



EFEITO DE TRATAMENTO ISOTÉRMICO A 500 °C EM FUNÇÃO DE TEMPO DE EXPOSIÇÃO EM AÇO SUPER DUPLEX UNS S32750

Ihana G. Conceição de Jesus^{1*}, Myllena V. Silva², Emanuel C. Simas Barboza², Brenno L. Nascimento², Sandro Griza²

1 - Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe (UFS), São Cristóvão, SE. Avenida Marechal Rondon, Rosa Elze, São Cristóvão, CEP 49100-000, SE.

ihanaufs@gmail.com

2 - Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe (UFS), São Cristóvão, SE.

RESUMO

Os aços inoxidáveis super duplex são ligas de fase dupla contendo ferrita e austenita o mais próximo possível da fração de volume de 50/50% à temperatura ambiente. Além da composição química, o tratamento de envelhecimento é outro fator importante que influencia a dureza e a microestrutura dos aços inoxidáveis super duplex. Em uma dada composição química, a variação da temperatura de envelhecimento pode alterar a proporção da fase ferrita e austenita e ajustar a redistribuição dos elementos de liga nas duas fases, acarretando na variação de propriedades mecânicas de cada fase. Por outro lado, a temperatura e a duração inadequada do tratamento térmico podem resultar em fases secundárias deletérias, que deterioram a tenacidade e a resistência à corrosão do aço. O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de tratamentos isotérmicos nas propriedades mecânicas e microestrutura de aço inoxidável super duplex UNS S32750. Para isso, foram realizados tratamento de envelhecimento isotérmico a 500 °C por 2 h, 4 h e 8 h (curto período) e 24 h, 48 h e 100 h (longo período). Os resultados obtidos mostram que as amostras submetidas ao tratamento térmico tiveram um aumento gradativo em seus valores de microdureza a medida em que se aumentou o tempo de tratamento. As análises metalográficas das amostras indicaram presença de ferrita e austenita. Notou-se também que nas amostras envelhecidas em diferentes condições de tempo não se constataram alterações microestruturais perceptíveis em microscopia ótica.

Palavras-chave: Aço inoxidável super duplex; envelhecimento, microestrutura, Microdureza.

INTRODUÇÃO

A demanda mundial por petróleo e gás natural tem apresentado um crescimento irrefreável desde meados do século XX. Anexo a essa demanda está a dependência do mercado por combustíveis fósseis, com representação de cerca de 80% da matriz energética ⁽¹⁾. Portanto, ainda se faz vital para o suprimento de petróleo e gás, a manutenção da estabilidade do fornecimento de combustíveis fósseis. O esgotamento de reservas conhecidas de fácil produção (como em terra firme e águas rasas) motiva a prospecção em meios progressivamente desafiadores, tendo como principal exemplo a produção de gás ao largo da costa (*offshore*) em águas ultraprofundas. Como obstáculos relevantes pode-se destacar pressão, esforços mecânicos e corrosão, exigindo um aperfeiçoamento constante do projeto do sistema de produção para correto funcionamento e incremento da durabilidade de seus elementos ⁽²⁾.

As linhas de produção, injeção e auxiliares em águas ultraprofundas certamente envolvem linhas de grande longitude e, dentre todos os componentes de um sistema de produção de águas profundas, pode-se destacar a severidade de falhas relacionadas às linhas de conexão entre o solo oceânico (cabeças de poço) e a superfície. Tal ligação é realizada por dutos de condução de fluidos denominados *risers* e *flow lines*, e pelo conjunto de cabos elétricos, de fibra ótica e tubos de aço (foco desse estudo) ou termoplásticos, responsáveis pela energização e comunicação remota dos elementos em solo oceânico, denominados de umbilicais.

