



XXX Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica  
19 a 23 de agosto de 2024, Uberaba, Minas Gerais, Brasil

## ESTUDO DE TRATAMENTO TÉRMICO PARA DIMINUIÇÃO DA DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS: MEDIÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Vinicius Tavares Heuser, [viniciusth24@gmail.com](mailto:viniciusth24@gmail.com)<sup>1</sup>  
Frederico Garcia Bindi de Lacerda, [fredbindi@gmail.com](mailto:fredbindi@gmail.com)<sup>2</sup>  
Marília Garcia Diniz, [mgarciadiniz@gmail.com](mailto:mgarciadiniz@gmail.com)<sup>1-2</sup>  
André Rocha pimenta, [andre.pimenta@ifrj.edu.br](mailto:andre.pimenta@ifrj.edu.br)<sup>1-2</sup>

<sup>1</sup>Laboratório de Instrumentação e Simulação Computacional – LISCOMP, Instituto Federal do Rio de Janeiro – IFRJ, Rua Sebastião Lacerda, s/nº, Centro, Paracambi – RJ, Brasil,

<sup>2</sup> Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – PPG- EM, Universidade do Estado do Rio de Janeiro – UFRJ, Rua Fonseca Teles, 121, São Cristóvão, Rio de Janeiro – RJ, Brasil,

**Resumo.** Os aços inoxidáveis super duplex possuem uma larga variedade de aplicações e usabilidades, possuindo também uma relação de custo-benefício melhor do que de outros tipos de ligas. Por estes motivos tem se tornado um tipo de aço muito estudado, para compreender melhor suas propriedades e seus tipos de falhas mais comuns. Este trabalho tem por objetivo analisar e compreender, os efeitos do tratamento térmico de solubilização no aço inoxidável super duplex UNS S32750, na diminuição da densidade de discordâncias. Utilizando-se do software OriginLab para calcular a largura a meia altura dos resultados das medições feitas por meio do ensaio de difração de raio-x. Foi realizado o ensaio de microdureza para ratificar que a solubilização tem influência na redução do encruamento causado pela deformação plástica do processo de fabricação. As principais conclusões que se obteve com os experimentos, foram que houve as reduções esperadas das larguras a meia altura, porém, os valores de dureza não acompanharam as reduções das larguras dos picos.

**Palavras-chave:** Encruamento. Difração de Raios-X. Solubilização. Super Duplex.

**Abstract.** Super duplex stainless steels have a wide variety of applications and uses, and have a better cost-benefit ratio than other types of alloys. For these reasons, it has become a type of steel that is widely studied, to better understand its properties and the most common types of failures. This work aims to analyze and understand the effects of solubilization heat treatment on super duplex stainless steel UNS S32750, in reducing the density of dislocations. Using OriginLab software to calculate the width at half height from the results of measurements made through the x-ray diffraction test. The microhardness test was carried out to confirm that solubilization has an influence on reducing hardening caused by plastic deformation in the manufacturing process. The main conclusions obtained from the experiments were that there were the expected reductions in the widths at half height, however, the hardness values did not follow the reductions in the widths of the peaks.

**Keywords:** Hardening. X-ray diffraction. Solubilization. Super Duplex.

### 1. INTRODUÇÃO

Desde seu descobrimento os aços inoxidáveis têm sido objeto de muitas pesquisas por sua variedade de aplicações e características. Sendo constituídos basicamente por ligas de ferro (Fe), e cromo (Cr), estes aços apresentam uma elevada resistência a corrosão, sendo o cromo, o principal elemento responsável por essa característica, pois, este elemento produz uma camada passiva protetiva por óxido de cromo ( $Cr_2O_3$ ) (Porto, 2012). Possuindo uma grande variedade de aplicações no meio industrial o aço inoxidável é constantemente utilizado nas indústrias alimentícias, farmacêuticas, de petróleo e gás, químicas, nuclear, de papel, dentre outros tipos de indústria. Os aços inoxidáveis (AI) devem possuir em sua composição química, no mínimo de 11% (Callister e Rethwisch, 2017), ou 12% dependendo da literatura de referência (Sedriks, 1996), de cromo em solução sólida. Os AI são comumente divididos em quatro grupos de acordo com as estruturas cristalinas, sendo eles: aços inoxidáveis martensíticos (tetragonal de corpo centrado, TCC), aços inoxidáveis ferríticos (cúbica de corpo centrado, CCC), aços inoxidáveis austeníticos (cúbica de face centrada, CFC), aços inoxidáveis duplex (bifásicos austenita e ferrita) (Costa e Silva e Mei, 2021).

