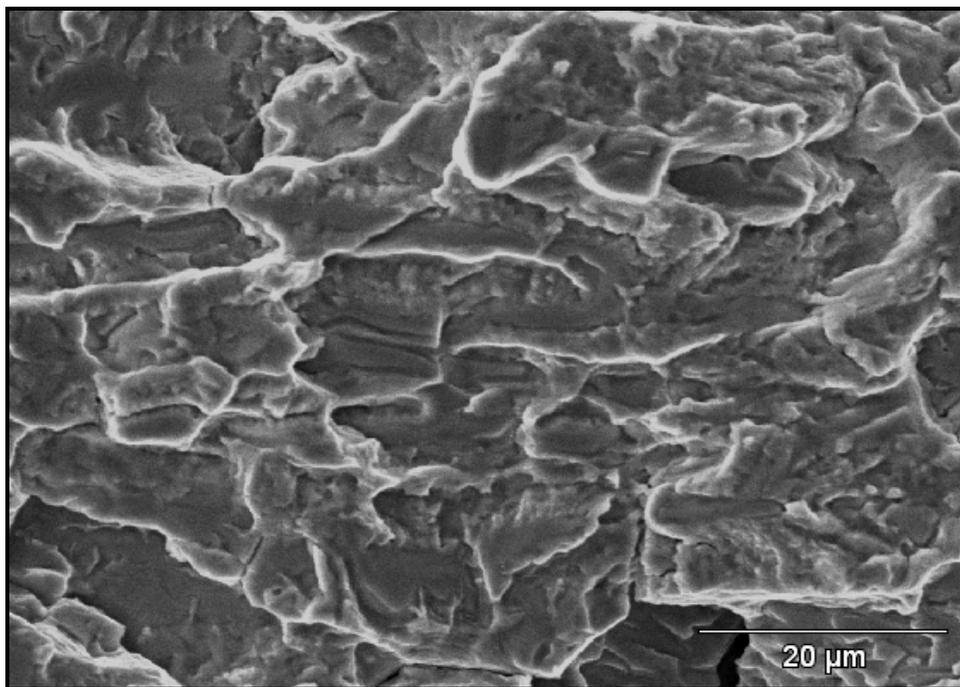


Figura 4.35- Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=48,6 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

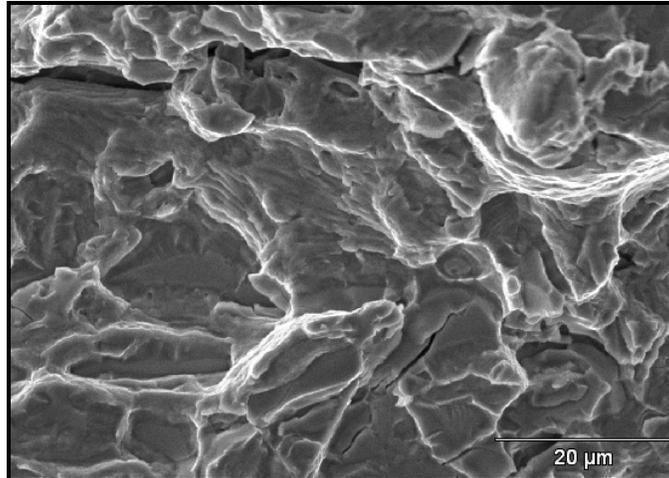


Figura 4.36- Imagem da seção fraturada de um dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperatura de +24°C, na posição correspondente a $\Delta K=62,3 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

A análise das figuras 4.31 a 4.36 mostra uma forte influência das modificações microestruturais, pela presença de fases frágeis, nos micromecanismos de propagação de trinca por fadiga, tendo como conseqüência a formação de áreas frágeis (clivagem) nas superfícies de fratura dos grãos de ferrita. As áreas correspondentes às fases frágeis precipitadas são caracterizadas pelo aspecto liso e mais escuro nas imagens, confirmadas pela comparação das composições químicas obtidas por meio de AED, em amostras polidas do material na condição C4, e diretamente nas áreas de fratura analisadas, conforme ilustra a Tabela 4.8. Os valores para a amostra polida foram retirados da Tabela 4.6.

Tabela 4.8- Composições químicas da fase Sigma presente no aço inoxidável duplex UNS S31803, na condição C4 e temperatura de 24°C, obtidas por meio de AED.

Amostras	Elementos quantificados (% em peso) *					
	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Mo
(1)	58,96 ± 0,51	29,48 ± 0,49	3,01 ± 0,36	1,86 ± 0,21	0,59 ± 0,07	5,83 ± 0,31
(2)	58,87 ± 0,88	30,32 ± 0,49	3,25 ± 0,30	1,83 ± 0,29	0,59 ± 0,11	5,14 ± 0,33

Obs.: * Média ± desvio padrão; (1) amostra polida; (2) superfície de fratura.

Observa-se também, nas figuras apresentadas, a presença de trincas secundárias nas áreas de clivagem correspondentes aos grãos de ferrita.

As diferenças relatadas nos mecanismos de fratura do material para as duas condições extremas (C0 e C4), são melhor visualizadas na Figura 4.37, a qual contrasta as superfícies de fratura obtidas para as duas condições analisadas e em três valores seqüenciais de ΔK .

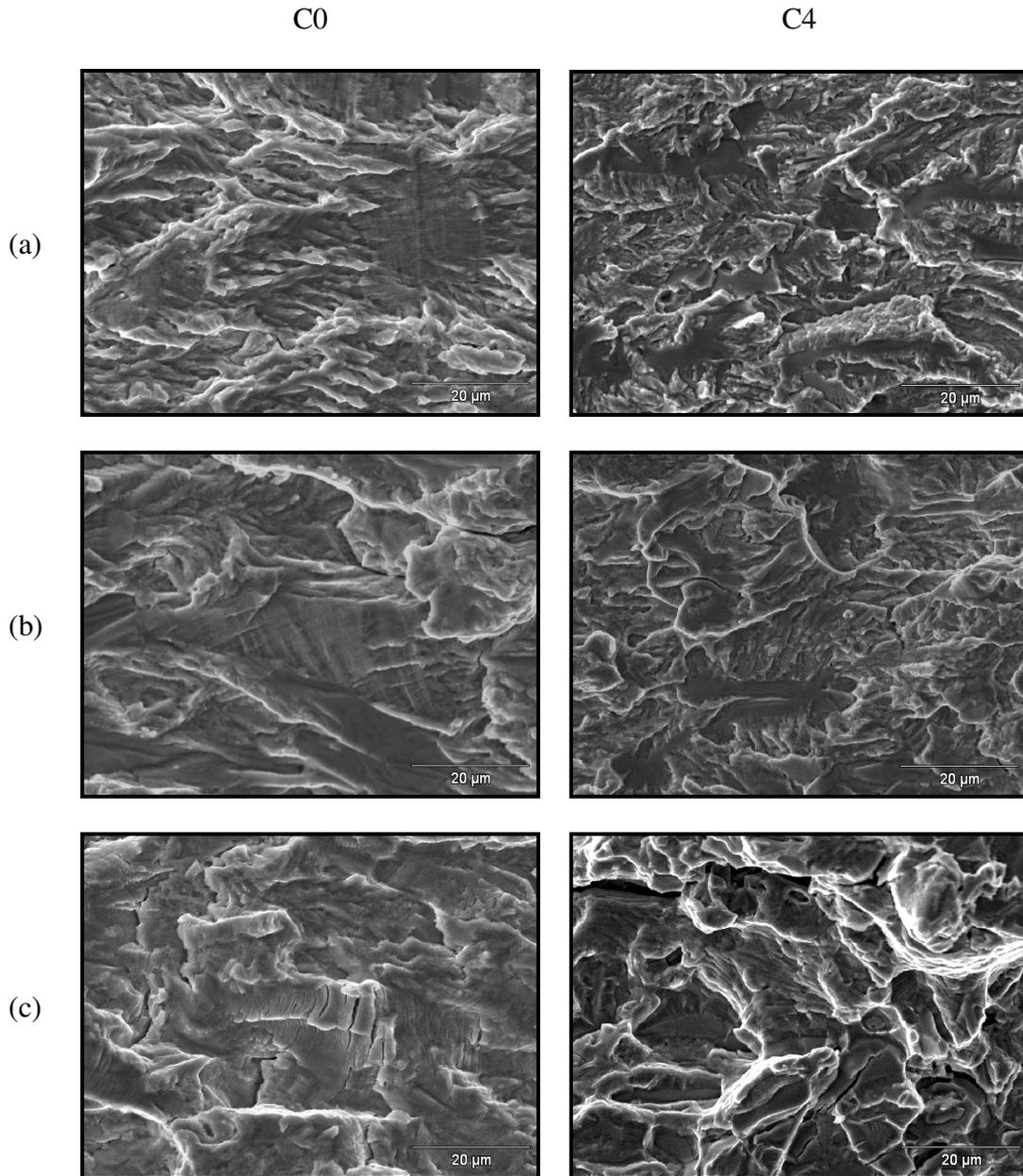


Figura 4.37- Imagens seqüenciais comparativas das seções fraturadas de corpos de prova de propagação de trinca por fadiga nas condições C0 e C4, respectivamente, e temperatura de +24°C: (a) $\Delta K=15,6 \text{ MPa.m}^{1/2}$, $\Delta K=15,79 \text{ MPa.m}^{1/2}$; (b) $\Delta K=31,4 \text{ MPa.m}^{1/2}$, $\Delta K=28,9 \text{ MPa.m}^{1/2}$; (c) $\Delta K=44,1 \text{ MPa.m}^{1/2}$, $\Delta K=43,8 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

