

Caracterização microestrutural de uma liga do tipo austeno – ferrítica utilizada na produção de tubos conformados

Microstructural characterization of a league austenitic type - ferritic used in production of tubes conformed

¹ Amanda Thais Loureiro

¹ André Luis de Brito Batista

¹ Claudine Guimarães Leite Cardoso

¹ Douglas Correa

² Claudinei dos Santos

³ Ricardo de Freitas Cabral

Artigo
Original

Original
Paper

Palavras-chave

Corrosão

Inox

Metalografia

Duplex

Tubo

Resumo

Os aços inoxidáveis duplex possuem, em temperatura ambiente, estrutura bifásica ferrítico-austenítica, conferindo à liga maior resistência à corrosão e oxidação com apreciável tenacidade. Nesta pesquisa, utilizou-se as técnicas metalúrgicas que garantissem a caracterização do material como recebido e também a análise do seu comportamento, quando submetida ao aquecimento a temperatura elevada (1.000°C) em diferentes tempos. Foram realizadas análises por Microscopia Eletrônica de varredura (MEV) e Difração de Raios X (DRX). Os resultados confirmam o adensamento da espessura da camada oxidada com a elevação do tempo de exposição à alta temperatura.

Abstract

The duplex stainless steels possess at room temperature ferritic-austenitic two-phase structure giving the alloy higher corrosion resistance and oxidation with significant toughness. In this research, we used the metallurgical techniques that guarantee the characterization of the material as received and also the analysis of their behavior when subjected to heating at high temperature (1000 °C) at different times. Analyses were performed by scanning electron microscopy (SEM) and X-ray Diffraction (XRD). The results confirm the thickening the thickness of the oxide layer with increasing time of exposure to high temperature.

Key-words

Corrosion

Stainless

Metallography

Duplex

Tube.

1. Introdução

Com o objetivo de atender as novas demandas do mercado, cada vez mais exigente, a indústria metalúrgica vem crescendo em tecnologia e inovação. Prova disso são as inúmeras especificações de ligas com características e aplicações diversas. O aço inox duplex surgiu justamente da necessidade de se agrupar as qualidades de uma estrutura ferrítica e da estrutura austenítica e suas aplicações incluem a indústria química, têxtil, petroquímica e nuclear, dentre outras. ^[1, 2]

Os aços inoxidáveis duplex referem-se a uma categoria de novos materiais que oferecem superior resistência mecânica aliada à elevada resistência à corrosão, quando comparado aos convencionais aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos. Sendo assim, os aços duplex são possíveis substitutos dos aços inoxidáveis em aplicação nas áreas: petroquímica, químicas, exploração de águas subterrâneas, papel e celulose e nuclear, dentre outras. Dentre suas aplicações, podem ser citadas: as tubulações de trocadores de calor, tanques para produtos químicos, vasos

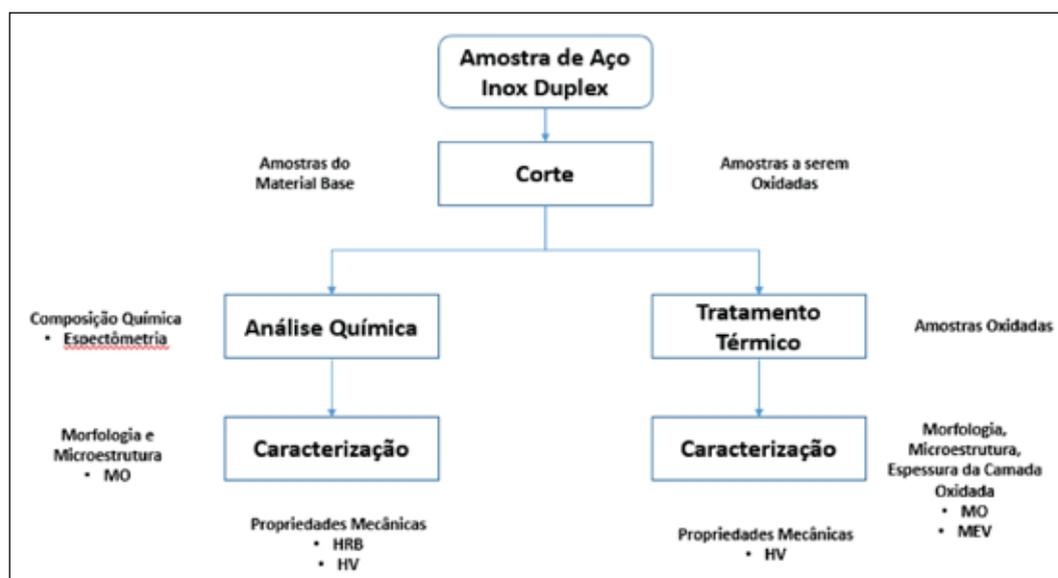
de reatores químicos, sistemas de manuseio de ácidos acético e fosfórico, aquecedores de água domésticos, sistemas de combate a incêndio, separadores de água e gás, equipamentos para evaporação de sal, plantas de dessalinização, peças fundidas, implantes cirúrgicos. ^[3]