Os aços inoxidáveis duplex podem ser subdivididos em quatro grupos de acordo com a sua resistência a corrosão, que é expressa pelo PRE (*Pitting Resistance Equivalent*) sendo eles: Lean duplex com o menor valor de PRE sendo valores maiores que 24, os duplex possuindo valores de até 40, super duplex de valores acima de 40 e inferiores à 49 e o hiper duplex com valores superiores à 49. Sendo o aço inoxidável super duplex (AISD) nosso objeto de estudo, é importante frisar a diferença entre o aço duplex (AID) e aço super duplex (AISD), ela se dá devido ao AISD possuir uma maior quantidade de elementos de liga, sendo eles o cromo (Cr), molibdênio (Mo), níquel (N) e tungstênio (W) (Tavares et al., 2010). Garantindo assim uma maior resistência à corrosão por pites e resistência mecânica, os aços super duplex devem possuir um PRE superior a 40, este resultado provém das Eq.1 e Eq.2 quando o material em sua composição química contém tungstênio (Tavares, et al., 2017) que está de acordo com a norma ASTM A890.

$$PRE_N = \%Cr + 3,3x(\%Mo) + 16x(\%N) \quad (1)$$

$$PRE_W = \%Cr + 3.3x(\%Mo + (0,5\%W)) + 16x(\%N) \quad (2)$$

Sendo extensamente utilizados na indústria petroquímica os aços super duplex (AISD) são considerados por muitos autores uma das melhores opções do mercado pensando em custo-benefício, possuindo uma menor suscetibilidade de corrosão sob tensão, uma boa tenacidade, uma resistência mecânica e um limite de escoamento superior aos duplex (Lima, et al., 2005). Muitas das tubulações dessas indústrias são feitas de AISD, sabendo disto um tubo de aço UNS S32750 foi utilizado neste estudo. Os AISD ainda possuem um melhor custo-benefício em relação a ligas de níquel, pois este tipo de liga mesmo que possuindo melhores propriedades como uma maior resistência a corrosão, uma maior resistência mecânica, maior resistência à fadiga, uma alta resistência à altas temperaturas (Thomas, et al., 2006). As ligas de níquel ainda possuem um custo muito mais elevado do que as ligas de aço super duplex, pelo seu alto custo econômico de aplicação e fabricação as ligas de níquel deixam de ser a melhor opção em comparação aos super duplex.

Tubos podem ser fabricados de diversas maneiras, podendo ser tubos com costura e sem costura, sendo o processo *Mannesmann* usualmente utilizado para fabricação de tubos sem costura de maior diâmetro. Este processo de fabricação, consiste em puncionar com uma lança, um tarugo cilíndrico de aço, assim o perfurando e o conformando, a próxima etapa do processo é o tubo passar pelo passo de peregrino, que são laminadores utilizados para reduzir a espessura da parede e aumentar o seu comprimento. Este processo de fabricação é feito a quente, deste modo aproveita-se uma maior ductibilidade do aço para reduzir os esforços necessários para essa conformação. Este método de fabricação acaba gerando deformação plástica no material, trazendo consigo um aumento da sua resistência mecânica e dureza (Askland e Wright, 2019). Isto ocorre devido a deformação plástica causada pelo deslizamento das discordâncias, pois, quando se tem uma deformação ocorre a multiplicação das discordâncias e/ou o surgimento de novas, assim ocorrendo o travamento das discordâncias (Padilha e Siciliano, 1995). Com o material encruado obtemos mudanças em suas propriedades mecânicas, como o aumento da sua tensão de escoamento, aumento da resistência mecânica e o aumento da dureza, ao mesmo tempo isso gera a diminuições de outras propriedades mecânicas do material, perdendo ductibilidade e tenacidade o tornando mais frágil.