A influência da redução da temperatura de ensaio nos mecanismos de fratura na propagação de trinca por fadiga no aço inoxidável duplex SAF2205 pode ser analisada utilizando-se as Figuras 4.38 e 4.39. Essas figuras mostram imagens obtidas no MEV, de seções medianas da região fraturada de corpos de prova nas condições microestruturais C0 e C4, respectivamente, ensaiados nas temperaturas de -20°C e -50°C e correspondentes a três valores sequenciais de ΔK .

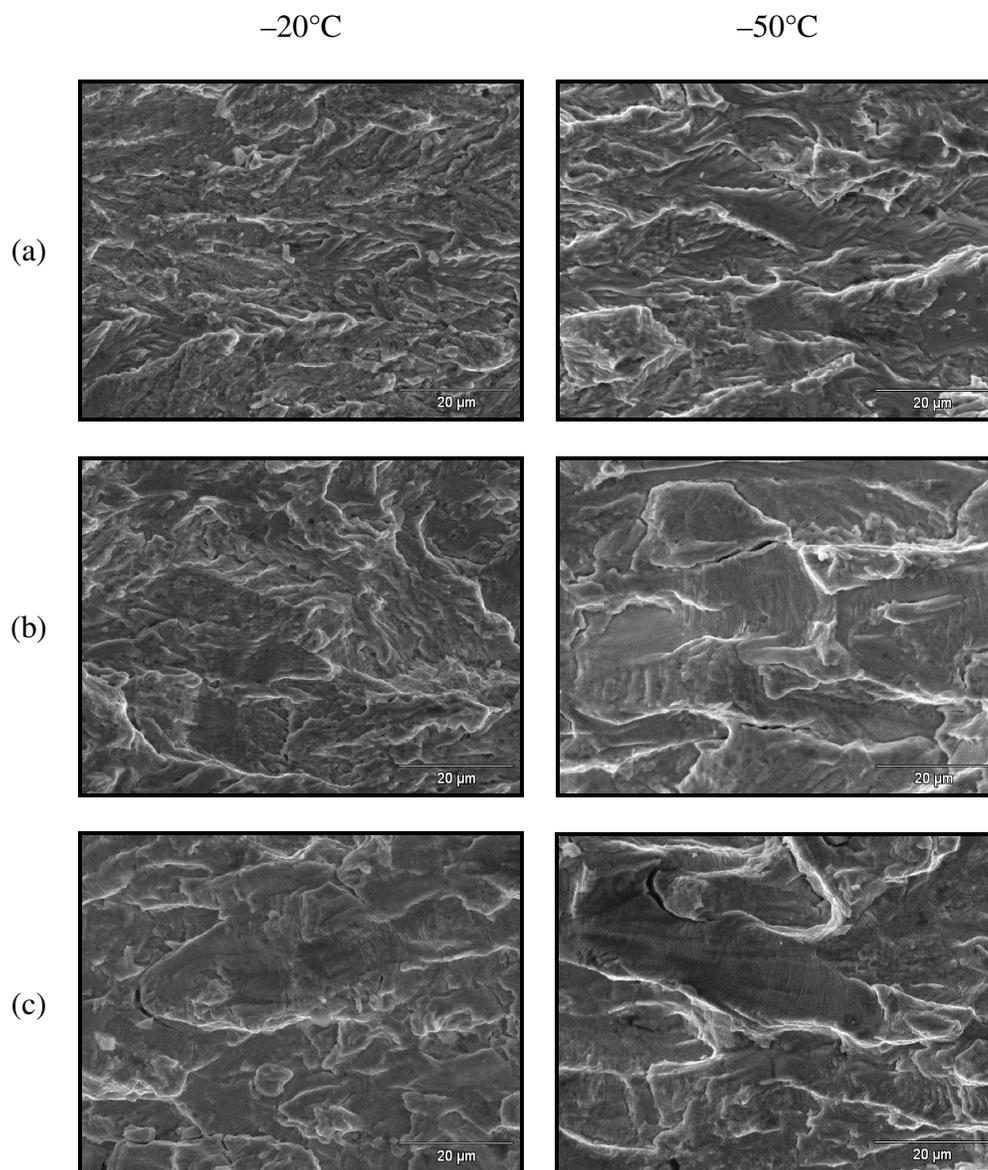


Figura 4.38- Imagens da seção fraturada de corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C0 e temperaturas de -20°C e -50°C , para três valores sequenciais de ΔK aproximadamente iguais para as duas temperaturas: (a) $\Delta K=17,3 \text{ MPa.m}^{1/2}$, $\Delta K=15,7 \text{ MPa.m}^{1/2}$; (b) $\Delta K=31,4 \text{ MPa.m}^{1/2}$, $\Delta K=31,7 \text{ MPa.m}^{1/2}$; (c) $\Delta K=49,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$, $\Delta K=47,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