As principais funções dos cabos umbilicais estão na realização do controle da produção, monitoramento dos equipamentos submarinos e na injeção de produtos químicos. De modo geral, para que essas funções possam ser realizadas, os cabos umbilicais são constituídos por vários componentes em seu interior, como mangueiras hidráulicas, tubos metálicos, cabos elétricos, entre outros; cada um com uma função específica, dispostos em diversas configurações conforme os requisitos operacionais ao qual serão submetidos. Todavia, a utilização de cabos umbilicais com estruturas consideradas convencionais, que utilizam mangueiras termoplásticas, tem perdido espaço frente às estruturas com tubos de aço.

Os materiais comumente utilizados na fabricação desses tubos são aqueles com maiores teores de elementos de liga, intitulados de aços inoxidáveis super duplex (AISD). Além disso, os AISD encontram aplicação em outros diversos componentes que constituem o sistema de produção de gás, tais como corpos de bombas, válvulas, *manifolds*, entre outros. Para SOEROWIDJOJO e SVEDBERG ⁽³⁾, uma das principais ligas utilizadas na construção de tubos de aço para umbilicais é a da família dos AISD, o UNS S32750. Por isso é fundamental que se tenham disponíveis informações metalúrgicas do aço inoxidável UNS 32750 para a sua fabricação e utilização em campo, para garantir durabilidade e integridade física aos equipamentos durante seu uso.

AISD são ligas de fase dupla contendo ferrita e austenita o mais próximo possível da fração de volume de 50/50% à temperatura ambiente. A coexistência de ambas as fases promove alta resistência mecânica. Além da composição química, o tratamento de envelhecimento é outro fator importante que influencia a dureza dos aços inoxidáveis duplex. Em uma dada composição química, a variação da temperatura de envelhecimento pode alterar a proporção da fase ferrita e austenita e ajustar a redistribuição dos elementos de liga nas duas fases, acarretando na variação na dureza de cada fase. Por outro lado, a temperatura e a duração inadequada do tratamento térmico podem resultar em fases secundárias deletérias. Esses precipitados secundários fragilizam o material ⁽⁴⁾.

A operação de cabos umbilicais é de vital importância para esses sistemas submarinos, uma vez que sua falha pode resultar em perda parcial ou total da produção, com graves consequências econômicas. Portanto, a confiabilidade dos umbilicais deve ser mantida ao mais alto nível para garantir o desempenho seguro e contínuo de suas tarefas. Em vista disso, a motivação para esse estudo deve-se à análise em tubos de AISD UNS S32750 usados em umbilicais e o estudo dos efeitos do tratamento de envelhecimento isotérmico a 500 °C por 2 h, 4 h e 8 h (curto período) e 24 h, 48 h e 100 h (longo período), a fim de avaliar o comportamento da microdureza e microestrutura.

MATERIAIS E MÉTODOS

O estudo consiste em caracterização, tratamento térmico, microdureza e metalografia em tubos super duplex de umbilicais. Nessa pesquisa foi utilizado o AISD USN 32750, conhecido comercialmente como SAF 2507. Esse material foi recebido na forma de tubo com diâmetro

externo 31,4 mm e 3 mm de espessura. A partir dos tubos foram confeccionados corpo de prova (CP) com 15 mm de comprimento e 30 mm de largura. Foi realizada a espectrometria de emissão ótica como técnica analítica para determinação da composição elementar do aço que compõe as amostras. Utilizou-se espectrômetro de emissão ótica Oxford Foundry Master estacionário para obtenção da análise química do material cuja constituição foi comparada a sua especificação.

As amostras foram divididas em 7 grupos: um grupo de amostra recebida e os outros grupos referentes ao tempo de envelhecimento isotérmico de 500 °C por 2h, 4h, 8h (curto período) e 24h, 48h, 100h (longa duração); todas as amostras submetidas ao envelhecimento foram resfriadas em água. Os tratamentos térmicos foram realizados em forno tipo mufla.

Caracterização microestrutural

A análise metalográfica por microscopia ótica foi utilizada para examinar o arranjo dos grãos dos tubos AISD recebidos e após passar pelo processo de tratamento térmico (envelhecimento isotérmico).