O estudo para determinar a densidade de discordâncias tem sido difundido pelo meio científico a muitos anos e com o passar dos anos mais técnicas foram sendo utilizadas, atualmente a principal maneira de medir a densidade de discordâncias é por meio de microscopia eletrônica de transmissão (MET), porém, segundo o trabalho de Sousa, et al. (2014) o DRX é uma ferramenta tão boa quanto, gerando resultados satisfatórios e consistentes comparados com os resultados obtidos por MET. A análise por meio de difração de raios-x se mostrou mais prática e menos trabalhosa em relação a outras técnicas, segundo o trabalho citado a autora sugere que as análises das densidades de discordâncias precisam ser facilitadas e diversificadas, pois com a densidade de discordâncias controladas pode-se obter propriedades mecânicas diversas, assim tornando mais prático o processo de controle de qualidade dos materiais.

Trabalho recente de (Diniz, et al., 2017), utilizou a técnica de difração de raios-x para medir a densidade de discordâncias com auxílio do software Convolutional Multiple Whole Profile (CMWP), com esse método foi possível descrever o formato e a largura dos picos de difração que permite obter parâmetros microestruturais como por exemplo a densidade de discordâncias. Este trabalho também conclui que a energia de falha de empilhamento (EFE) influi no processo de deformação a frio, logo tendo relação com a densidade de discordâncias do material, os materiais com maior EFE tiveram uma menor densidade quanto aos com menor EFE apresentaram uma menor densidade.

O objetivo deste trabalho é realizar um estudo da diminuição da densidade de discordâncias quando um aço duplex encruado é submetido ao tratamento térmico de solubilização. Para este estudo, foram utilizadas as técnicas de difração de raios-x e microdureza.

## 2. METODOLOGIA

Com o intuito de realizar este estudo, analisando como o tratamento térmico de solubilização realizado nos aços super duplex tem relação com a diminuição da densidade de discordâncias. Foi realizado o tratamento térmico de solubilização para a preparação de cada amostra com tempos distintos, para assim ser realizado os ensaios de difração de raios-x e microdureza, que por meio dos resultados gerados foi possível analisar, discutir e concluir este trabalho.

## 2.1. Materiais

O material utilizado como objeto deste estudo, foi um tubo, de diâmetro externo de 115 mm e espessura de 7,5 mm, fabricado pelo processo de *Mannesmann*, para gerar um tubo sem costura, fabricado utilizando o aço super duplex UNS S32750.

## 2.2. Preparação dos corpos de prova

Como primeira etapa para a realização do projeto, foi feito o corte transversal do tubo, de uma espessura de 20 mm, utilizando uma serra fita horizontal. Após esse processo, foram realizados cortes na cortadora metalográfica, de 3 seções circulares do tubo, de aproximadamente 12 mm largura, resultando em amostras com aproximadamente 20 x 12 x 7,5 mm.

As amostras foram tratadas termicamente na temperatura de 1050 °C, e logo em seguida resfriadas rapidamente em água, assim sendo possível manter a estrutura bifásica dos aços super duplex (ferrita e austenita). Cada corpo de prova foi tratado termicamente sendo utilizado dois tempos de permanência dentro do forno: 30 min e 180 min. As amostras foram denominadas S30 e S180. E um corpo de prova permaneceu na condição encruado, como recebido, sendo denominado CR.