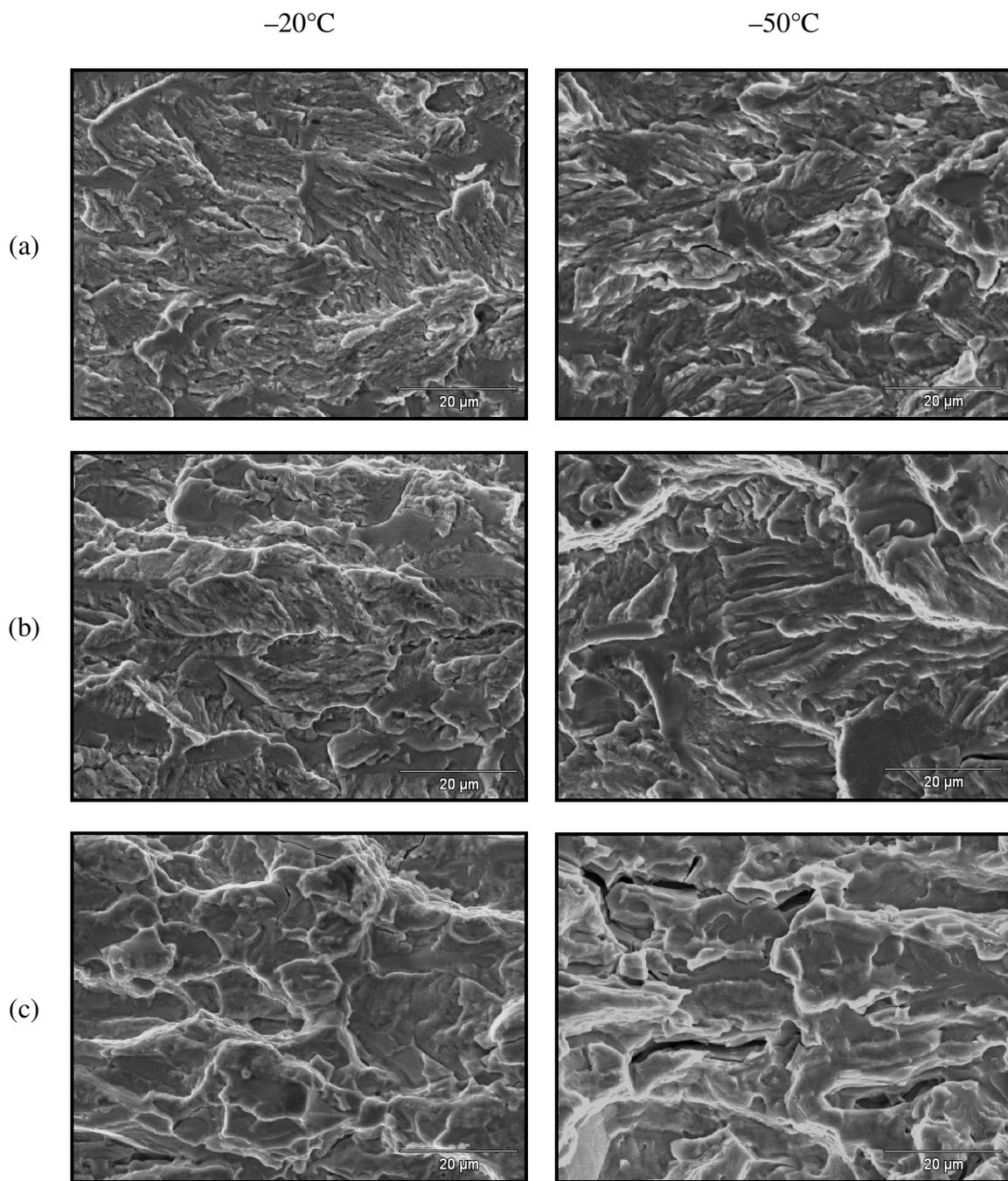


Figura 4.39- Imagens da seção fraturada de corpos de prova de propagação de trinca por fadiga na condição C4 e temperaturas de -20°C e -50°C, respectivamente, para três valores sequenciais de ΔK aproximadamente iguais nas duas temperaturas: (a) $\Delta K=15,7 \text{ MPa.m}^{1/2}$, $\Delta K=15,2 \text{ MPa.m}^{1/2}$; (b) $\Delta K=31,3 \text{ MPa.m}^{1/2}$, $\Delta K=31,7 \text{ MPa.m}^{1/2}$; (c) $\Delta K=44,3 \text{ MPa.m}^{1/2}$, $\Delta K=47,4 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

A análise dessas figuras comparativamente àquelas obtidas para os ensaios realizados à temperatura ambiente, demonstra que, independente da condição microestrutural do material, o aspecto das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados não apresentam modificações consideráveis. Portanto, as temperaturas negativas nos níveis em que foram adotadas neste trabalho, apesar de promoverem importantes modificações no comportamento à propagação de trinca por fadiga no aço inoxidável duplex tipo SAF2205, pouco influenciam os micromecanismos de fratura do processo.

4.5 Correlação entre a propagação macroscópica da trinca de fadiga e o espaçamento entre estrias

A Figura 4.40 apresenta a curva de propagação de trinca por fadiga para um dos corpos de prova na condição solubilizada, ensaiado à temperatura ambiente, bem como os pontos calculados a partir dos espaçamentos entre estrias observadas na análise das imagens obtidas por MEV em diversas regiões da superfície de fratura do mesmo corpo de prova. A Figura 4.40 ainda mostra os pontos calculados pela correlação de Bates & Clark, para os valores de ΔK correspondentes às posições das estrias analisadas. A Figura 4.41 destaca as imagens da superfície de fratura para quatro dessas regiões, em cujas legendas são citadas, respectivamente, a posição das estrias com relação ao início da trinca, o correspondente valor de ΔK e o espaçamento médio entre as estrias de fadiga nessa área.

Verifica-se da análise da Figura 4.40, que as taxas de propagação de trinca calculadas a partir da medida dos espaçamentos entre estrias observadas na superfície de fratura são discrepantes com relação àquelas correspondentes aos mesmos valores de ΔK na curva de propagação de trinca obtida experimentalmente (curva macroscópica), principalmente para valores menores de ΔK , onde a maioria das taxas calculadas está bem acima dos correspondentes pontos da curva macroscópica; para valores de ΔK mais elevados, os pontos observados tendem a se posicionar mais próximos e abaixo da curva experimental.

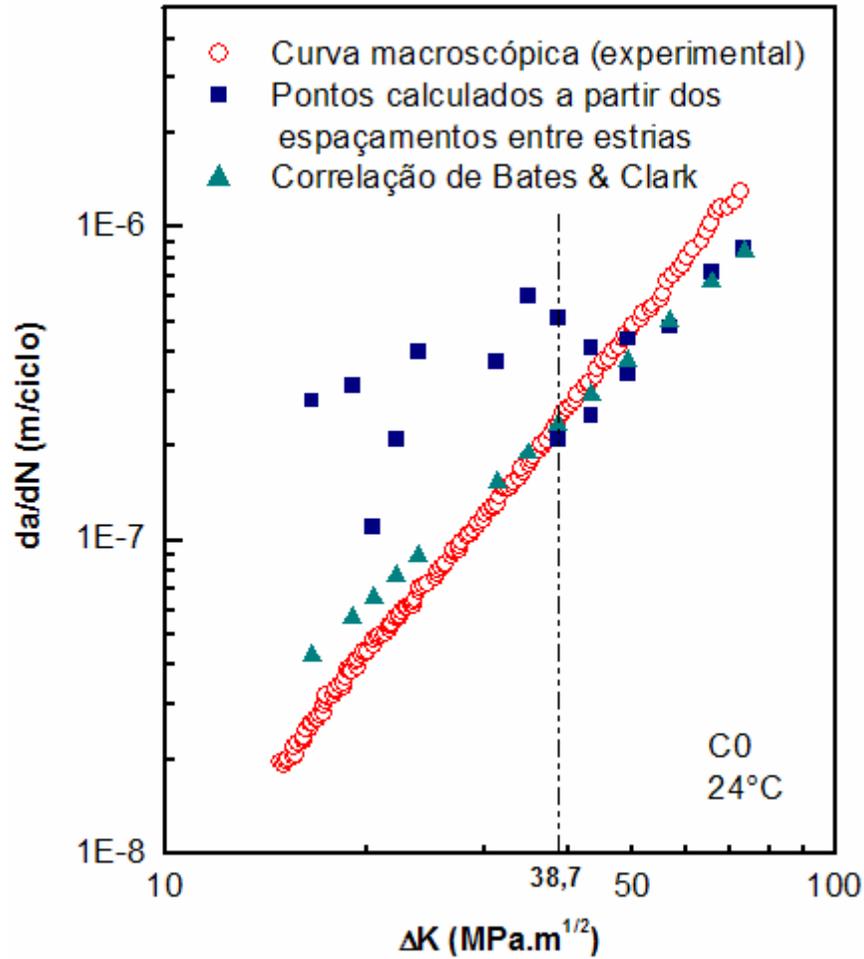


Figura 4.40- Diagrama correlacionando a curva obtida no ensaio de propagação de trinca por fadiga de um dos corpos de prova na condição solubilizada e temperatura de +24°C, com os pontos calculados a partir dos espaçamentos entre estrias observadas na análise das fractografias, algumas delas mostradas na Figura 4.42. Neste caso, o espaçamento entre estrias é considerado o da/dN .