O presente trabalho aborda o comportamento do aço inox duplex no estado laminado e quando submetido a condições de oxidação forçada por meio da exposição à temperatura elevada por tempos determinados, a espessura da camada oxidada, a variação da morfologia das fases e, conseqüentemente, sua influência no comportamento mecânico do material.

2. Materiais e Métodos

Os procedimentos utilizados na geração das informações para definição das propriedades mecânicas e morfologia do aço inox duplex são descritos pelo fluxograma da Figura 1, apontando-se, de forma sucinta, as etapas envolvidas no trabalho para que os objetivos propostos fossem atendidos.

Figura 1 - Fluxograma da metodologia aplicada neste trabalho.



As amostras foram analisadas segundo as normas ASTM E 7 e preparadas, atacadas e fotografadas, conforme as normas ASTM E3, E407, E883, sendo caracterizadas segundo a ASTM E 1181 e ASTM E 562. A microdureza foi determinada segundo a norma ASTM E 384. As amostras foram lixadas com lixas de grana 220, 320, 400, 600, 1000, 1500 e polidas

em solução de alumina 1 e 0,5 microns. Na revelação da microestrutura, o reagente utilizado foi o Behara Modificado (20ml de HCl + 100ml de água destilada + 0,3g de metabissulfato de potássio), permitindo o contraste óptico entre os constituintes. ^[4, 5, 6] O processo utilizado foi por esfrega, em que a superfície polida foi friccionada com algodão saturado do rea-

gente por 12 horas, lavada em água corrente e álcool e seca ao ar quente.

Para a análise da microestrutura, visando à determinação dos constituintes, foi utilizado o microscópio óptico Opton, onde pode-se visualizar a proporção e distribuição das fases ferrita e austenita. Para quantificar as fases presentes e alinhar as características metalográficas com as propriedades mecânicas, a determinação da fração volumétrica na microestrutura foi realizada pelo emprego de uma rede sobrepondo-se a imagem da foto e, desse modo, contando-se o número de pontos coincidentes entre a fase e a rede. [7,8]

Com o objetivo de gerar a camada oxidada para avaliação da espessura e caracterização de sua morfologia, foi aplicado o processo de tratamento térmico de oxidação em 5 amostras, que foram aquecidas até a temperatura de encharque de 1000 °C em atmosfera natural do forno, sendo retiradas para resfriamento ao ar, a partir dos tempos de encharque: 1, 6, 12, 24 e 48h.

Para a apreciação da camada oxidada, as amostras foram analisadas em um MEV HITACHI, modelo TM3000, do UniFOA, operando a 15 kV.

A composição química foi determinada por meio de um espectômetro Thermo Scientific ARL™ 3460 por emissão óptica, na empresa Votorantim Siderurgia, em Barra Mansa.

Foi medida a dureza HRB com o uso do durômetro PANTEC RASN, carga de 150kg e penetrador de esfera de aço temperado.

O ensaio de microdureza Vickers (HV) foi realizado no durômetro TIME, modelo DHV 1000 e aplicada a carga de 100g por 15 segundos.

3. Resultados e Discussão

A macrodureza do material base foi determinada em $92,8 \pm 2,2$ HRB (Tabela 1) (entre 190 a 195 Brinell) e, de posse desses valores, confirma-se a identificação do aço como 2304 (UNS S32304). Isso é possível com os valores de fabricação conformes [8], ou seja, HV_{10} de 180-230, HB de 180-230 e HRC de 20.