## 2.3. Ensaios

Após o tratamento térmico, foi realizado o fresamento deles, para obter um corpo de prova plano, mais fácil de ser medido com o difratômetro. A técnica de difração de raios-x é umas das mais indicadas para a determinação das fases cristalinas dos materiais, utilizou-se este ensaio para identificação das fases presentes na microestrutura e para que fossem feitas as análises de largura a meia altura ou FWHM (*Full Width at Half Maximum*) que é o parâmetro de curvas referente ao aumento da largura. As análises têm como principal objetivo detectar as deformações residuais causadas pelas tensões internas das discordâncias, o alargamento dos picos de difração se dá por contribuições dependentes e independentes da ordem de reflexão (Viana, 2018). Cada estrutura cristalina possui um padrão difratométrico característico através das posições angulares e intensidades relativas dos picos permitindo que os resultados dos ensaios, proporcionem a obtenção de importantes informações sobre a diminuição dos defeitos cristalinos (Cullit e Stock, 2001). O cálculo da FWHM foi feito utilizando o software OriginLab, com o uso da função de Lorentz com um coeficiente de determinação ( $R^2$ ) de 0,989743 considerando somente resultados com uma faixa de erro menor que 0,05, assim sendo obtidos resultados mais concretos.

Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de microdureza para se obter dados quantitativos das suas respectivas durezas, tendo como objetivo ratificar que o tratamento de solubilização tem influência na diminuição da densidade de discordâncias causadas pela deformação plástica originada do processo de fabricação. Para a medição de microdureza, utilizou-se um microdurometro com um indentador Vickers (HV) conforme prevê a ISO 6507 (ABNT, 2019), com a carga de ensaio de 9.807N (1 kgf), foram feitas 10 medições em cada corpo de prova, sendo obtida uma média aritmética e um desvio padrão com estes valores de dureza.

## 3. RESULTADOS

Obtidos os resultados, foram gerados os gráficos dos ensaios de difração de raios-x, na Fig. 1, é apresentado os difratogramas das três amostras sobrepostas para melhor visualização, na Fig.2 temos o difratograma da amostra CR que nos apresenta os picos característicos das fases ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ) presentes no AISD (Bayão, 2018). Com os gráficos plotados nota-se a proximidade dos dados e observa-se que os picos possuem intensidade e largura quase que semelhante, com uma diferença mínima sendo dificilmente identificadas.