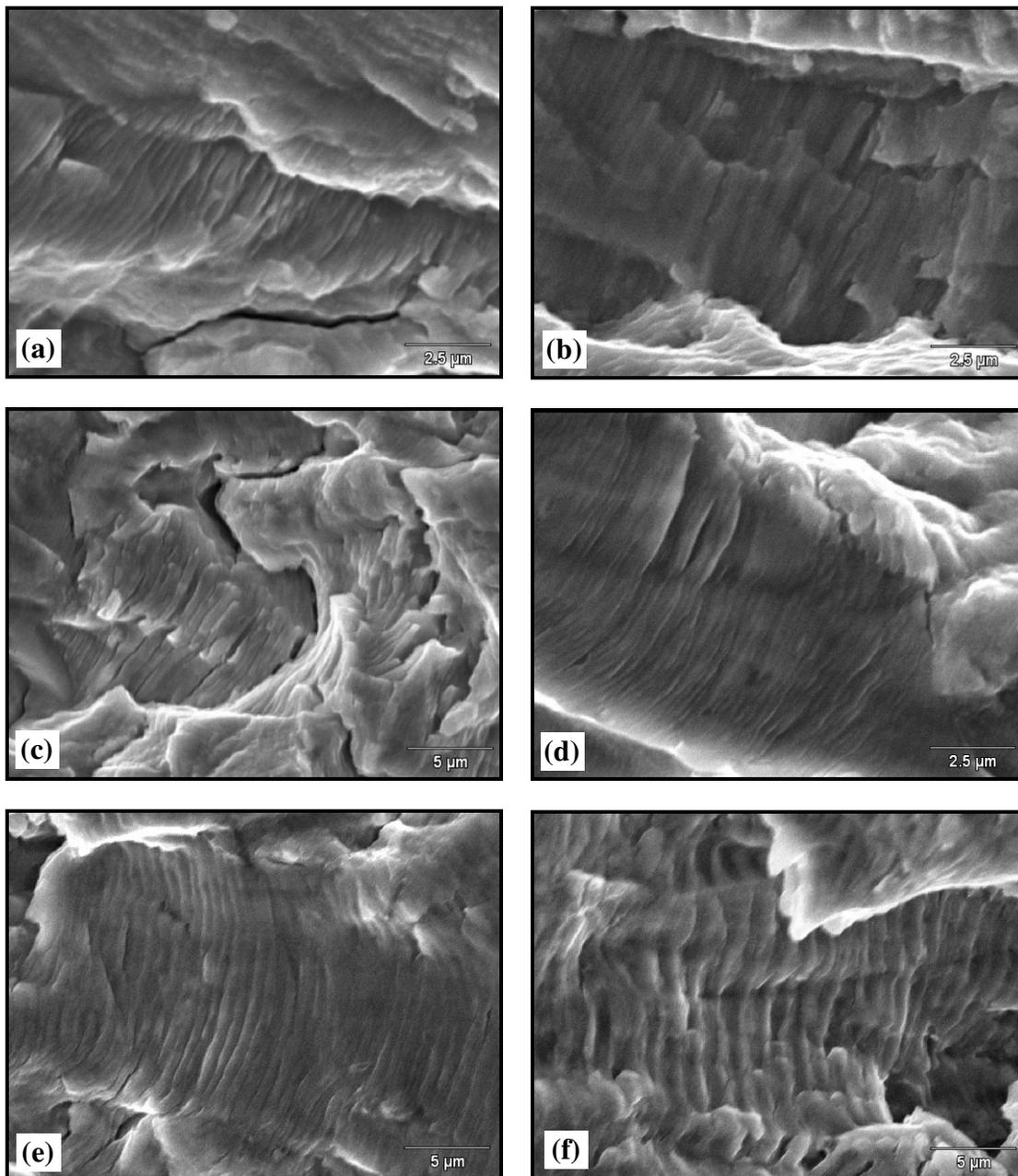


Figura 4.41- Imagens da superfície de fratura obtida por MEV, de um dos corpos de prova na condição solubilizada (C0) e ensaiado à temperatura de +24°C: (a) distância da origem=6 mm, $\Delta K=19,1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, espaçamento médio=0,00031 mm; (b) distância da origem=9 mm, $\Delta K=23,9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, espaçamento médio=0,00040 mm; (c) distância da origem=14 mm, $\Delta K=38,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, espaçamento médio=0,00021 mm; (d) distância da origem=15 mm, $\Delta K=43,3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, espaçamento médio=0,00025 mm; (e) distância da origem=18 mm, $\Delta K=65,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, espaçamento médio=0,00069 mm; (f) distância da origem=19 mm, $\Delta K=75,4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, espaçamento médio=0,0012 mm.

Além dos problemas relacionados com as condições metalúrgicas do material e com a observação das estrias por meio da microscopia eletrônica, discutidos no item 2.2.6, as diferenças observadas entre as taxas de propagação de trinca por fadiga macroscópica e microscópica têm a contribuição de várias causas. MAKHLOUF *et al* (2003), em um estudo para verificar a influência do meio na propagação de trinca por fadiga no aço inoxidável duplex EN X6CrNiMoCu 25-6, sugerem que uma das explicações para a diferença mencionada é o fato da formação de estrias ser um processo bem localizado na ponta da trinca, onde elas podem ser geradas em diversas orientações e, por essa razão, as taxas de crescimento de trinca medidas macroscopicamente são, na verdade, as médias das taxas microscópicas distribuídas pelo grão ou pela orientação das estrias com relação à orientação da trinca. Um outro fato que explica parcialmente a diferença no comportamento entre as duas taxas de propagação da trinca está relacionado com a fase austenita; essa fase, sendo mais dúctil que a ferrita, parece ser mais deformável durante a propagação por estrias, conforme citam MAKHLOUF *et al* (2003), e por esse motivo a taxa de propagação nesse constituinte é mais lenta, retardando, dessa forma, todo o processo de crescimento de trinca. Isso pode ser comprovado na análise por AED, a qual mostra que, para valores semelhantes de ΔK , as estrias observadas na austenita possuem, quase sempre, espaçamentos menores que as verificadas na ferrita. A análise por AED também indica que os pontos mais próximos à curva experimental são, em geral, correspondentes às taxas de propagação de trinca na fase austenita; na Figura 4.40, para $\Delta K=38,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, por exemplo, a taxa de propagação na austenita foi calculada em torno de $2,1 \times 10^{-7} \text{ m/ciclo}$, enquanto a mesma taxa na fase ferrita ficou próxima a $5,1 \times 10^{-7} \text{ m/ciclo}$, e a observada experimentalmente aproximadamente igual a $2,3 \times 10^{-7}$. Essa observação concorda com os estudos dos autores citados, onde afirmam que em uma estrutura duplex a propagação de trinca no ar ambiente é controlada pela fase austenita.

Particularmente, no caso de valores de ΔK mais elevados, a tendência de redução constatada nas taxas microscópicas a níveis mais baixos que as macroscópicas para valores equivalentes de ΔK , ocorre devido aos valores experimentais serem o resultado da contribuição de vários mecanismos de fratura, sendo o de estrias apenas um deles, como mostrado pela Equação 2.12. Como para níveis elevados de ΔK é comum também a ocorrência da coalescência de microvazios ("dimples"), conforme ilustra a Figura 4.42, a determinação microscópica da taxa de propagação

de trinca baseada somente na análise de estrias fornecerá valores que estarão sempre abaixo dos correspondentes à curva experimental (macroscópica), o que é confirmado pelos estudos de HEISER & HERTZBERG (1971, *apud* HERTZBERG, 1996) para um aço bandeado².

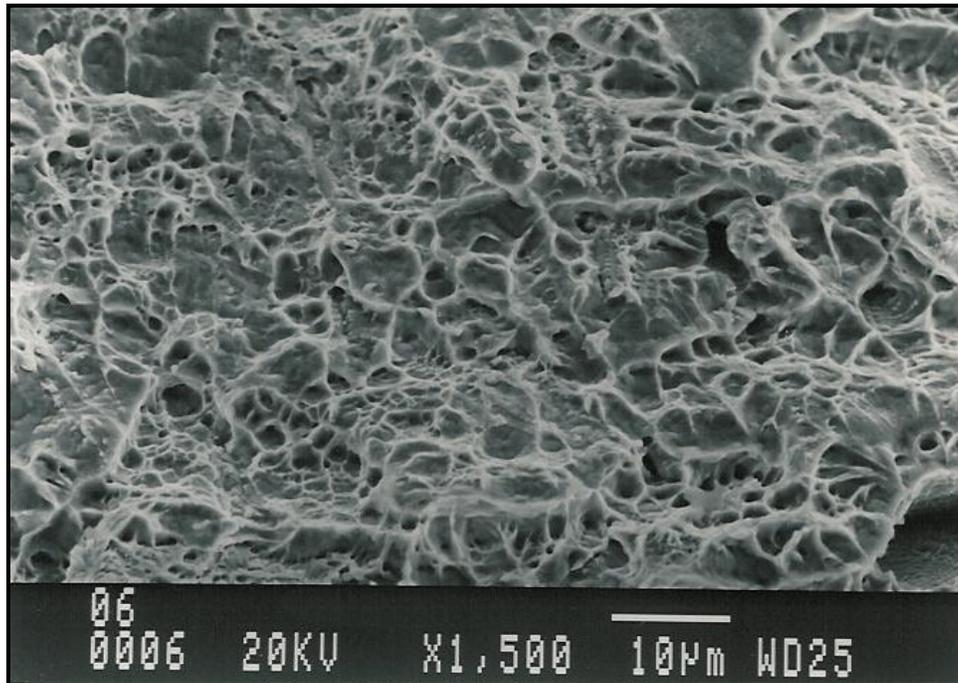


Figura 4.42- Fractografia da região próxima à fratura final ($\Delta K=69,9 \text{ MPa.m}^{1/2}$), mostrando a existência de microvazios ("dimples").

Com relação às taxas de propagação de trinca por fadiga calculadas a partir da correlação de Bates & Clark mostrada na Equação 2.13, verifica-se que elas apresentam uma boa aproximação dos pontos correspondentes na curva experimental, com os valores finais praticamente coincidindo com os pontos determinados pelos espaçamentos entre estrias.

² Aço bandeado: apresenta a microestrutura formada por camadas alternadas de ferrita e perlita.