A preparação das amostras para o ensaio micrográfico envolveu o lixamento com granulometrias progressivamente menores, partindo da #80 até #1200 em uma politriz/lixadeira semiautomática, com posterior polimento por processo mecânico – também em politriz/lixadeira, com utilização de pasta de diamante 1 µm como agente polidor. Após o polimento, as amostras foram atacadas com solução reveladora oriunda da mistura de ácido clorídrico (HCl) e ácido nítrico (HNO₃) concentrado numa proporção de 3:1 (água régia) e submetidas a análise de microestrutura em microscópio ótico para revelar as fases ferrita e austenita e caracterizar possíveis mudanças microestruturais no material.

Microdureza

Após a metalografia foi usado o equipamento Future Tech FM 800 para medir a microdureza Vickers dos aços super duplex em estudo. Foi medida a microdureza das fases fazendo-se 30 endentações para cada amostra, sendo 15 na ferrita e 15 na austenita. A carga utilizada foi de 0,025 Kgf durante 10 segundos. Também foi efetuada a microdureza geral da amostra, através de seis endentações aleatoriamente distribuídas para cada amostra, utilizando a carga de 1 kgf durante 10 segundos.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Análise química

A Tabela 1 apresenta o resultado da análise química por espectrometria de emissão ótica que foi realizada para determinação da composição elementar do AISD UNS32750.

Tabela-1 - Resultado da análise química do AISD UNS32750 (% em peso).

Aço (UNS)	Composição química (% peso)								
	Si	Mn	Mo	S	Cr	P	Ni	Cu	C
S32750	0,29	0,63	3,91	0,006	24,9	0,02	6,66	0,49	0,03

A Tabela 1 apresenta os teores, em percentual em peso, dos principais elementos de liga encontrados no aço estudado, que estão de acordo com a norma ASTM A 789⁽⁵⁾.

Metalografia

A caracterização microestrutural do AISD UNS32750 foi realizada para verificar e comprovar a microestrutura bifásica dos aços super duplex que é composta por matriz de ferrita e ilhas de austenita. Como pode ser verificado nas Figuras 1 e 2, respectivamente, as microestruturas das amostras como recebidas (sem tratamento térmico) e tratadas a 500 °C (por 2, 4, 8, 24, 48 e 100 horas) apresentaram microestrutura bifásica composta por matriz ferrítica (fase escura) e ilhas dispersas de austenita (fase clara) em proporções equivalentes macroscopicamente.