Tabela 1 - Representação da Dureza Rockwell (HRB)

| Medida | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---------------|----|----|----|----|----|
| VALORES (HRB) | 91 | 94 | 90 | 94 | 95 |

Na determinação da composição química ficou evidente a composição química característica do inox duplex X2 CrNiN 23 4,

conforme norma DIN, como pode ser visto na Tabela 2. A Figura 2 corrobora esses resultados com seus respectivos valores conformes.

Tabela 2 - Determinação da composição química do inox duplex

| C | Mn | Si | S | P | Cu | Ni | Cr |
|-------|-------|-------|-------|------|-------|-------|--------|
| 0,02 | 1,41 | 0,44 | 0,03 | 0,04 | 0,44 | 3,58 | 24,85 |
| Al | Nb | Sn | V | Mo | Ca | Ti | B |
| 0,028 | 0,017 | 0,005 | 0,069 | 0,18 | 0,003 | 0,001 | 0,0027 |

Figura 2 - Valores de fabricação conforme ¹⁸⁾

| C | Cr | Ni | Mo | N | Others |
|--|----|----|-----|-----|-----------|
| 0.020 | 23 | 4 | 0.2 | 0.1 | S = 0.001 |
| PREN = [Cr %] + 3.3 [Mo %] + 16 [N %] ≥ 24 | | | | | |

Standards

ASTM/ASME ...A240 - UNS S32304

EURONORM ...1.4362 - X2 Cr Ni
23.4

AFNOR.....Z3 CN 23.04 Az

DIN.....W. Nr 1.4362

O percentual de fase foi determinado, visto que as propriedades mecânicas são reflexos das fases encontradas no material. A micrografia do material como recebido exibe a direção da conformação mecânica sofrida em grãos alongados alternadamente em lamelas de ferrita (fase escura) e austenita (fase clara). Por meio da fração volumétrica, foi quantificado o percentual das fases descritas, sendo notório o balanceamento entre ferrita e austenita, como mostra a Figura 3 (a) e

(b). A Figura 4 (a) e (b) mostra a avaliação do material após o ensaio de oxidação, por 1, 6, 12, 24 e 48h. Para análise da espessura da camada oxidada, os dados foram tratados estatisticamente, demonstrando a tendência central e distribuições por meio do software Minitab 17, exibindo 95% dos intervalos de confiança. Dessa forma, os resultados podem ser verificados para cada amostra pela Figura 5 (a), (b) e (c).

Figura 3 - Análise da proporção de fases de austenita e ferrita:
(a) tempo de encharque e (b) tempo de oxidação

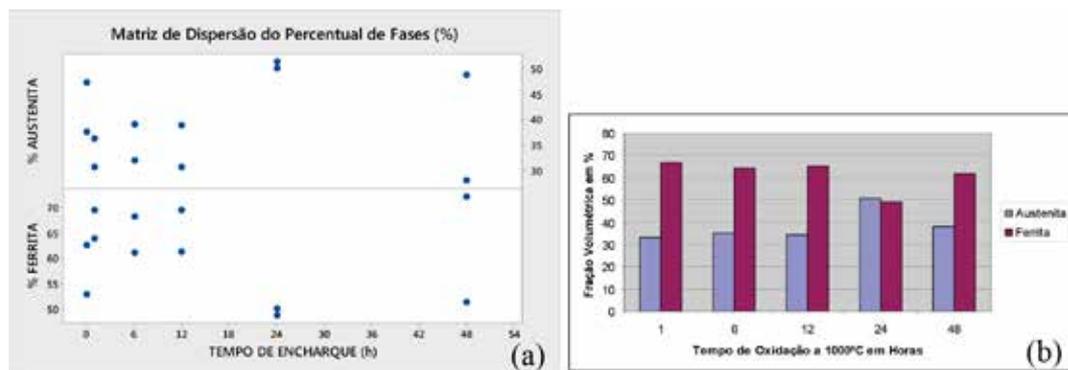


Figura 4 - Metalografia do material após oxidação, sob aumento de 400 X, de 1, 6, 12, 24 e 48h