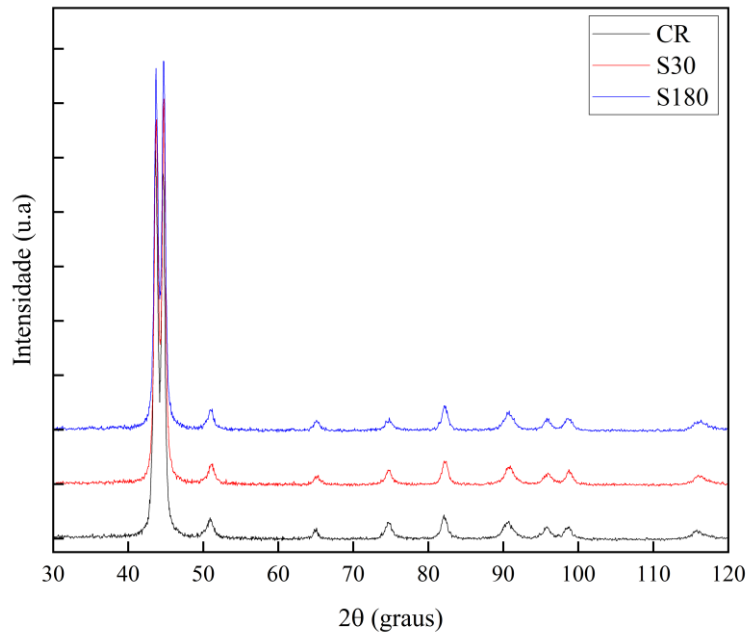


Figura 1. Difratoograma das amostras CR, solubilizadas 30 e 180 minutos a 1050°C

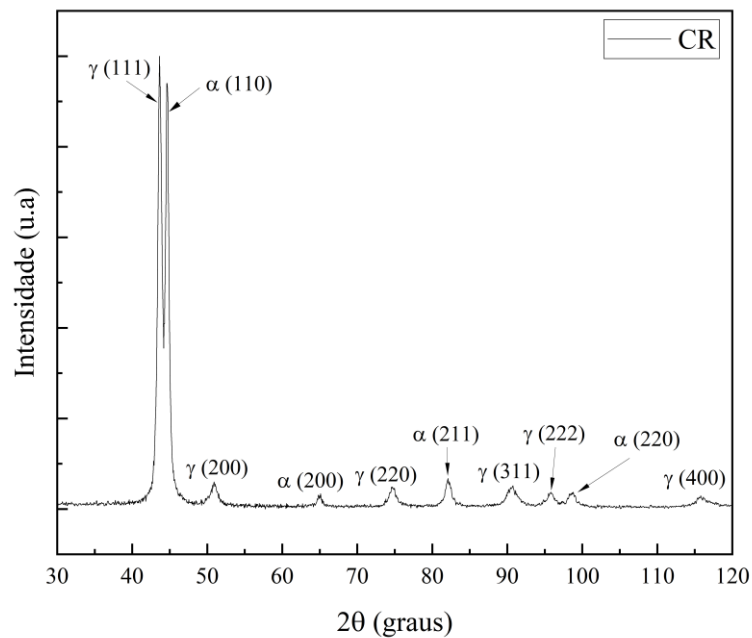


Figura 2. Difratoograma com os picos denominados com suas fases (ferrita e austenita)

Com o auxílio do software OriginLab foi possível calcular o FWHM dos picos de cada amostra, é importante frisar que existem alguns outros fatores que são associados ao alargamento e o formato dos picos da difração, dentre elas podemos citar diversas imperfeições microestruturais e o refino do tamanho do cristalito. As imperfeições microestruturais que podem ocorrer são chamadas “*strain broadening*”, elas ocorrem na forma de defeitos unidimensionais e/ou defeitos planares, como discordâncias, maclas, falhas de empilhamento e entre outras. Já a mudança do

comportamento do pico causado pelo tamanho do cristalito é chamado de “*size broadening*”, essa mudança do comportamento ocorre devido as dimensões e as morfologias dos cristalitos que influenciam também na medida do FWHM. Após obtermos a obtenção de dados quantitativos, foram gerados gráficos para a melhor compreensão do comportamento dos picos fornecidos pelo ensaio de DRX, os gráficos foram separados pelas suas fases, sendo a Fig. 3 da fase ferrita e a Fig.4 da fase austenita para facilitar a visualização do comportamento do FWHM. Com valores obtidos gerou-se um gráfico de pontos que tende a diminuição do valor conforme é aumentado o tempo de tratamento térmico, ou seja, a amostra CR possui valores maiores e o S180 menores.