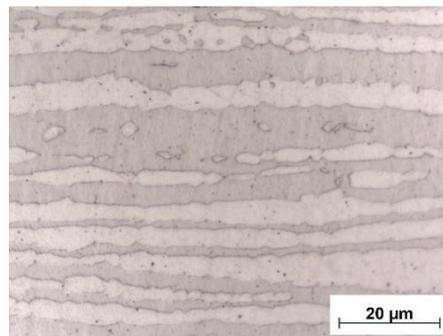


Figura 1. Metalografia da amostra como recebida

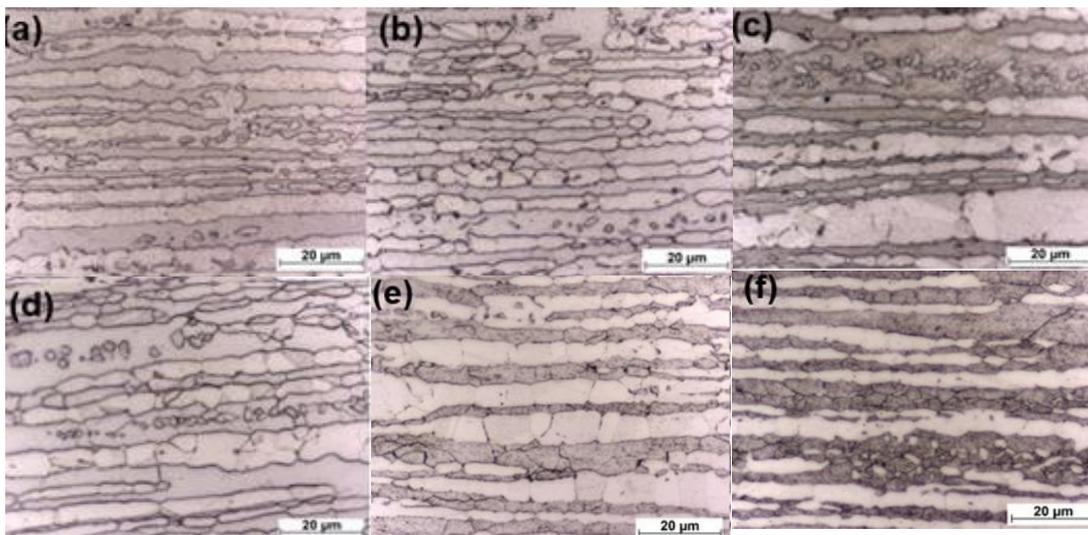


Figura 2. Microestrutura do AISD UNS32750 sob diferentes tempos de envelhecimento térmico a 500°C: (a) 2 h, (b) 4 h, (c) 8 h, (d) 24 h, (e) 48 h, (f) 100 h.

As imagens revelam fases alongadas na direção da laminação durante a fase de fabricação dos tubos. Deve-se mencionar que a análise de microscopia ótica (MO) não revelou alterações microestruturais significativas nas amostras envelhecidas em diferentes tempos, porque a fase α' é muito pequena, da ordem de 20 a 200 Å, e possui pouco contraste em microscopia, porque possui similaridade estrutural com a matriz ferrítica, tornando-a indetectável neste tipo de análise. Esses resultados são consistentes com a literatura que relata que as alterações microestruturais em AISD submetidas a tratamentos térmicos por períodos de aquecimento em baixas temperaturas ocorrem na escala nanométrica e não são visíveis por MO e/ou microscopia eletrônica de varredura (MEV), exigindo o uso de técnicas de maior resolução, como a microscopia eletrônica de transmissão (MET) ou mesmo tomografia com sonda

atômica. ^(6,7,8)

Teste de microdureza

Os valores de microdureza do AISD UNS S32750 avaliado no estado de entrega e após tratamento isotérmico em função do tempo de exposição também podem ser observados na Figura 3.