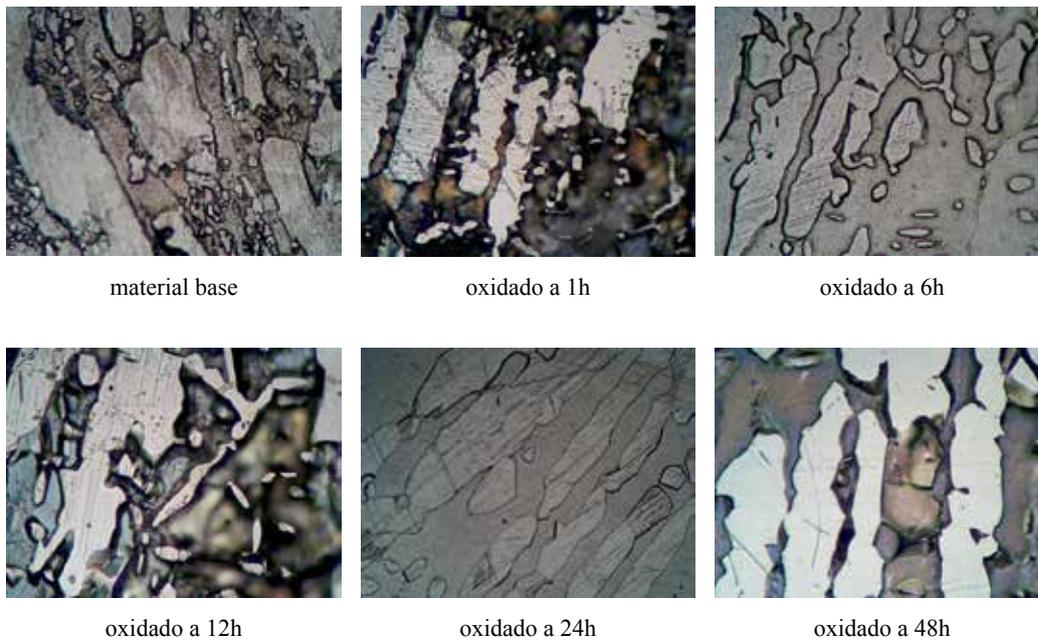
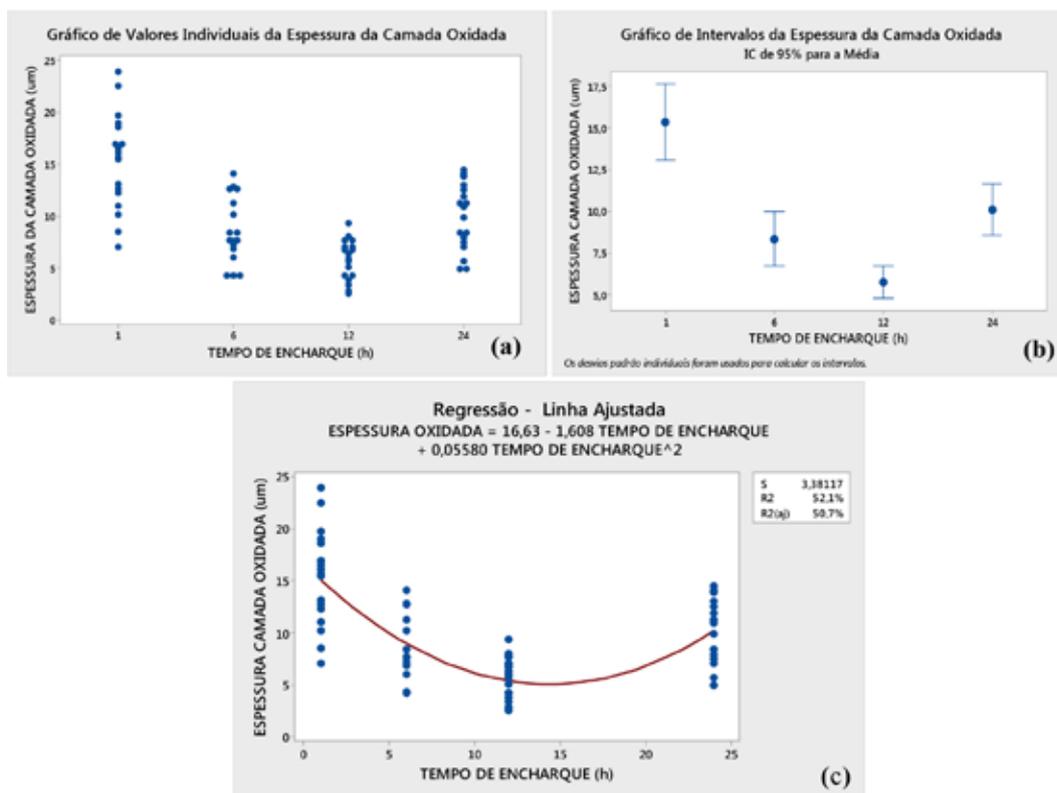