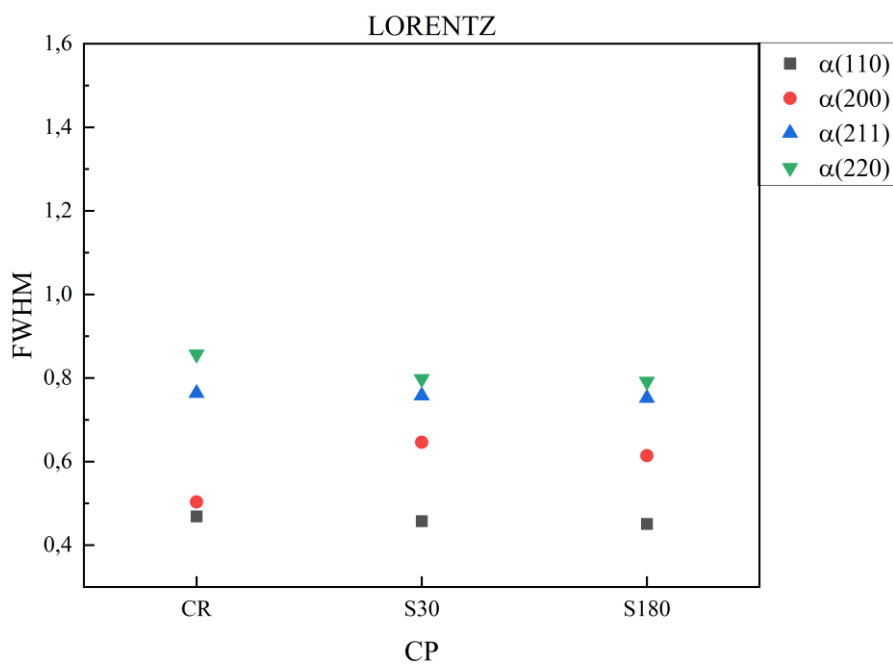


Figura 3. Gráfico de FWHM das fases de ferrita das amostras, cada ponto corresponde a uma fase e seus respectivos planos

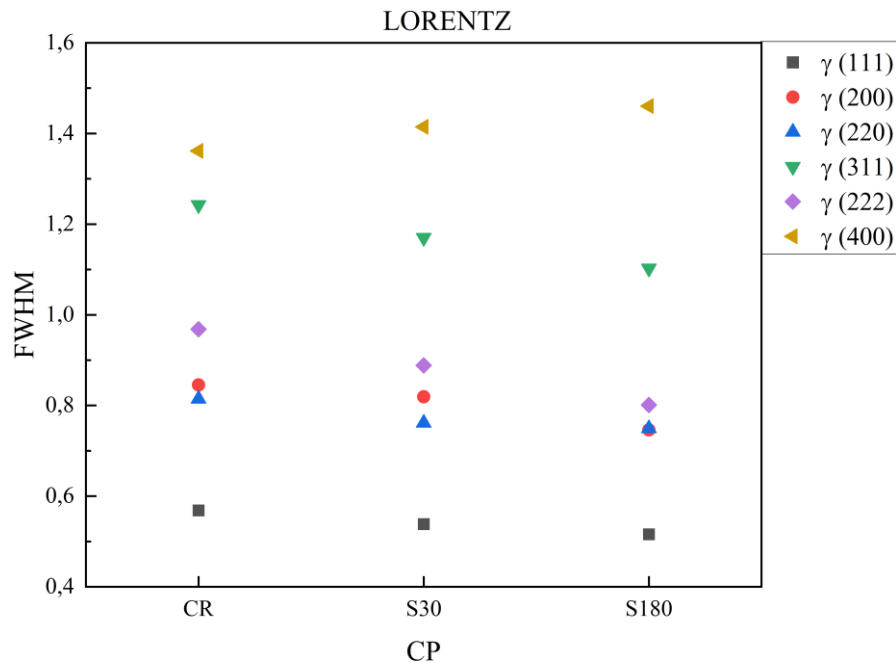


Figura 4. Gráfico de FWHM das fases de austenita das amostras, cada ponto corresponde a uma fase e seus respectivos planos