Capítulo 5

Conclusões e Sugestões para Trabalhos Futuros

5.1 Conclusões

Em relação ao aço inoxidável duplex do tipo 2205 utilizado neste trabalho, do qual se verificou o comportamento à propagação de trinca por fadiga sob a influência das condições microestruturais obtidas por meio de tratamentos isotérmicos (a 850°C por diferentes tempos de tratamento presença de fases frágeis, além da condição inicial solubilizada a 1060°C) e da temperatura de ensaio (+24°C, -20°C e -50°C), pode-se concluir que:

1- Os tratamentos térmicos realizados no material na temperatura de 850°C pelos tempos totais de 25 a 120 minutos, com posterior resfriamento em água, levaram à precipitação das fases Sigma e Chi, com redução da fração de ferrita e elevação da fração de austenita. As frações volumétricas das fases Sigma e Chi precipitadas variaram de 0,7% a 8,6%, havendo predominância da fase Sigma;

2- A presença de fases fragilizantes no material, nos níveis de fração volumétrica alcançados neste trabalho, proporcionou o aumento inicial da resistência à propagação de trinca por fadiga em todas as condições analisadas, relativamente à condição microestrutural solubilizada, C0. Contrapondo-se a essa tendência, a quantidade crescente dessas fases atuou no sentido de reduzi-la, bem como de acelerar a propagação de trinca, a tal ponto que, na condição mais extrema –

tratada a 850°C por 100 minutos (C4) –, a taxa de propagação superou a do material na condição C0 para valores de ΔK relativamente baixos; portanto, o aumento inicial demonstrado na resistência à propagação de trinca por fadiga no material envelhecido comparada à do material solubilizado pode ser atribuído ao fechamento de trinca induzido por rugosidade superficial causado pela propagação predominantemente intergranular, proporcionada pela precipitação de fases frágeis nos contornos de grãos;

3- Pequenos aumentos na fração volumétrica das fases precipitadas no material foram suficientes para promover discretas modificações nas taxas de propagação de trinca por fadiga;

4- A tenacidade do material, medida por meio do parâmetro K_{max} , diminuiu com a elevação da FV de fases frágeis precipitadas;

5- A influência da redução da temperatura de ensaio nas taxas de propagação de trinca por fadiga do aço inoxidável duplex tipo 2205 ocorreu mais evidentemente à -50°C, em função da alteração de dois fatores: o aumento da resistência à deformação plástica na ponta da trinca que elevou a resistência à sua propagação, e a transição dúctil-frágil que acontece, nesse tipo de aço, próximo à temperatura de -50°C, que também elevou a variação da taxa de propagação da trinca. Esses fatores atuaram conjuntamente, de tal forma que as taxas de crescimento de trinca diminuíram em relação àquelas obtidas à temperatura ambiente, mas tenderam a se equiparar pela elevação de ΔK durante o processo;

6- O micromecanismo de fratura mais evidente na propagação da trinca na condição solubilizada (C0) foi a formação de estrias dúcteis, tanto na austenita como na ferrita. Já na outra condição extrema com relação à fração de fases precipitadas, tratada a 850°C por 100 minutos, o aspecto das superfícies de fratura mostrou uma forte influência das modificações microestruturais, impostas pela presença dessas fases, nos micromecanismos de fratura do material, tendo como consequência a formação de áreas frágeis, muito provavelmente, associadas com a clivagem da ferrita;

7- Independentemente da condição microestrutural do material, o aspecto das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados não apresentaram modificações consideráveis quando da redução da temperatura de ensaio nos níveis em que foram adotadas neste trabalho, apesar de promoverem importantes modificações no comportamento à propagação de trinca por fadiga;

8- Os valores das taxas de propagação de trinca por fadiga determinados por meio da medida do espaçamento entre estrias, observadas por microscopia eletrônica de varredura na condição solubilizada do material em análise, mostrou um razoável desajuste quando comparados com os pontos da curva experimental – $da/dN \times \Delta K$ – correspondentes aos mesmos valores de ΔK . Para as demais condições microestruturais, a observação de áreas com estrias nas fratógrafias é menos evidente, o que impossibilitou os estudos comparativos entre as taxas experimental e microscópica para essas condições.

5.1 Sugestões para trabalhos futuros

1- Estudar a metodologia dos ensaios de propagação de trinca por fadiga como ferramenta para a estimativa da tenacidade à fratura dos aços inoxidáveis duplex tipo 2205.

2- Estabelecer correlações experimentais entre as propriedades de propagação de trincas por fadiga com as propriedades mecânicas básicas (propriedades de tração) e a tenacidade à fratura, para o aço inoxidável duplex 2205 nas condições analisadas neste trabalho.

Referências Bibliográficas

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *E-3*. Standard guide for preparation on metallographic specimens. Philadelphia, 2001. 12p.

_____. *E-399*. Standard test methods for plane-strain fracture toughness of metallic materials. Philadelphia, 1990 (Reapproved 1997). 31p.

_____. *E-647*. Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates. Philadelphia, 2000. 42p.

_____. *E-1150*. Standard definitions of terms relating to fatigue. Philadelphia, 1987 (Reapproved 1993). 10p.

_____. *E-1823*. Standard terminology relating to fatigue and fracture testing. Philadelphia, 1996 (Reapproved 2002). 21p.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Fatigue and microstructure. *ASM seminar*, St. Louis, Missouri, october 1978.

ANDERSON, T.L. *Fracture mechanics: fundamentals and applications*. 2.ed. Boca Raton: CRC Press, 1995, 688p.

ANTUNES, F.V.; RAMALHO, A.; FERREIRA, J.M. Identification of fatigue crack propagation modes by means of roughness measurements. *International Journal of Fatigue*, v.22, p.781-788, 2000.

ASKELAND, Donald R.; PHULÉ, Pradeep P. *The science and engineering of materials*. 4.ed. California: Brooks/Cole-Thomson Learning, p. 571, 2003. Cap. 12: Ferrous alloys, p.542-589.

BAIK, Y.M.; KIM, K.S. The combined effect of frequency and load level on fatigue crack growth in stainless steel 304. *International Journal of Fatigue*, v.23, p.417-425, 2001.

BEACHEM, C.D. Electron fractographic studies of mechanical fracture processes in metals. *ASME Journal of Basic Engineering*, v.87, p.299, june 1965.

BOTTREL COUTINHO, C. *Materiais metálicos para engenharia*. Belo Horizonte: Fundação Christiano Ottoni, 1992. Cap. 1: Materiais Resistentes à corrosão e oxidação, p.1-75.

BRANCO, C.A.G.M. *Mecânica dos materiais*. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1985. Cap. 14: Fadiga dos metais, p.903-1047.

BRANCO, C.A.G.M. et al. *Fadiga de estruturas soldadas*. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1986. Cap. 2: Introdução ao estudo da fadiga, p.137-192.

_____. *Fadiga de estruturas soldadas*. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1986. Cap. 3: Aplicação da mecânica da fratura à fadiga, p.193-290.

BRANCO, C.M.; RADON, J.C.; CULVER, L.E. Growth of fatigue in steels. *Metal Science*, v.10, n.5, p.149-155, may 1976.

BRESCIANI FILHO, ETTORE. *Seleção de materiais metálicos*. Campinas: Editora da UNICAMP, 1986. Cap. VI: Materiais metálicos resistentes à corrosão, 1ª parte- Aços inoxidáveis, p.243-267.

BRITISH STANDARDS INSTITUTION, *BS 5762*. Methods for crack opening displacement (COD) testing, 1979.

CABRERA, J.M. et al. Hot deformation of duplex stainless steels. *Journal of Materials Processing Technology*, Article in press, 2002.

CALLISTER JR., William D. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. 6.ed. New York: John Wiley & Sons, p.338, 2003. Chapter 11: Applications and processing of metal alloys, p.332-382.

CAPELLO, E. et al. Laser welding and surface treatment of a 22Cr-5Ni-3Mo duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, v.351, p.334-343, 2003.

CHAN, K.S.; JONES, P.; WANG, Q. Fatigue crack growth and fracture paths in sand cast B319 and A356 aluminum alloys. *Materials Science of Engineering A*, v.341, p.18-34, 2003.

CHARLES, J. Super duplex stainless steels: structure and properties. *In: Duplex Stainless Steels'91*, Beaune, 1991. Proceedings. ed.: Charles, J., Bernhardsson, S. Les Ulis, France, Les Éditions de physique, 1991. v.1, p.151-168.

CHARLES, J. Duplex stainless steels from theory to the practice. *La Metallurgia Italiana*, v.87, n.2, p.83-91, 1995.

CHEN, T.H.; WENG, K.L.; YANG, J.R. The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel. *Materials Science of Engineering A*, v.338, p.259-270, 2002.

CHIAVERINI, VICENTE. *Aços e ferros fundidos*. 7.ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2002. Cap. 23: Aços resistentes à corrosão, p.381-424.