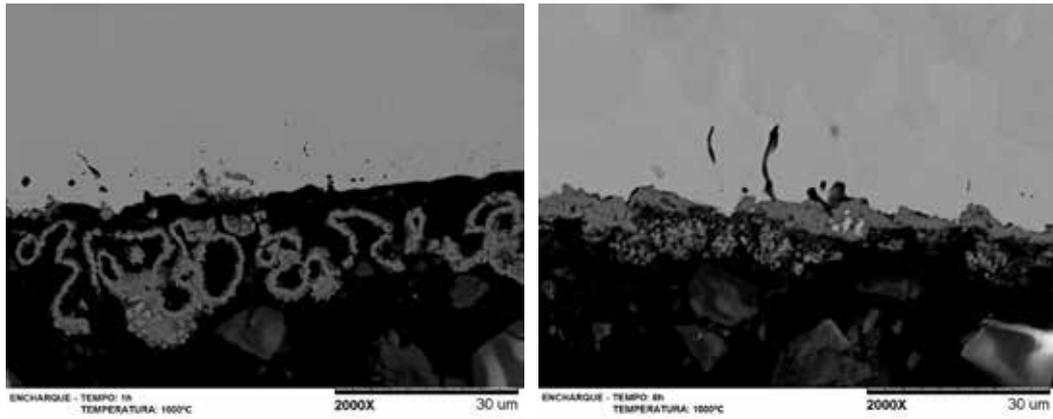
Figura 5 - Avaliação das espessuras das camadas oxidadas:
(a) Valores individuais, (b) intervalos e (c) Regressão – Linha ajustada



A Camada oxidada se apresenta grosseira e porosa para o tempo de 1 hora de encharque e vai se tornando cada vez mais densa com o passar do tempo no tratamento de oxidação.

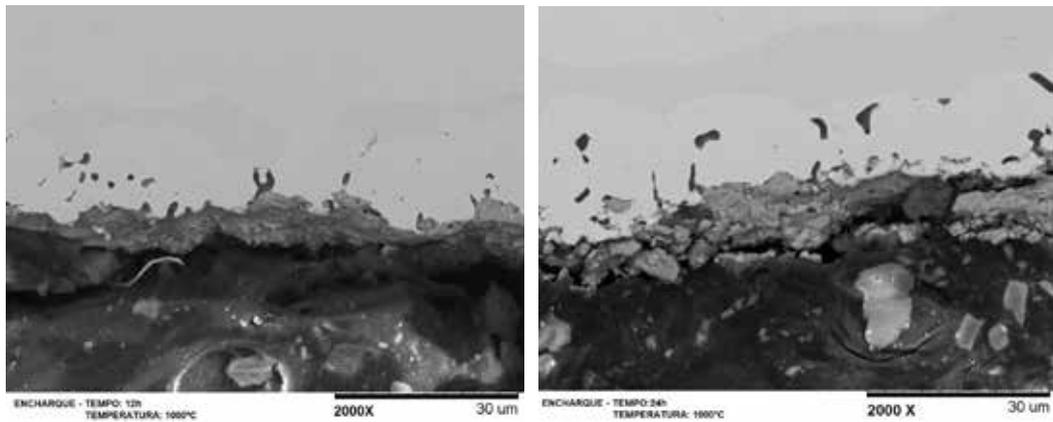
Esse fato pode ser observado com as imagens de MEV, como mostram a Figura 6 (a), (b), (c) e (d) e a Figura 7.