Observa-se pelos gráficos de FWHM da Fig. 3 e da Fig. 4 que a maioria dos planos das fases do material indicaram uma redução dos valores, tendo um comportamento decrescente, sendo a amostra CR com os maiores valores e a S180 com valores menores. Essa redução da FWHM pode ser relacionada a diminuição das discordâncias presentes no material, fato que ocorreu com a permanência no forno em alta temperatura. Valores que fugiram do padrão são os valores dos picos  $\alpha$  (200) e  $\gamma$  (400), estes picos apresentaram uma baixa intensidade e uma maior largura em relação aos outros picos, pode-se entender que isso dificultou a análise feita pelo programa, acarretando um erro. O pico da  $\alpha$  (200) na amostra CR foi o que apresentou um valor de FWHM muito inferior ao se comparar com o mesmo pico das outras amostras, entende-se como um erro de análise do programa. O pico  $\gamma$  (400) mostrou-se com um comportamento diferente do que os outros analisados, ao invés de decrescer sua largura a meia altura que é o comportamento esperado quando se é utilizado um tratamento térmico para a diminuição das discordâncias, quanto maior o tempo de permanência no forno durante o tratamento é esperado uma redução da sua largura a meia altura, logo compreende-se que se trata de um erro de análise, pois, este pico era o que apresentava uma menor intensidade e uma maior largura tornando assim dificultoso a sua análise correta, o resultado fornecido pelo programa apresentava uma faixa de erro superior aos outros resultados. Sendo os resultados considerados satisfatórios e correspondentes com o que se espera do comportamento da largura a meia altura, é importante salientar que a diminuição da FWHM em amostras com maiores tempos de permanência no forno, não somente é atribuída a densidade de discordâncias a redução também significa um aumento dos cristalitos presentes no material, o crescimento do cristalito não foi estudado neste trabalho, recomenda-se um maior aprofundamento em estudos posteriores.

Para obter uma maior confiança dos resultados obtidos pelas análises dos valores de FWHM, utilizou-se o ensaio de microdureza para a análise desta propriedade mecânica do material, após realizar o ensaio foram obtidos os valores medições de dureza e foi gerado o gráfico da Fig. 5.

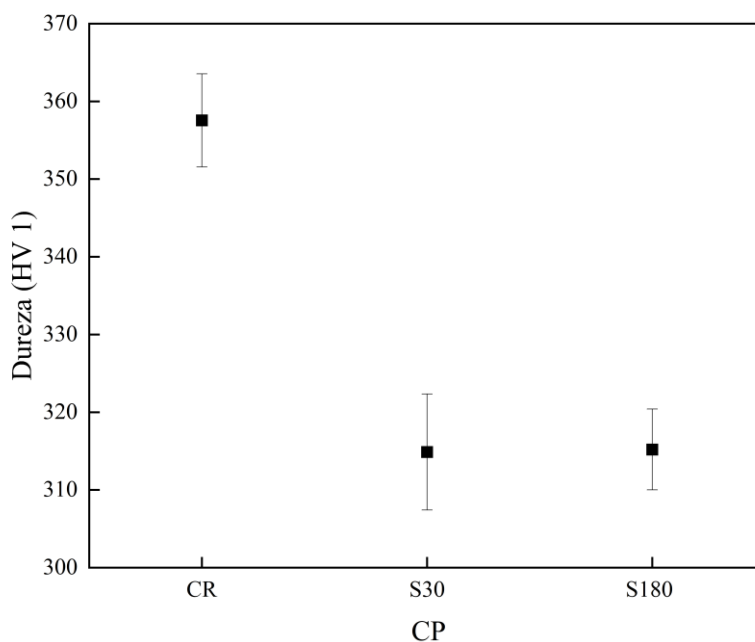


Figura 5. Gráfico com valores de microdureza das amostras

Ao averiguar o gráfico da Fig. 5 foi possível observar que as medidas de dureza nas amostras tiveram uma queda das medidas do CR para as medidas do S30, e se mantiveram basicamente com o mesmo valor em relação as medidas do S30 para o S180. A queda do valor de dureza se é esperado quando se diminui o encruamento presente no material, então quando tratado termicamente o material é levado à uma temperatura que facilita o fluxo difusional dos átomos causando mudanças na microestrutura assim diminuindo a densidade de discordâncias e o encruamento, assim perdendo a dureza que antes apresentava, o que se observou nas duas primeiras amostras é o que se espera do comportamento do material quando se diminui a densidade de discordâncias. Já as amostras S30 e S180 apresentaram valores quase que semelhantes considerando o valor de desvio padrão das amostras, era de se esperar que a amostra submetida a um maior tempo no forno apresentasse uma maior redução na dureza. No entanto, ao invés de sofrer uma redução mais significativa, o valor de dureza se manteve.