_____. *Aços e ferros fundidos*. 7.ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, p.176, 2002a. Cap. 9: Aços-carbono e aços-liga. Classificação e propriedades mecânicas, p.175-202.

COLPAERT, Hubertus. *Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns*. 3^a Ed. São Paulo: Editora Edgard Blucher, 1974.

CONNORS, W.C. Fatigue striation spacing analysis. *Materials Characterization*, v.33, n.3, p.245-253, october 1994.

CORTIE, M. B.; JACKSON, E. M. L. E. M. Simulation of the precipitation of Sigma phase in duplex stainless steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.28A, p.2477-2484, december 1997.

CROOKER, T.W.; BOGAR, F.D.; KONDAS, K.R. Influence of experimental factors on corrosion-fatigue crack growth-rate characterization in 17-4 PH steel. *Report of NRL Progress*, p.21-23, may 1976.

DIETER, G.E. *Metalurgia mecânica*. 2^a Ed. Rio de Janeiro: Ed. Guanabara Dois, 1981. Cap. 12: Fadiga dos metais, p.344-384.

DONAHUE, R.J. et al. Crack opening displacement and the rate of fatigue crack growth. *International Journal of Fracture Mechanics*, v.8, p.209-219, june 1972.

DOWLING, Norman E. *Mechanical behavior of materials*. New Jersey: Prentice Hall, 1993.

DUPOIRON, F.; AUDOUARD, J. P. Duplex stainless steels: a high mechanical properties stainless steels family. *Scandinavian Journal of metallurgy*, v.25, p.95-102, 1996.

ERDOGAN, F.; RATWAMI, M. Fatigue and fracture of cylindrical shells containing a circumferencial crack. *International Journal of Fracture*. V.6, n.4, p.379-391, february 1970.

EWALDS, H.L.; WANHILL, R.J.H. *Fracture mechanics*. Baltimore: Edward Arnold Ltd., 1984.

EL-SHABASY, A.B.; LEWANDOWSKI, J.L. Effects of load ratio, R, and test temperature on fatigue crack growth of fully pearlitic eutectoid steel (fatigue crack growth of pearlitic steel). *International Journal of Fatigue*, v.26, n.3, p.305-309, 2004.

FORMAN, R.G.; KEARNEY, V.E.; ENGLE, R.M. Numerical analysis of crack propagation in cyclic-loaded structures. *Journal of Basic Engineering*, v.89, p.459-464, 1967.

FORSYTH, P.J.E.; RYDER, D.A. Some results derived from the microscopic examination of crack surfaces. *Aircraft Engineering*, v.32, p.96-99, 1960.

FORSYTH, P.J.E.; RYDER, D.A. Some results of the examination of aluminium alloy specimen fracture surfations. *Royal Aircraft Establishment*, p.117-124, march 1961.

FREIRE, J.M. *Materiais de construção mecânica: Fundamentos de tecnologia mecânica*. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 1983. Cap. VIII: Produtos siderúrgicos, p.127-162.

FROST, N.E.; MARSH, K.J.; POOK, L.P. *Metal fatigue*. London: Oxford University Press, 1974. Chapter 1: Introduction, p.1-5.

FURUKAWA, K. Method for service load from striation width and height. *Materials Science and Engineering A*, v.285, p.80-84, 2000.

GARCIA, A.; SPIM, J.A.; SANTOS, C.A. DOS. *Ensaio dos materiais*. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2000. Cap. 8: Ensaio de fadiga, p.129-153.

GDOUTOS, E.E. *Fracture mechanics: an introduction*. In: Solid mechanics and its applications, v. 14. Dordrecht: Kluwer Academic Publishers, 1993. Chapter 9: Fatigue and environment-assisted fracture, p.265-292.

HAWKINS, D.T.; HULTGREN, R. Constitution of binary alloys. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals Handbook: Metallography, structures and phase diagrams. Ohio: Metals Park, p.291, 1973. v.8, p.252-338.

HERTZBERG, R.W. *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*. 4.ed. New York: John Wiley & Sons, 1996. Chapter 13: Fatigue crack propagation, p.591-698.

HONEYCOMBE, R.W.K., *Aços: microestrutura e propriedades*. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1984, Cap. 11: Aços austeníticos, p.301-334.

IACOVIELLO, F.; BONIARDI, M.; LA VECHIA, G.M. Fatigue crack propagation in austeno-ferritic duplex stainless steel 22 Cr 5 Ni. *International Journal of Fatigue*, v.21, p.957-963, 1999.

ITUGOYEN, L.; ANGLADA, M. The influence of ageing intermediate temperatures on the mechanical behaviour of a duplex stainless steel: Part II. Fatigue life and fatigue crack growth. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*., v.20, n.6, p.917-928, 1997.

JACKSON, E.M.L.E.M.; MATTHEWS, L.M. The precipitation kinetics of intermetallic phases in duplex stainless steel and their influence on mechanical properties. *In: Proceedings of International Conference on Stainless Steels*, 1991. Chiba, ISIJ (1991). p.730-737.

JACKSON, E. M. L. E. M.; VISSER, P. E. de; CORNISH, L. A. Distinguishing between Chi and Sigma phase in duplex stainless using potentiostatic etching. *Materials Characterization*, v.31, p.185-190, New York, 1993.

JIMENEZ, J.A. Characterization of δ/γ duplex stainless steel. *Journal of Materials Science*, v.35, p.907-915, 2000.

JOSEFSSON, B.; NILSSON, J. O./ WILSON, A. Phase transformations in duplex steels and the relation between continuous cooling and isothermal heat treatment. *In: Duplex Stainless Steels*, p.67-78, 1991.

KANG, T.H. et al. C.S. Alloying and aging effects on the fatigue crack growth of duplex stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, v.351, p.192-199, 1998.

KARLSSON, L.; RYEN, L.; PAK, S. Precipitation of intermetallic phases in 22% Cr duplex stainless weld metals. *Welding Journal*, p.28s-40s, january 1995.

KARLSSON, S. In: *Proc. Conf. Stainless Steels '84'*, Institute of Metals, Londres, 1985, p.438.

KIM, S.B.; PAIK, K.W.; KIM, Y.G. Effect of Mo substitution by W on high temperature embrittlement characteristics in duplex stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, v.247, p.67-74, 1998.

KLESNIL, M.; LUKÁŠ, P. *Fatigue of metallic materials*. 2.ed. Czechoslovakia: Elsevier, 1992. Chapter 4: Fatigue-crack propagation, p.92-150.

LENETS, Y.N.; BELLOWS, R.S. Crack propagation life prediction for Ti-6Al-4V based on striation spacing measurements. *International Journal of Fatigue*, v.22, p.521-529, 2000.

LINDLEY, T.C.; RICHARDS, C.E.; RITCHIE, R.O. Mechanics and mechanisms of fatigue crack growth in metals: a review. *Metallurgia and Metal Forming*, p. 268-280, september 1976.

LIRA, Maria Cristina Montenegro Duarte; MELO, Hilma Celeste Alves. *Normas para apresentação de trabalhos técnicos e científicos: trabalhos acadêmicos, monografias, dissertações e teses*. 2.ed. Belém: Editora CESUPA, 2004, 60p.

MACHADO, I.F. *Transformações de fase no estado sólido em alguns aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos-austeníticos (dúplex) contendo altos teores de nitrogênio*. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 1999. Tese (Doutorado).

MAEHARA, Y. et al. Effect of alloying elements on σ phase precipitation in δ - α duplex phase stainless steels. *Metal Science*, v.17, n.11, p.541-547, november 1983.

MAEHARA, Y. et al. Precipitation of sigma phase in a 25Cr-7Ni-3Mo duplex stainless steel. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, v.23, p.240-246, march 1983.

MAKHLOUF, K. et al. Corrosion fatigue crack propagation of a duplex stainless steel X6 Cr Ni Mo Cu 25-6 in air and artificial sea water. *International Journal of Fatigue*, v.25, p.167-179, 2003.

MANESCHY, J.E. *Mecânica da fratura – teoria e aplicações* (Apostilha). Rio de Janeiro: Eletrobrás Termonuclear S.A., 1999.

MATEO, A. et al. Anisotropy effects on the fatigue behavior of rolled duplex stainless steels. *International Journal of Fatigue*, v.25, p.481-488, 2003.

MONLEVADE, E. F. *Relações de orientação resultantes da precipitação de austenita em ferrita em aços inoxidáveis dúplex*. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2002. Dissertação (Mestrado).

MOREIRA, P.M.G.P. et al. Fatigue striation spacing and equivalent initial flaw size in Al2024-T3 riveted specimens. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, v.43, p.89-99, 2005.