Figura 6 - Microscopia ótica das camadas oxidadas: (a) 1h, (b) 6h, (c) 12h e (d) 24h



Camada Oxidada a 1h

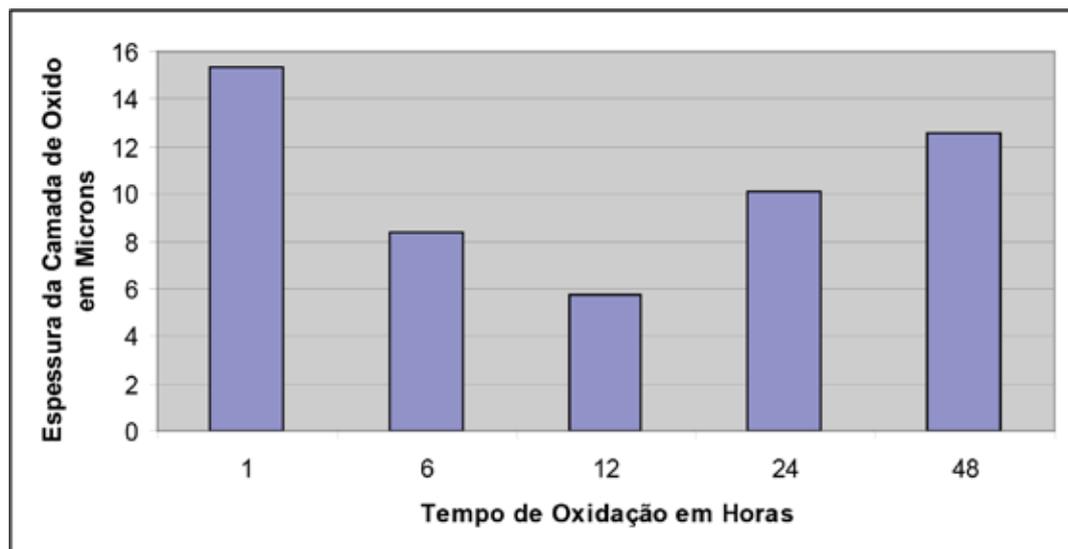
Camada Oxidada a 6h



Camada Oxidada a 12h

Camada Oxidada a 24h

FIG. 7 Espessura da Camada Oxidada por amostra, nos tempos (h) de oxidação

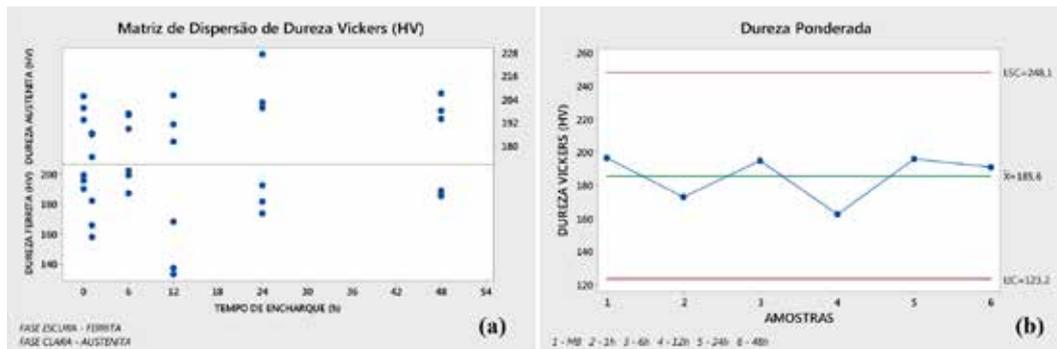


A microdureza Vickers foi verificada nas fases presentes ferrita e austenita e determinada a dureza ponderada pelo percentual de fases existente no material. Para modelar o relacionamento entre a dureza como variável resposta aos tempos de encharque do tratamento de oxidação considerados variáveis contínuas, foram estimadas as curvas de regressão, por

meio do software Minitab 17. Como já era de se esperar, os valores de dureza da fase austenita foram superiores aos da ferrita.

Para comparação com as amostras oxidadas, foi determinada a dureza Vickers dos constituintes do material base, sendo apresentada na Figura 8 (a) e (b).

Figura 8 - Avaliação dos resultados da Microdureza: (a) Por dispersão e (b) ponderada



4. Conclusões

O aço inox duplex X2 CrNiN 23 4 de material base laminado apresentou grãos de ferrita e austenita alongados nos percentuais de fase 58% e 42%, respectivamente.

Com a aplicação do tratamento de oxidação pode-se verificar o adensamento da camada oxidada com o acréscimo do tempo de en-

charque e, posteriormente, crescimento desta para tempos superiores a 48 horas, apresentando uma moderada correlação entre a espessura da camada oxidada e tempo de encharque.