#### 4. CONCLUSÃO

Este trabalho de como o tratamento de solubilização tem efeitos na redução da densidade de discordâncias por meio da difração de raios-x teve seus resultados dos experimentos averiguados, discutidos e tendo como base a literatura já conhecida, pode-se concluir que:

- (1) Pode-se concluir que o tratamento térmico de solubilização reduziu o valor da FWHM observada no ensaio de difração de raios-x, e, que esse efeito foi mais intenso na amostra solubilizada por 180 min, em comparação com a amostra solubilizada por 30 min.
- (2) Observou-se uma redução no valor da dureza após o tratamento térmico de solubilização, contudo, os tempos estudados parecem não influenciar no valor da dureza.
- (3) Esperava-se que a redução no valor de FWHM fosse acompanhado de uma redução na dureza. Esse comportamento ocorreu para a amostra S30 em relação da CR. Contudo quando se compara a amostra S30 e S180, o comportamento das duas técnicas utilizadas foi divergente.

#### 4. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o financiamento da Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro FAPERJ (E-26/205.139/2022; E-26/201.412/2021; E-26/200.122/2023)

#### 5. REFERÊNCIAS

ABNT, 2019. Materiais Metálicos, Ensaio de dureza Vickers, Parte 1: Método de Ensaio NBRISO6507-1.

- Askeland, D. R., Wright, W. J., 2019. *Ciência e Engenharia dos Materiais*. 4ª Ed, Editora Cengage, São Paulo, SP.
- Bayão, D.V., et al., 2018. “Caracterização Microestrutural do Aço USN S31803 Após Conformação e Soldagem”. 23º CBECiMat, Foz do Iguaçu, PR.
- Callister, W. D., Rethwisch, D.G., 2017. *Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais Uma Abordagem Integrada*. 4ª Ed, Editora LTC - Livros Técnicos e Científicos S/A, Rio de Janeiro, RJ.
- Costa e Silva, A. L. V., Mei, P. R., 2021. *Aços e Ligas Especiais*. 4ª Ed revisada, Editora Edgard Blücher, São Paulo, SP.
- Cullity, B. D., Stock, S. R., 2001. *Elements of X-Ray Diffraction*. 3rd Edition, Editora Pearson Education Limited, Londres.
- Diniz, S. B., et al., 2017. “Influência da energia de falha de empilhamento na densidade de discordâncias de textura cristalográfica de metais FCC”. 70º Congresso Anual da ABM – Internacional, ABM Week, Rio de Janeiro, RJ.
- Porto, J. P. S., 2012. *Aços inoxidáveis planos*. Editora UNISINOS, São Leopoldo, RS.
- Padilha, A.F., Siciliano Jr., A., 1995. *Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura*. 1ª Edição, ABM 2005.
- Sedriks, A. J., 1996. *Corrosion of Stainless Steels*. 2nd Edition, Wiley-Interscience, New York.
- Lima, et al., 2005. “Efeito da temperatura na inter-relação microestrutura / propriedades mecânicas de um superduplex 2507”. 60º Congresso Anual da ABM – Internacional. Belo Horizonte, MG.
- Sousa, T. G., Pinto, A. L., Brandão, L. P., 2014. “Avaliação de densidade de discordâncias por análise de largura de pico de DRX em cobre deformado”. 21º CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Cuiabá, MT.
- Tavares, S.S.M., et al., 2010. “Influence of microstructure on the corrosion resistance of hyperduplex stainless steel”. *Materials and Corrosion*, Vol. 61, n. 4.
- Tavares, S.S.M., et al., 2017. “Influence of Microstructure on the Corrosion Resistance of AISI 317L (UNS S31703)”. *Materials Research [online]*, Vol. 20, n. Suppl 2.
- Thomas, A., 2006. “High temperature deformation of Inconel 718”. *Journal of Materials Processing Technology*, Vol.177, Issues 1–3.
- Viana, M.F., 2018. *Difração de raios-X aplicada ao estudo de transformações de fase durante o tratamento térmico de aços*. Unicamp, Campinas, SP.