MURAKAMI, Y. et al. *Stress intensity factors handbook*. Oxford: Pergamon Press, 1987, v.1 e 2, 1564p.

MUSUVA, J.K.; RADON, J.C. The effect of stress ratio and frequency on fatigue crack growth. *Journal Fatigue of Engineering Materials Structures*, v.1, n.4, p.457-470, august 1979.

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

NILSSON, J. O.; WILSON, A. Influence of isothermal phase transformations on toughness and pitting corrosion of super duplex stainless steel SAF 2507. *Materials Science and Technology*, v.9, p.545-554, July 1993.

NYSTRÖM, M.; KARLSSON, B.; WASÉN, J. Fatigue crack growth stainless steels. *Duplex Stainless Steels '91*, v.2, p.795-802, 1992.

OLSON, J.; LILJAS, M. 60 years of duplex stainless steel applications. *Acom*, n.2, p.17-23, 1996.

OSGOOD, Carl C. *Fatigue design*. 2.d., Oxford: Pergamon Press, 1982, 606p.

PADILHA, Angelo F.; GUEDES, Luis C. *Aços inoxidáveis austeníticos: microestruturas e propriedades*. São Paulo: Hemus Editora Ltda., 1994. Cap. 5: Fases formadas durante o envelhecimento ou serviço, p.77-106.

_____. *Aços inoxidáveis austeníticos: microestruturas e propriedades*. São Paulo: Hemus Editora Ltda., 1994a. Cap. 10: Composição das principais ligas, p.165-168.

PARK, Heung-Bae; LEE; Byong-Whi. Effect of specimen thickness on fatigue crack growth rate. *Nuclear Engineering and Design*, v.197, p.197-203, 2000.

PARIS, P.C.; ERDOGAN, F. A critical analysis of crack propagation laws. *Journal of Basic Engineering*, v.85, p.528-534, 1963.

PINTO, T.B. *Comportamento mecânico de um aço inoxidável duplex tipo 2205 sob influência da temperatura e da precipitação de fases frágeis*. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2001. 180p. Tese (Doutorado).

PINTO, T.B.; LOPES, J.T. de B.; FERREIRA, I. Tenacidade à fratura de um aço inoxidável duplex do tipo 2205. In: *Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, III*, 2004, Belém. Anais.

REICK, W.; POHL, M.; PADILHA, A.F. O desenvolvimento dos aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex. *Metalurgia e Materiais – ABM*, v.48, n.409, p.551-563, setembro 1992,

REICK, W.; POHL, M.; PADILHA, A.F. In: *Seminário Brasileiro sobre aços inoxidáveis*, 3., São Paulo, 1992. Anais. São Paulo, ABM, 1992, p.1-19.

RHODES D.; MUSUVA, J.K.; RADON, J.C. The significance of stress corrosion racking in corrosion fatigue crack growth studies. *Engineering Fracture Mechanics*, v.15, n.3-4, p.407-419, 1981.

ROLFE, S.T.; BARSOM, J.M. *Fracture and fatigue control in structures: Applications of fracture mechanics*. New Jersey: Prentice-Hall, 1977, 562p.

SEDRIKS, A.J. *Corrosion of stainless steels*. 2.d. New York: John Wiley & Sons, 1996, 437p.

SILVA JÚNIOR, J. F. *Resistência dos Materiais*. Rio de Janeiro: Ao Livro Técnico, 1962.

SMITH, William F. *Materials science and engineering*. 3.d. New York: McGraw-Hill, p.547, 1999. Chapter 9: Engineering Alloys, p.481-579.

SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS. *Fatigue Design Handbook AE-10*. 2.d. Warrendale: SAE, 1988. Chapter 3: Material properties, p.15-62.

_____. *Fatigue Design Handbook AE-10*. 2.d. Warrendale: SAE, 1988. Chapter 11: Failure analysis, p.297-330.

SOLOMON, H.; DEVINE JR., T. Duplex stainless steel – A tale of two phase. In: *Proc. Conf. Duplex Stainless Steel*, 25-28, october 1982. St. Louis, USA, ASM (1983), p.693-756.

SURESH, S.; RITCHIE, R.O. Near-threshold fatigue crack propagation: a perspective on the role of crack closure. In: fatigue crack growth threshold concepts, eds. D.L. Davidson and S. Suresh. Warrendale: The Metallurgical Society of the American Institute of Mining, Mineral and Petroleum Engineers, p.227-261,1984.

SWENSON, D.O. Transition between stage I and stage II modes of fatigue crack growth. *Journal of Applied Physics*. v.40, n.9, p.3467-3465, august 1969.

TAYLOR, John R. *An introduction to errors analysis: the study of uncertainties in physical measurements*. 2.ed. Sausalito, CA: University Science Books, p.166-168, 1997, 327p.

TSAY, L.W. et al. Fatigue crack growth of AISI 304 stainless steel welds in air and hydrogen. *Materials Science and Engineering A*, v.374, p.204-210, february 2004.

TSENG, Chuan-Ming; LIOU, Horn-Yih; TSAI, Wen-Ta. The influence of nitrogen content on corrosion fatigue crack growth behavior of duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, v.344, p.190-200, may 2003.

VANDER VOORT, G. F. The metallography of stainless steels. *JOM*, p.6-11, march 1989.

YUEN, J.L.; ROY, P.; NIX, W.D. Effect of oxidation kinetics on the near threshold fatigue crack growth behavior of a nickel base superalloy. *Metallurgical Transactions A*, v.15A, p. 1769-1775, september 1984.

ZHAO, J.; MUTOH, Y.; OGAWA, T. Effect of stress ratio on fatigue crack growth in 95Pb-5Sn solder. *Journal of Electronic Packaging*, v.123, p.311-315, september 2001.

ZUCATO, I. et al. Microstructural characterization and the effect of phase transformations on toughness of the UNS S31803 duplex stainless steel aged treated at 850°C. *Materials Research*, v.5, n.3, São Carlos, September 2002.

YOKOBORI, T.; SATO, K. The effect of frequency on fatigue crack propagation rate and striation spacing in 2024-T3 aluminum alloy and SM-50 steel. *Engineering Fracture Mechanics*, v.8, p.81-88, 1976.

ANEXO – Resumos dos Ensaios

O sistema de aquisição de dados da máquina universal MTS oferece um resumo para cada ensaio de propagação de trinca por fadiga. Neste item serão mostrados, a título de exemplo, os resumos de dois ensaios realizados à temperatura ambiente, para as condições C0 e C4, com as devidas adaptações ao texto, mas mantendo-se as unidades de medidas utilizadas pelo sistema.

1.1 Condição C0

Identification

Template

Procedure

General Information

Batch

Batch Comments

Specimen

Specimen Comments

Fatigue Crack Growth

proced1

This is a field in which you can enter general information (comments) about your test procedure. This field can contain up to 2000 text characters. Some examples may be:

Operator: John Doe

Job Number: 12345

Date of Test : 9/9/99

etc...

ffct

teste Jorge

+24c0002u

Platform	TestStar II
Geometry	
Specimen Geometry	FFC(T)
Width (W)	40 mm
Notch Length (a0)	12 mm
Notch Height (h)	2 mm
Thickness (B)	7 mm
Net Thickness (Bn)	7 mm
Elastic Modulus (E)	196000 N/mm ²
Yield Strength	516 N/mm ²
Ultimate Tensile Strength	741 N/mm ²
Poisson's Ratio	0.333 (none)
Crack Plane Orientation	L-T
K Calib. File	D:\TS2\79040\ffc(t).kcl
Compliance Coefficients	
C0	1.0010 (none)
C1	-4.669 (none)
C2	18.460 (none)
C3	-236.82 (none)
C4	1214.9 (none)
C5	-2146.3 (none)
K Calibration Coefficients	
Calibration coeff. 0	0.886 (none)
Calibration coeff. 1	4.64 (none)
Calibration coeff. 2	-13.32 (none)
Calibration coeff. 3	14.72 (none)
Calibration coeff. 4	-5.6 (none)
Precrack Parameters	
Precrack Setup	
PCR Load Signal	FORCA
PCR Load Range	20000 N