As propriedades mecânicas foram sutilmente influenciadas pelo tratamento térmico, havendo pequena variação de dureza Vickers ascendente para a austenita e decrescente para ferrita.

Referências

- [1] BAPTÍSTA, A. L. B. e GONÇALVES, I. S. **A logística como ferramenta estratégica e de vantagem competitiva para fabricação de produtos ecologicamente corretos e sustentáveis “verdes” : o caso da produção de tubos de aço empregados na indústria de óleo e gás.** Trabalho de Conclusão de Curso de Pós Graduação Lato Sensu. MBA com ênfase em Logística Empresarial, como requisito parcial da obtenção do título de especialista. Volta Redonda, 2013.
- [2] BAPTÍSTA, A. L. B.; NASCIMENTO, A. M.; ROLIM, E.; NASCIMENTO, I. A.; BAPTISTA, L. A. C.; DAER, S. B. R.. **Tubos e Conexões de Aço Duplex na Indústria de Óleo e Gás.** Tubo e Cia, Ano VI, n° 34, Out./Nov, 2010. P. 48 a 55.
- [3] BAPTÍSTA, A. L. B. - **O desenvolvimento de produto fundido como fator estratégico para a criação de vantagem competitiva na indústria de petróleo e gás: estudo de caso dos tubos centrifugados de aço inoxidável duplex.** Projeto de pesquisa apresentado à Disciplina Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação em Administração com Especialização em Ciência e Tecnologia / Pesquisa e Desenvolvimento. Volta Redonda, 2010.
- [4] NASCIMENTO, I. A.; NASCIMENTO, A. M.; BAPTISTA, A. L. B.; BAPTISTA, L. A. C.; SILVEIRA, R. M. S. **Histórico do desenvolvimento e revisão das características de aço inox duplex utilizado em tubos centrifugados para canalizações:** Contribuição Técnica ao 68º Congresso Anual da ABM , Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.
- [5] NASCIMENTO, I. A.; NASCIMENTO, A. M.; BAPTÍSTA, A. L. B.; BAPTISTA, L. A. C. **Tubos centrifugados para industria petroquímica:** Tubo e Cia. Ano VI, n° 32, Jul./Ago., 2010, P. 50 a 57.
- [6] BAPTÍSTA, A. L. B. e NASCIMENTO, I. A. **A metalografia colorida de aços como um instrumento de controle da qualidade.** Metrologia e Instrumentação. Out. 2009, P. 100 a 108 Disponível em: <www.banasqualidade.com.br>
- [7] BAPTÍSTA, A. L. B. e NASCIMENTO, I. A. **A metalografia quantitativa automática de aços.** Metrologia e Instrumentação, Nov. 2009, P. 98 a 105. Disponível em: <www.banasqualidade.com.br>
- [8] SANDMEYER STEEL COMPANY. **Making Stainless Steel and Nickel Alloy Plate Products.** Disponível em: <<http://www.SandmeyerSteel.com>>.

Caracterização morfológica e mecânica do compósito de PP reforçado com fibras de bagaço de cana

Morphological characterization and mechanical PP composite reinforced with cane marc fiber

¹ Wagner Martins Florentino

¹ Bruno José Silva de Jesus

¹ Gabriella da Silva Lopes

¹ Jean de Lima Oliveira

¹ Laert dos Santos Andrade

¹ Amanda Torres Brandão

¹ Ezequiel de Andrade Silva

² Daniella Regina Mulinari

² Claudinei dos Santos

³ Ricardo de Freitas Cabral

Palavras-chave

Fibras
lignocelulósicas

Propriedades
mecânicas

PP

Resumo

A adição de fibras lignocelulósicas do bagaço da cana-de-açúcar, quando inserida na matriz de polipropileno (PP), revela uma melhoria nas propriedades mecânicas, ao serem comparadas com a matriz pura, e uma possível redução nos custos do produto final, sugerindo uma aplicação industrial. Na busca por inovações tecnológicas, este trabalho apresenta um estudo sobre o desenvolvimento de um compósito de PP reforçado com fibra de celulose do bagaço da cana-de-açúcar, devido ao baixo custo, tanto da fibra quanto da matriz adotada, e de suas excelentes propriedades mecânicas. No presente trabalho, será avaliada a caracterização da fratura no compósito, pelas técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e dureza Shore D. O valor da dureza Shore D para os compósitos de PP com 5% e 10% de fibra foram da ordem de 60.