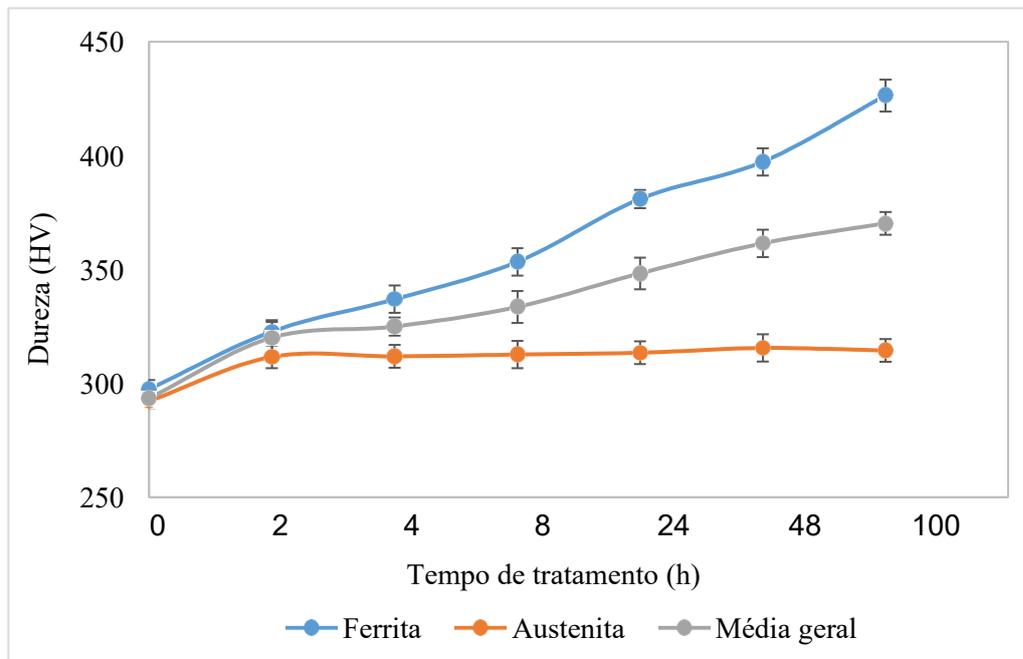


Figura 3. Comportamento da dureza na amostra e nas fases ferrita e austenita das amostras envelhecidas a 500°C como função do tempo de tratamento isotérmico.

As medições de microdureza foram realizadas nas fases de ferrita e austenita antes e após o envelhecimento. Pode ser observado que a microdureza do aço aumentou com o tempo de envelhecimento. Isso pode indicar um processo evolutivo na precipitação de fase α' . Esses resultados e tendências de dureza estão de acordo com os apresentados Schwarm *et al* ⁽⁹⁾, Varga *et al* ⁽¹⁰⁾ e Marcêdo *et al* ⁽¹¹⁾ para o aço UNS S32750. O endurecimento da liga é resultante da decomposição espínodal da ferrita em uma fase rica em Fe (α) e outra rica em Cr (α').

O resultado indica que o envelhecimento térmico tem maior impacto na fase ferrita do que na fase austenita; o aumento da dureza da ferrita é o principal contribuinte para o SAF 2507. Esses resultados e tendências de dureza estão de acordo com os apresentados por Vargas *et al* ⁽¹⁰⁾ para UNS S32750. Sabe-se que o aumento da microdureza da ferrita está relacionado ao enriquecimento local de Cr causado pela decomposição espínodal da ferrita em uma fase rica em Fe (α) e outra rica em Cr (α') ^(12,13).

Na condição de recebido as durezas de ambas as fases estão na mesma faixa, ou seja, 297–292 HV. A microdureza da austenita aumentou no tempo de tratamento de 2 h. Entretanto, a partir de então, as porcentagens de aumento da austenita indicam que a microdureza da fase não muda com o envelhecimento em maiores tempos. Isso demonstra que apenas pelo aumento do tempo de envelhecimento, a fase ferrita é endurecida, enquanto a microdureza da fase austenita permanece a mesma. Portanto, a fragilização do envelhecimento em AISD está

associada principalmente ao endurecimento da ferrita.

CONCLUSÕES

Nesse estudo, o efeito do tratamento térmico de envelhecimento a 500 °C em diferentes tempos foi analisado através de ensaios de microdureza e micrografia com amostras retiradas de tubos de umbilical. A partir dos resultados encontrados, as seguintes conclusões podem ser estabelecidas:

A microscopia ótica mostrou que não revelou alterações significativas ao longo do tempo de exposição.

Pôde-se observar que com o aumento do tempo de envelhecimento, aumenta a microdureza do material. Esse aumento pode estar associado ao aumento da microdureza da fase ferrita em função da precipitação de α' .

Houve aumento gradativo na microdureza geral da amostra e mais notável na fase ferrita, enquanto na fase austenita se manteve inalterada a microdureza após o envelhecimento de 2 h.