PCR COD Signal	CLIPGAGE
PCR COD Range	3 mm
Precrack Results	
Precrack Cycles	103192
Precrack Kmax	719.91 N/mm ^{1.5}
Precrack Final K	502.26 N/mm ^{1.5}
Precrack Pmax	5698.9 N
Precrack Final P	3478.7 N
Precrack crack length	14 mm
Precrack Crack Lengths	
Precrack length 1	14 mm
Precrack length 2	14 mm
Precrack length 3	14 mm
Precrack length 4	14 mm
Precrack length 5	14 mm
Precrack length average	14 mm
Execution Parameters	
Test Method	Constant Load Amplitude
Endlevel 1	3580 N
Endlevel 2	358 N
Normalized K Gradient (C)	-0.0787402 1/mm
Load Ratio, R (min/max)	0.1 (none)
Test Frequency	20 Hz
Waveshape	Sine
Crack Length Monitoring	compliance
Automatic Inspection Hold	No
Inspection Interval (cycles)	10000
Test Setup	
Load Channel Name	FORCA
COD Channel Name	CLIPGAGE
Load Signal	FORCA

COD Signal	CLIPGAGE
User Test Modulus	196000 N/mm ²
Data Storage	
Crack length update interval	0.05 mm
Upper LSF	90 %
Lower LSF	10 %
Display Closure Information	No
Store Timed Data	No
Event Log Filename	D:\TS2\79040\elog.txt
Data File Name	FCG_proced1_demofcg01_+24c0002u.RAW
Test Termination	
Crack Length Limited	Yes
Final Crack Length	35 mm
Crack Growth Rate Limit	No
Target Crack Growth Rate	3e-007 mm/cycle
Measurements Outside of Target	3
Cycle Limited	No
Maximum Number of Cycles	1000000
CrackToleranceLimit	No
CrackLengthTolerance	0.5 mm
CrackGageLimit	No
CrackGageTolerance	0.5 mm
Hydraulic Shutdown	Yes
Test Results	
FCG Cycle Count	261593
FCG Crack Length	30.9206 mm
FCG K Max	2713.59 N/mm ^{1.5}
FCG P Max	3651.65 N
FCG Crack Lengths	
Final crack length 1	30.9206 mm
Final crack length 2	30.9206 mm

Final crack length 3	30.9206 mm
Final crack length 4	30.9206 mm
Final crack length 5	30.9206 mm
Final crack length average	30.9206 mm
Calculation Information	
Crack Length Data	Compliance Measurements
Crack Length Correction	No Correction
da/dN Curve Fit	Polynomial
Effective Yield Strength	Yield Strength
Closure Calculation	Do Closure Calculations
Apparent Threshold Parameters	
LSF Starting da/dN	1e-007 mm/cycle
LSF Ending da/dN	1e-006 mm/cycle
da/dN Value	1e-007 mm/cycle
Results using Delta K Applied	
App. Thresh. Equation:	
da/dN (mm/cycle) =	
c * (Delta K (N/mm ^{1.5}))^n	
ERROR	No Applied Delta K Threshold.
Validity Results	
Is Notch Length >= 0.2W?	
12 mm >= 8 mm	Yes
Is precrack extension from notch	
>= 0.10B, h or 1 mm?	
2 mm	
>= 0.7 mm, 2 mm or 1 mm	Yes
Is final precrack Kmax	
<= initial test Kmax?	
502.26 N/mm ^{1.5}	
<= 528.277 N/mm ^{1.5}	Yes

Diff. b/w surface precrack lengths:

Is this diff. $\leq 0.025W$ or $0.25B$?

0 mm \leq 1 mm or 1.75 mm

Yes

Diff. b/w surface final crack lengths:

Is this diff. $\leq 0.025W$ or $0.25B$?

0 mm \leq 1 mm or 1.75 mm

Yes

1.2 Condição C4

Identification

Template

Procedure

General Information

Fatigue Crack Growth

proced1

This is a field in which you can enter general information (comments) about your test procedure. This field can contain up to 2000 text characters. Some examples may be:

Operator: John Doe

Job Number: 12345

Date of Test: 9/9/99

etc...

Batch

ffct

Batch Comments

teste Jorge

Specimen

+24c4102u

Specimen Comments

Platform

TestStar II

Geometry

Specimen Geometry

FFC(T)

Width (W)

40 mm

Notch Length (a0)

12 mm

Notch Height (h)

2 mm

Thickness (B)

7 mm

Net Thickness (Bn)	7 mm
Elastic Modulus (E)	196000 N/mm ²
Yield Strength	473 N/mm ²
Ultimate Tensile Strength	741 N/mm ²
Poisson's Ratio	0.333 (none)
Crack Plane Orientation	L-T
K Calib. File	D:\TS2\79040\ffc(t).kcl
Compliance Coefficients	
C0	1.0010 (none)
C1	-4.669 (none)
C2	18.460 (none)
C3	-236.82 (none)
C4	1214.9 (none)
C5	-2146.3 (none)
K Calibration Coefficients	
Calibration coeff. 0	0.886 (none)
Calibration coeff. 1	4.64 (none)
Calibration coeff. 2	-13.32 (none)
Calibration coeff. 3	14.72 (none)
Calibration coeff. 4	-5.6 (none)
Precrack Parameters	
Precrack Setup	
PCR Load Signal	FORCA
PCR Load Range	20000 N
PCR COD Signal	CLIPGAGE
PCR COD Range	4 mm
Precrack Results	
Precrack Cycles	134478
Precrack Kmax	714.22 N/mm ^{1.5}
Precrack Final K	509.71 N/mm ^{1.5}
Precrack Pmax	5596.2 N

Precrack Final P	3529.7 N
Precrack crack length	14.003 mm
Precrack Crack Lengths	
Precrack length 1	14.003 mm
Precrack length 2	14.003 mm
Precrack length 3	14.003 mm
Precrack length 4	14.003 mm
Precrack length 5	14.003 mm
Precrack length average	14.003 mm
Execution Parameters	
Test Method	Constant Load Amplitude
Endlevel 1	3600 N
Endlevel 2	360 N
Normalized K Gradient (C)	-0.0787402 1/mm
Load Ratio, R (min/max)	0.1 (none)
Test Frequency	20 Hz
Waveshape	Sine
Crack Length Monitoring	compliance
Automatic Inspection Hold	No
Inspection Interval (cycles)	10000
Test Setup	
Load Channel Name	FORCA
COD Channel Name	CLIPGAGE
Load Signal	FORCA
COD Signal	CLIPGAGE
User Test Modulus	196000 N/mm ²
Data Storage	
Crack length update interval	0.05 mm
Upper LSF	90 %
Lower LSF	10 %
Display Closure Information	No

Store Timed Data	No
Event Log Filename	D:\TS2\79040\elog.txt
Data File Name	FCG_proced1_ffct_+24c41m2u.RAW
Test Termination	
Crack Length Limited	Yes
Final Crack Length	35 mm
Crack Growth Rate Limit	No
Target Crack Growth Rate	3e-007 mm/cycle
Measurements Outside of Target	3
Cycle Limited	No
Maximum Number of Cycles	1000000
CrackToleranceLimit	No
CrackLengthTolerance	0.5 mm
CrackGageLimit	No
CrackGageTolerance	0.5 mm
Hydraulic Shutdown	Yes
Test Results	
FCG Cycle Count	280722
FCG Crack Length	32.5738 mm
FCG K Max	2964.91 N/mm ^{1.5}
FCG P Max	3677.15 N
FCG Crack Lengths	
Final crack length 1	32.5738 mm
Final crack length 2	32.5738 mm
Final crack length 3	32.5738 mm
Final crack length 4	32.5738 mm
Final crack length 5	32.5738 mm
Final crack length average	32.5738 mm
Calculation Information	
Crack Length Data	Compliance Measurements
Crack Length Correction	No Correction

da/dN Curve Fit	Polynomial
Effective Yield Strength	Yield Strength
Closure Calculation	Do Closure Calculations
Apparent Threshold Parameters	
LSF Starting da/dN	1e-007 mm/cycle
LSF Ending da/dN	1e-006 mm/cycle
da/dN Value	1e-007 mm/cycle
Results using Delta K Applied	
App. Thresh. Equation:	
da/dN (mm/cycle) =	
c * (Delta K (N/mm ^{1.5}))^n	
ERROR	No Applied Delta K Threshold.
Validity Results	
Is Notch Length >= 0.2W?	
12 mm >= 8 mm	Yes
Is precrack extension from notch	
>= 0.10B, h or 1 mm?	
2.003 mm	
>= 0.7 mm, 2 mm or 1 mm	Yes
Is final precrack Kmax	
<= initial test Kmax?	
509.71 N/mm ^{1.5} <= 512.929 N/mm ^{1.5}	Yes
Diff. b/w surface precrack lengths:	
Is this diff. <= 0.025W or 0.25B?	
0 mm <= 1 mm or 1.75 mm	Yes
Diff. b/w surface final crack lengths:	
Is this diff. <= 0.025W or 0.25B?	
0 mm <= 1 mm or 1.75 mm	Yes