Abstract

The addition of lignocellulosic fibers of bagasse from sugar cane when placed in the polypropylene matrix (PP) showed an improvement in mechanical properties compared with the pure matrix, and a possible reduction in cost of the final product suggesting an industrial application. In the search for technological innovation, this paper presents a study on the development of a PP composite reinforced with cellulose fiber bagasse from sugar cane, due to the low cost of both the fiber as the adopted mother, and its excellent mechanical properties. In this study, we will evaluate the characterization of fracture in the composite, by electron microscopy technique (SEM) and Shore hardness D. The value of the Shore D hardness for PP composites with 5 and 10% of the fiber were 60 order.

Key-words

Lignocellulosic fibers

Mechanical properties

PP

Artigo
Original

Original
Paper

1. Introdução

Diversas pesquisas e inovações vêm sendo desenvolvidas com materiais compósitos reforçados com fibras *in natura*. Esse fato pode ser explicado devido à crescente preocupação com o meio ambiente (EL-SABBAGH, 2014).

A utilização de fibras lignocelulósicas, em especial a fibra de bagaço da cana-de-açúcar, é uma alternativa para a substituição das fibras sintéticas, pois há redução da massa específica do compósito e, conseqüentemente, redução dos custos, bem como os aspectos ligados à recuperação das matérias-primas e ao reaproveitamento dos materiais descartados no final do ciclo de vida do produto (MULINARI, 2009). O reforço pode ser aplicado em polímeros termoplásticos e termorrígidos, devido às diversas vantagens que as fibras oferecem quando comparadas as fibras sintéticas, como baixo custo, baixa densidade, biodegradabilidade, baixa abrasividade e não toxicidade (DAÍ, 2014).

A grande dificuldade para preparar esse compósito está na interação entre a fibra e a matriz, pois a fibra é hidrofílica e a matriz hidrofóbica. No entanto, para se obter melhor interação entre os materiais, foi adotado para este trabalho um agente compatibilizante (MULINARI, 2010).

2. Materiais e Métodos

Para a confecção do compósito foram utilizadas fibras provenientes do bagaço de

cana-de-açúcar e polietileno de baixa densidade (PEBD). A fibra do bagaço de cana-de-açúcar utilizada neste trabalho foi fornecida pelo CTBE, localizada em Campinas – SP. O procedimento realizado para o tratamento da fibra foi a imersão das fibras de bagaço de cana-de-açúcar em uma solução de H_2SO_4 1% m/v. Após esse tempo, as fibras foram lavadas exaustivamente com água destilada, até atingirem o pH da água destilada e seca em estufa a 80 °C. Posteriormente, as mesmas foram peneiradas em peneira de 10, 20 e 40 mesh.

O PP utilizado neste trabalho foi fornecido pela BRASKEN. É indicado para peças injetadas que possuem excelente resistência mecânica ao calor e alta resistência ao impacto.

2.1. Obtenção do compósito

Os compósitos de 95% PP e 5% fibra e, 90% PP e 10% de reforço foram obtidos em um homogeneizador. Inicialmente o reforço e a matriz foram secos em estufas a 50 °C, por 2h. Após mistura entre reforço e matriz no homogeneizador “*Dryser*”, o material foi moído em moinho granulador e novamente seco em estufa a 50 °C, por 2h.

Os compósitos moídos previamente secos foram injetados em molde contendo cavidades com dimensões específicas para ensaios mecânicos, utilizando-se uma injetora RAY RAM - modelo TSMP, do UniFOA.

Os compósitos analisados foram obtidos com proporções de fibras, como relacionados na Tabela 1.

Tabela 1 - Descrição dos compósitos de PP reforçados com diferentes proporções de fibras e do PP puro

| Amostra | Tipo de fibra reforçada | Quantidade de PP (% m/m) | Quantidade de reforço (% m/m) | Quantidade de PP-g-MAH |
|---------|-------------------------|--------------------------|-------------------------------|------------------------|
| PP | - | 100 | - | - |
| *CBT5% | Fibra tratada | 95 | 05 | - |
| CBT10% | Fibra tratada | 90 | 10 | - |

*CBT (compósitos reforçados com fibras tratadas)