REFERÊNCIAS

1. EL-SHERIK, A. M., Trends in Oil and Gas Corrosion Research and Technologies: Production and Transmission. Cambridge, Elsevier Ltd., 2017.
2. BAI, Y.; BAI, Q., Subsea Engineering Handbook. Oxford, Elsevier, 2012.
3. SOEROWIDJOJO, K. W., SVEDBERG, D., “Fatigue Evaluation of Super Duplex Stainless Steel after 17 Years of Service in a Dynamic Umbilical in the Åsgard Oil and Gas Field” , *In: Offshore Technology Conference*, Kuala Lumpur, March, 2018.
4. PEREIRA, V., SABARÁ, E. W. F.; CALDEIRA, L.; et al., “Avaliação Eletroquímica da Resistência à Corrosão por Pites em Aços Inoxidáveis Duplex e Super Duplex em Soluções Simuladoras de Água do Mar”, *Revista Virtual Química*, v. 9, n. 6, pp. 2442-2463, 2017.
5. American Society for Testing And Materials. ASTM A 789/A 789M – 1a. Standard Specification for Seamless and Welded Ferritic/Austenitic Stainless Steel Tubing for General Service. November, 2001.
6. GARFINKEL, D, A., POPLAWSKY, J.D., GUO, W., et al, Phase separation in lean grade duplex stainless steel 2101, *The Journal of the Minerals & Materials Society* v.67, pp.2216–2222, 2015.
7. PAREIGE, C., EMO, J., SAILLET, S., et al., Kinetics of G-phase precipitation and spinodal decomposition in very long aged ferrite of a Mofree duplex stainless steel, *Journal of Nuclear Materials*, v. 465, pp.383–389, 2015.
8. TUCKER, J.D., MILLER, M.K., YOUNG, G.A., Assessment of thermal embrittlement in duplex stainless steels 2003 and 2205 for nuclear power applications, *Acta Materialia* v.87, pp.15–24, 2015.
9. SCHWARM, S.C, MBURU, S., KOLLI, R.P., et al., Effects of long-term thermal aging on bulk and local mechanical behavior of ferritic-austenitic duplex stainless steels, *Materials Science and Engineering: A*, v. 720, pp.130-139, 2021.
10. VARGAS, G.G., RUIZ, A., MORELOS, V.H., et al, Evaluation of 475°C embrittlement in UNS S32750 super duplex stainless steel using four-point electric conductivity measurements, *Nuclear Engineering and Technology*, v.53, pp. 2982-2989, 2021.
11. MACÊDO, M. C. S., TAVARES, S. S. M., MONFARDINI, W. A., et. al., “Influência do envelhecimento a 475°C por curtos períodos de tempos nas propriedades mecânicas e de corrosão do aço UNS S32750. In: ABRACO/INTERCORR, Ceará, maio, 2014.
12. NYS,T e GIELEN,P,M. Spinodal Decomposition in the Fe-Cr System. Lovaina : s.n., 1971
13. FONTES, T.F, MAGNABOSCO, R., TERADA, M., et al., Corrosion Versus Mechanical Tests

for Indirect Detection of Alpha Prime Phase in UNS S32520 Super Duplex Stainless Steel.
Corrosion science section, v.67, pp. 045004-1 -045004-7, 2011.

EFFECT OF ISOTHERMAL TREATMENT AT 500°C AS A FUNCTION OF EXPOSURE TIME IN SUPER DUPLEX STEEL UNS S32750

ABSTRACT

Super duplex stainless steels are dual-phase alloys containing ferrite and austenite as closer as possible to the 50/50% volume fraction at room temperature. In addition to chemical composition, aging heat treatment is another important factor that influences the hardness and microstructure of super duplex stainless steels. In a given chemical composition, the variation of the aging temperature can change the proportion of the ferrite and austenite phase and adjust the redistribution of the alloying elements in the two phases, resulting in the variation of the mechanical properties of each phase. On the other hand, inadequate temperature and duration of the heat treatment can result in deleterious secondary phases, which deteriorate the toughness and corrosion resistance of the steel. The aim of this study was to evaluate the effect of isothermal heat treatments on the mechanical properties and microstructure of super duplex stainless steel UNS S32750. Therefore, the isothermal aging treatment was carried out at 500°C for 2 h, 4 h and 8 h (short period) and 24 h, 48 h and 100 h (long period). The results obtained denotes that the samples had gradual increase in microhardness as the heat treatment time increased. The metallographic analyses indicated the presence of ferrite and austenite. It was also noticed that no structural alterations were observed in the samples aged in different times.

Keywords: *Super duplex stainless steel; aging, microstructure, Microhardness.*